

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
Инженерная школа новых производственных технологий
Российский фонд фундаментальных исследований

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ КОНСТРУКЦИОННОГО И МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Сборник трудов
Международной научно-технической
молодежной конференции

26–30 ноября 2018 г.

Томск 2018

УДК 620.22(063)

ББК 30.3л0

П27

Перспективные материалы конструкционного и медицинского назначения : сборник трудов Международной научно-технической молодежной конференции. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2018. – 375 с.
ISBN 978-5-4387-0841-4

В сборнике представлены доклады международной конференции «Перспективные материалы конструкционного и медицинского назначения».

В настоящее время возникает необходимость разработки и применения принципиально новых подходов к созданию перспективных конструкционных материалов, материалов медицинского назначения и новых производственных технологий. Решение разработки перспективных материалов возможно на пути глубокой интеграции фундаментальной науки и образования с широким привлечением научной молодежи от студентов до аспирантов.

Материалы сборника трудов представляют интерес как для студентов, так и для молодых ученых, занимающихся проблемами материаловедения.

УДК 620.22(063)

ББК 30.3л0

Редакционная коллегия

С.Н. Кульков, доктор физико-математических наук;
О.Ю. Ваулина, кандидат технических наук;
Б.С. Зенин, кандидат физико-математических наук;
И.Э. Васильева.

Редакционная коллегия предупреждает, что за содержание представленной информации ответственность несут авторы докладов

Мероприятие проводится при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, Грант РФФИ № 18-33-10029 мол_з

ISBN 978-5-4387-0841-4

© ФГАОУ ВО НИ ТПУ, 2018

ОГЛАВЛЕНИЕ

СЕКЦИЯ 1. ПРОБЛЕМЫ НАДЕЖНОСТИ МАТЕРИАЛОВ

NON-DESTRUCTIVE TESTING OF BARELY VISIBLE IMPACT DAMAGES OF CFRP Burkov M.V., Lyubutin P.S., Byakov A.V.....	18
BARELY VISIBLE IMPACT DAMAGE DETECTION USING LAMB WAVE TECHNIQUE Burkov M.V., Lyubutin P.S., Byakov A.V.....	20
THE TECHNOLOGICAL PIPELINES TECHNICAL CONDITION DYNAMIC IDENTIFICATION BASED ON THE TEMPORARY CHARACTERISTICS OF THE ELECTROMAGNETIC-ACOUSTIC SIGNAL ANALYSIS Bashirov M.G., Bashirov E.M., Khusnutdinova I.G.....	22
DYNAMIC IDENTIFICATION OF TECHNICAL CONDITION OF PROCESS PIPELINES BASED ON ANALYSIS OF TIME CHARACTERISTICS OF ELECTROMAGNETIC-ACOUSTIC SIGNAL Bashirov M. G., Bashirova E. M., Khusnutdinova I. G.....	24
RESEARCH OF MECHANISMS OF TARGET OVERHEATING AT INTENSE PULSED ION BEAM IRRADIATION Prima A., Ding L., Zhang Q., Zhang Z.C.....	26
СТРУКТУРА ИНВАРНЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ СПЕКАНИЕМ ПОРОШКОВ Абдульменова Е.В., Ваулина О.Ю., Кульков С.Н.....	28
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛА ЗМЕЕВИКА СЕКЦИИ РАДИАЦИИ ПЕЧИ ПИРОЛИЗА БЕНЗИНА Ахметова Ю.Р., Ткаченко А.Ю.....	30
ИЗУЧЕНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ МЕТОДИКИ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ СОСТОЯНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ Балаев В.Х., Бурков М.В.....	32
АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ СТРУКТУРЫ МИКРОПОВРЕЖДЕННОСТИ НА УСТАЛОСТНУЮ ПРОЧНОСТЬ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ФУНКЦИОНАЛЬНОГО МАТЕРИАЛА Батин С.Е., Бартоломей М.Л., Бояршинов Д.А., Гитман М.Б.....	34
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЯЗКОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО ТИТАНА VT1-0 ПО ДАННЫМ ИСПЫТАНИЙ МАЛОРАЗМЕРНЫХ ОБРАЗЦОВ С ШЕВРОННЫМ НАДРЕЗОМ Богданов А.А., Дерюгин Е.Е.....	36
ЗЕРНОГРАНИЧНОЕ СКОЛЬЖЕНИЕ И РОТАЦИОННЫЕ МЕХАНИЗМЫ ВНУТРИЗЕРЕННОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА РАЗЛИЧНЫХ СТАДИЯХ ПОЛЗУЧЕСТИ АЛЮМИНИЯ ВЫСОКОЙ ЧАСТОТЫ Борисюк Д.В., Панин В.Е.....	38
ОРГАНИЗАЦИЯ МНОГОУРОВНЕВОЙ ДИССИПАТИВНОЙ СТРУКТУРЫ В КЕРАМИКЕ ZrO ₂ Васильева Е.О., Буяков А.С., Мировой Ю.А., Буякова С.П.....	40

МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ [11]- МОНОКРИСТАЛЛОВ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА FeNiCoCrAl0.3 ПРИ ДЕФОРМАЦИИ РАСТЯЖЕНИЕМ Выродова А.В., Победенная З.В.....	42
РАЗРАБОТКА ИНГИБИТОРА КОРРОЗИИ НА ОСНОВЕ ТИОМОЧЕВИНЫ И НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ Головина Е.Ю.....	44
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ НАНОДИСПЕРСНЫХ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ КОМПЛЕКСНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МЕТАЛЛА СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ СТАЛИ 09Г2С Гордиевский Г.В., Гальченко Н.К., Самарцев В.П.....	46
ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ РАЗВИТИЯ НЕУПРУГОЙ И ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ КРУЧЕНИИ ОБРАЗЦОВ ДВОЙНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА Гусаренко А.А., Жапова Д.Ю.....	48
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ КРУПНО- И УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО ТИТАНА ВТ1-0 ПРИ СТАТИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ Еремин А.В., Панин С.В., Шаркеев Ю.П.....	49
ИССЛЕДОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКОЙ КАВИТАЦИИ И КАВИТАЦИОННОЙ ЭРОЗИИ МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ Ефименко К.А., Ганигин С.Ю., Кошкур Н.О.....	51
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ РОСТА УСТАЛОСТНОЙ ТРЕЩИНЫ ПРИ НЕОДНОРОДНОМ НАГРУЖЕНИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА КОРРЕЛЯЦИИ ЦИФРОВЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ Заречнев В., Еремин А.В.....	53
СОВРЕМЕННЫЕ СПОСОБЫ СНИЖЕНИЯ ЭНЕРГОЗАТРАТ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ХЛАДОСТОЙКОЙ СТАЛИ В ПЕЧИ ДСП-70 Захаров В.С., Казанцев А.В.....	55
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ И ЗАЩИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АРАМИДНЫХ ТКАНЕЙ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ В СВЧ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ ПОЛЕ Злобина И.В., Бекренев Н.В.....	57
ПОВЫШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ ТРУБНОЙ СТАЛИ ПРИ ВАРИАЦИИ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ Гордиенко А.И., Каширо П.О.....	59
ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО_ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ БОЛТОВОГО СОЕДИНЕНИЯ С ПОДКРЕПЛЕНИЕМ В ДЕТАЛЯХ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ Климов Е.А., Вашуков Ю.А.....	61
ПРИМЕНЕНИЕ СХЕМЫ КАБАРЕ В ЗАДАЧАХ УДАРНО-ВОЛНОВОГО НАГРУЖЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ Колотилов В.А.....	63
СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ НАНОВОЛОКОН ОКСИДА АЛЮМИНИЯ	

Леонов А.А., Пайгин В.Д., Толкачёв О.С., Алишин Т.Р.....	64
РАЗРУШЕНИЕ СВЕТОДИОДНЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР ПРИ ОБЛУЧЕНИИ СИЛЬНОТОЧНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ	
Ли Цзысюань, Сянь Цзыяо, Сысоева С.Г.	66
ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЁННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ РЕЗЦА ПРИ РЕЗАНИИ СТАЛИ	
Ли Я., Чжан Ц., Козлов В.Н.....	68
ВЛИЯНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОНИЦАЕМОСТИ ПОВЕРХНОСТНЫХ ОКСИДНЫХ СТРУКТУР ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ НА ИХ ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ	
Мадаминов Н.З., Кондратюк А.А., Арефьев К.П., Чазов П.А., Нестеренко В.П....	70
ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ НАКОПЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ В КОМПЗИТНОМ ФЛАНЦЕ С ДЕФЕКТОМ В ВИДЕ РАССЛОЕНИЯ	
Писарев П.В., Аношкин А.Н.....	72
ЧИСЛЕННОЕ ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ЭФФЕКТИВНЫХ УПРУГИХ ХАРАКТЕРИСТИК ОВКМ С ТЕРМОПЛАСТИЧНОЙ МАТРИЦЕЙ	
Писарев П.В., Аношкин А.Н., Ермаков Д.А., Максимова К.А.....	74
ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ ПОПЕРЕЧНО-ВИНТОВОЙ ПРОКАТКИ НА ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ ТРУБНОЙ СТАЛИ	
Пишулова А.А., Гордиенко А.И., Деревягина Л.С.....	76
РАСЧЕТ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ ШАРНИРНО-СТЕРЖНЕВЫХ КОНСТРУКЦИЙ МЕТОДОМ КОНТУРНЫХ УРАВНЕНИЙ	
Петров М.Р., Петрова А.Н., Потянихин Д.А., Хакимов С.Ф.....	78
ПРИМЕНЕНИЕ ЦИФРОВОЙ ШИРОГРАФИИ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ УДАРНЫХ ПОВРЕЖДЕНИЙ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ	
Распопин П.Е. , Бурков М.В.	80
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ Al_2O_3 С СЕГМЕНТИРОВАННОЙ СТРУКТУРОЙ	
Сенаторов М. П., Григорьев М. В.	82
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫХ ЦИКЛИЧЕСКИХ НАГРУЗОК НА ЖЕСТКОСТНЫЕ И ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА СТЕКЛОПЛАСТИКОВЫХ КОМПОЗИТОВ	
Вильдеман В.Э., Староверов О.А.....	84
АНАЛИЗ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМИРОВАНИЯ В ПОЛИМЕРНЫХ ОБРАЗЦАХ С КОЦЕНТРАТОРОМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА КОРРЕЛЯЦИИ ЦИФРОВЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ	
Струнгарь Е.М., Лобанов Д.С.....	86
ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МИКРОТВЕРДОСТЬ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ Х23АГ17	
Тумбусова И.А., Майер Г.Г.....	88
АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ГЕОМЕТРИИ ЭЛЕМЕНТОВ БИОМЕХАНИЧЕСКОГО КОНТАКТНОГО УЗЛА НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ЗУБНОЙ ШИНЫ	
Каменских А.А., Устюгова Т.Н., Крецу К.С.....	90

<p>КОНТАКТНОЕ ДЕФОРМИРОВАНИЕ ПАРЫ ЗУБОВ ЧЕРЕЗ ОДНОСЛОЙНУЮ ПРОТЕТИЧЕСКУЮ КОНСТРУКЦИЮ ИЗ EVA Каменских А.А., Устюгова Т.Н., Кучумов А.Г.....</p>	92
<p>ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ГЕТЕРОГЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СУБМИКРОННЫХ ПОРОШКОВ КАРБИДА БОРА, ПОЛУ- ЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ Филиппов А.А., Кузнецов В.А., Корниенко Е.Е., Безрукова В.А.....</p>	94
<p>ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ НА ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВОДОРОД- НОГО ОХРУПЧИВАНИЯ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ Фортуна А.С.....</p>	96
<p>ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ СТАЛИ 09Г2С ПОСЛЕ ЭЛЕКТРО- ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ Хисаметдинов Н.А., Почивалов Ю.И., Смирнова А.С.....</p>	98
<p>ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ПОРОШКОВ ГЛИНОЗЕМА И ЭЛЕКТРОКОРУНДА НА ИХ СВОЙСТВА И СПЕКАЕ- МОСТЬ КОРУНДОВОЙ КЕРАМИКИ Чалый В.А., Матренин С.В.....</p>	100
<p>ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЁННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ РЕЗЦА ПРИ ВРЕЗАНИИ В СТАЛЬНУЮ ЗАГОТОВКУ Чжан Ц., Ли Я., Козлов В.Н.....</p>	102
<p>АНГИОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ РЕНТГЕНОКОНТРАСТНОСТИ МИНИА- ТЮРНЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ СПЛАВОВ TiNi С МИКРОННЫМИ ПОКРЫТИ- ЯМИ НА ОСНОВЕ Ti-Ta Шабалина О.И., Гудимова Е.Ю., Мейснер Л.Л., Бощенк А.А., Винтизенко С.И.....</p>	103
<p>ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ В ОБЪЕМЕ ЧАСТИЦЫ ПО- СЛЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ С ТВЕРДОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ ПРИ ГАЗО- ТЕРМИЧЕСКОМ НАПЫЛЕНИИ Югова И.С.....</p>	106
<p>ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЕ- ЧЕННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОРОШКОВОЙ СМЕСИ СИСТЕМЫ Fe-C-Cr Юй Сяолинъ, Ло Цзянкунъ, Ваулина О.Ю.....</p>	108

СЕКЦИЯ 2. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

<p>ENHANCING MECHANICAL PROPERTIES AND CONDUCTIVITY OF CFRP USING CARBON NANOTUBES Burkov M.V., Eremin A.V.....</p>	112
<p>FABRICATION OF FINE-GRAINED 4 AT% ND³⁺:YAG TRANSPARENT CE- RAMICS BY REACTIVE SPS Kosyanov D.Yu., Vornovskikh A.A., Shichalin O.O., Kuryavyi V.G.....</p>	114
<p>ВЛИЯНИЕ ВРЕМЕНИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО НАВОДОРАЖИВАНИЯ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОРОШКОВОГО НИКЕЛИДА ТИТАНА Абдульменова Е.В., Ваулина О.Ю., Кульков С.Н.....</p>	116

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА ПОРИСТУЮ КЕРАМИКУ С РАЦИОНАЛЬНО ОРГАНИЗОВАННОЙ СТРУКТУРОЙ НА ОСНОВЕ ГИДРОКСИДА АЛЮМИНИЯ И ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ Абдыкеримов А.Д., Левков Р.В.....	118
СРАВНЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ВВЕДЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН РАЗЛИЧНОЙ РАЗМЕРНОСТИ В ФОРМИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ СВМПЭ Панин С.В., Алексенко В.О., Корниенко Л.А., Буслович Д.Г.....	120
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СОСТАВА СВЯЗУЮЩЕГО НА СТРУКТУРУ СПЕЧЕННОГО ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ЖЕЛЕЗА Аманов А.И., Даренская Е.А.....	121
ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПЛА ДЛЯ 3Д ПЕЧАТИ Амитов Е.Т., Микутский Е.А.....	123
ТЕРМОСТОЙКИЕ ПОЛИЭФИРКЕТОНЫ Шахмурадова Д.М., Бажева Р.Ч., Инаркиева З.И., Афашагова Л.Х.....	125
ТЕПЛОСТОЙКИЕ СОПОЛИЭФИРКАРБОНАТЫ Афашагова Л.Х., Шахмурадова Д.М., Бажева Р.Ч., Хараев А.М.....	127
ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ МЕТОДОВ ОБРАБОТКИ ЛИСТОВОГО ПРОКАТА ИЗ ЛЕГКИХ СПЛАВОВ С ЦЕЛЬЮ ПОВЫШЕНИЯ ИХ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК Ахметшин Л.Р., Москвичев Е.Н.....	129
ВЛИЯНИЕ ИСХОДНОГО РАЗМЕРА ЧАСТИЦ ПОРОШКА V_4C НА СТРУКТУРУ ГОРЯЧЕПРЕССОВАННОГО МАТЕРИАЛА Безрукова В.А., Корниенко Е.Е., Кузнецов В.А., Филиппов А.А.....	131
РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОЧНОЙ КОРУНДОВОЙ И ЦИРКОНИЕВОЙ КЕРАМИКИ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕХАНИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ Беспалов А.С., Матренин С.В.....	133
ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В ПОЛИКРИСТАЛЛАХ $FEMNCRNISI$ ПРИ ТЕРМОУПРУГОМ γ - ϵ МАРТЕНСИТНОМ ПРЕВРАЩЕНИИ Бессонова И.Г., Куксгаузен И.В., Киреева И.В., Чумляков Ю.И.....	135
ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ТВЕРДОСПЛАВНЫХ КОМПОЗИТОВ ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ БИМОДАЛЬНЫХ ПО РАЗМЕРУ ЧАСТИЦ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ Анистратенко Н.Е., Гордеев Ю.И., Ясинский В.Б., Бинчуров А.С.....	137
ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА УГЛЕРОДОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ СТРУКТУР, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ 3Д-ПЕЧАТИ, В КВЧ ДИАПАЗОНЕ Бодажков Д.С., Кремзер Р.А., Бадьин А.В.....	139
ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ КЕРАМИК ZrO_2 и ZrO_2-ZrV_2 ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ УДАРНО-ВОЛНОВОГО КОМПАКТИРОВАНИЯ Бурдуковский В.Н., Буяков А.С.....	141

МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ПОЛИМЕР-ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ НА ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОЙ МАТРИЦЕ (СВМПЭ) Панин С.В., Буслович Д.Г., Бочкарева С.А., Люкшин Б.А.....	143
МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ТВЕРДОСМАЗОЧНЫХ КОМПОЗИТОВ НА МАТРИЦЕ СВЕРХВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОГО ПОЛИЭТИЛЕНА Панин С.В., Алексенко В.О., Корниенко Л.А., Валентюкевич Н.Н., Иванова Л.Р...	145
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ СИСТЕМ Ван Дакунь, Ван Ифань.....	147
ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ И АЛЮМИНИЯ Ван Ифань, Ван Дакунь.....	149
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРНЫХ РАЗМЕРОВ НАНОПОР В МЕТАЛЛАХ МЕТОДАМИ МОЛЕКУЛЯРНОЙ ДИНАМИКИ Герасимов Р.М., Волегов П.С.....	151
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ КОЛИЧЕСТВА ВВОДИМЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ И НЕОРГАНИЧЕСКИХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ Го Фуцзай, Мадаминов Н.З., Кондратюк А. А.....	153
ОПТИМИЗАЦИЯ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ПОРОШКОВУЮ СМЕСЬ В4С - Тi ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ТВЕРДОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА Гольшев А.А.....	155
ГИСТЕРЕЗИС АВТОЭЛЕКТРОННОЙ ЭМИССИИ ГРАФЕНОВЫХ ПЛЕНОК Городецкий Д.В., Попов К.М., Шевченко С.Н., Окотруб А.В.....	157
АНАЛИЗ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ДИСЛОКАЦИЙ И ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ГЦК МЕТАЛЛАХ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ЭДУ, РАЗОРИЕНТИРОВОК И ТИПА ГРАНИЦЫ Давлятшин Р. П., Волегов П.С.....	158
ОРИЕНТАЦИОННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ДВУСТОРОННЕГО ЭФФЕКТА ПАМЯТИ ФОРМЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ФЕРРОМАГНИТНОГО СПЛАВА $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ Ефтифеева А.С., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.....	160
ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОЛИМЕРНЫХ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТРИЦ, ПОЛУЧЕННЫХ ПО АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ, В ТЕРАГЕРЦОВОМ ДИАПАЗОНЕ ЧАСТОТ Жакупов С.Н., Бадьян А.В., Дорожкин К.В.....	162
ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ АРАМИДНЫХ ТКАНЕЙ ДЛЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ И ЗАЩИТНЫХ ОРГАНОПЛАСТИКОВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ В СВЧ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ ПОЛЕ Злобина И.В., Бекренев Н.В., Мулдашев Г.К.....	164

СМЕШАННО-КАТИОННЫЕ ПОЛИФОСФАТЫ КАК МИНЕРАЛЬНАЯ ОСНОВА ДЛЯ СОЗДАНИЯ БИОКОМПОЗИТОВ Зуев Д.М., Климашина Е.С., Кикучи М., Путляев В.И.....	166
РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ, ВСПУЧИВАЮЩИХСЯ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ТЕПЛОВЫХ ПОТОКОВ Истомина Т.С., Астафьева С.А., Тиунова Т.Г., Якушев Р.М.....	168
ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ФЕРРИТОСОДЕРЖАЩИХ ФИЛАМЕНТОВ ДЛЯ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ Калугин А.А., Бадьин А.В., Кулешов Г.Е.....	170
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ПОДЛОЖКЕ Al_2O_3 Ю. В. Кан, Кульков С. Н.....	172
ИССЛЕДОВАНИЕ СВАРОЧНЫХ СВОЙСТВ ПЛАВЛЕНОГО СВАРОЧНОГО ФЛЮСА, ПОЛУЧЕННОГО ЭЛЕКТРОДУГОВЫМ ГРАНУЛИРОВАНИЕМ Карташев М.Ф., Наумов С.В., Юрченко А.Н., Шекшеев М.А.....	174
ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИИ СПЕКАНИЯ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ КЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА Фелофьянова А.В., Зыкова Е.Д., Квашнин В.И., Карпович З.А.....	176
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ZrW_2O_8 НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ Кондратенко А.И., Нарущкая А.С., Миронова А.В., Дедова Е.С.....	178
ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ В ОБЛАСТИ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВАХ $CoCrFeMnNi$ Корчуганов А.В., Луценко И.С.....	180
ВОЗМОЖНОСТИ УЛУЧШЕНИЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ Кочнева А.В., Пронин С.А.	182
ОБЫЧНЫЙ И ДВУСТОРОННИЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА SONIGA Куксгаузен И.В., Победенная З.В., Куксгаузен Д.А., Кириллов В.А.....	184
ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ СОДЕРЖАЩИХ КАРБОНИЛЬНОЕ ЖЕЛЕЗО, МНОГОСТЕННЫЕ УГЛЕРОДНЫЕ НАНОТРУБКИ И ФЕРРИТЫ Кулешов Г.Е., Бадьин А.В., Сбродов А.В., Билинский К.В.....	186
ИНДУЦИРОВАНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТИ В ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $Ni_{50,3}Ti_{32,2}Hf_{17,5}$ Ларченкова Н.Г., Тагильцев А.И., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.....	188
КЕРАМИЧЕСКИЕ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ, МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ОДНОСТЕННЫМИ УГЛЕРОДНЫМИ НАНОТРУБКАМИ Леонов А.А., Бикбаева З.Г.....	190

ВЛИЯНИЕ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПРОДУКТОВ СИСТЕМЫ W-C	
Малофеева П.А., Шаненкова Ю.Л., Шаненков И.И.....	192
МИКРОСТРУКТУРНЫЙ МАГНИЕВЫЙ СПЛАВ, ПОЛУЧЕННЫЙ МЕТОДАМИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	
Москвичев Е.Н., Субботин В.Г., Скрипняк В.А.....	194
СИНТЕЗ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ КАРБИДА КРЕМНИЯ, ПОЛУЧЕННОГО ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ СИНТЕЗОМ	
Насырбаев А.Р., Погорелова С.О.....	196
РАЗРАБОТКА ИЗНОСОСТОЙКИХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА С ТВЕРДОСМАЗОЧНЫМИ НАПОЛНИТЕЛЯМИ	
Нгуен Дык Ань, Панин С. В., Корниенко Л. А., Иванова Л. Р.....	198
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДОЗЫ ЭЛЕКТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА ДЕФОРМАЦИЮ МАЙЛАРОВЫХ ПЛЕНОК С УЧЕТОМ ПРОЦЕССОВ ДЕСТРУКЦИИ И СШИВАНИЯ	
Купчишин А.И., Таипова Б.Г., Лисицын В.М., Ниязов М.Н.....	200
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО И ГАММА ИЗЛУЧЕНИЙ НА ДОННЫЕ ОТЛОЖЕНИЯ ОЗЕРА СОРБУЛАК	
Купчишин А.И., Ниязов М.Н., Ходарина Н.Н., Воронова Н.А.....	202
СТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ	
Орлова Е.С., Севостьянова И.Н., Саблина Т.Ю.	204
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ КОНСОЛИДАЦИИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА	
Пайгин В.Д., Толкачѳв О.С., Двилис Э.С., Алишин Т.Р.....	206
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МЕСТА РАСПОЛОЖЕНИЯ ПЬЕЗОАКТУАТОРОВ НА УГОЛ КРУЧЕНИЯ МОДЕЛЬНОЙ ЛОПАСТИ ВЫПОЛНЕННОЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ	
Аношкин А.Н., Писарев П.В., Ашихмин В.А.....	208
ФЕРРОЭЛАСТИЧНОСТЬ В ФЕРРОМАГНИТНЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ NiMnGa	
Пичкалѳва М.В., Тимофеева Е.Е., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.....	209
ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ СПЛАВА Ni _{50,2} Ti _{137,3} Hf _{12,5}	
Пичкалѳва М.В., Суриков Н.Ю., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.....	211
ИССЛЕДОВАНИЕ ДВУСТОРОННЕГО ЭФФЕКТА ПАМЯТИ ФОРМЫ В [1̄23]-МОНОКРИСТАЛЛАХ ФЕРРОМАГНИТНОГО СПЛАВА CoNiGa	
Победенная З.В., Куксгаузен И.В., Куксгаузен Д.А.....	213
ИССЛЕДОВАНИЕ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ДИБОРИДА ТИТАНА, ПОЛУЧЕННОГО ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ	
Погорелова С.О., Насырбаев А.Р.....	215

ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ НА СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТЬ В МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА FeMnAlNi Поклонов В.В., Чумляков Ю.И., Киреева И.В.....	217
ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ЖАРОПРОЧНЫХ 12 % Cr ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ ЭК-181, ЧС-139 И ЭП-823 В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР ОТ -196 °С ДО 720 °С Полехина Н.А., Алмаева К.В., Литовченко И.Ю.....	219
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ МО-СU, ПОЛУЧЕННЫХ В СИСТЕМЕ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ Вымпина (Половинкина) Ю.Н., Шаненкова Ю.Л.....	221
ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ЭЛЕКТРОННАЯ СТРУКТУРА АЗОТ-ДОПИРОВАННЫХ ГРАФЕНОВЫХ ПЛЁНОК Попов К.М., Городецкий Д.В., Цыганков А.А., Окотруб А.В	223
ВЛИЯНИЕ КОЛИЧЕСТВА НАНОРАЗМЕРНОГО НАПОЛНИТЕЛЯ (ZrO ₂) НА КОЭФФИЦИЕНТ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ Пчелинцев П. Г., Су Гуаньюй, Кондратюк А.А.....	223
АЗОТИРОВАНИЕ ФЕРРОХРОМАЛЮМИНИЯ В РЕЖИМЕ ГОРЕНИЯ Регер А.А., Болгару К.А.	225
ВЛИЯНИЕ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМОУДАРНЫХ НАГРУЖЕНИЙ НА СТРУКТУРУ КЕРАМИКИ ZrO ₂ Сибира В.А., Деркач Е.А, Буякова С.П., Кульков С.Н.	228
ПРИМЕНЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ Султангазина М.Н., Исмаилов Д.В., Хамитова К.К., Керимбеков Д.С.....	230
ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ И СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТЬ В ВЫСОКОПРОЧНЫХ [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ Ti-50.6Ni (АТ. %) Суриков Н.Ю., Тимофеева Е.Е., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.	231
ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В ГЕТЕРОФАЗНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛАХ Ni _{50.3} Ti _{32.2} Hf _{17.5} Тимофеева Е.Е., Тагильцев А.И., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.	233
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРИСТОГО КОМПОЗИТА ZrO ₂ -MgO Ткачев Д.А., Буяков А.С.....	235
МЕХАНИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ZrO ₂ С ВКЛЮЧЕНИЕМ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК И НИТРИДА БОРА Ткачев Д.А., Буяков А.С., Васильева Е.О.....	237
ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ZrO ₂ И НАНОВОЛОКОН Al ₂ O ₃ ПРИ СВОБОДНОМ СПЕКАНИИ Толкачёв О.С., Леонов А.А., Алишин Т.Р., Пайгин В.Д.....	239
ДВУСТОРОННИЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ Ni ₄₉ Fe ₁₈ Ga ₂₇ Co ₆ , СОСТАРЕННЫХ В L10-МАРТЕНСИТЕ ПОД НАГРУЗКОЙ Тохметова А.Б., Ларченкова Н.Г.....	241

МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИФЕНИЛЕНСУЛЬФИДА, АРМИРОВАННЫХ РАЗЛИЧ- НЫМИ МИКРОВОЛОКНАМИ	
Ле Тхи Ми Хиеп, Панин С. В., Корниенко Л. А., Алексенко В. О., Иванова Л. Р...	243
БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ПРЕПАРАТЫ НА ОСНОВЕ КОЛЛОИДНЫХ РАСТВОРОВ СЕЛЕНА	
Федотов М.А., Коваленко Л.В., Фолманис Г.Э.....	245
ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОПЛОТНОЙ КЕРАМИКИ И ОЦЕНКА ЕЕ ФИЗИЧЕ- СКИХ ХАРАКТЕРИСТИК	
Фелофьянова А.В., Зыкова Е.Д., Карпович З.А., Квашнин В.И.....	247
ПРОСТОЙ И НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ НАНОЧА- СТИЦ ОКСИДОВ CU, CO, FE, NI ПУТЕМ ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕ- НИЯ ИХ ОКСАЛАТОВ	
Харская О. А., Ильин А. П.....	249
ВЛИЯНИЕ ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИИ СТЕКЛОВОЛОКОН ОБРАБОТКОЙ СИ- ЛАНСОДЕРЖАЩИМ МОДИФИКАТОРОМ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ СВЕРХВЫСОКО- МОЛЕКУЛЯРНОГО ПОЛИЭТИЛЕНА	
Панин С.В., Хуан Цитао, Корниенко Л.А., Алексенко В.О., Иванова Л.Р.....	251
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПРИРОДНЫХ ПОЛИМЕРОВ НА ПРИМЕРЕ СОСНЫ СИБИРСКОЙ КЕДРОВОЙ	
Цуй Цзян, Лаптев Р.С., Бордулев Ю.С.....	254
ПРОБЛЕМЫ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА КОМПОЗИТА, СО- ДЕРЖАЩЕГО НИТРИД ГАЛЛИЯ	
Черепанова Д.Н., Ильин А.П.....	256
ОЦЕНКА СВОЙСТВ Al_2O_3 -КЕРАМИКИ С ДОБАВКОЙ $SrAl_{12}O_{19}$	
Черкасова Н.Ю., Кузьмин Р.И., Пурис Е.А., Хабиров Р.Р.	258
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ФЕРРИТНОЙ СТАЛИ 04X14H, ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ	
Дай Шуай, Чжан Кань.....	260
СИНТЕЗ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ РАДИОПОГЛОЩАЮ- ЩИХ ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВА ТИТАНА VT1-0	
Чубенко А.К., Баранова Т.А., Долгова Ю.Н., Мамаев А.И.....	262
СИНТЕЗ НИТРИДОВ Me_2N ЭЛЕМЕНТОВ ПЯТОЙ ГРУППЫ ПОБОЧНОЙ ПОДГРУППЫ В УСЛОВИЯХ ТЕПЛОВОГО ВЗРЫВА В ВОЗДУХЕ СМЕ- СЕЙ НАНОПОРОШКА АЛЮМИНИЯ С ПЕНТАОКСИДАМИ	
Чудинова А.О., Ильин А.П.....	264
ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ФИДСТОКОВ И СПЕЧЕННЫХ ИНВАРНЫХ СПЛАВОВ	
Цзяцзюнь Чэнь.....	266
ВЫСОКОТЕРМОСТОЙКИЕ ФТОРСОДЕРЖАЩИЕ ПОЛИ(О- ГИДРОКСИАМИДЫ)	
Шагайко Ю.В., Лебедева Г.К., Рудая Л.И. Марфичев А.Ю.....	268
МОДЕЛИРОВАНИЕ НА ЭВМ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ СПЕКТРОВ ПВА В МАТЕ- РИАЛАХ, ОБЛУЧЕННЫХ ПРОТОНАМИ В РАМКАХ КВ-МЕТОДА	

Шмыгалева Т.А., Купчишин А.И., Купчишин А.А., Шафии С.А.....	270
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ВИДА НАНОМОДИФИКАТОРОВ НА ТРИБО- ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ	
Яхин А. А., Мадаминов Н.З., Кондратюк А. А.....	272
ВЛИЯНИЕ СОСТАВА СВЯЗУЮЩЕГО И РЕЖИМА ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЕЧЕННОЙ МАЛОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ	
Быкова Т.В., Даренская Е.А.....	274
СЕКЦИЯ 3. МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПОКРЫТИЯ	
МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ ПРИ НАНЕСЕНИИ ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ	
Богданович В.И., Гиорбелидзе М.Г.....	278
ВЛИЯНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ НА СКОРОСТЬ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЧАСТИЦЫ НА ПОДЛОЖКЕ	
Васильева М.П., Зенин Б.С.....	280
МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА α-C:H:SiO_x ПОКРЫ- ТИЙ, НАНЕСЕННЫХ НА ТИТАНОВЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ДИСКОВОГО КАРДИОНАСОСА	
Гренадёрв А.С., Соловьёв А.А., Оскомов К.В.....	282
ВЛИЯНИЕ САМОРАСПЫЛЕНИЯ НА СКОРОСТИ ОСАЖДЕНИЯ МЕДНЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ РАБОТЕ МАГНЕТРОНА С ИСПАРЯЮЩЕЙСЯ МИ- ШЕНЬЮ	
Грудинин В.А., Сиделёв Д.В., Шабунин А.С., Блейхер Г.А.....	284
СИЛЬНОТОЧНОЕ МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ Al МИШЕНИ	
Грудинин В.А., Сиделёв Д.В.....	286
НЕСАМОСТОЯТЕЛЬНЫЙ ТЛЕЮЩИЙ РАЗРЯД С ПОЛЫМ КАТОДОМ БОЛЬШО- ГО ОБЪЕМА ДЛЯ АЗОТИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ	
Денисов В.В., Островерхов Е.В.....	288
ФИЗИКО МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ Ti-Ta СПЛАВОВ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ НА TiNi ПОДЛОЖКЕ	
Дьяченко Ф.А., Мейснер С.Н., Яковлев Е.В.....	290
АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЯ СКОРОСТИ ПОРОШКОВЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ОБТЕКАНИИ ПОТОКОМ НЕПОДВИЖНОЙ ПОВЕРХНОСТИ	
Зотов Е.А., Небога К.В.....	292
ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА РАЗРУШЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНОГО КЕРАМИЧЕ- СКОГО ПОКРЫТИЯ НА КОМПОЗИТЕ ПО ДАННЫМ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ И КОРРЕЛЯЦИИ ЦИФРОВЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ	
Зубова Е.М., Струнгарь Е.М., Лобанов Д.С.....	294
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ Zr-Y-O ПРИ ИМПУЛЬСНОМ МАГНЕТРОННОМ ОСА- ЖДЕНИИ НА ПОДЛОЖКАХ ОПТИЧЕСКОГО СТЕКЛА K208	
Иванова А.В., Дорофеева Т.И., Калашников М.П., Божко И.А., Христенко Ю.Ф..	296

МОЛЕКУЛЯРНО-ДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОСАЖДЕНИЯ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНЫХ НАНОПЛЕНОК Игошкин А.М.	298
СВЕРХВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОЕ ОБНАРУЖЕНИЕ МЕТОДОМ ГИГАНТСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ Ильчук А.В., Рауль Родригес, Шеремет Е.С., Дитрих Р.Т. Цан	299
ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ Та НА МОРФОЛОГИЮ ПОВЕРХНОСТИ, МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКРЫТИЙ TiAlN Кузьминов Е.Д., Шугуров А.Р., Кастеров А.М., Акулинкин А.А.....	300
СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ МАГНИЕВОГО СПЛАВА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ Sr-СОДЕРЖАЩИХ ГИДРОКСИАПАТИТА И ТРИКАЛЬЦИЙФОСФАТА Казакбаева А.А., Седельникова М.Б.....	302
ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ, ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВА УДАРОПРОЧНЫХ ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ Калиева Р.А., Божко И.А.....	304
ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПОЛУЧЕНИЯ НА КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ Кулемина А.А., Мичий С.С.....	306
ВЛИЯНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО ПОВЕРХНОСТНОГО УПРОЧНЕНИЯ НА ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И НАНОТВЕРДОСТЬ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 01X17N13M3, С РАЗНЫМ СУБСТРУКТУРНЫМ СОСТОЯНИЕМ Москвина В.А., Астафурова Е.Г., Майер Г.Г., Рамазанов К.Н., Загибалова. Е.А.....	308
ТЕПЛОВЫЕ УСЛОВИЯ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЧАСТИЦЫ С ОСНОВОЙ ПРИ ГАЗОТЕРМИЧЕСКОМ НАПЫЛЕНИИ Гуйлинь Ма, Зенин Б.С.....	310
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПЕРЕНОСА ПОРОШКОВЫХ ЧАСТИЦ В ЗОНЕ ТОРМОЖЕНИЯ ГАЗОВОГО ПОТОКА ВБЛИЗИ КРИТИЧЕСКОЙ ТОЧКИ НА НЕПОДВИЖНОЙ ПОВЕРХНОСТИ Небога К.В., Зотов Е.А.....	312
ГЕНЕРАЦИЯ ГАЗОМЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПЛАЗМЫ И ВЛИЯНИЕ ЕЕ СОСТАВА И ПАРАМЕТРОВ НА СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ НИТРИДА МОЛИБДЕНА Прокопенко Н.А., Крысина О.В., Шугуров В.В.....	314
ФОРМИРОВАНИЕ ТОЛСТЫХ СЛОЕВ И ПОКРЫТИЙ НА МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПОДЛОЖКЕ КОМБИНИРОВАННЫМ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМ МЕТОДОМ Прокопенко Н.А., Иванов Ю.Ф., Крысина О.В., Ахмадеев Ю.Х.....	316
ТЕМПЕРАТУРНЫЕ УСЛОВИЯ СОЗДАНИЯ ИЗДЕЛИЙ МЕТОДОМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ НА ПРИМЕРЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ Юань С., Рагулина М.П., Зенин Б.С.....	318

АДСОРБЦИЯ И ДИФФУЗИЯ АТОМОВ 2 И 13 ГРУПП НА ПОВЕРХНОСТИ ТОПОЛОГИЧЕСКИХ ИЗОЛЯТОРОВ Рябищенкова А. Г.....	320
ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ МЕХАНО-ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И УДАРНУЮ ВЯЗКОСТЬ СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ СТАЛИ 17Г1С Станкевич Р.В., Власов И.В., Смирнова А.С., Яковлев А.В., Почивалов Ю.И., Валуев Д.В., Панин С.В.....	321
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА МЕТАЛЛИЗАЦИИ АЛЮМОНИТРИДНОЙ КЕ- РАМИКИ Тарновский Р.В., Дитц А.А.....	323
ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЙ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА АК10М2Н ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ Шляров В.В., Загуляев Д.В., Иванов Ю.Ф., Коновалов С.В.....	325
СОЗДАНИЕ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ В ПУЧКЕ РЕЛЯТИВИСТСКИХ ЭЛЕКТРОНОВ Шмаков В.В., Перовская М.В., Полетика И.М.....	327

СЕКЦИЯ 4. ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ БИМЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

COMPARISON OF SUCTION CAST TI-BASED ALLOYS FOR BIOMEDICAL APPLICATION Thoemmes A., Ivanov I.V., Antonicelli V.....	331
ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ ПОРОШКОВОГО НИКЕЛИДА ТИТАНА Абдульменова Е.В., Ваулина О.Ю., Кульков С.Н.....	333
ОРГАНИЗАЦИЯ ОСТЕОПОДОБНОЙ СТРУКТУРЫ В ПОРИСТОМ КЕРАМИ- ЧЕСКОМ КОМПОЗИТЕ ZrO ₂ -MgO Буяков А.С., Васильева Е.О., Ткачев Д.А.....	335
ВЛИЯНИЕ ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСТВА НА РОСТ БАКТЕРИАЛЬНОЙ КУЛЬТУРЫ Ватлин И.С., Черноезем Р.В., Сурменова М.А., Сурменев Р.А.....	337
ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ НАПОЛНЕНИЯ ПОЛИМОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ ГИД- РОКСИАПАТИТОМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА БИОАКТИВНОГО БИОДЕГРАДИРУЕМОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА, СФОРМОВАННОГО МЕТОДОМ 3D ПЕЧАТИ Дубиненко Г.Е., Зиновьев А.Л., Больбасов Е.Н., Новиков В.Т., Твердохлебов С.И.....	339
УПОРЯДОЧЕННЫЕ БИОРАЗЛАГАЕМЫЕ МИКРОКАМЕРЫ ДЛЯ ДОСТАВ- КИ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ: ПОЛУЧЕ- НИЕ И ИЗУЧЕНИЕ КИНЕТИКИ ВЫХОДА ВЕЩЕСТВ Зыкова Ю.А., Кудрявцева В.Л.....	341

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-МОРФОЛОГИЧЕСКОГО СТРОЕНИЯ МИКРОДУГОВЫХ СТРОНЦИЙ – КРЕМНИЙ - СОДЕРЖАЩИХ БИО- ПОКРЫТИЙ Иващенко Я.О., Комарова Е.Г., Казанцева Е.А.....	343
ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА ПРИ МИКРОДУГОВОМ ОКСИДИРОВАНИИ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ Казанцева Е.А., Комарова Е.Г.....	345
ПОЛИМЕРНЫЕ ВОЛОКНИСТЫЕ СКАФФОЛДЫ МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ОРГАНИЧЕСКИМИ/НЕОРГАНИЧЕСКИМИ МИКРОКАПСУЛАМИ – УНИВЕРСАЛЬНАЯ ПЛАТФОРМА С АНТИМИКРОБНЫМИ И ОСТЕО- ГЕННЫМИ СВОЙСТВАМИ Карпов Т.Е., Муслимов А.Р., Зюзин М.В., Сурменев Р.А.....	347
СОЗДАНИЕ МЕТОДОМ ДИФфуЗИОННОГО СПЕКАНИЯ БИОСОВМЕСТИ- МЫХ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ АКТИВИРУЮЩИХ ДОБАВОК СО И NI Кафтаранова М.И., Артюхова Н.В., Гарин А.С., Аникеев С.Г., Гюнтер В.Э.....	349
ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА МОРФОЛОГИЮ ПОРОШ- КОВОГО НИКЕЛИДА ТИТАНА Коновалова М.А., Ваулина О. Ю.....	350
ВОЗМОЖНОСТЬ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ RGD ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ СОСУДОВ Кривкина Е.О., Севостьянова В.В., Великанова Е.А., Глушкова Т.В.....	353
ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМОМАТРИЧНЫХ КОМП- ЗИТОВ ZrO ₂ /НАНОВОЛОКНА Al ₂ O ₃ , ПОЛУЧЕННЫХ СВОБОДНЫМ СПЕКАНИЕМ Леонов А.А., Толкачѳв О.С., Алишин Т.Р.....	355
СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ЛАНТАН-СИЛИКАТ-ЗАМЕЩЕННЫХ АПАТИТОВ Макарова С.В., Булина Н.В., Чайкина М.В.....	357
ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ДЕФОРМАЦИОННОГО ПОВЕДЕНИЯ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА МЕЗОУРОВНЕ Микушина В.А., Смолин И.Ю.....	359
РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КОРРЕКТИРОВКИ ТЕСТА НА РАСТВОРИ- МОСТЬ НОВЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ФОРМ ПАРАЦЕТАМОЛА Ракина А.А., Спиридонова Т.С.....	361
МОДИФИЦИРОВАННЫЕ БИОДЕГРАДИРУЕМЫМИ ПОЛИМЕРАМИ КАЛЬ- ЦИЙ-ФОСФАТНЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТОВ. ОЦЕНКА ИММУННОЙ РЕАКЦИИ ОРГАНИЗМА ЧЕЛОВЕКА Ракина А.А., Солдатова Е.А.....	363
КОМПЬЮТЕРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО- ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ СЕГМЕНТА ШЕЙНОГО ОТДЕ- ЛА ПОЗВОНОЧНИКА Рикун Ю. А., Чайковская Т. В.....	365

О ВЛИЯНИИ СТРУКТУРНЫХ И ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ТИТАНА НА ЕГО КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ В БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕ- ДАХ Руденя Е.А., Ткаченко Е.И., Иванов И.В.....	367
ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ТИТАНА НА ЕГО КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ В ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ РАС- ТВОРЕ Ткаченко Е.И., Иванов И.В., Руденя Е.А.....	369
РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ 3D-ПЕЧАТИ КОМПОЗИТАМИ НА ОСНОВЕ ГИДРОКСИАПАТИТА И ПОЛИЛАКТИДА Торопков Н.Е., Антонкин Н.С., Петровская Т.С.....	371
ФОРМИРОВАНИЕ И СВОЙСТВА МИКРОДУГОВЫХ СЕРЕБРОСОДЕРЖА- ЩИХ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ БИОПОКРЫТИЙ Угодчикова А.В., Седельникова М.Б.....	373

СЕКЦИЯ 1

ПРОБЛЕМЫ НАДЕЖНОСТИ МАТЕРИАЛОВ

NON-DESTRUCTIVE TESTING OF BARELY VISIBLE IMPACT DAMAGES OF CFRP

^{1,2} *BURKOV M.V., ¹LYUBUTIN P.S., ¹BYAKOV A.V.*

¹ Institute of strength physics and materials science, Akademicheskiiy avenue 2/4, Tomsk, Russia

² Tomsk Polytechnic University, Lenin avenue 30, Tomsk, Russia

E-mail: burkovispms@mail.ru

Carbon fiber reinforced polymers (CFRP) are increasingly applied in different industries. Structural and technological advantages provided by these materials determine their wide usage in newly designed aircrafts: Boeing 787 and Airbus 350XWB have about 50% wt. of composites in the structure. However composites have disadvantages: susceptibility to impact damaging due to viscoelastic deformation behavior. Thus impacts during aircraft operation lead to the formation of large amount of barely visible impact damages (BVID) which can grow over time producing cracked and delaminated defects. Any formed defects should be detected and repaired timely but the areas of CFRP skins are quite large demanding fast and productive non-destructive testing (NDT) to reduce maintenance time.

Traditional ultrasonic NDT method is applicable to testing of CFRP, but time consuming due to small scanning area. Due to non-contact and full-field application shearing speckle pattern interferometry (or shearography) is a robust NDT method which measures the strain of the testing object directly. Analysis of the strain fields and searching for non-homogeneities allow revealing damages and flaws in different structures. Finally shearography provide not only qualitative investigations (to identify and evaluate the defect) but also quantitative: measuring in-plane and out-of-plane strains with high accuracy.

The paper deals with application of newly designed shearography device and developed software for digital processing of the shearograms. Based on the previous studies the robust algorithm for digital processing of speckle images was established. It is based on the sin/cos filtering with iterative approach providing smooth high contrast phase map without any disturbances and loss of phase information. The software for image capturing and processing procedures was developed. The device utilizes 5 Mpx CCD image sensor and five step phase shifting technique using piezodriven mirror in order to retrieve relative phase change. The lasers used are four DPSS 50 mW modules.

The objects were stressed using thermal method by means of cooling in a refrigerator or heating with IR device. In order to reveal barely visible impact damages the shearography was operated in the out-of-plane sensitivity mode: the object to be tested was illuminated and imaged normally to the surface. Thus the out-of-plane strains $\partial w/\partial x$ and $\partial w/\partial y$ depending on the shearing direction (x or y) were measured.

Table 1 - List of impact damages

Test number	Impact energy, J	Coordinates of impact	
		X, mm	Y, mm
BVID-1	1	132	62
BVID-2	2	65	202
BVID-3	3	251	74
BVID-4	4	321	153
BVID-5	5	187	177

Experimental testing was carried out on honeycomb panel (part of Sukhoi Superjet 100 rudder) with CFRP skins (lay-up of $[(0,45,-45)_2,0]$). The testing procedure consists in detection of BVIDs of honeycomb panel obtained using drop-weight technique according to the ASTM D7136 (Standard Test Method for Measuring the Damage Resistance of a Fiber-Reinforced Polymer Matrix Composite to a Drop-Weight Impact Event). There were 5 impacts with a step of

1 J (Table 1). After each impact procedure the NDT testing was performed: the proposed device was applied along with thermal loading to visualize the defects.

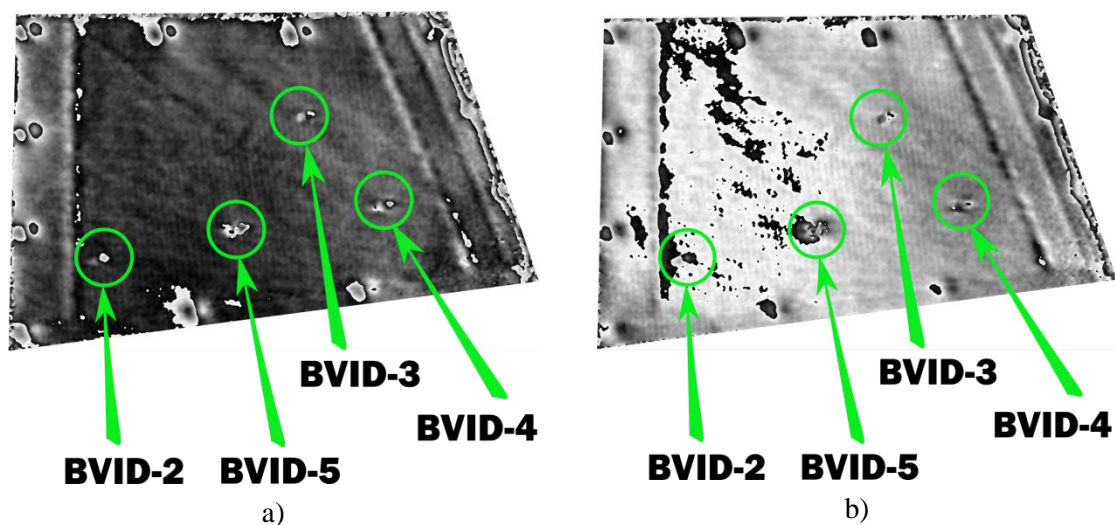


Figure 1 - Phase map for the test BVID-5. Stressing method: a) cooling; b) IR heating

Figure 1 demonstrates the phase maps obtained after the last 5 Joule impact damaging of the honeycomb panel. Thus there are all 5 impact defects presented in the CFRP panel. Both types of stressing allow revealing the damages but cooling provides more stable results: the phase map is uniform with disturbances corresponding only to piezotransducers (bonded to the surface and utilized in another experiment) and barely visible impact damages.

After the extensive analysis of all results it was found that obtained shearograms easily revealed the BVIDs as non-uniformities in the strain fields except BVID-1 (the impact doesn't produce any significant damage). The honeycomb specimens show the regular texture associated to the honeycomb core while stacking of plies in the laminate is easily seen in the shape of straight lines coincidental to the direction of reinforcement. The results are analyzed and discussed in view of sensitivity of shearography to BVID and delamination.

Acknowledgements

This work was performed within the frame of the Fundamental Research Program of the State Academies of Sciences for 2013-2020, line of research III.23 and with a partial support of RF President Council Grant for the support of leading research schools NSh-5875.2018.8 and RF President grant SP-2167.2016.3.

BARELY VISIBLE IMPACT DAMAGE DETECTION USING LAMB WAVE TECHNIQUE

^{1,2} BURKOV M.V., ¹LYUBUTIN P.S., ¹BYAKOV A.V.

¹ Institute of strength physics and materials science, Akademicheskiiy avenue 2/4, Tomsk, Russia

² Tomsk Polytechnic University, Lenin avenue 30, Tomsk, Russia

E-mail: burkovispms@mail.ru

The recent trend in non-destructive testing is a rapid development of structural health monitoring (SHM) concept based on the evaluation of various structural parameters using embedded sensor system. Signals registered by the system are sources of the structure health information: presence of damages, material degradation, etc. In order to design robust SHM systems sophisticated algorithms for data processing are to be developed. Aerospace industry is interested in the development of SHM systems however high demands on safety and strict weight limitations make this task even more complicated. Recent papers show the increasing interest to ultrasonic guided waves for SHM. These waves due to low attenuation can be used in the aerospace to monitor large areas like aircraft skins. Moreover new aircraft designs utilize wide application of CFRPs which are susceptible to impact damaging. Barely visible impact damages (BVID) itself do not threaten the residual strength but can grow during operation thus they should be detected and repaired timely. This work deals with the investigation of functioning of Lamb wave technique for detection of BVIDs of honeycomb CFRP.

The material to be tested is a honeycomb panel with CFRP skins. Network consists of 4×4 PZTs transducers adhesively bonded to the surface of the panel. Each PZT can be used as generator or sensor thus there are 132 generator-sensor pairs obtained for the 4×4 network. Hanning window-modulated 5-cycle sine wave is used as a testing signal generated using AWG-4105 and captured by Handyscope HS4-5. In order to increase S/N ratio the signals were averaged by 100 times. The technique is based on the analysis of attenuation of ultrasonic waves due to emergence of impact damage. In order to assess the state of tested object one should compare registered ultrasonic signals for initial (baseline) and damaged states for each generator-sensor pair using following parameters: dA – difference of envelopes and dP – difference of Fourier spectrum energy.

Baseline and damaged states are compared in the software to calculate location and severity of damage. For each generator-sensor pair dA and dP are calculated and sorted in ascending order thus the pairs with the highest decrease of amplitude or energy are in the upper part of the list. Then N pairs (paths) are selected from the top of the list and used for damage location procedure. After the paths are chosen the intersection points are found. For each pair of paths there is no more than one intersection point having its weight equal to product of dA or dP of two paths producing this intersection. Damage location is calculated as mean of the obtained intersection points: $r = \sum r_i \cdot w_i / \sum w_i$, where r_i and w_i are coordinates and weight of i -th intersection point. Damage index $DI = \sum w_i / n$, where n is a number of intersection points, describes the severity of the damage: the higher the index the more the damage is severe.

In present work there were 3 testing frequencies (50, 100 and 200 kHz) while signal processing technique utilized 10 or 20 calculation paths, thus there were 6 predicted coordinates of damage calculated for different conditions for each parameter (dA or dP). The proposed technique is quite simple but due to discrete positions of intersection points there can be large random error thus all 6 calculated points are averaged obtaining the resulting coordinate of damage location.

The experimental testing of the technique consists in detection of BVID of honeycomb panel obtained using drop-weight technique. There were 5 impacts with a step of 1 J (Table 2). The specimen is irreversibly damaged after impact thus each time the baseline state should be changed. During real operation such BVID is repaired with subsequent registering the ultrasonic signals for new baseline state. In this work the previous damaged state was used as baseline for

next experiment, however the total amount of BVIDs will influence the results of damage location due to nonhomogeneous propagation of ultrasonic waves.

Totally 5 experimental tests were performed. Table 1 show the results of test BVID-3 after the impact with 3 J in the point X=251, Y=74. The data is following: X and Y are coordinates of predicted damage location; Δ – is a location error equal to distance between predicted location and impact point; DI – is a damage index.

Table 1 - Results of test BVID-3

Parameter	X, mm	Y, mm	Δ , mm	DI
dA	217.96	60.99	35.51	0.0085
dP	219.66	69.64	31.64	0.000054

The damage obtained with the energy 3 J can be classified as barely visible impact damage: the dent is quite small while the coating paint is unbroken but the honeycomb core is delaminated from the skin. The error of damage location is about 30-35 mm.

Table 2 - Results of experimental investigation

Test number	Impact energy, J	Coordinates of impact		Location by dA		Location by dP	
		X, mm	Y, mm	Δ , mm	DI	Δ , mm	DI
BVID-1	1	132	62	72.25	0.0039	102.28	0.000024
BVID-2	2	65	202	42.15	0.0076	79.40	0.000029
BVID-3	3	251	74	35.51	0.0085	31.64	0.000054
BVID-4	4	321	153	57.54	0.0096	33.39	0.000052
BVID-5	5	187	177	27.57	0.0243	10.05	0.000126

Table 2 show location errors and damage indexes for dA and dP parameters for tests from BVID-1 to BVID-5. Lamb waves have low attenuation and can be effectively used for monitoring of large areas but characterized by complex propagation mechanism that makes the analysis of signals for designing of SHM system complicated. However data processing consisting in evaluation of attenuation across entire PZT network (tomography principle) is quite simple but effective. Analyzing the results of performed research the following can be concluded:

- technique for damage detection using Lamb waves allows location of BVIDs with acceptable precision while damage index describes their severity. The mean error of detection the location of the impact damages is about 25-80 mm depending on the energy while damage index allow classifying the obtained BVIDs;

- results of damage detection are predicted location coordinate and damage index which should be analyzed jointly: low DI informs about low probability of damage in the predicted area when high DI is related to high probability of damage presence. More sophisticated technique of processing and representing of data are probability distributions reflecting the damage presence possibility throughout all investigated object;

- detailed analysis of the results allow making the conclusion about insufficient location accuracy near the borders of the network due to discrete method of damage location: the number of path intersection points near the mass center is much higher than on the periphery. The drawback can be partially solved by increasing the weight coefficients of these intersection points;

- the results of the research are good enough taking into account that on the initial stage of application of such SHM techniques they will be focused on the registering the event of emergence of impact damage since the detailed non-destructive testing will be performed using traditional well-established and precise methods (e.g. eddy current or ultrasonic).

Acknowledgements

This work was performed within the frame of the Fundamental Research Program of the State Academies of Sciences for 2013-2020, line of research III.23 and with a partial support of RF President Council Grant for the support of leading research schools NSh-5875.2018.8 and RF President grant SP-2167.2016.3.

THE TECHNOLOGICAL PIPELINES TECHNICAL CONDITION DYNAMIC IDENTIFICATION BASED ON THE TEMPORARY CHARACTERISTICS OF THE ELECTROMAGNETIC-ACOUSTIC SIGNAL ANALYSIS

M.G. BASHIROV¹, E.M. BASHIROV¹ and I.G. KHUSNUTDINOVA¹

¹ Ufa State Petroleum Technological University, Branch of the University in the City of Salavat,
Russian Federation

E-mail: Ivina011@mail.ru

Annotation. To assess the safe operation resource of technological pipelines it is proposed to monitor the pipeline metal technical condition using the dynamic identification method based on the performance equation roots analysis (the electromagnetic-acoustic transducer system is the transfer function denominator polynomial of the control object) in the complex plane. The under study system transfer function «control object - electromagnetic-acoustic transducer» is an integral quantitative parameter characterizing the state of the metal.

Key words: industrial safety, technological pipeline, metal, oil and gas industry, failure, residual resource, dynamic model, electromagnetic-acoustic effect, risk assessment.

The technological pipelines are under the influence of aggressive media and mechanical stresses throughout the service life, which leads to a change in their technical state [1], [2]. At the moment, the technical condition and service life of technological pipelines are evaluated on the basis of the mechanical tests results of metal samples cut from existing equipment or using physical methods of nondestructive testing. An analysis of the results of previous studies shows the prospects for using methods of assessing their stress-strain state (SSS) to ensure safe operation of equipment and structures [3], [4]. The use of electromagnetic-acoustic effect (EMA) is a promising direction in assessing the stress-strain state of equipment and structures. Currently, the EMA effect is used for thickness measurements and the detection of developed defects such as discontinuities. Individual works are devoted to detection of degradation of metal properties at an early stage and tensometry with the EMA effect usage [5]. The evaluation of the resource for the technological pipelines safe operation using the EMA effect is poorly understood, which determines further research. Since the elements of the technological pipeline operate under different loading schemes, the experimental studies were constructed in two directions: under static loading (tension) and under cyclic loading. The samples from steel grade 10, St3 and 09G2S were used as the objects of the study, which are the most widely used in the technological pipelines production in the oil and gas industry.

The developed software processes the signal of the electromagnetic-acoustic transducer, while the first reflected (bottom) signal is used, which is the most informative and easy to detect. The temporary diagram of the electromagnetic-acoustic transducer signal is shown in Figure 1. In Figure 1, the first reflected signal is in the range from 5.55 to 7.25 μ s. The program developed by the area method identifies the transfer function of the «control object - electromagnetic-acoustic transducer» system and calculates the system performance equation roots - the denominator polynomial of the transfer function. In general, the transfer function $W(p)$ is defined as the ratio of the image of the output signal $Y(p)$ to the image of the input signal $X(p)$. The external action $X(p)$ is a joint action of the current in the inductor and the magnetic field of the permanent magnet on the control object, and the response signal of the object $Y(p)$ is the EMF induced in the EMAT inductor for the «EMAT- control object» system. The TAU 2.1 program, developed at the Ufa State Petroleum Technological University department of Automation of Technological Processes and Production, was previously applied to determine the transfer function of the system and search for the characteristic polynomial roots. For a more accurate determination of the transfer function the calculation was carried out by the method of moments in a program developed by Professor G.K. Ayazyan.

After carrying out a number of tests by loading samples from steel, a relationship was found between the applied force and the values of the performance equation roots. The obtained

dependence is shown in Figure 2. The real parts of the performance equation roots are plotted along the abscissa; imaginary parts of the performance equation roots are plotted along the ordinate.

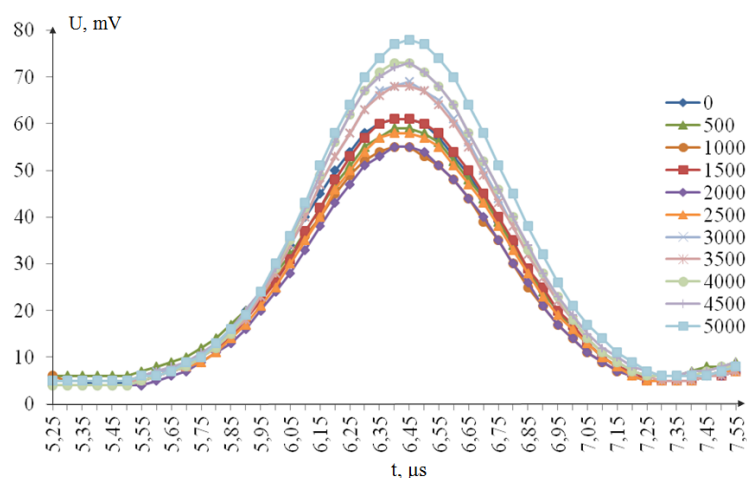


Figure 1 - Change of the bottom signal with increasing load on the sample from 0 to 5000 kgf steel 09G2S

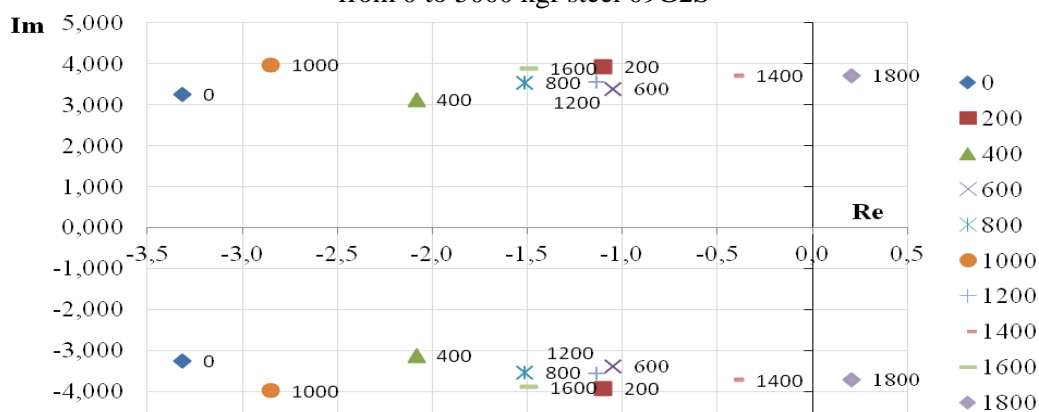


Figure 2 - The performance equation roots location under the action of cyclic loading (09G2S, 0-1800 cycles)

The change in the current state of the metal is accompanied by a shift in the roots coordinates of the transfer function characteristic polynomial with static and cyclic action in the complex plane, which can be used to develop a methodology for assessing the service life of the technological pipelines safe operation to ensure industrial safety.

References

1. Sun B, Wang J, Li Z-L, Qin Y, Liu S-Z and Tomker D Modified modal strain energy method for analyzing the dynamic damping behavior of constrained viscoelastic structures //Journal of Engineering Science and Technology Review. 2017. Vol. 10. No. 5. pp. 174-180.
2. Bashirov M G and Mironova I S Integral criteria development for technical state and lifespan assessment of machine assembly in oil and gas industry | [Нефт-қаз истеһсалнда маһин ақреқатларинин теһники везиyyетинин ве ресурсларинин қiyетлендирилmesi үçün интеграл мейарларин иһленmesi] // SOCAR Proceedings. 2015. No.1. pp. 46-55.
3. Bashirov M G, Kuzeev M I, Kuzeev I R and Yunkin A I Electromagnetic method of diagnosis in problems of operation safety assurance and evaluating the service life of equipment at petrochemical and petroleum-processing plants // Bezopastnost' Truda v Promyshlennosti. – 2004.

4. Ibragimov I G and Vildanov R G Measuring stresses in welded joints by the remagnetisation loss method *Welding International*. 2007. Vol. 21. No. 2. pp. 139-141.
5. Muravyev V V and Balabanov E N Features of the acoustic strain measurement method in metal products // *Proceedings of the XIII All-Russian school-seminar on the physics of condensed matter*. - Ekaterinburg: IMP UroRAN, 2012. p. 190.

DYNAMIC IDENTIFICATION OF TECHNICAL CONDITION OF PROCESS PIPELINES BASED ON ANALYSIS OF TIME CHARACTERISTICS OF ELECTROMAGNETIC-ACOUSTIC SIGNAL

M. G. BASHIROV, E. M. BASHIROVA, I. G. KHUSNUTDINOVA

Ufa State Petroleum Technological University, Russia

E-mail: Ilvina011@mail.ru

Abstract. Assessment of the technical condition and resource of the process pipelines, which are in operation for a long time, is very important for the prevention and prediction of accidents at the oil and gas industry. At the moment, the assessment of the technical condition and service life of technological pipelines is made on the basis of the results of mechanical tests of metal samples cut from the existing equipment, and using physical methods of non-destructive testing.

The analysis of the results of previous studies shows the prospects of using methods of assessment of their stress-formed state (VAT) to ensure the safe operation of equipment and structures. Existing methods of stress-strain state assessment have their advantages and disadvantages. A new direction in the assessment of stress-strain state of equipment and structures is the use of electromagnetic-acoustic effect.

Keywords: industrial safety, process pipeline, metal, oil and gas industry, failure, residual life, dynamic model, electromagnetic-acoustic effect, risk assessment.

At the oil and gas industry enterprises, about one third of equipment failures are failures of process pipelines, and, in accordance with this, the reduction of fire and industrial hazards of technological processes and production depends on the control of their technical condition.

In order to study in detail the degradation processes occurring in operating conditions, the impact of operational loading on the change of electrical properties of metal elements of technological pipelines, experimental studies were conducted in the laboratory. As objects of research, samples from steel grades 10, St3 and 09G2S steel, the most widely used in the manufacture of process pipelines in the oil and gas industry, were used [1].

From the point of view of rapid assessment of the state of metal structures and the subsequent assessment of the resource of safe operation of process pipelines in production conditions, the greatest interest is the electromagnetic-acoustic effect (EMA), the principle of which is based on the non-contact generation of ultrasonic vibrations in the metal using eddy currents excited by a special winding, and a source of a constant magnetic field [2, 3].

By applying dynamic identification, it is possible to monitor changes in the operating properties of the metal equipment. For dynamic identification, a transfer function formed by an electromagnetic-acoustic signal was used [4].

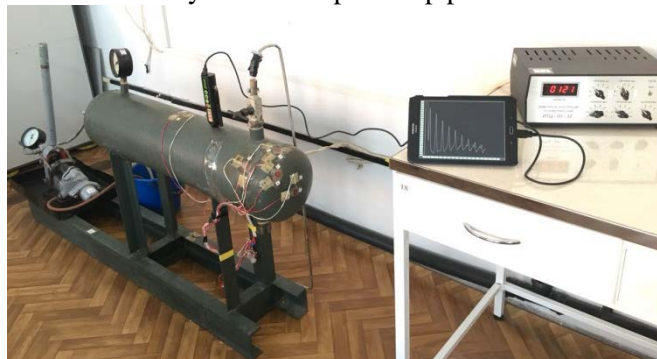
Different damage to the metal make different distortion in the signal and, as a consequence, the coefficients of the transfer function is different for different damages of the metal.

All this allows us to say that the use of electromagnetic-acoustic effect in conjunction with the method of dynamic identification can be the basis of methods for assessing the residual life.

The paper presents experimental studies of the patterns of changes in mechanical, electrical and acoustic properties of the metal, and defines the criteria for the safety of operation of technological

pipelines. The results of studies of changes in the parameters of the transfer function of the system " electromagnetic-acoustic Converter - object of control»

The figure 1 presents experimental facilities for determining the patterns of changes in mechanical, electrical, magnetic and acoustic properties of the metal during operation and the development on the basis of their safety criteria for process pipelines



a)



б)

- a) - installation for the study of complex stress-strain state of the pipeline model in the form of a thin-walled cylindrical vessel;
b) the appearance of the unit for testing samples for cyclic loads [5]

Figure 1 - General view of experimental facilities

References

1. Khusnutdinova, I.G. The use of electromagnetic-acoustic method for estimating the stress-strain state of the metallic elements of power equipment / I.G. Khusnutdinova, M.G. Bashirov // *Key Engineer-ing Materials*, Vol. 743, pp. 463-467, 2017.
2. Khusnutdinova, I. G. Analysis of emergency situations in the oil and gas industry in the event of defects in the metal elements of shell structures / I. G. Khusnutdinova, M. G. Bashirov, I. K. Bakirov // *Problems of collection, preparation and transport of oil and oil products*. 2017. № 2 (108). P. 155-164.– URL: <http://ntj-oil.ru/article/view/4863>.
3. Bashirov, M. G. Electromagnetic-acoustic method for the evaluation of the technical condition of energy equipment / M. G. Bashirov, I. G., Khusnutdinova, L. G., Khusnutdinova, D. R. Usmanov // *Promyshlennaya Energetika*. 2016. No. 12. P. 8-13.
4. Bashirova, E. M. evaluation of the limiting state of the metal equipment for processing of hydrocarbonic raw materials with application of an electromagnetic method of control : dissertation ... candidate of technical Sciences: 05.26.03, 05.02.01. - Ufa, 2005. - 140 p.
5. Patent No. 2262682 of the Russian Federation. Installation for testing samples for low-cycle fatigue at pure bending / Gaziev R. R., Zakharov N. Mmm. Kuzeyev I. R., Nasibullin R. I. Declared. 03.02.2004; publ. 20.10.2005.

RESEARCH OF MECHANISMS OF TARGET OVERHEATING AT INTENSE PULSED ION BEAM IRRADIATION

*A. PRIMA*¹, *L. DING*², *Q. ZHANG*², *Z.C. ZHANG*²

¹Tomsk Polytechnic University

²Dalian University of Technology

E-mail: pr1martyom@yandex.ru

The results of research of nonequilibrium overheating of metal targets at high-intensity pulsed ion beam irradiation (HIPIB) are presented. Studies were performed on TEMP-6 accelerator [1] (200-250 keV with 120 ns pulse duration), ion beam composition was carbon ions (80-90%) [2] and protons, the energy density was 1–12 J/cm², heating rate was above 3·10¹⁰ K/s. The schematic of a diode system and waveforms are shown in Figure 1.

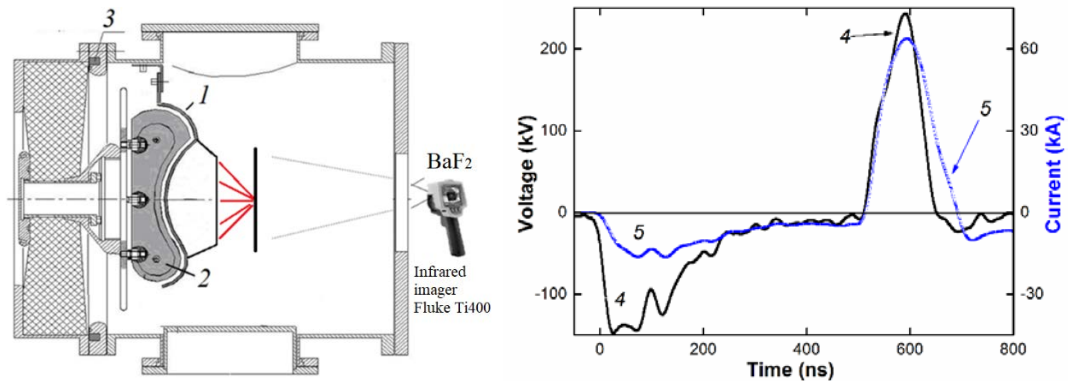


Figure 1 - Schematic of the diode joint (1 – Cathode; 2 – Anode; 3 – Rogowski coil) and waveforms of accelerating voltage (4) and diode current (5)

A strip focusing diode with a size of 22x4.5 cm with a focusing distance of 14 cm worked in self-magnetically insulation mode [3]. The anode-cathode gap spacing was chosen due to the condition of balance between the diode impedance and the wave resistance of double forming line (Blumlein). The anode is made of graphite, the cathode is made of stainless steel with slots of 2x0.5 cm, optical transparency is 70%.

Infrared imaging technique was used as a surface temperature-mapping tool to characterize the energy density distribution of high-intensity pulsed ion beam on a thin metal target. Figure 2 shows a thermal imprint of the target registered with an IR camera after ion beam irradiation and the distribution of the energy density in focal plane.

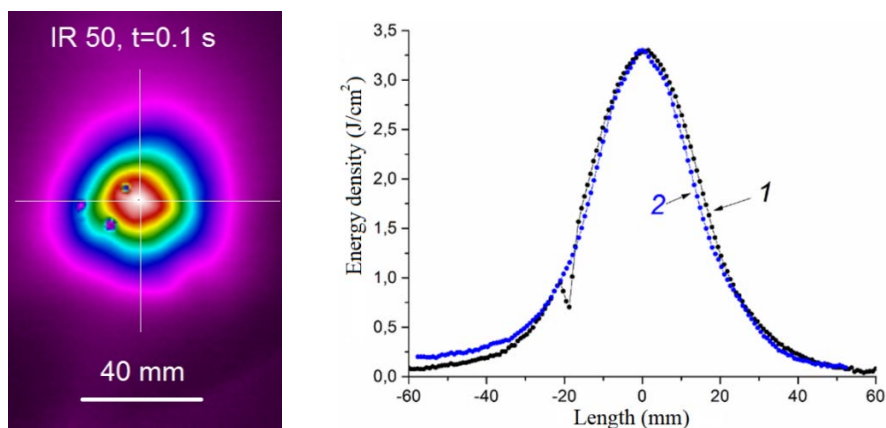


Figure 2 - IR diagram of HIPIB and distribution of energy density in the focal plane in horizontal (1) and vertical (2) directions

Experiments with targets from stainless steel, titanium, brass, copper and tungsten were performed. Our observation showed that the HIPIB maximum energy density, measured with the IR-diagnostics [4] considerably exceeds the ablation threshold of targets (Figure 3).

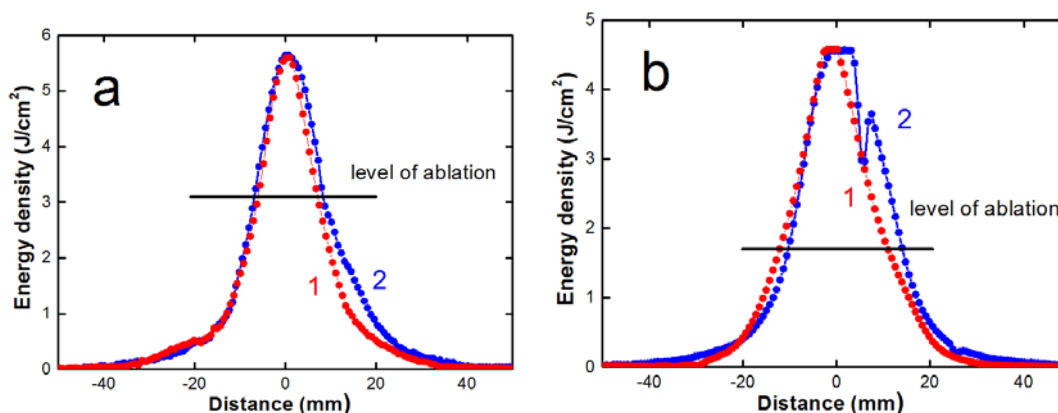


Figure 3 - HIPIB energy density distribution in the diode focus in horizontal (1) and vertical (2) directions. Large target from tungsten (a) and titanium (b)

The performed studies showed that overheating of targets during HIPIB irradiation is much higher than the values obtained by pulsed heating of metallic wires with an electric current or pulsed laser heating of a metal target (heating rate of 10^8 - 10^{10} K/s). In addition, the overheating of the targets at HIPIB irradiation depends on target size and thickness. The effect of target overheating during ion beam irradiation is attributed to the formation, migration and subsequent annealing of radiation-induced defects in targets.

This work was supported by Russian Foundation for Basic Research, projects no. 16-48-700012 and 17-08-00067.

References

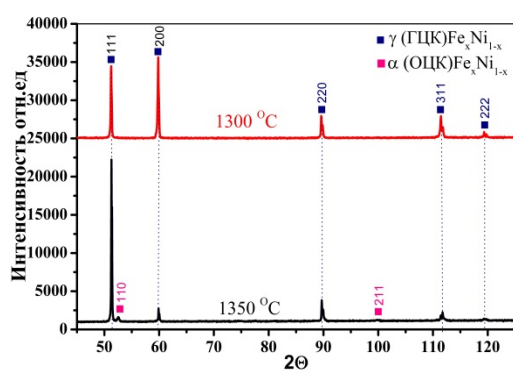
1. Zhu X.P., Lei M.K., Ma T.C. (2002). Characterization of a high-intensity bipolar-mode pulsed ion source for surface modification of materials // Review of Scientific Instruments, vol. 73, #4, pp. 1728-1733.
2. Pushkarev, Y. Isakova, I. Khailov, Intense ion beam generation in a diode with explosive emission cathode in self-magnetically insulated mode, Eur. Phys. J. D. 69 (2015). doi:10.1140/epjd/e2014-50319-8.
3. Pushkarev, Y. Isakova, I. Khailov, Intense ion beam generation in a diode with explosive emission cathode in self-magnetically insulated mode, Eur. Phys. J. D. 69 (2015). doi:10.1140/epjd/e2014-50319-8.
4. Y.I. Isakova, A.I. Pushkarev, Thermal imaging diagnostics of powerful ion beams, Instruments Exp. Tech. 56 (2013) 185–192. doi:10.1134/S0020441213020085.

СТРУКТУРА ИНВАРНЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ СПЕКАНИЕМ ПОРОШКОВ

Е.В. АБДУЛЬМЕНОВА¹, О.Ю. ВАУЛИНА¹, С.Н. КУЛЬКОВ^{1,2}¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет²Институт физики прочности и материаловедения СО РАНE-mail: eva5@tpu.ru

Инварные сплавы обладают уникальными тепловыми свойствами, что позволяет использовать их в разных областях точного машиностроения [1]. Получить такой сплав можно методом порошковой металлургии, который имеет ряд преимуществ, по сравнению с производством металлических изделий литьём [2]. В частности, при спекании порошков можно получить изделие со сложной геометрической формой [3], что в сочетании с инварными свойствами при минимуме расходного материала позволяет существенно расширить области их применения [4]. Однако информации о возможности получения инварных сплавов при спекании порошков Fe и Ni, их кристаллической структуре и свойствах в литературе недостаточно. Цель настоящей работы – изучение структуры сплавов полученных при спекании порошков.

Исследована структура сплавов, полученных спеканием промышленных порошков Fe и Ni марок ВМ и ПНК-УТ1, соответственно. Содержание Ni в порошковой смеси варьировалось от 30 до 40 % масс. Спекание проводили в вакуумной печи СНВЭ 1.3.1/16 при температурах 1300 °С и 1350 °С. Морфология частиц и гранулометрический состав исследовался с помощью микроскопа TESCAN VEGA 3SBH и лазерного дифракционного анализатора размеров частиц SALD-7101 фирмы Shimadzu (Япония). Фазовый состав изучен с помощью дифрактометра с фильтрованным CoK_α излучением в режиме сканирования по точкам в интервале углов $20^\circ - 120^\circ$ с шагом 0.05° . Параметры решеток определены экстраполяцией по аппроксимирующей функции $\cos^2(\theta)$, размеры областей когерентного рассеяния (ОКР) и микродисторсию кристаллической решетки определены по методу Холла-Вильямсона [5]. Частицы порошковой смеси Fe и Ni имеют форму близкую к сферической, а их средний размер, полученный методами сканирующей электронной микроскопии и лазерной дифракции, составляет 1,6 мкм и 0,8 мкм, соответственно.

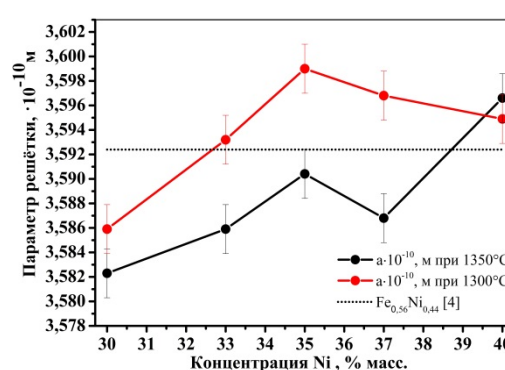


(а)

Рисунок 1 – Фрагменты рентгенограмм спечённых образцов при температурах 1300 °С (—) и 1350 °С (—) из смеси порошков (Fe – Ni 35% масс.)

На рисунке 1 представлена типичная рентгенограмма спечённого образца состава, содержащего 35 % масс. никеля. Из рентгенограмм видно, что после спекания формируется ГЦК структура, характерная для $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}$ [4], при этом при более высокой температуре спекания формируется двухфазное состояние с образованием второй ОЦК фазы [4] с параметром решётки $2,8611 \cdot 10^{-10}$ м, а ее интегральная интенсивность около 7 %.

На рисунке 2 представлена зависимость параметра решётки от содержания никеля в исходной смеси. Видно, что параметр решетки при увеличении содержания никеля



(б)

Рисунок 2 – Зависимость параметра решётки от содержания никеля в исходной смеси. Пунктиром показан параметр решетки, полученный в [4]

увеличивается, и, хотя при 1350 °С он заметно меньше, но при 40 % масс. Ni они сравниваются, и соответствуют литературным данным [6].

На рисунке 3а представлены измеренные значения ОКР от содержания никеля в исходной смеси, а на рисунке 3б – микродисторсия кристаллической решетки при двух температурах спекания. Видно, что ОКР для сплавов достаточно близки, исключая малые содержания никеля и более высокую температуру спекания. Возможно это следствие формирования двухфазного ГЦК-ОЦК состояния вследствие атомной сегрегации, обнаруженной в [4].

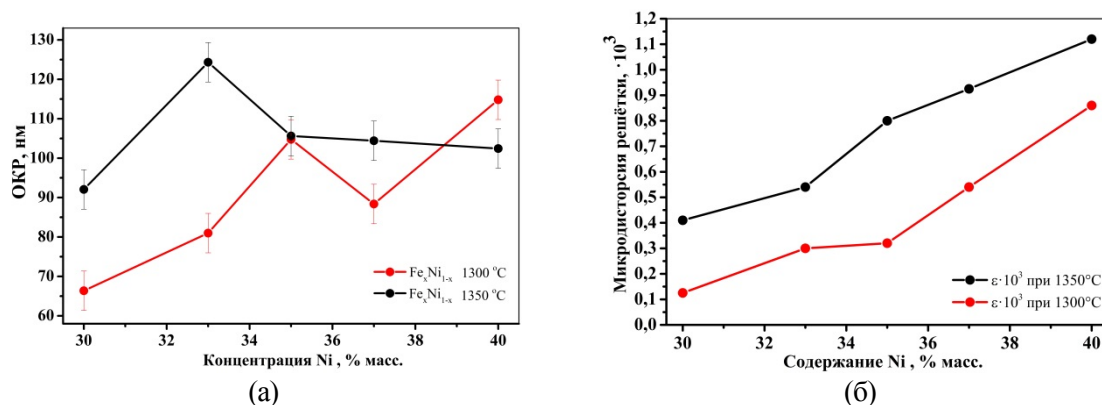


Рисунок 3 – Зависимость величины ОКР (а) и микродисторсии решётки (б) от содержания никеля в исходной смеси для двух температур спекания

Из зависимости микродисторсии от содержания никеля, рисунок 3б, можно сделать заключение, что наблюдается значительный рост микродисторсии вследствие, по-видимому, формирования концентрационной неоднородности при спекании системы [7].

Таким образом, показано, что при спекании порошков Fe и Ni, формируется сплав с ГЦК структурой, с параметрами структуры соответствующей инварным составам. При увеличении температуры спекания в сплаве формируются значительные микроискажения, по-видимому, вследствие формирования концентрационной неоднородности при спекании системы. Этому необходимо посвятить отдельное исследование.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-48-700039 p_a.

Список литературы

1. S.V. Grachev, M.A. Filippov. Thermal properties and structure of cast carbon-containing invar and superinvar alloys after two-stage annealing // *Metal Science and Heat Treatment*. – vol. 55. – №.3-4. – 2013. – p. 124-128
2. Chang I., Zhao Y. *Advances in powder metallurgy: Properties, processing and applications* // Woodhead Publishing Limited. – 2013. – XXI. – 604 p
3. Кипарисов С.С. Порошковая металлургия / С.С. Кипарисов, Г.А. Либенсон. М.: Металлургия, 1980. 496 с
4. J. Hidalgo, A. Jiménez-Morales, T. Barriere, J. C. Gelin & J. M. Torralba. Mechanical and functional properties of Invar alloy for μ -MIM // *Powder Metallurgy*. – 2014. – vol 57. – №2. – p. 127–136.
5. Y. Prabhu, K. Rao. X-Ray analysis by Williamson-Hall and size-Strain plot methods of ZnO nanoparticles with fuel variation // *World Journal of Nano Science and Engineering*. – 2014. – №4. – p. 21-28.
6. Cécilie Duhamel, Yannick Champion, Marcel Tencé, Michael Walls. Synthesis of controlled-chemistry ultrafine Fe_xNi_{1-x} ferromagnetic powders // *Journal of Alloys and Compounds*. – № 393. – 2005. – p. 204–210.
7. V.M. Nadutov, S.G.Kosintsev. Anti-Invar properties and magnetic order in fcc Fe–Ni–C alloy // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – №323. – 2011. – p. 2786–2791.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛА ЗМЕЕВИКА СЕКЦИИ РАДИАЦИИ ПЕЧИ ПИРОЛИЗА БЕНЗИНА

Ю.Р. АХМЕТОВА¹, А.Ю. ТКАЧЕНКО²

¹Томский политехнический университет

²ООО «Гомскнефтехим»

E-mail: julion@mail2000.ru

Безопасность и надежность работы установок в нефтехимических производствах при высоких температурах определяются ресурсом рекреационных змеевиков, которые работают в достаточно жестких условиях: высокая температура до 1100°C, периодический нагрев и охлаждение змеевиков во время эксплуатации, скорость потока рабочей среды до 200 м/сек [1]. Износ, коррозия и науглероживание материала труб сильно понижают долговечность и приводят к преждевременному разрушению элементов реакционных змеевиков. Поэтому срок службы элементов установок пиролиза, являющиеся наиболее теплонапряженными, составляет около 2-5 лет. Это относится как к импортной продукции, так и к отечественной.

Процесс пиролиза имеет ряд специфических особенностей, поэтому поведение материала в этих условиях недостаточно изучено. Это обстоятельство показывает, что анализ механизмов повреждения реакционных змеевиков является актуальным и необходимым для прогнозирования их деформирования и выхода из строя.

В лабораторию для исследования был представлен фрагмент змеевика секции радиации печи из материала G 4848, таблица 1 [2].

Таблица 1 – Химический состав стали G4848

	Химический состав, %						
	C	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	Fe
G 4848 (GX40CrNiSi25-20)	0,3-0,5	1,0-2,5	<2,0	24,0-27,0	19,0-22,0	-	остальное

При внешнем осмотре установлено, что на фрагменте трубы имеется продольный сквозной разрыв металла трубы длиной ~2,5 см, значительное изменение формы и размеров, рисунок 1. На всей внутренней поверхности представленного фрагмента присутствуют множественные отложения кокса толщиной до 8 мм.

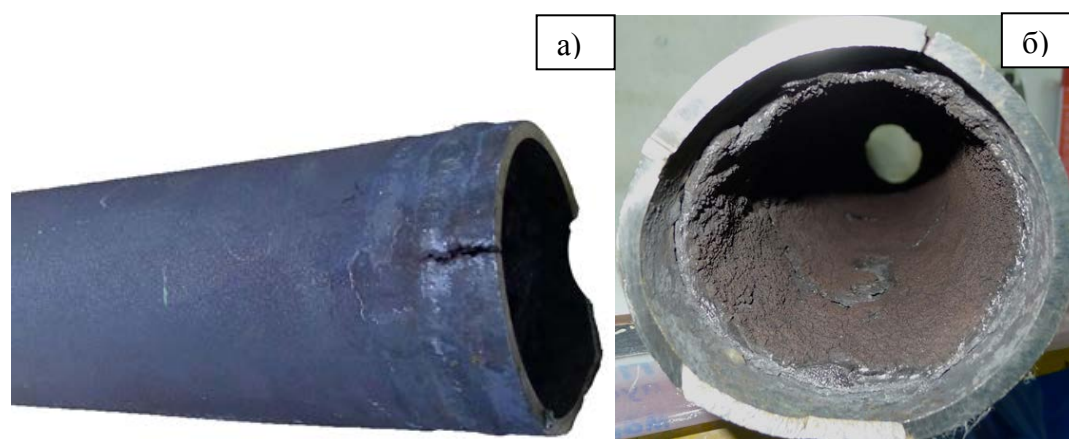


Рисунок 1 – Состояние фрагмента трубы: а) общий вид; б) внутренняя поверхность

Были вырезаны из трубы образцы для проведения металлографического анализа в месте сквозного разрыва. Оценка структуры проводилась после травления в реактиве «царская водка» (3 части соляной кислоты + 1 часть азотной кислоты).

По результатам оценки макроструктуры в металле трубы обнаружен науглероженный слой со стороны внутренней поверхности глубиной до 3 мм. Макроструктура металла трубы удовлетворительная.

В структуре металла по всему сечению трубы обнаружена развитая пористость, многочисленные трещины и оксидные отложения, что свидетельствует о значительном разупрочнении металла трубы на данном участке.

В микроструктуре металла наблюдается значительное укрупнение карбидной фазы, а также многочисленные выделения избыточных фаз разной природы, рисунок 2.

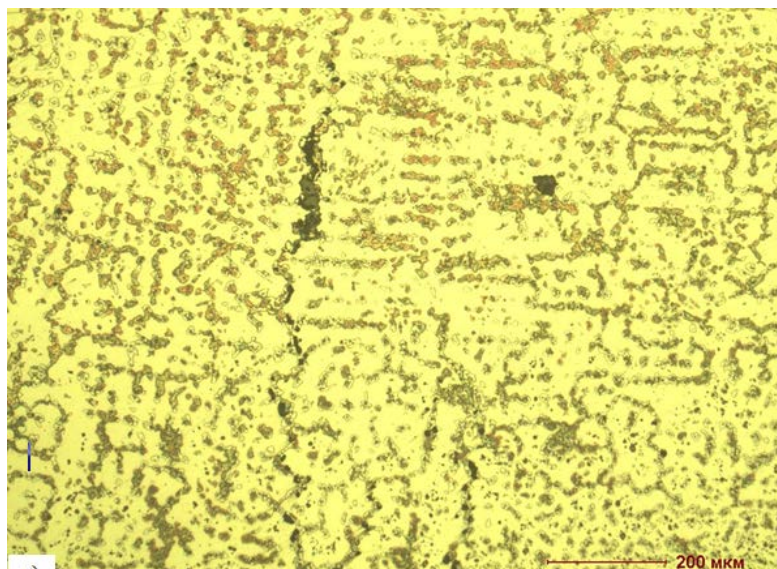


Рисунок 2 - Микроструктура металла трубы после травления

В работе было проведено измерение твердости. Твердость металла трубы в науглероженном слое вблизи внутренней поверхности составляет $293 \div 301$ HV. Твердость металла трубы вблизи наружной поверхности составляет $215 \div 225$ HV.

В заключение можно сказать, что в процессе паровоздушного выжига кокса в местах значительных отложений происходит локальный перегрев металла трубы, что приводит к развитию ускоренных процессов разупрочнения металла и необратимым структурным изменениям, поэтому причиной разрушения представленного фрагмента трубы могла явиться избыточная закоксованность змеевика, которая в процессе проведения паровоздушных выжигов приводила к локальному перегреву металла.

Список литературы

1. Бикчурина А.Р., Цивунина И.В. Особенности безопасной эксплуатации печей пиролиза [Электронный ресурс] // Вестник Казанского технологического университета. - 2016. - №10. - Режим доступа: <https://cyberleninka.ru/article/n/osobennosti-bezopasnoy-ekspluatatsii-pechey-piroliza>. - 02.05.18
2. Характеристики марки стали G4848 [Электронный ресурс]. - Режим доступа: http://emk24.ru/wiki/vidy_stalei/stal_g_4848_1_4848_3499085 - 02.05.18

ИЗУЧЕНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ МЕТОДИКИ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ СОСТОЯНИЯ ДЕТАЛЕЙ ИЗ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

В.Х. БАЛАЕВ¹, М.В. БУРКОВ^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: vahal@tpu.ru

В настоящее время композиционные материалы (КМ) на полимерных и металлических матрицах обретают всё более обширное применение в разных отраслях промышленности в качестве конструкционных материалов [1]. Одним из наиболее актуальных направлений исследований в сфере НК, привлекающих большое число инженеров и исследователей, является концепция Structural Health Monitoring (SHM). Концепция подразумевает внедрение в конструкцию комплекса чувствительных элементов, регистрацию информации на протяжении всей эксплуатации с последующим анализом с помощью программных средств для своевременного обнаружения ударных повреждений и ремонта. Материал, на котором проводились эксперименты – углепластиковая сотовая панель, рисунок 1.

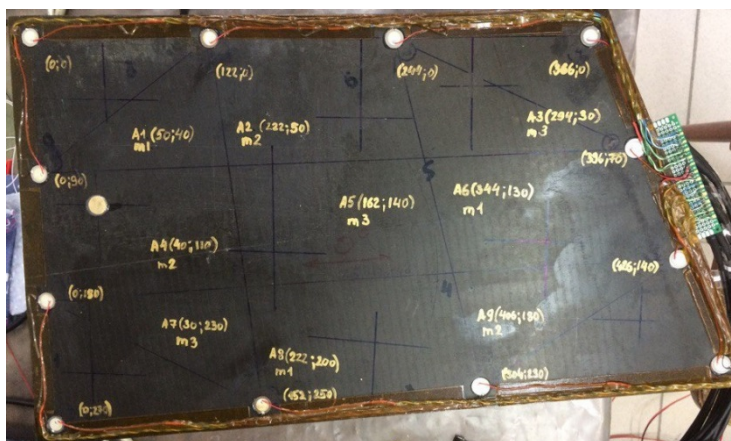


Рисунок 1 – Углепластиковая сотовая панель

В ходе подготовки к эксперименту на исследуемую панель наносились ударные повреждения с помощью ударника массой 4 кг, ударные повреждения необходимо наносить с относительной энергией 2,5 Дж/мм [2]. С учетом толщины обшивки исследуемого объекта были выбраны энергии ударного нагружения: E=3 Дж (номинальная энергия); E=1 Дж (меньшего повреждения); E=2 Дж (пониженная энергия); E=4 Дж (повышенная энергия); E=5 Дж (повышенная энергия). Данный ряд позволяет провести исследование чувствительности ультразвуковой методики к дефектам различного размера.

Для проведения исследований было разработано программное обеспечение для управления генератором и осциллографом [3], формирования и записи необходимых сигналов. Чтобы получить результаты по ультразвуковой методике сначала проводилась проверка замкнутой цепи, состоящей из пьезодатчиков (1 датчик является генератором, 11 других приёмниками), затем проводим эксперимент меняя генератор с 1 по 12 и на выходе получаем 144 результата при одной частоте (3 частоты: 50; 100; 200 (кГц)). После записи сигналов для одного дефектного состояния, удар наносили в следующую точку и процесс по записи серий сигналов (и нахождению нового дефекта) повторяется. По окончании сбора данных, полученные результаты обрабатываются в ПО.

Экспериментальная часть работы заключалась в нахождении ударных повреждений в углепластиковой сотовой панели методом ультразвукового контроля по амплитуде dA и энергии dP. Далее представлены результаты эксперимента.

На рисунке 2 представлена схема определения местоположения дефекта, полученного ударным нагружением с энергией 5 Дж. Координаты удара: X=187 мм; Y=177 мм.

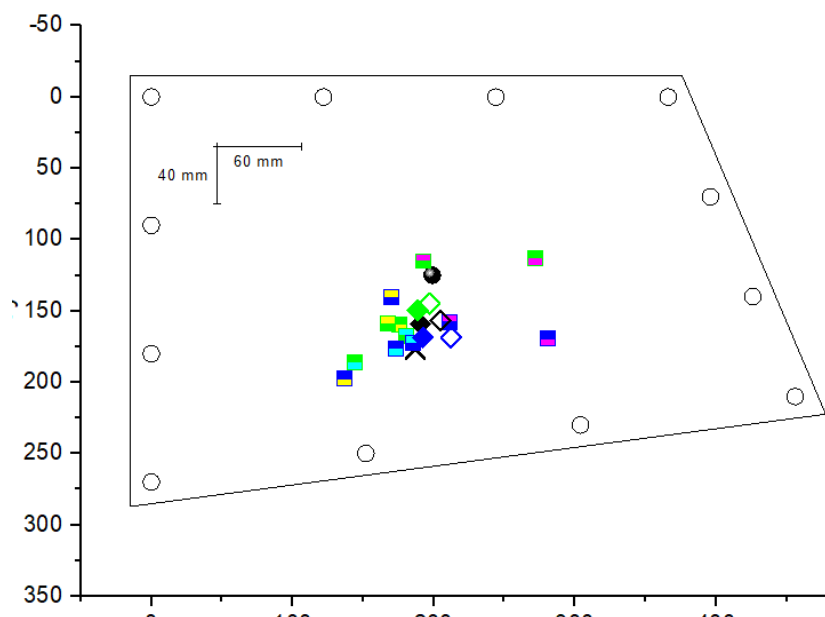


Рисунок 2 - Определение местоположения ударного дефекта энергией 5 Дж

Таким образом проведена диагностика состояния углепластиковой сотовой панели с нанесёнными на ней ударными дефектами с энергией 1-5 Дж. Анализ полученных результатов показал, чем больше энергия с которой был создан дефект, тем точнее определение места расположения дефекта, рассчитанного с помощью ультразвуковой методики. Заметность дефекта зависит от энергии, с которой был нанесён удар, таким образом, чем меньше энергия удара, тем дефект менее заметен и ниже точность обнаружения локации дефекта. Расчёт производился по двум параметрам: по амплитуде и по энергии. Для углепластиковой сотовой панели размером 300x400 мм точность обнаружения дефектов по результатам анализа изменений амплитуды проходящих сигналов составляет 20-40 мм, а по изменению энергии – 20-90 мм. Индекс поврежденности достаточно хорошо определяется и по амплитуде, и по энергии и позволяет оценить критичность повреждения, которая напрямую зависит от энергии удара.

Список литературы

1. Троицкий В. А., Карманов М. Н., Троицкая Н. В. ИЭС им. Е. О. Патона НАНУ Научная статья” Неразрушающий контроль качества композиционных материалов”, техническая диагностика и неразрушающий контроль, №3, 2014
http://www.usndt.com.ua/documents/Troitskiy_publications/Troitskiy_tdnk2014_03.pdf
2. Mikhail Burkov, Lyubutin Pavel, Byakov Anton and Panin Sergey. Detecting Barely Visible Impact Damages of Honeycomb and Laminate CFRP Using Digital Shearography // AIP Conference Proceedings 1909, (2017), 020022. 10.1063/1.5013703
3. TiePie engineering. [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.tiepie.com/en/products/Oscilloscopes/Handyscope_HS4/Key_specifications, свободный. (Дата обращения 20.05.2016).

АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ СТРУКТУРЫ МИКРОПОВРЕЖДЕННОСТИ НА УСТАЛОСТНУЮ ПРОЧНОСТЬ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО ФУНКЦИОНАЛЬНОГО МАТЕРИАЛА

С.Е. БАТИН, М.Л. БАРТОЛОМЕЙ, Д.А. БОЯРШИНОВ, М.Б. ГИТМАН

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: sebatin@ya.ru

Оценка усталостной долговечности функциональных материалов в зависимости от характеристик микроповрежденности представляет значительный интерес. В процессе эксплуатации большинство деталей машин подвергается воздействию циклических нагрузок, которые в конечном итоге приводят к их усталостному разрушению. Появление новых функциональных материалов требует разработки новых подходов к оценке усталостной прочности. Таким образом, разработка новых методов анализа влияния структуры и эволюции микроповрежденности на усталостную долговечность материалов является актуальной задачей.

Цель работы состоит в разработке подхода к оценке усталостной долговечности функционального материала на основе анализа параметров нагружения и полученной поверхности разрушения. Особенностью разрабатываемой методики является применение теории нечетких множеств при установлении множественных отношений между заданным комплексом прочностных свойств и параметрами микроповрежденности, вычисляемыми по данным профилометрии поверхностей разрушения исследуемого материала.

Оценка, представленная в работе, основана на данных, полученных в ходе испытаний образцов из сплава алюминия и магния АМг6 в условиях много- и гигацикловой усталости. Образцы подвергались усталостному нагружению в условиях симметричного цикла растяжения – сжатия с частотой 20 кГц. Подробное описание методики проведения эксперимента и получения характеристик микроповрежденности представлено в [1]. В результате эксперимента и последующего анализа цифровых данных профилометрии поверхности разрушения можно выделить основные параметры поверхности разрушения: l_{sc} - масштаб корреляции в ансамбле дефектов, L_{pz} – масштаб, связанный с зоной процесса и H – показатель Херста.

Таблица 1 - Значения показателя Херста и критических масштабов микроповрежденности

№ n/n	σ , МПа	l_{sc} , мкм	L_{pz} , мкм	H , Показатель Херста	ΔN , циклов (усталостная долговечность)	$Ig\Delta N$, циклов (усталостная долговечность)
1	160	1,4	22,4	0,61	$6,93 \cdot 10^{+6}$	6,840733235
2	158	3,1	20,1	0,51	$8,5 \cdot 10^{+5}$	5,929418926
3	155	1,3	19,8	0,58	$4,2 \cdot 10^{+6}$	6,62324929
4	154	3,1	34,7	0,76	$1,41 \cdot 10^{+9}$	9,149219113
5	150	5,0	27,5	0,45	$5,98 \cdot 10^{+5}$	5,776701184
6	140	6,3	27,7	0,45	$2,72 \cdot 10^{+8}$	8,434568904
7	138	8,4	22,5	0,38	$4,79 \cdot 10^{+6}$	6,680335513
8	130	6,6	27,1	0,59	$8,6 \cdot 10^{+5}$	5,934498451
9	120	5,0	19,8	0,44	$2,52 \cdot 10^{+7}$	7,401400541

На основе показателей, описывающих поверхность разрушения, с помощью методики, частично представленной в [2], проведем оценку усталостной долговечности материала. При количестве имеющихся экспериментов l по формуле (1) определим связь характеристик микроповрежденности материала и параметров усталостной долговечности в виде нечетких отношений:

$$S^i = A^i \times B^i, i = \overline{1, l}, \quad (1)$$

где i – номер эксперимента, A^i и B^i – нечеткие множества, описывающие микроповрежденность и долговечность соответственно, \times – знак декартова произведения нечетких множеств.

В дальнейшем полагаем, что связь между произвольным множеством, описывающем входные параметры A^{test} и результирующим нечетким множеством B^{test} определяется объединением набора экспериментальных нечетких отношений S . Таким образом, нечеткое множество, описывающее характеристики долговечности исследуемого образца, определяется по формуле (2):

$$B^{test} = A^{test} \circ S, \quad (2)$$

где \circ – знак максиминного произведения (такое произведение определяется как обычное произведение матриц, где вместо операции умножения вычисляется минимум, а операции сложения – максимум) [3]. Следует отметить, что B^{test} будет получено в виде нечеткого множества. Для представления результата в виде скалярной величины нужно решить задачу определения четкого представителя нечеткого числа.

Для оценки адекватности используемой модели рассмотрим результаты расчета усталостной долговечности исследуемого ФМ на примере 5-го эксперимента (Таблица 1) По результатам 8 экспериментов (исключая эксперимент №5) по методике, описанной выше, были просчитана характеристика усталостной долговечности (характеристики усталостной долговечности были представлены в логарифмической шкале). Теоретические расчеты для 5-го эксперимента: $\lg \Delta N = 6,9775$, что соответствует $\Delta N = 9,5 \cdot 10^{+5}$ циклов до разрушения. Экспериментальные данные приведены в таблице 1. Оценена относительная погрешность, которая составила 20,79% для логарифма числа циклов. Очевидно, что для повышения точности расчетов необходимо увеличить количество исходных экспериментов.

Разработана методика, позволяющая с помощью анализа параметров нагружения и полученной поверхности разрушения функционального материала оценить его усталостную долговечность. Особенностью предложенной методики является применение теории нечетких множестве при установлении множественных отношений между параметрами нагружения и полученной поверхности разрушения функционального материала, с одной стороны, и характеристиками усталостной долговечности, с другой. Приведен пример расчета характеристик усталостной прочности и оценки точности прогнозных расчетов.

Полученные результаты подтверждают возможность применения разработанной методики для комплексного оценивания усталостной долговечности по параметрам нагружения и полученной поверхности разрушения функционального материала.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (соглашение No 14.586.21.0055 от 17.07.2017 г., проект RFMEF1586117 X0055 в составе реализации международного проекта «Fracture across Scales and Materials, Processes and Disciplines (FRAMED)» в рамках программы «Горизонт-2020»)

Список литературы

1. Оборин В.А., Банников М.В., Баяндин Ю.В. и др. Фрактальный анализ поверхности разрушения сплава АМг6 при усталостном и динамическом нагружении // Вестник ПНИПУ. Механика. – 2015. – № 2. – С. 116–126.
2. Клюев А.В., Гитман М.Б., Столбов В.Ю. Об одном подходе к решению задачи дискриминантного анализа микроструктур функциональных материалов по комплексу физико-механических характеристик // Прикладная математика и вопросы управления. – 2016. – № 4. – С. 63-85.
3. Lotfi Zadeh. From computing with numbers to computing with words — from manipulation of measurements to manipulation of perceptions // International Journal of Applied Math and Computer Science. 2002. Vol. 12. № 3. pp. 307–324.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЯЗКОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО ТИТАНА ВТ1-0 ПО ДАННЫМ ИСПЫТАНИЙ МАЛОРАЗМЕРНЫХ ОБРАЗЦОВ С ШЕВРОННЫМ НАДРЕЗОМ

А.А. БОГДАНОВ¹, Е.Е. ДЕРЮГИН²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: aab65@tpu.ru

В настоящее время широко используются стандартные методы испытаний материалов на трещиностойкость [1]. Но данные методы обладают следующими недостатками: необходимость нанесения усталостной трещины на образцы, строгие ограничения на геометрию и размеры образцов, расчёты ведутся по полуэмпирическим формулам. На малоразмерных образцах при испытании пластичных материалов и сплавов определить коэффициент интенсивности напряжений не представляется возможным, но возможно определение удельной энергии разрушения и через эту энергию возможно найти коэффициент интенсивности напряжений [2].

В качестве материала исследования выбран технический титан ВТ1-0. Он применяется для изделий с высокой прочностью, имеет высокое сопротивление хрупкому и усталостному разрушению. Нашел применение в машино- и приборостроении, а также в изделиях криогенной техники. Технический титан ВТ1-0 обладает следующими значениями упругих характеристик: $E = 110$ ГПа и $\nu = 0.3$.

В данной работе исследование двухконсольных образцов проводилось методом расклинивания. Испытание образцов производили на разрывной машине Instron. Для этого использован клин с углом 40° .

С помощью зеркальной фотокамеры, с интервалом в 4 сек, фиксировались изображения процесса нагружения, представленные на рисунке 1.

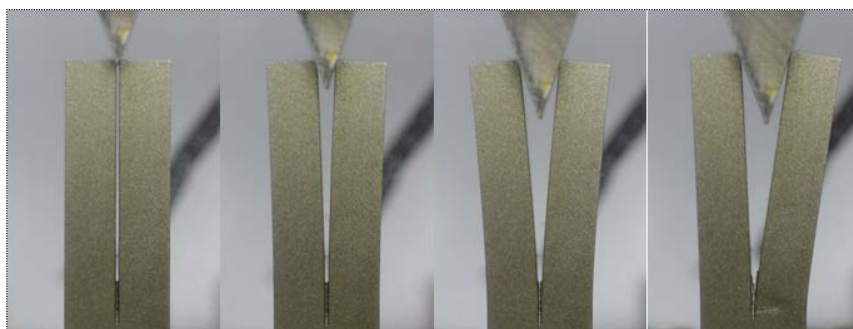


Рисунок 1 – Процесс нагружения в различное время

По полученным изображениям определяли момент зарождения трещины, длину трещины и величину прогиба консолей.

Для перехода от силы давления на клин F , рисунок 2, к силе, отгибающей консоль P , использовали формулу (1). Данный переход требует определения силы трения между клином и образцом [3].

$$P = \frac{F \cdot \cos(\gamma)}{2 \cdot (\sin(\beta/2) + \mu \cdot \cos(\beta/2))} \quad (1)$$

где F – нагрузка на клин, μ и γ – соответственно коэффициент трения и угол между плоскостями клина и консоли, β – угол раствора клина.

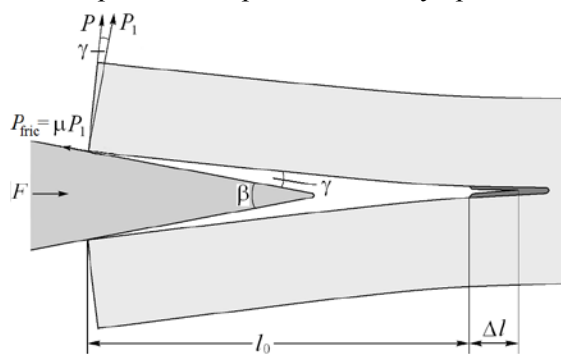


Рисунок 2 – Схема расклинивания

Силу трения определяли по формуле 2. Приняли, что коэффициент трения не меняется в процессе нагружения.

$$\mu = \frac{\Delta P \cos \gamma \cdot 2}{\Delta \lambda E \cdot a \cdot \sin(\beta/2)} \cdot \left(\frac{l_0}{b}\right)^3 \cdot \left(2 + \frac{a}{l_0} \cdot \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2}\right)^2 \cdot \left(4 + \frac{a}{l_0} \cdot \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2}\right)^{-1} - \operatorname{tg} \frac{\beta}{2} \quad (2)$$

где b - толщина балки, a - ширина балки, α - угол шеврона.

В методике используется энергетический подход. Из данного подхода следует, что трещина распространяется только за счет накопления и высвобождения упругой энергии деформации. Величину упругого прогиба консолей образца с шевронным надрезом определяли по формуле (3).

$$\lambda_e = \frac{8P}{Ea} \left(\frac{l}{b}\right)^3 \left[\frac{2\Delta l}{a} \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2} + \left(1 - \frac{2\Delta l}{a} \operatorname{tg} \frac{\alpha}{2}\right) \left(\frac{l}{l_0}\right) \frac{4 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} + \frac{2\Delta l}{l_0}}{\left[2 + \frac{a}{l_0} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2}\right]^2} \right]^{-1} \quad (3)$$

Далее по формуле (4) произвели расчет скорости высвобождения упругой энергии или иначе удельной энергии разрушения, которая может служить характеристикой трещиностойкости.

$$G = \frac{3E\lambda_e^2 b^3}{16l^4} \quad (4)$$

Но, поскольку параметр коэффициент интенсивности напряжений является закрепившимся, переход к нему осуществляется по известной зависимости (5) [4].

$$K_{Ic} = \sqrt{EG / (1 - \nu^2)} \quad (5)$$

В работе описан новый метод определения трещиностойкости конструкционных материалов с использованием малоразмерных образцов с шевронным надрезом. В расчетных формулах отсутствуют феноменологические зависимости и эмпирические константы. Метод позволяет использовать малоразмерные образцы и не требует предварительного наведения усталостной трещины [5].

Получены значения характеристик трещиностойкости технического титана ВТ1-0: удельная энергия разрушения $G = 51$ кДж/м² и коэффициент интенсивности напряжений $K_{Ic} = 78$ МПа·√м, что соответствуют данным стандартных методов испытаний и свидетельствует о работоспособности методики.

Список литературы

1. Матвиенко Ю. Г. Модели и критерии механики разрушения / Ю. Г. Матвиенко. – Москва: Физматлит, 2006. – 328 с.: ил. – Список литературы: С. 310-328. – ISBN 5-9221-0669-4
2. Херцберг Р. В. Деформация и механика разрушения конструкционных материалов / Р. В. Херцберг. – Москва: Металлургия, 1989. – 575 с.: ил. – Библиогр.: с. 554-573. – Предм. указ.: С. 574-575. – ISBN 5-229-00079-1
3. Deryugin Ye.Ye., Panin V.E. and Suvorov B.I. Determination of Fracture Toughness for Small-Sized Specimens with Ultrafine Grain Structure // AIP Conference Proceedings November 2014. <https://www.researchgate.net/publication/289644961>.
4. Тимошенко С. П. Теория упругости: пер. с англ./ С. П. Тимошенко, Дж. Гудьер; под ред. Г. С. Шапиро. – издание второе. – Москва: Наука, 1979. – 560 с.: ил. – Именной указатель: С. 552-556. – Предметный указатель: С. 557-560
5. Дерюгин Е.Е., Суворов Б.И., Деревягина Л.С. Трещиностойкость материалов с ультрамелкозернистой структурой // Письма о материалах. – 2013. – Т.3. – № 2. – С. 106-109.

ЗЕРНОГРАНИЧНОЕ СКОЛЬЖЕНИЕ И РОТАЦИОННЫЕ МЕХАНИЗМЫ ВНУТРИЗЕРЕННОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА РАЗЛИЧНЫХ СТАДИЯХ ПОЛЗУЧЕСТИ АЛЮМИНИЯ ВЫСОКОЙ ЧАСТОТЫ

Д.В. БОРИСЮК, В.Е. ПАНИН

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
Национальный исследовательский Томский Политехнический Университет
E-mail: dasha.94.5165@mail.ru

Введение. Ползучесть металлов является одним из наиболее важных процессов, развивающихся в нагруженных материалах при постоянной нагрузке, даже если она не превышает предела текучести материала. Известно, что зернограничное скольжение (ЗГС) поликристаллических материалов играет важную роль в условиях их ползучести. Единого мнения о его механизме в литературе нет. Во многих работах, посвященных исследованию ползучести поликристаллов, утверждается, что ЗГС является следствием неоднородности внутризеренного дислокационного скольжения [1-4]. Существует другое мнение, что первичные процессы пластического течения в поликристаллах в условиях их низкотемпературной ползучести связаны с ЗГС, которое аккомодируется ротационными модами внутризеренной деформации [5-8]. При этом границы зерен выступают над поверхностью образца, что дает возможность исследовать их структуру. Это мнение более достоверно, поскольку ползучесть поликристалла развивается при напряжениях ниже предела текучести материала.

В этой связи целью настоящей работы является исследование влияния температуры и приложенного напряжения на взаимосвязь ЗГС и ротационных механизмов внутризеренной деформации при ползучести поликристаллов алюминия высокой чистоты.

Материалы и методы исследования. В качестве материала исследования использовали поликристаллический алюминий высокой чистоты (99,999 ат.%), имеющий ГЦК решетку. Плоские образцы в виде двойной лопатки с размером рабочей части $1,2 \times 8 \times 37$ мм изготавливали из листового проката алюминия с последующим отжигом в течение 0,5 ч при 240°C . Полированную поверхность образцов для структурных исследований получали методом электролитической полировки. Размер зерен поликристаллов Al составлял $d = 400$ мкм.

Испытания на ползучесть проводили в специально созданной термостатированной установке при $T = 50^\circ\text{C}$ и 60°C в условиях одноосного растяжения. Величину приложенного напряжения изменяли в пределах [11-18] МПа. Удлинение образцов измеряли индикаторами часового типа с точностью ≈ 1 мкм. Структуру на разных стадиях ползучести изучали методами оптической (Axiovert 25CA), интерференционной (New View 6200), просвечивающей (JEOL 2100) и сканирующей электронной микроскопии (Quanta 200 3D).

Результаты исследования. Кривые ползучести, полученные при различных температуре и напряжениях, имеют стандартный трехстадийный вид. Степень удлинения образцов на первой стадии ползучести кратно возрастает при увеличении приложенного напряжения в интервале [11-18] МПа. При этом протяженность второй и третьей стадий ползучести сокращается. Под действием низкого приложенного напряжения ($\sigma = 11$ МПа) трансляционно-ротационные моды деформации в основном связаны с границами зерен и приграничными зонами локализованного пластического течения. Особенностью является, что следы пластической деформации на основной поверхности зерен, в которых развивается ЗГС, выражены слабо, а приграничная ротационная деформация в зерне оказывается очень однородной и сильно локализована. Максимальная высота ступенек ЗГС достигает ≈ 18 мкм.

При увеличении напряжения до $\sigma = 13$ МПа максимальная высота ступенек ЗГС уменьшается до 7 мкм и на поверхности зерен в зоне ЗГС развиваются линии аккомодационного скольжения. Важно подчеркнуть, что экструзия вершин зерен при ЗГС

сопровождается их поворотом. Переход к третьей стадии ползучести при $\sigma = 13$ МПа сопровождается усилением фрагментации и смятия приграничных зон, расслоением и разрывом материала в приграничных зонах. Резко увеличивается степень экструзии – интрузии материала.

Характер пластической деформации поверхностного слоя при ЗГС в условиях ползучести под напряжением $\sigma = 18$ МПа резко изменяется. Экструзия материала при ЗГС осуществляется в условиях резкого возрастания тангенциальной составляющей смещений материала вдоль поверхности и уменьшения смещений, нормальных к поверхности образца. Экструзия материала при ЗГС осуществляется смещением крупных слоев, при этом высота вертикальных ступенек не превышает 3 мкм.

Повышение температуры ползучести до 60 °С при напряжении $\sigma = 18$ МПа существенно уменьшило скорость пластического течения и в 2,3 раза увеличило время до разрушения образца. Существенно изменился характер как ЗГС, так и аккомодационной внутризеренной деформации.

Компонента ЗГС_n, нормальная к поверхности образца, практически отсутствует. В то же время тангенциальная компонента ЗГС_t хорошо выражена на поверхности образца. Характерно, что процесс тангенциального сдвига вызывает развитие аккомодационной деформации в приграничных зонах обоих смежных зерен. Кривизна решетки в приграничных зонах становится столь большой, что генерация дислокаций на границах зерен становится невозможной. Возникновение в междоузлиях кривизны решетки новых структурных состояний создает возможность генерации и некристаллографического распространения в зернах полос сдвига. Развивается многоуровневая фрагментация, очень часто в виде пластических ротаций, которые наследуют сложный профиль кривизны решетки. Разрушение на третьей стадии ползучести происходит в сильно неравновесном материале, в котором развивается деградация исходной кристаллической структуры.

Традиционный анализ закономерностей ползучести на основе теории дислокаций вполне корректен при невысоких приложенных напряжениях, когда длительность стадии установившейся ползучести велика. Механизмы деформации и разрушения на второй и третьей стадиях ползучести при больших приложенных напряжениях $\sigma = 18$ МПа, а также в условиях диффузионной ползучести в должны описываться с учетом кривизны кристаллической решетки.

Список литературы

1. Hirth J.P. and Lothe J. Theory of Dislocations, 2nd ed. New York: J. Willey, 1981.
2. Meyers M.A., Chavla K.K., Mechanical Behaviour of Materials. – Upper Saddle River. N-Y: Prentlee Hall, 1999. – 630p.
3. Courtney T.R. Mechanical Behaviour of Materials. Michigan: Mc Gra–Hill, 2000. – 733p.
4. Matsunaga T., Kameyama T., Sato E. Grain boundary sliding induced by lattice dislocation activity during ambient temperature creep in h.c.p. metals // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 2009. V. 3. Article 012014.
5. Matsunaga T., Kameyama T., Ueda S., Sato E. Grain boundary sliding during ambient-temperature creep in hexagonal close-packed metals // Phil. Mag. 2010. V. 90. N 30. P. 4041–4054.
6. Wang Z., Zhao Y., Kohlstedt D.L. Dislocation creep accommodated by grain boundary sliding in dunite // J. Earth Sci. 2010. Iss. 5. P. 541–554.
7. Gifkins R.C. Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity // Met. Trans. 1976. V. 7A. Iss. 8. P. 1225–1232.
8. Lohmiller J., Grewer M., Braun C. et al. Untangling dislocation and grain boundary mediated plasticity in nanocrystalline nickel // Acta Materialia. 2014. V. 65. P. 295–308.

ОРГАНИЗАЦИЯ МНОГОУРОВНЕВОЙ ДИССИПАТИВНОЙ СТРУКТУРЫ В КЕРАМИКЕ ZrO_2

Е.О. ВАСИЛЬЕВА¹, А.С. БУЯКОВ^{1,2,3}, Ю.А. МИРОВОЙ^{2,3}, С.П. БУЯКОВА^{1,2,3}

¹Томский государственный университет

²Томский политехнический университет

³Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: alesbuyakov@gmail.com

Керамики – перспективный материал, обладающий уникальным комплексом свойств: высокая температуростойкость, твердость и сопротивление к износу. Однако по сравнению с металлами и полимерами керамическим свойственна низкая устойчивость к динамическим и ударным нагрузкам ввиду крайне низкой трещиностойкости.

Современное состояние материаловедения в области создания конструкционных композиционных материалов говорит о потенциальной возможности увеличения трещиностойкости керамических материалов за счет создания многоуровневой диссипативной структуры, заключающейся в совокупном действии нескольких упрочняющих механизмов. Такой подход основан на введении в керамическую матрицу армирующих частиц, обладающих резко-дифференцированным, по сравнению с матрицей, модулем упругости.

Известно, что введение низкомолекулярных частиц в матрицу композита способствует проявлению механизма Кука-Гордона при распространении трещины, проявляющемся в её разветвлении при разрыве границы раздела фаз [1]. Введение высокомолекулярных частиц, напротив, создает зачастую непреодолимые барьеры на пути трещины [2]. Кроме того, некоторые керамические материалы, например ZrO_2 , обладают собственным механизмом трансформационного упрочнения, заключающимся в мартенситном переходе из тетрагональной в моноклинную фазу под действием напряжений, возникающих во фронтальной зоне трещины. Такой фазовый переход вызывает локальное увеличение объема и значительное снижение модуля упругости, способствующее торможению трещины.

Целью данной работы является исследование возможности формирования многоуровневой диссипативной структуры в керамоматричном композиционном материале и оценка влияния состава на трещиностойкость.

Предметом исследований является композит на основе стабилизированного оксидом иттрия диоксида циркония Y-TZP, содержащий низкомолекулярные частицы нитрида бора BN и высокомолекулярные многослойные углеродные нанотрубки CNT. Керамоматричные композиты получены с помощью горячего прессования при давлении 40 МПа и конечной температуре 1500 °С.

Трещиностойкость измерена индентированием по методу Виккерса с помощью автоматического индентора Duramin-500 при нагрузке 50 Н и оценена по модели [3]. Величина модуля упругости измерена с помощью ультразвукового дефектоскопа Tektronix TDS200. Пористость измерена методом гидростатического взвешивания.

На рисунке 1 показана зависимость трещиностойкости K_{IC} от состава. Видно, что наибольший прирост трещиностойкости достигается при низких концентрациях наполнителя композита.

При введении 0,25 мас. % частиц BN происходит резкое увеличение K_{IC} от 11,5 МПа, соответствующих неупрочненному Y-TZP, до порядка 18 МПа. Композит, содержащий одновременно по 0,125 мас. % частиц BN и CNT показал несколько меньшее увеличение трещиностойкости – до 17,5 МПа. Введение 0,25 мас. % углеродных нанотрубок привело к увеличению K_{IC} до 13,5 МПа.

Дальнейшее увеличение концентрации армирующих частиц в композите, содержащем BN и BN+CNT приводило к резкому падению величины K_{IC} , однако при увеличении концентрации CNT трещиностойкость практически не изменяется.

Одновременно с увеличением содержания углеродных нанотрубок происходит рост пористости, вплоть до 18 %, в отличие от 3 %, соответствующих неупрочненному диоксиду циркония, что в свою очередь негативно влияет на трещиностойкость материала.

Таким образом в работе показано, что с помощью одновременного введения низко- и высокомодульных частиц в хрупкую керамическую матрицу возможна организация диссипативной структуры одновременно на нано- и микромасштабах, приводящая к значительно более высокому приросту трещиностойкости, по сравнению с традиционным методом упрочнения с помощью нанотрубок и волокон.

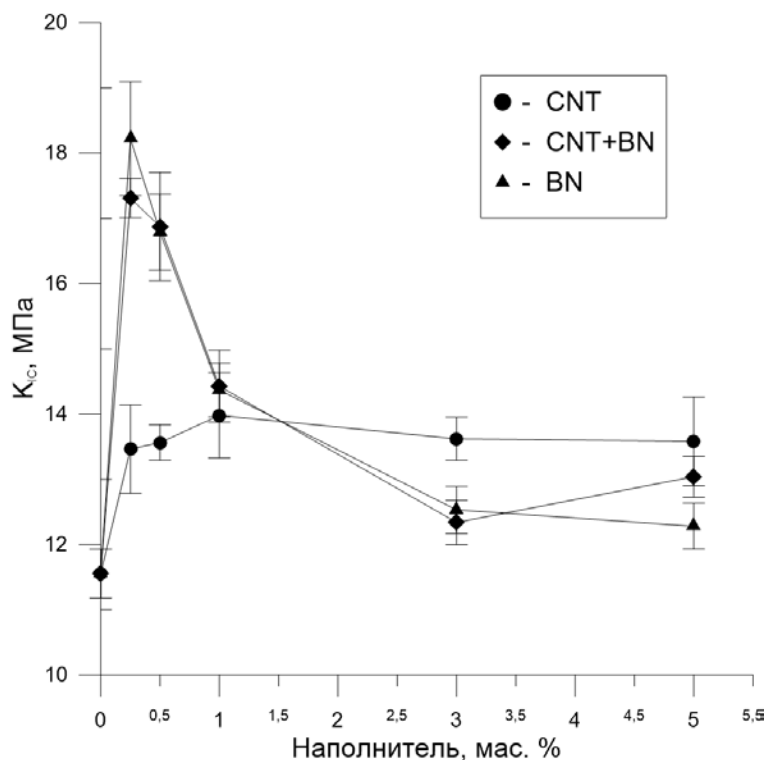


Рисунок 1 - Зависимость трещиностойкости K_{IC} от мас. % наполнителя

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00304.

Список литературы

1. Cook J., Gordon J. E. A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems //Proc. R. Soc. Lond. A. – 1964. – Т. 282. – №. 1391. – С. 508-520.
2. Zhan G. D. et al. Single-wall carbon nanotubes as attractive toughening agents in alumina-based nanocomposites //Nature materials. – 2003. – Т. 2. – №. 1. – С. 38.
3. Zhan G. D., Kuntz J. D., Wan J., Mukherjee A. K. Zirconia–multiwall carbon nanotubes dense nano-composites with an unusual balance between crack and ageing resistance //Journal of the European Ceramic Society. – 2011. – Т. 31. – №. 6. – С. 1009-1014.

**МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ $[\bar{1}11]$ - МОНОКРИСТАЛЛОВ
ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА FeNiCoCrAl_{0.3}
ПРИ ДЕФОРМАЦИИ РАСТЯЖЕНИЕМ**

А.В. ВЫРОДОВА, З.В. ПОБЕДЕННАЯ

Национальный исследовательский Томский государственный университет

Сибирский физико-технический институт

E-mail: wirodowa@mail.ru

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) с ГЦК решеткой (ГЦК – гранецентрированная кубическая решетка) привлекают внимание исследователей благодаря уникальному набору механических свойств: высокой прочности, пластичности, вязкому характеру разрушения в сочетании с сильным эффектом деформационного упрочнения как при комнатной, так и при криогенных температурах. Физическая причина такого поведения остается до конца не изученной и требует исследований на монокристаллах [1]. В настоящей работе представлены исследования стадийности $\sigma(\epsilon)$ - кривых течения, коэффициента деформационного упрочнения $\Theta = d\sigma/d\epsilon$ и пластичности в зависимости от температуры испытания на монокристаллах ВЭС FeNiCoCrAl_{0.3}, ориентированных вдоль направления $[\bar{1}11]$, при деформации растяжением. Величина энергии дефекта упаковки ВЭС FeNiCoCrAl_{0.3} равна 0.05 Дж/м². При данной величине энергии дефекта упаковки предполагается, что основным механизмом деформации является скольжение, что позволяет выяснить его роль в деформационном упрочнении данного материала. Кристаллы, $[\bar{1}11]$ - ориентации, ориентированы для множественного сдвига, что дает возможность изучить влияние множественности сдвига при деформации скольжением на деформационное упрочнение.

Монокристаллы ГЦК ВЭС FeNiCoCrAl_{0.3} были получены методом Бриджмена. Химический состав монокристаллов после роста и закалки определяли рентгенофлуоресцентным методом: Co = 23.36 %, Cr = 23.29 %, Fe = 23.80 %, Ni = 21.88 %, Al = 7.67 % (ат. %). Энтропия смешения полученных монокристаллов ВЭС равна 13 Дж/моль×К. Таким образом, согласно [2], монокристаллы данного сплава можно отнести к классу ВЭС. Механические испытания при температурах 77 К, 296 К и 423 К проводили на испытательной машине Instron 5969.

На рисунке 1 приведены кривые течения $\sigma(\epsilon)$ для $[\bar{1}11]$ - монокристаллов ВЭС FeNiCoCrAl_{0.3} при температурах 77 К, 296 К и 423 К. В кристаллах данной ориентации пластическое течение начинается со стадии линейного упрочнения, как это обычно наблюдается в кристаллах, ориентированных для множественного сдвига. При достижении деформации 25 – 30 % на $\sigma(\epsilon)$ - кривых наблюдается переход к стадии с малым коэффициентом деформационного упрочнения Θ , что связано с развитием поперечного скольжения дислокаций и, соответственно, с переходом к стадии III динамического возврата. С повышением температуры испытания от 77 К до 423 К наблюдается падение напряжений на пределе текучести в 2.9 раза, максимальные напряжения, достигаемые в ходе пластической деформации перед разрушением, уменьшаются, а протяженность стадии II линейного упрочнения и пластичность слабо меняются с температурой испытания. Из таблицы 1 видно, что пластичность в исследованном интервале температур лежит в пределах 40 – 43 %. Коэффициент деформационного упрочнения Θ_{II} на линейной стадии зависит от температуры, и с повышением Т уменьшается в 2 раза, что является не типичным поведением для ГЦК кристаллов. Величина Θ_{II} при этом оказывается в 2.3 раза меньше, чем в монокристаллах Cu с близкой величиной энергии дефекта упаковки [3]. Металлографические исследования поверхности образцов, деформированных до 15 – 20 %, обнаруживают две системы скольжения. При этом одна система скольжения оказывается более выраженной, по сравнению с другой, что свидетельствует о локализации деформации преимущественно в одной системе [3]. Электронно-микроскопические исследования

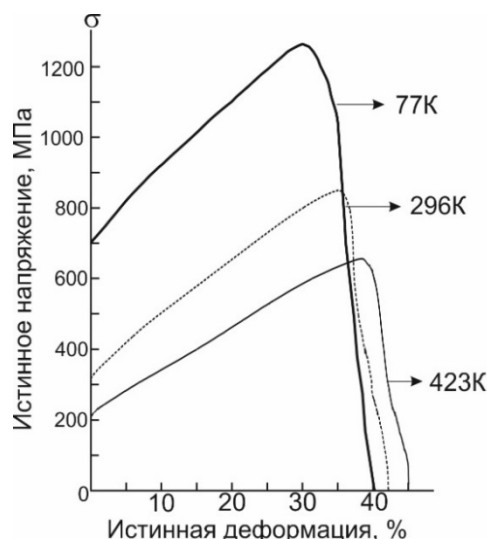


Рисунок 1 – Кривые течения $[\bar{1}11]$ -монокристаллов высокоэнтропийного сплава FeNiCoCrAl_{0.3} при растяжении

показывают, что при всех температурах испытания наблюдается планарная дислокационная структура с плоскими скоплениями дислокаций [3], что качественно подтверждает о локализации деформации в одной системе, не смотря на тот факт, что кристаллы ориентированы для множественного сдвига. Локализация деформации преимущественно в одной системе и развитие планарной дислокационной структуры при $T = 296$ К приводит к уменьшению коэффициента деформационного упрочнения на стадии линейного упрочнения по сравнению с Cu, в кристаллах которой развивается ячеистая структура [3]. Максимальная величина коэффициента деформационного упрочнения Θ_{II} обнаружена при $T = 77$ К, что связано, как показывают исследования дислокационной структуры, с взаимодействием скольжения и дефектов упаковки.

Таблица 1 – Механические свойства $[\bar{1}11]$ -монокристаллов высокоэнтропийного сплава FeNiCoCrAl_{0.3} при растяжении в зависимости от температуры испытания

Механические свойства	Температура испытания		
	77 К	296 К	423 К
$\Theta_{II} = d\sigma/d\varepsilon$, МПа	1800	1500	1240
Пластичность ε , %	40	43	42

Авторы выражают благодарность своим руководителям гл.н.с. И.В. Киреевой и проф. Ю.И. Чумлякову за помощь в эксперименте и в обсуждении полученных результатов. Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 16-19-10193.

Список литературы

1. Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., et.al. Microstructures and properties of high-entropy alloys // Progress in Materials Science – 2014. – V. 61. – P. 1 – 93.
2. Yasuda H.Y., Shigeno K., Nagase T. Dynamic strain aging of Al_{0.3}CoCrFeNi high entropy alloy single crystals // Scripta Mater. – 2015.– V. 108. P. 80 – 83.
3. The Orientation Dependence of Critical Shear in Al_{0.3}CoCrFeNi High-Entropy Alloy Single Crystals / I.V. Kireeva [et al.] // Technical Physics Letters. – 2017. – V. 43(7). – P. 615 – 618.

РАЗРАБОТКА ИНГИБИТОРА КОРРОЗИИ НА ОСНОВЕ ТИОМОЧЕВИНЫ И НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ

Е.Ю.ГОЛОВИНА

Научный руководитель: доцент, к.х.н, Г.В Лямина

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail:katerina_14.10@mail.ru

Существуют специальные вещества, которые способны замедлить образование коррозии на поверхности металлических конструкций их называют ингибиторы. Ингибиторы вводятся предварительно или уже в образовавшуюся коррозионную среду, и тем самым они способны повлиять на скорость протекания большинства химических реакций, провоцирующих коррозию и последующее разрушение материала.

В настоящее время в качестве ингибиторов активно начали использовать наночастицы металлов и их соединений. Как правило их вводят в раствор органического ингибитора.

В нашей работе мы предлагаем использовать для этих целей оксиды металлов: алюминия и циркония. В качестве органического ингибитора была выбрана тиомочевина. В качестве модельных образцов были использованы две марки стали, таблица 1, высоко- и низколегированные.

Таблица 1 – Химический состав стали марки 440С и у8А

Сталь	C, %	Cr, %	Mn, %	Mo, %	P, %	S, %	Si, %
440С	0.95-1.20	16-18	1.0	0.75	0.04	0.03	1.0
Сталь	C, %	Cr, %	Mn, %	Ni, %	P, %	S, %	Si, %
У8А	0.75-0.84	До 0.2%	0.17-0.28	До 0.25	0.025	До 0.018	0.17-0.33

Целью данного этапа работы было проведение предварительного эксперимента для оценки защитных свойств тиомочевины без наночастиц. Проводили сравнение образцов стали в процессе травления в смеси соляной и азотной кислот, рисунок 1.

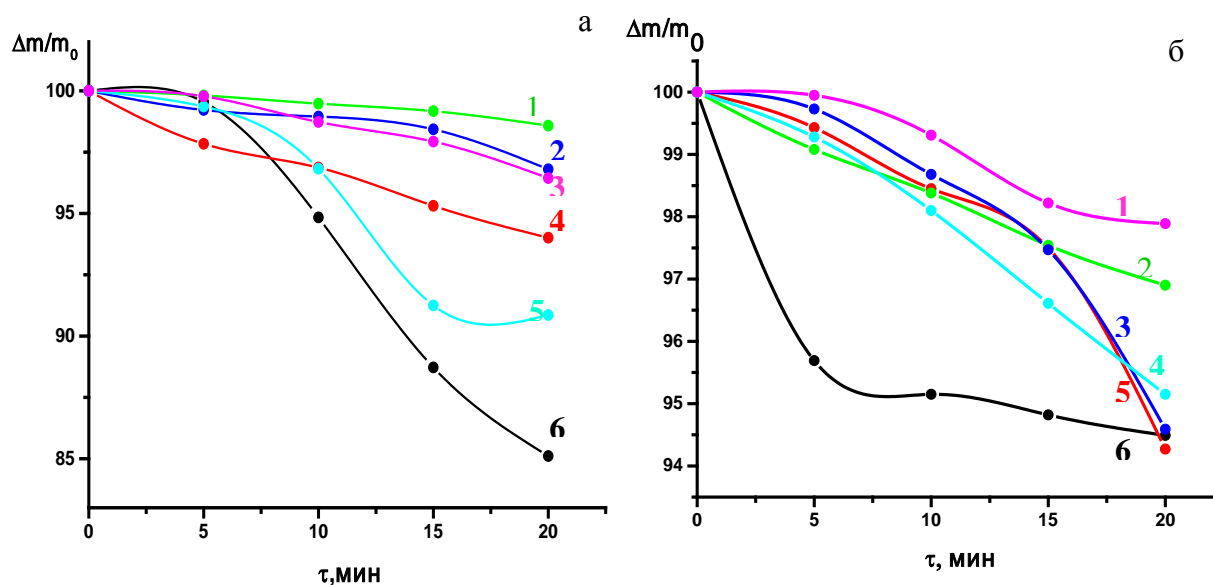


Рисунок 1 - Кривые травления стали в растворе кислот: а) сталь марки 440С
б) сталь марки у8А

На графиках видно, что при травлении в растворе кислот образцы стали марки у8А и 440С плавно теряют массу. На рисунке 1а, все образцы в начале травления плавно теряют

массу. Наибольшая скорость травления прослеживается для образца №6. Для образцов №1,2,3,5 и 6 скорость травления в течение 5 минут одинаковая, затем наблюдаются незначительные отличия. На рисунке 1б, образцы №1-5 в течение 5 минут плавно теряют массу, за исключением образца №6. Для образцов №3 и 5 в течение 20 минут скорость травления одинаковая.

Так же сравнивали состояние поверхности до и после травления с помощью оптического микроскопа "Метам РВ-21-1", рисунок 2. Часть образцов выдерживали в 0,5% растворе тиомочевины.

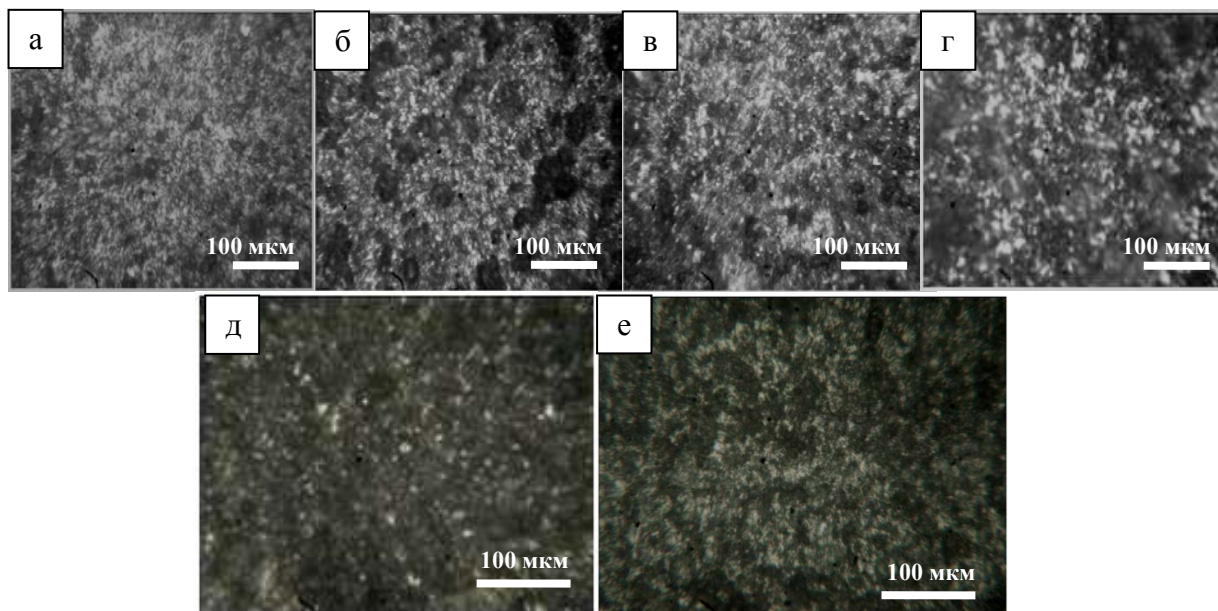


Рисунок 2 – Микрофотографии образцов стали: а) сталь марки 440С до травления б) сталь марки 440 С после травления; в) сталь марки у8А до травления г) сталь марки у8А после травления д) после выдержки в тиомочевине стали 440С; е) после выдержки в тиомочевине стали у8А

Для сравнения часть образцов после травления и часть после тиомочевины подвергали коррозии в уз-ванне марки ГРАД 28-35 с мощностью 50-60 Гц с добавлением раствора моющего ПАВ. Коррозию оценивали с помощью оптического микроскопа. На образцах, которые предварительно протравливали, коррозия появилась только через 25 минут. Сталь у8А подвергалась коррозии через 2 мин, тогда как сталь марки 440 С в течение 2 ч не подвергалась коррозии. Образцы, которые предварительно выдерживали в тиомочевине, коррозии подверглись только через 2ч.

Это свидетельствует о том, что данный ингибитор помогает предупредить коррозию и защитить поверхность металла от повреждения.

Список литературы

1. I.B. Obot, D.D. Macdonalda, Z.M. Gasema. Density functional theory (DFT) as a powerful tool for designing new organic corrosion inhibitors. Part 1: An overview. № 99 - 2015. P. 1–30.
2. Лямина Г.В, Вайтулевич Е.А., Божко И.А., Панина А.А.. Методы диагностики эксплуатационных свойств материалов: учебное пособие Национальный исследовательский Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2012. – 106 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ НАНОДИСПЕРСНЫХ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ КОМПЛЕКСНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МЕТАЛЛА СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ СТАЛИ 09Г2С

Г.В. ГОРДИЕВСКИЙ¹, Н.К. ГАЛЬЧЕНКО², В.П. САМАРЦЕВ²

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: gennadygordievsky@yandex.ru

Решение проблемы повышения свойств сварных соединений из высокопрочных низкоуглеродистых сталей при изготовлении металлоконструкций северного исполнения связано с улучшением качества отечественных сварочных материалов. Одним из путей решения проблемы повышения свойств металла сварного шва является целенаправленное легирование или модифицирование сварочной ванны нанодисперсными частицам тугоплавких химических соединений через покрытые электроды.

Цель работы – исследование влияния нанодисперсных частиц карбонитрида титана и легирующих элементов (Ni, Mo), введенных в сварочную ванну через покрытые электроды ОЗС-12 и МР-3, на структуру и сварных соединений из стали 09Г2С.

Для выявления общих закономерностей исследования проводились как при сварке, так и при наплавке низколегированных сталей 09Г2С сварочными покрытыми электродами ОЗС-12 и МР-3 исходного состава и с присадками легирующих элементов (Mo, Ni) и частиц карбонитридов нанодисперсного диапазона с заданным концентрационным соотношением.

Наноконпоненты вводились в сварочную ванну в виде лигатуры после прессования и спекания гомогенной смеси порошка железа фракцией 40 мкм и наноразмерных порошков оксидов алюминия или титана (27...41 нм) с заданным объемным соотношением.

Необходимым условием для формирования высоковязкой мелкодисперсной структуры типа игольчатого феррита является наличие в металле швов определенной доли неметаллических включений. При этом важно отметить, что наиболее эффективны в этом отношении включения размером до 1 мкм, в состав которых входят соединения титана.

На рисунке 1 представлены температурные зависимости пределов прочности σ , а также относительного удлинения при статическом растяжении сварных соединений, полученных электродами ОЗС-12 и ОЗС-12+(3масс.% Ni+ 0,6масс.% Mo).

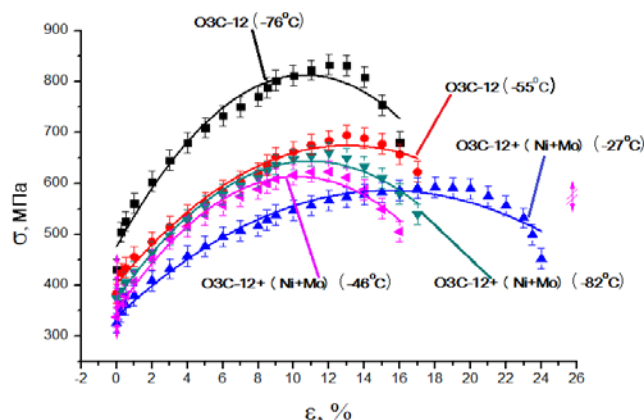


Рисунок 1 - Температурная зависимость механических свойств сварных соединений из стали 09Г2С, полученных экспериментальными электродами ОЗС-12 с Ni (3мас.%) и Mo (0,6мас.%)

Как видно из рисунка 1, с понижением температуры происходит увеличение значений предела прочности σ_e при незначительном снижении относительного удлинения образцов.

Характер изменения прочностных характеристик σ_B , $\sigma_{0,2}$ и δ в зависимости от температуры испытаний представлен на рисунке 2 на примере сварного соединения состава ОЗС-12 + (3масс.% Ni + 0,6масс.% Mo). Из рисунка видно, что с понижением температуры испытания значения σ_B и $\sigma_{0,2}$ увеличиваются, причем рост предела текучести происходит более интенсивно, чем предела прочности.

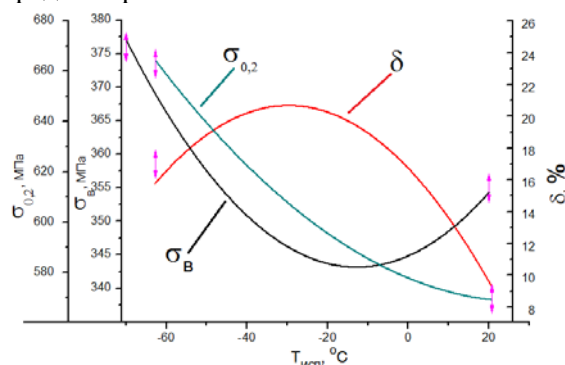


Рисунок 2 - Температурные зависимости механических свойств сварных соединений из стали 09Г2С, полученных электродом ОЗС-12 + (3 масс.% Ni + 0,6масс.% Mo)

Известно, что рост значения предела текучести при понижении температуры приводит к разрушению материала при напряжениях ниже напряжения начала макропластической деформации. Условием зарождения хрупкой трещины является предшествующая ему микропластическая деформация, приводящая к локальной концентрации напряжений и образованию трещин. Способность металла к развитию микродеформации определяет возможность вероятного протекания процессов релаксации локальных напряжений и, следовательно, возможность предотвращения хрупкого разрушения.

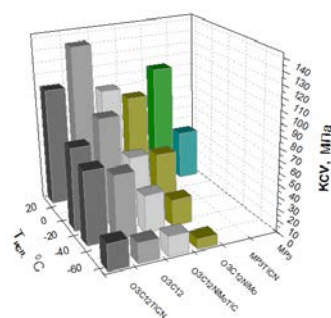


Рисунок 3 - Изменение ударной вязкости сварных соединений из стали 09Г2С в зависимости от состава сварочных электродов и температуры испытаний

Для понимания причин наблюдаемых эффектов, необходимо дальнейшее исследование, в частности, структурные исследования – растровая электронная микроскопия, дифференциальная сканирующая калориметрия и ИК-спектроскопия.

Список литературы

1. Горынин И.В. Принцип легирования, фазовые превращения, структура и свойства хладостойких сварных строительных сталей / И.В Горынин, В.В. Рыбин, В.А Рисышевский, Е.И. Хлусова // МиТОМ. –2007. – № 1. – С. 9-15.
2. Гуцин Д.А. Анализ и поиск перспективных направлений комплексного модифицирования металла сварных швов при автоматической сварке под флюсом мостовых металлоконструкций / Д.А. Гуцин, В.Г. Гребенчук, И.В. Гребенчук // Научные труды ОАО ЦНИИС. – Выпуск №261.– С.18-25.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ РАЗВИТИЯ НЕУПРУГОЙ И ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ КРУЧЕНИИ ОБРАЗЦОВ ДВОЙНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА

А.А. ГУСАРЕНКО¹, Д.Ю. ЖАПОВА²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: angel.ru09@mail.ru

Целью данной работы было исследование закономерностей влияния температуры изотермического нагружения на проявления неупругой мартенситной деформации и развитие пластической деформации в сплаве $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (ат.%). При охлаждении и нагреве образцов наблюдали только мартенситное превращение (МП) $B2 \leftrightarrow B19'$, где $B2$ – высокотемпературная кубическая фаза, а $B19'$ – моноклинная мартенситная фаза. Температуры начала и конца прямого и обратного МП составляют $M_H=252K$ и $M_K=223K$, $A_H=258K$ и $A_K=273K$, соответственно.

Исследования неупругих свойств были проведены при кручении образцов. Заданная процессе изотермического нагружения деформация (γ_t), включает неупругую ($\gamma_{СНД}$) и пластическую ($\gamma_{ПЛ}$) деформации. Неупругая деформация ($\gamma_{СНД}$) является суммой величин эффектов сверхэластичности ($\gamma_{СВ}$) и памяти формы ($\gamma_{ЭПФ}$): $\gamma_{СНД} = \gamma_{СВ} + \gamma_{ЭПФ}$. Величину сверхэластичности определяли как величину возврата неупругой деформации в изотермических циклах «нагружение-разгрузка» при деформировании образцов. Величина эффекта памяти формы равна возврату неупругой деформации при последующем нагреве разгруженных образцов через интервал температур обратного МП. Накопленная при данной γ_t пластическая деформация соответствует остаточной деформации при завершении формовосстановления в процессе нагрева разгруженных образцов ($\gamma_{ПЛ}$). В каждом последующем цикле γ_t увеличивалась (вплоть до разрушения образцов). Исследования неупругих свойств проведены в мартенситном состоянии при $(164 \pm 2)K$ и в аустенитном состоянии при температурах $(281 \pm 2)K$, $(299 \pm 2)K$, $(315 \pm 2)K$ и $(239 \pm 2)K$.

Влияние температуры изотермических циклов «нагружение-разгрузка» на максимальную величину суммарной неупругой деформации ($\gamma_{СНД}(max)$), и соответствующей её величины эффектов памяти формы ($\gamma'_{ЭПФ}$) и сверхэластичности ($\gamma'_{СВ}$), а также пластической ($\gamma'_{ПЛ}$) и заданной в цикле (γ'_t) деформации указано в таблице 1. Видно, что наиболее высокие значения суммарной неупругой деформации наблюдаются при испытаниях образцов в мартенситном состоянии при $164K$ и при температуре $281K$ (на ~ 50 градусов выше M_H и на ~ 8 градусов выше A_K , когда даже незначительные внешние напряжения инициируют МП в фазу $B19'$). При этом высокие значения $\gamma_{СНД}$ достигаются при значительном накоплении пластической деформации. Обсуждаются условия и механизмы, обуславливающие высокие неупругие свойства образцов сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (ат.%).

Таблица 1 – Максимальная величина неупругой деформации, и соответствующие ей величины эффектов памяти формы и сверхэластичности, пластической и общей заданной в цикле деформации в зависимости от температуры циклов «нагружение-разгрузка»

T, K	$\gamma_{СНД}(max)$, %	$\gamma'_{ЭПФ}$, %	$\gamma'_{СВ}$, %	$\gamma'_{ПЛ}$, %	γ'_t , %
164	19.0	12.8	6.2	19.7	38.7
281	17.9	12.0	5.9	12.2	30.1
299	15.7	4.9	10.8	20.2	35.9
315	12.6	3.3	9.3	23.2	35.8
339	8.9	1.5	7.4	34.7	43.6

Работа поддержана Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы (направление III.23).

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ КРУПНО- И УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО ТИТАНА VT1-0 ПРИ СТАТИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ

А.В. ЕРЕМИН¹, С.В. ПАНИН^{1,2}, Ю.П. ШАРКЕЕВ^{1,2}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

² Томский политехнический университет

E-mail: ave@ispms.tsc.ru

Согласно исследованиям US Industry Study [1] титан и титановые сплавы имеют широкую перспективу применения в области медицины в качестве материалов для создания имплантатов и протезов, поскольку обладают наилучшей биосовместимостью и необходимыми показателями «базовых» механических свойств.

Имплантаты (стоматологические или опорно-двигательного аппарата) в процессе эксплуатации подвергаются механическим циклическим нагрузкам; при этом невысокие механические свойства технического чистого титана (прежде всего, низкий предел текучести и прочности) не позволяют использовать его для изготовления высоконагруженных изделий. Добавление легирующих элементов позволяет повысить механические свойства, но это приводит к снижению биосовместимости, возможности выделения токсичных легирующих элементов в организм, а также к существенному усложнению процесса производства и повышению себестоимости изделия.

Например, сплав Ti-6Al-4V является одним из широко используемых конструкционных материалов, который обладает хорошими механическими и коррозионностойкими свойствами. Однако при применении в медицине его серьезным недостатком становится выделение токсичных элементов Al и V в организм человека [2], что требует создания дополнительных защитных поверхностных слоев, стойких к истиранию. Альтернативные подходы включают в себя разработку сплавов, содержащих только нетоксичные элементы [3] и повышение механических свойств чистого титана, например за счёт его наноструктурирования методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [4, 5].

В работе представлены результаты по статическому и циклическому нагружению технического чистого титана VT1-0 в двух состояниях: крупнозернистом (КЗ) и ультрамелкозернистом (УМЗ). Измельчение зерна в исходном титане выполнялось при помощи метода интенсивной пластической деформации путем многократной прокатки при повышенной температуре с последующим отжигом для снятия остаточных напряжений. Полученные заготовки были в виде полос с размерами $\sim 1,5 \times 8 \times 25$ мм, из которых затем вырезались образцы для проведения испытаний, рисунок 1.

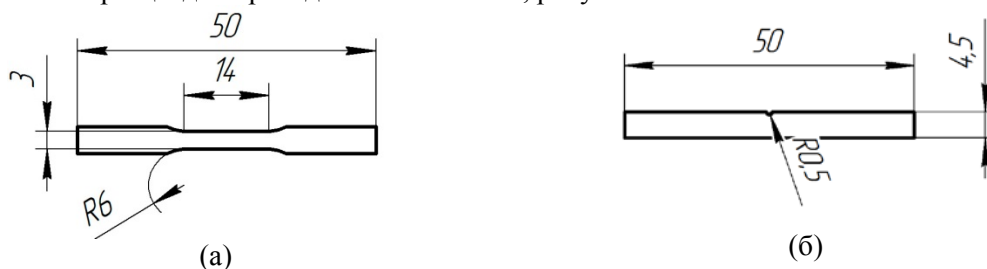


Рисунок 1 – Форма и геометрические размеры образцов для испытаний на статическое (а) и циклическое (б) растяжение

Проведенные микроструктурные исследования позволили определить, что КЗ титан состоит из зерен α -фазы со средним размером 25 мкм, тогда как УМЗ титан имеет размеры структурных элементов менее 0,2 мкм, состоящие из β -фазы.

Основные механические характеристики КЗ и УМЗ титана, представленные в таблице 1, были определены при испытаниях на растяжение со скоростью нагружения

0,2 мм/мин. В процессе нагружения процессы деформации регистрировались *in situ* с использованием акустической эмиссии и корреляции цифровых изображений (КЦИ).

Таблица 1 – Механические характеристики КЗ и УМЗ титана при статическом растяжении

Тип образца	Предел прочности, МПа	Деформация при разрушении, %
Крупнозернистый	419 ± 6	32 ± 2.7
Ультрамелкозернистый	863 ± 16	15 ± 2.3

Сигналы акустической эмиссии имеют достаточный для регистрации уровень амплитуды только в УМЗ титане, что объясняется формированием дислокационных скоплений на границах зерен и, следовательно, более высоким уровнем запасаемой энергии, которая при микроразрушении высвобождается в виде упругой волны с большей амплитудой, чем в КЗ титане, для которого сигналы отсутствовали.

Мониторинг процессов с использованием метода корреляции цифровых изображений позволяет проводить как качественный (по внешнему виду полей деформаций), так и количественный (величина деформаций в области или в отдельных точках) анализ. С использованием данного метода установлено, что в КЗ титане степень вовлечения материала в процессы пластической деформации существенно выше, чем в УМЗ, что связано с возросшей долей границ зерен и других дефектов после ИПД, которые препятствуют движению дислокаций и процессу двойникования, ответственным за пластическое течение материала.

Кроме того, разрушения УМЗ титана происходит по плоскости максимальных касательных напряжений (под углом 45° к оси нагружения), тогда как разрушение КЗ титана имеет вид нормального отрыва. Данные наблюдения, полученные при помощи КЦИ, подтверждаются и исследованиями поверхностей разрушения при помощи растровой электронной микроскопии, рисунок 2. Из представленных изображений видно, что КЗ титан имеет однородную текстуру поверхности разрушения, свидетельствующую о вязком разрушении по механизму нормального отрыва. УМЗ титан имеет три области разрушения, что вызвано изменением доминирующего типа разрушения: нормальный отрыв (центр образца), переходная зона, сдвиг (на периферии).

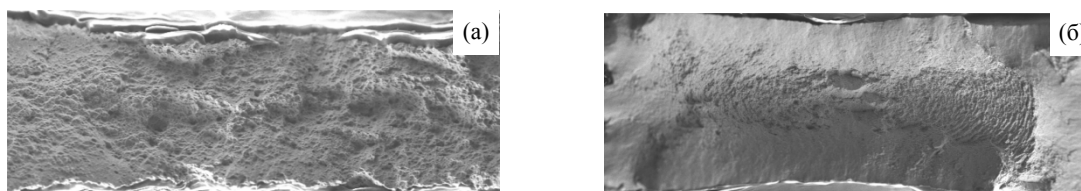


Рисунок 2 – Панорамные изображения поверхностей разрушения: (а) КЗ; (б) УМЗ

Полученные результаты демонстрируют повышение прочностных свойств металлических материалов и сплавов за счет наноструктурирования при статическом растяжении, и снижению пластичности, что обусловлено исчерпанием механизмов релаксации вследствие повышения плотности дефектов после ИПД.

Список литературы

1. Biocompatible Materials. US Industry Study with Forecasts to 2010 & 2015. – The Freedonia Group, 2006. – 264 p.
2. M. Browne, P.J. Gregson Effect of mechanical surface pretreatment on metal ion release // *Biomaterials*. – 2000. – №21. – P. 385-392.
3. M. Niinomi Recent metallic materials for biomedical applications // *Metallurgical and Materials Transactions A*. –2002. – №33. – P. 477-486.
4. R.Z. Valiev Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties // *Nature Materials*. – 2004. – №3. – P. 51-516.
5. I.A. Ovid'ko, T.G. Langdon Enhanced ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals // *Reviews on Advanced Materials Science*. – 2012. – №30. – P. 103-111.

ИССЛЕДОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКОЙ КАВИТАЦИИ И КАВИТАЦИОННОЙ ЭРОЗИИ МАТЕРИАЛОВ И ПОКРЫТИЙ

К.А. ЕФИМЕНКО¹, С.Ю. ГАНИГИН², Н.О. КОШКУР³
^{1,2,3} Самарский государственный технический университет
E-mail: krefi@list.ru

Ранее, нами была исследована кавитационная стойкость двух методов поверхностного упрочнения материалов [1], разрушение которых могло быть связано с кумулятивным эффектом или схлопыванием кавитационного пузырька в непосредственной близости с образцом [2,3].

Цель настоящей работы заключается в исследовании кавитации в ультразвуковом поле в непосредственной близости статичной твердой поверхности. Для этого использовалась высокоскоростная камера фирмы Fastcam SA-X2 версии 1000K с возможностью записи до 1 млн. кадров в секунду, с электронным затвором 283 нс.

Схема установки изображена на рисунке 1.

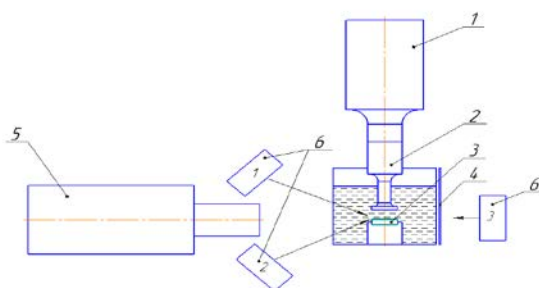


Рисунок 1 - Схема установки

Она состоит из ультразвукового преобразователя 1, ступенчатого волновода 2, опущенного в дистиллированную воду, твердого тела (бойка) 3, расположенного соосно под волноводом, отражающей поверхности 4 (бумага или фольга), высокоскоростной камеры 5 и трех вспышек 6. Использовали камеру, оснащенную макро объективом AF-SVR MicroNikkor 105 mm f/2.8G вместе с макрокольцами AF Meike 36 mm для максимального уровня приближения.

Съемку начинали только во время режима развитой кавитации. Длительность съемки занимала не больше 1 секунды (в зависимости от настроек разрешения кадров).

В результате эксперимента была проведена видеосъемка процесса кавитации. Самый распространенный вариант поведения кавитационных пузырьков на поверхности твердого тела – это разделение пузырька на два и более пузырьков меньшего размера. Как видно из кадров на рисунке 2 пузырек разделяется на два только после процесса полного сжатия, что не согласуется с теорией, описанной в работе [4]. При этом был выбран следующий режим съемки: 295890 кадр/с с экспозицией 1,5 мкс, время между двумя кадрами составило около 5 мкс.

На рисунке 3 наблюдаем образование кавитационного пузырька над поверхностью бойка. Видно, что пузырек имеет несферическую форму и некий «хвост» над поверхностью тела, над которой он схлопывается. Такими действиями над поверхностью твердого тела создаются зоны разряжения, которые в свою очередь так же могут влиять на износ поверхности. Жизненный цикл кавитационного пузырька составил 45 мкс при режиме съемки в 200000 кадр/с с экспозицией 1,57 мкс.

На рисунке 4 виден процесс схлопывания пузырька с образованием направленной струи к поверхности тела. Сложно сказать кумулятивная это струя или некий другой процесс, так как во время съемки не был виден процесс, происходящий внутри пузырька.

Скорость съемки составила 200000 кадр/с с экспозицией 4,21 мкс, время между двумя кадрами составило около 5 мкс.

На рисунке 5 приведен снимок поверхности образца, который находился под воздействием кавитации. Хорошо видно, что каверна имеет круглую форму диаметром около 100 мкм и на ее краях находится выдавленный материал.

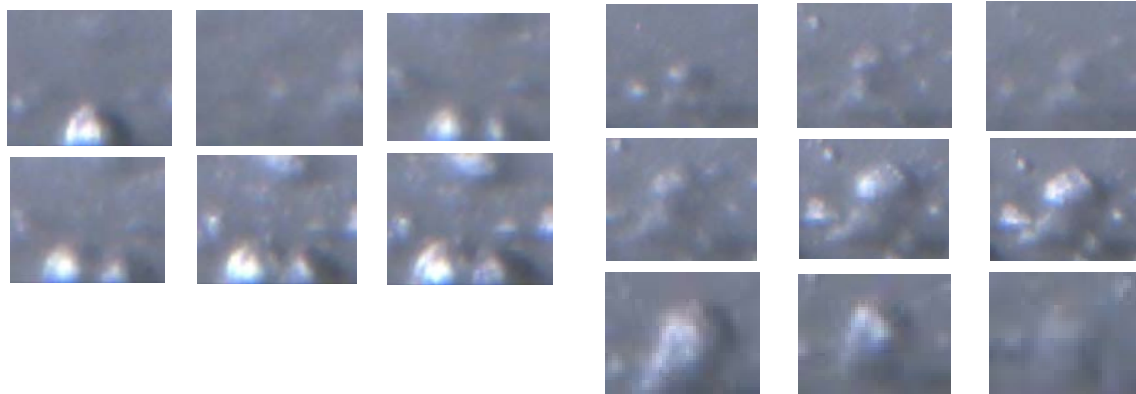


Рисунок 2 - Распад кавитационного пузырька на две части

Рисунок 3 - Жизненный цикл кавитационного пузырька

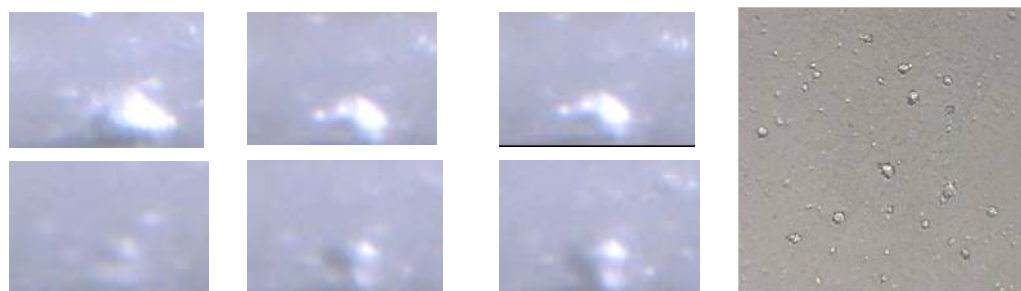


Рисунок 4 - Процесс схлопывания кавитационного пузырька

Рисунок 5 - Морфология кавитационного износа

Экспериментально не обнаружено образование кумулятивных струек. Однако, анализ фаз развития кавитационного пузырька показывает эффект аналогичный процессу формирования кумулятивного ударного ядра [5]. На поверхности образца видны кратеры диаметром одной трети характерного размера пузырька. На краях кратера наблюдается вытесненный материал, вследствие воздействия точечного удара.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках соглашения 14.577.21.0209, уникальный идентификатор соглашения RFMEF157716X0209.

Список литературы

1. Ganigin S. Yu., Murzin A. V., Efimenko K. A. and Koshkur N. O. // IJAER. – 2017. – V. 12. – N. 21. P. 11224-11227.
2. Аганин А А и Ильгамов М А Кумуляция при сжатии кавитационных пузырьков в жидкости // XI Всероссийская молодежная школа - конференция: Лобачевские чтения. – Казань, 2012. – Т. 9 – С. 16-21.
3. Ангелов Г.С., Ермолов И.Н., Марков А.И. и др. Применение ультразвука в промышленности. – М.: Машиностроение, 1975. – 240 с.
4. Kornfeld M. and Suvorov L. On the Destructive Action of Cavitation // Journal of Applied Physics – 1944. – N. 15. P. 495 – 506.
5. Баум Ф.А., Станюкович К.П., Шехтер Б.И. Физика взрыва. – М.: Государственное издательство физико-математической литературы, 1959. – 800 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ РОСТА УСТАЛОСТНОЙ ТРЕЩИНЫ ПРИ НЕОДНОРОДНОМ НАГРУЖЕНИИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА КОРРЕЛЯЦИИ ЦИФРОВЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

В. ЗАРЕЧНЕВ¹, А.В. ЕРЕМИН²

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: ave@ismps.tsc.ru

Процесс усталостного разрушения является сложным для прогнозирования и математического описания, в первую очередь, потому что он зависит от множества факторов, среди которых: амплитуда цикла, его асимметрия, параметры материала, последовательность прикладываемых нагрузок и многих других. Дополнительная сложность возникает при наличии нерегулярного нагружения, где величины закрытия трещины, а также остаточные напряжения в вершине трещины постоянно изменяются в зависимости от прикладываемых циклов перегрузки, недогрузки или их комбинаций [1].

В случае неоднородного нагружения более важную роль начинают играть процессы, происходящие непосредственно в окрестности вершины трещины, а также впереди нее. Как известно, при приложении циклической нагрузки к образцу с трещиной у ее вершины возникают растягивающие и сжимающие напряжения, формируются соответствующие монотонной и циклические пластические зоны. Приложение периодических перегрузок/разгрузок существенно изменяют поведение трещины за счет изменения, как остаточных напряжений, так и влияния на процесс формирования циклической пластической зоны. Масштаб происходящих изменений имеет порядок десятка микрометров, поэтому важной проблемой остается поиск точных и достоверных способов получения информации в процессе нагружения для исследования поведения материала у вершины растущей трещины.

Цель работы: оценить деформацию материала в области вершины трещины и ее влияние на скорость распространения трещины в испытании с единичной перегрузкой с использованием метода корреляции цифровых изображений.

Для оценки параметров роста трещины при циклическом нагружении с единичной перегрузкой использовался плоский образец с боковым надпилем, рисунок 1, вырезанный электроэрозионной резкой из листа алюминиевого сплава Д16Т толщиной 3 мм.

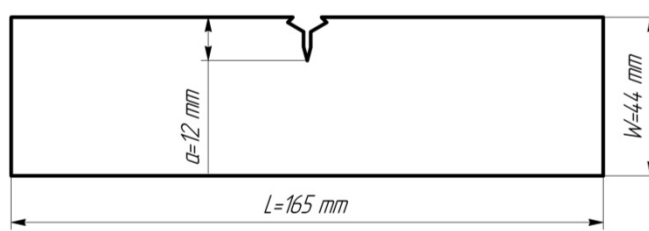


Рисунок 1 – Форма тестового образца

Параметры испытания: $P_{max}=2,5 \text{ кН}$, $P_{min}=0,28 \text{ кН}$, асимметрия $R=0,1$. Перегрузка $P_{OvL}=3,75 \text{ кН}$. Длина трещины в эксперименте после предварительного прорастивания $a=14,5 \text{ мм}$. Коэффициенты интенсивности $K_{max}= 12,86 \text{ МПа} \cdot \sqrt{\text{м}}$, $K_{min}= 1,29 \text{ МПа} \cdot \sqrt{\text{м}}$, $K_{OvL}=19,3 \text{ МПа} \cdot \sqrt{\text{м}}$.

Схема проведения испытания и последовательность приложения нагрузок представлена на рисунке 2.

В процессе распространения усталостной трещины после приложения единичной перегрузки производилось периодическое фотографирование поверхности образца в

течение полного цикла нагрузки-разгрузки с целью последующей обработки изображений методом корреляции цифровых изображений.

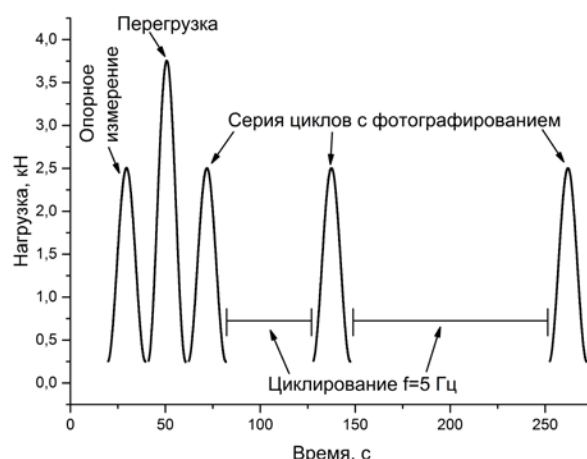


Рисунок 2 - Схема проведения испытания и последовательность приложения измерительных циклов и цикла перегрузки

В работе продемонстрирована экспериментальная оценка влияния цикла перегрузки на реакцию материала образца в области вершины трещины. Для анализа были выбраны два параметра: скорость роста трещины (da/dN), определяемая по изображениям образца, и максимальная деформация ε_{max} , определяемая при помощи программного экстензометра, размещаемого в области вершины трещины.

По результатам проведённых экспериментальных исследований показано, что скорость роста трещины снижается после приложения перегрузки в течение 15000 циклов, трещина при этом распространилась на расстояние 180 мкм или приблизительно 30% от радиуса пластической зоны (r_{OvL}), вызванной перегрузкой. После чего происходит повышение скорости роста усталостной трещины и через примерно 350 мкм (70% r_{OvL}) влияние перегрузки исчезает.

Значения максимальной деформации ε_{max} вели себя также нелинейно. Установлено, что минимум значения ε_{max} коррелируют с изменением скорости роста трещины, достигая своих минимальных значений при тех же длинах трещины. Схожее поведение двух анализируемых параметров объясняется влиянием величины деформации, которую испытывает материал вблизи вершины трещины на скорость её распространения. Полученные результаты согласуются с аналитической моделью О. Уиллера [2], а также результатами, полученными ранее с использованием РЭМ фрактографического анализа [3] и демонстрирует работоспособность метода и перспективность его дальнейшего применения [4].

Список литературы

1. Crack nucleation in persistent slipbands / A. Hunsche, P. Neumann. – American Society for Testing and Materials, 1988. – V. 1. – P. 26 – 38.
2. Spectrum Loading and Crack Growth / O.E. Wheeler. – Basic Engineering, 1971. – V. 94. – P. 181 – 186.
3. Sunder R. et al. Synergy of crack closure, near-tip residual stress and crack-tip blunting in crack growth under periodic overloads – A fractographic study // Int. J. Fatigue. 2016. Vol. 93. P. 18–29.
4. Effect of overload on crack closure in thick and thin specimens via digital image correlation / F. Yusof, P. Lopez-Crespo, P.J. Withers. – International Journal of Fatigue, 2013. – V. 56. – P. 17 – 24.

СОВРЕМЕННЫЕ СПОСОБЫ СНИЖЕНИЯ ЭНЕРГОЗАТРАТ ПРИ ПРОИЗВОДСТВЕ ХЛАДОСТОЙКОЙ СТАЛИ В ПЕЧИ ДСП-70

В.С. ЗАХАРОВ¹, А.В. КАЗАНЦЕВ^{1,2}

¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет
E-mail: fanstak@mail.ru

В настоящее время для успешного развития экономики нашей страны необходимо освоения новых месторождений полезных ископаемых. На территорию Арктических месторождений, где расположен крупнейший источник нефтегазоаккумуляции – цифры говорят сами за себя, запасы нефти Арктики составляют приблизительно 100 млрд тонн, а природного газа 50 трлн. куб метров.

Наша страна может и должна быть конкурентно способной при добыче полезных ископаемых в условиях севера и крайне низких температур. Нельзя забывать и о том, что через территорию Арктики проходит Северный морской путь (СМП), играющий важную экономическую роль, время пути по нему короче на 7-22 дней, по протяженности можно сравнить с Суэцким каналом 23,78 тыс. км, в свою очередь СМП- 10,69 тыс. км, это в 2,23 раза меньше.

Из свежих источников известно, что 19 июля 2018 года два ледовых танкера («Владимир Русанов» и «Эдуард Толль») доставили первые партии российского сжиженного природного газа с завода «Ямал СПГ» в Китай. Выбирая СМП наша страна снижает затраты на топливо и оплату труда персоналу, кроме того траектория Северного морского пути обходит очаги морского пиратства что вне всякого сомнения держит в безопасности наши запасы нефти и газа которые просто обязаны пойти на позитивное развитие экономической ситуации в стране. Из недостатков можно выделить повышенные требования к классу судна и сложная навигация во льдах Арктики.

Таблица 1 – Сравнение морских путей

Наименование маршрута	Суэцкий канал	Северный морской путь
Расстояние	12 840 морских миль	5770 морских миль
Время в пути	44 дня	26 дня
Стоимость прохода	1000000 долларов	600000 долларов

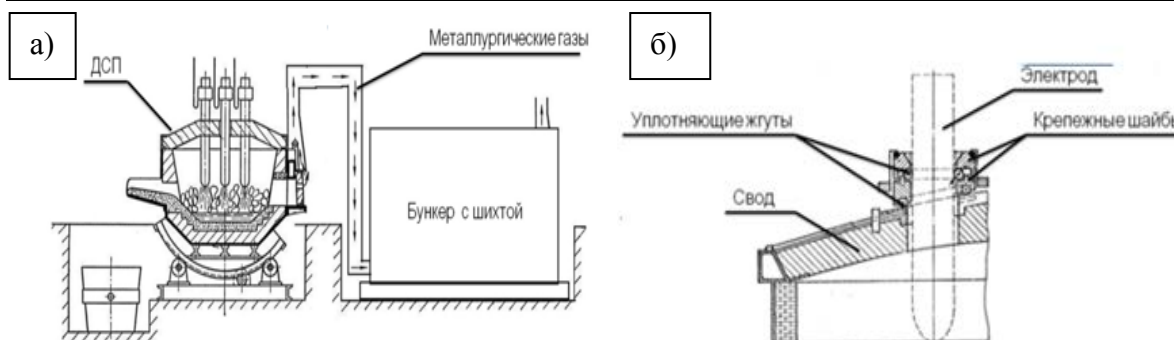


Рисунок 1 – Схема: а) использования тепла отходящих газов для предварительного подгрева шихты; б) уплотнения электродных отверстий

В связи с этими тезисами нашей основной задачей стало подобрать ряд современных способов производств хладостойкой стали, обладающим высоким КПД и максимум снижения на энергозатратах. Наиболее эффективными для снижения потребления энергии являются использование тепла отходящих газов для предварительного нагрева шихты и уплотнение электродных отверстий.

Совместное применение этих двух решений позволит экономить до 62 кВт*ч на тонну стали, что составляет около 12% от потребной мощности ДСП 70. Технологическим мероприятием по использованию тепла отходящих газов является отвод этих газов через газопровод от печи до бункера с шихтой. Таким образом, предварительно подогретая шихта требует меньших затрат энергии на ее расплав. Уплотнение электродных зазоров производится за счет установки упругих жгутов в выемках и пазах подвижных огнеупорных колец, установленных на водоохлаждаемой платформе, расположенной на своде и ограничиваемой в передвижении окантовкой из кирпичей. Плотный прижим жгутов обеспечивается за счет давления на них контргрузов. Фиксация жгута обеспечивается крепежной шайбой с иглообразными конусами. Таким образом, за счет использования уплотнительных жгутов мы значительно уменьшаем теплопотери в ДСП. Возможная экономия будет составлять 62 кВт/час либо 518 МВт в год, что в денежном эквиваленте в среднем составляет 2 875 тыс. руб. за год. При этом затраты на модернизацию оборудования будут составлять около 1 830 тыс. руб. Срок окупаемости затрат составит 7,6 месяцев.

Чтобы экономить на энергозатратах при производстве и уменьшить количество вредных примесей в хладостойких, необходим Плазменно-дуговой переплав (ПДП). Использование плазматрона прямого действия, в котором анод - это ванна расплавленного металла.

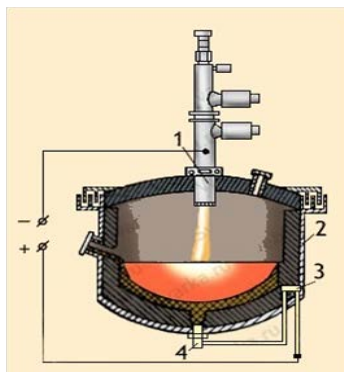


Рисунок 2 – Схема плазменно-дугового переплава:
1- плазматрон, 2- камера в печи, 3- соленоид, 4-электрод-анод

Преимущества предлагаемого решения:

- Исключения загрязнения металла примесями (плазмообразующий газ Аргон);
- Легкий набор и регулировка температуры внутри печи (температура сжатой дуги в 3- 4 раза выше, чем у свободной);
- Возможность достижения высокого КПД процесса (до 85%).

Кроме указанных достоинств, внедрение плазматрона в ДСП существенно снижает уровень производственного шума в цехе, что удовлетворяем всем современным запросам охраны труда.

Список литературы

1. Арикайнен А. И. Судостроение во льдах Арктики. - М.: Транспорт, 1990. - 247 с.
2. Белов М. И. Советское арктическое мореплавание 1917-1932 г.г. - Л.: Морской транспорт, 1959. -Т. III. - 511 с.
3. Сапко А.И. Исполнительные механизмы регуляторов мощности дуговых электропечей. М., Энергия, 1969. - 128 с.
4. Свенчанский А. Д., Смелянский М. Я. Электрические промышленные печи. - М.: 1970.

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ И ЗАЩИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК
КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ АРАМИДНЫХ ТКАНЕЙ,
МОДИФИЦИРОВАННЫХ В СВЧ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ ПОЛЕ**

И.В. ЗЛОБИНА, Н.В. БЕКРЕНЕВ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.»
E-mail: irinka_7_@mail.ru

В России к одним из наиболее распространенных баллистических материалов на основе арамидных нитей относятся ТСВМ и новый материал «Русар» [1, 2]. Арамидные нити по сравнению с углеродными и стеклянными волокнами менее хрупки и пригодны для переработки на обычном оборудовании текстильных производств [3, 4]. При этом элементы одежды выполняются из определенного количества не связанных между собой слоев ткани (обычно 30). Однако, защитные шлемы и часть конструктивных элементов современного отечественного комплекса «Ратник» (наколенники, налокотники и др.) представляют собой фактически композиционные структуры полимерной матрицы, армированной слоями арамидной ткани. Арамидным тканям присущи и значительные недостатки, связанные со слабым противодействием малоскоростным твердым ударникам [3, 4], с ослаблением защитных свойств при намокании, воздействии прямых солнечных лучей, достаточно большой заброневого эффект, приводящий к серьезным травмам.

Целью исследований явилось определение возможности повышения защитных свойств элементов легкой бронезащиты из полимерных композиционных материалов на основе арамидных тканей путем их модифицирования в СВЧ электромагнитном поле.

Нами выполнены исследования влияния СВЧ обработки на физико-механические и защитные свойства образцов, сформированных из 24 слоев арамидной ткани ТСВМ-ДЖ артикул 56319А со связующим в виде клея 88. При изготовлении образцов каждый слой пропитывали слоем клея, помещали под пресс и выдерживали в течение 24 часов. После отверждения композиции, часть образцов оставляли в качестве контрольных, часть помещали в СВЧ электромагнитное поле средней удельной мощности на 3 минуты. Защитные свойства образцов определяли путем обстрела бронепакета из пистолета ПМ с расстояния 3 м в тире Военной кафедры СГТУ имени Гагарина Ю.А. Скорость пули предварительно определяли при помощи хронографа.

При определении защитных параметров бронепакетов образцы закрепляли на мишени в тире Военной кафедры СГТУ имени Гагарина Ю.А., рисунок 1 а. Скорость пули, отстрелянной из пистолета ПМ, определенная хронографом, составила 314,2 м/с. Фактический калибр пули, определенный путем измерения ее диаметра, составил 9,2 мм. В результате обстрела при попадании пули в контрольные образцы последние были сильно деформированы, рисунок 1 б, и прострелены, а один образец - разорван и отделился от мишени, рисунок 1 в. Это может быть связано с отмеченной выше низкой податливостью и малой упругой деформируемостью контрольных бронепакетов.

В результате обстрела образцов, модифицированных в СВЧ электромагнитном поле, установлена малая остаточная деформация, рисунок 1 г. При этом пули фиксировались в объеме образца без его разрушения. При раскрытии бронепакета, после извлечения пули, отмечено пробитие 7-и слоев из 24-х и незначительное повреждение последующих 3-х слоев. Заброневого эффект был выражен в виде выдавливания тыльной части бронепакета и не превысил 10 мм. Допускаемый отечественными стандартами заброневого эффект составляет 20 мм при количестве слоев, равном 30.

Полученные результаты могут быть связаны с установленным нами увеличением в 2 раза прочности арамидных волокон на растяжение, а также значительным (до 50%) увеличением прочности полимерных материалов после их модифицирования в СВЧ электромагнитном поле [5-7]. Суммарное действие указанных факторов приводит к

изменению упруго-прочностных параметров бронепакета, повышению его плотности одновременно с упругой деформируемостью, что предотвращает разрушение при воздействии пули и снижает величину заброневого эффекта.

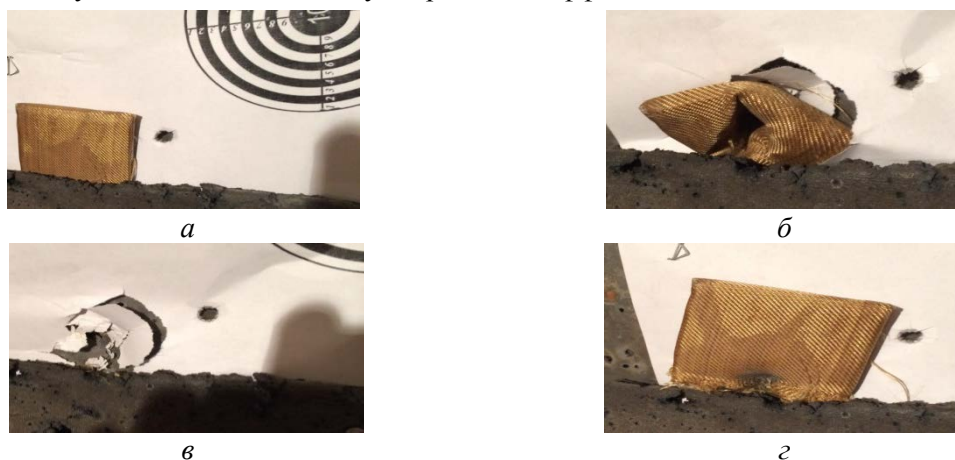


Рисунок 1 - Образец на мишени (а), контрольный образец после попадания пули (б), мишень после обстрела контрольного образца (в), обработанный образец после попадания пули (г)

Полученные результаты, после их уточнения и обоснования физического механизма, могут быть положены в основу разработки технологий повышения надежности элементов легкой бронезащиты из композиционных баллистических материалов на основе арамидных волокон.

Исследования выполнены при поддержке гранта РФФИ № 17-03-00720 «Методология оптимизационного микроконструирования композиционных материалов для объектов сложной формы повышенной динамической прочности, послойно формируемых электротехнологическими методами».

Список литературы

1. Чистяков Е. Российские бронезилеты и новые броневые материалы // URL: http://ser-sarajkin.narod2.ru/ALL_OUT/TiVOut13/RuPersAr/RuPersAr001.htm
2. Игнатова А.М., Артемов А.О. Аналитический обзор современных и перспективных материалов и конструкций бронепреград и защит от поражения // *Фундаментальные исследования*. – 2012. – № 6–1. – С. 101–105.
3. Шустов Ю. С., Курденкова А. В. Исследование физико-механических свойств тканей из нитей Русар // *Научно-методический электронный журнал «Концепт»*. – 2016. – Т. 3. – С. 36–40. – URL: <http://e-koncept.ru/2016/56019.htm>.
4. Шульдешова П.М., Железина Г.Ф. Арамидный слоисто-тканый материал для защиты от баллистических и ударных воздействий // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №9. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-9-6-6.
5. Злобина И.В. Влияние воздействия СВЧ электромагнитного поля на прочность и микроструктуру баллистических неметаллических материалов / И.В. Злобина, Н.В. Бекренев // *Вопросы электротехнологии*. - № 1(14), 2017 г. – С. 40-47.
6. Злобина И.В. Улучшение эксплуатационных характеристик материалов трубопроводной арматуры в СВЧ электромагнитном поле / И.В. Злобина, Н.В. Бекренев // *Вопросы электротехнологии*, 2016 № 2 (11). - С. 31-36.
7. Злобина И.В. Исследование изгибной прочности объектов 3D печати из диэлектрических материалов, модифицированных в СВЧ электромагнитном поле / И.В. Злобина, Н.В. Бекренев // *Динамика систем, механизмов и машин*. 2016. Т. 1. № 1. С. 308-312.

ПОВЫШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ ТРУБНОЙ СТАЛИ ПРИ ВАРИАЦИИ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

А.И.ГОРДИЕНКО¹, П.О.КАШИРО²

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: pok6@tpu.ru

Малоуглеродистые низколегированные стали с традиционной ферритно-перлитной структурой обладают сравнительно невысоким уровнем прочностных свойств, в результате чего требуемая долговечность конструкций не обеспечивается.

Варьирование режимами термомеханических обработок (температурой начала и окончания прокатки, скоростью после деформационного охлаждения) дает возможность получать широкий спектр структур от стандартных феррито-перлитных до бейнито-мартенситных. Изменяя соотношения составляющих в сталях с феррито-бейнито-мартенситной структурой можно достичь высокого комплекса механических свойств.

Целью настоящей работы является изучение влияния разных термомеханических обработок на структуру и механические свойства низкоуглеродистой стали 10Г2БФЮ.

Низкоуглеродистую сталь 10Г2БФЮ в горячекатаном состоянии подвергали обработке продольной прокаткой в ручьистых волках от температуры 850 °С (обработка I). Заготовку размерами 23×23×90 мм прокатывали без дополнительных подогревов до брусков с размерами поперечного сечения 10×10 мм. Вследствие низкой температуры окончания прокатки (550-600°С) для прокатанной стали был проведен дополнительный отжиг при 550°С в течении 30 мин (обработка II).

Другим вариантом прокатки является поперечно-винтовая прокатка, для которой характер деформирования отличается от ординарного процесса продольной листовой прокатки значительной долей сдвиговой компоненты деформации, вследствие вращательно-поступательного движения заготовки [1]. Это способствует лучшей проработке структуры и ее диспергированию. Круглые заготовки стали 10Г2ФБЮ диаметром 30 мм прокатывали на стане поперечно-винтовой прокатки от температуры 1050°С за четыре прохода до прутка диаметром 20 мм. После этого заготовки ускоренно охлаждали до 500°С с выдержкой 1.5 часа и последующим охлаждением на воздухе (обработка III).

Исследования микроструктур стали проводили на оптическом микроскопе марки Zeiss Axiovert 25. Микротвердость измеряли с помощью прибора ПМТ-3 с нагрузкой 50 гр. Механические испытания на статическое растяжение образцов в форме двойной лопатки с размерами рабочей части 15×3×1 мм выполняли на установке типа Поляни.

В исходном состоянии микроструктура стали 10Г2ФБЮ состоит из вытянутых в направлении прокатки чередующихся областей из квазиполигональных зерен феррита и перлита, рисунок 1, а. Средний размер ферритных зерен, определенный методом секущих на оптических снимках, составляет ≈ 12 мкм. Микротвердость ферритных областей $HV_{0.05}=1620$ МПа, перлитных $HV_{0.05}=2300$ Мпа, таблица 1.

После обработки I структура характеризуется значительной вытянутостью ферритных зерен вдоль направления прокатки, рисунок 1, б. Средний размер зерен в поперечном направлении составляет $\approx 3-4$ мкм. Встречаются также более крупные зерна с размерами в поперечном направлении до 10 мкм. Это свидетельствует о неоднородности структуры по размеру зерен. Перлитные зерна имеют меньшие размеры по сравнению с исходным состоянием и расположены тонкими прослойками между ферритными зернами. В теле зерен и по их границам встречаются также отдельные частицы цементита. Такие изменения структуры привели к существенному росту величины микротвердости до $HV_{0.05}=2900$ МПа.

Проведение дополнительного отжига после продольной прокатки (обработка II) не приводит к существенным изменениям структуры. Однако микротвердость снижается до $HV_{0.05}=2460$ МПа, что свидетельствует о снятии внутренних напряжений, созданных в ходе прокатки при достаточно низких температурах, а также вероятно аннигиляции дефектов в наклепанном материале.

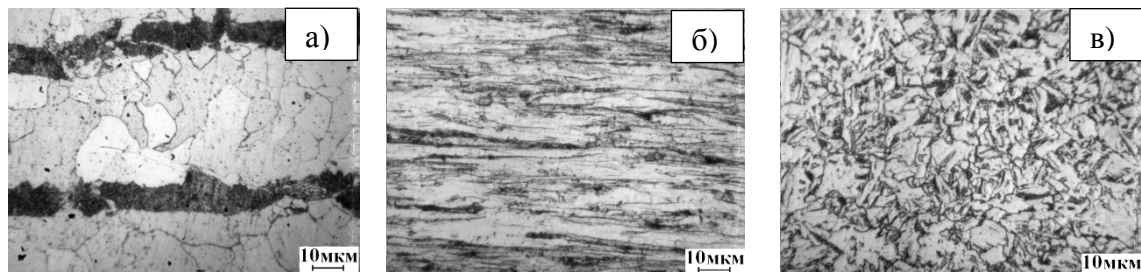


Рисунок 1 –Микроструктуры стали 10Г2БФЮ: а) исходное состояние; б) обработка I; в) обработка II

После обработки II, включающей ускоренное охлаждение до температур протекания промежуточного превращения, в стали формируется бейнитная структура, рисунок 1, в. Она представлена смесью квазиравноосных зерен, тонких пластин бейнита и небольшой долей частиц цементита. Структуры стали в осевой и периферийной зонах заготовки отличаются. В периферийной зоне средний размер зерен составляет ≈ 3.6 мкм, а в осевой – ≈ 4.7 мкм. Такое различие в размерах зерен может быть следствием большего разогрева и большей проработки поверхностных слоев заготовки (т.е. большей суммарной степени деформации) при поперечно-винтовой прокатке. Вследствие обработки микротвердость стали повышается до $HV_{0.05}=2370$ МПа.

Таблица 1 – Механические свойства стали 10Г2БФЮ

Сталь 10Г2БФЮ	σ_{02} , МПа	$\sigma_{в}$, МПа	ε , %	$HV_{0.05}$, МПа
Исходное состояние	367	653	23	1620
Обработка I	910	1048	4	2900
Обработка II	761	905	15	2460
Обработка III	482	782	18	2370

В результате обработки I величины пределов текучести σ_{02} и прочности $\sigma_{в}$ стали увеличились в 2.5 и в 1.6 раза, соответственно, таблица 1, однако пластичность снизилась почти в 6 раз. Проведение дополнительного отжига (обработка II) приводит к некоторому снижению прочностных характеристик по сравнению с обработкой I, однако улучшению пластических свойств стали ($\varepsilon=15\%$). Для стали, обработанной по режиму III, характерно изменение вида диаграммы растяжения: исчезает площадка текучести, свойственная сталям с феррито-перлитной структурой. Это подтверждает факт изменения структурно-фазового состояния стали. Такая обработка позволяет повысить пределы σ_{02} и $\sigma_{в}$ стали в 2 и 1.4 раза, соответственно, по сравнению с исходным состоянием. При этом пластичность стали остается на высоком уровне ($\varepsilon=18\%$).

Таким образом, варьируя режимами и схемами термомеханических обработок можно в широком диапазоне изменять свойства стали 10Г2БФЮ. Из выбранных режимов обработки оптимальным сочетанием свойств обладает сталь после обработки по режиму III.

Список литературы

1. Пашинская Е.Г. Физико-механические основы измельчения структуры при комбинированной пластической деформации. – Донецк: Вебер, 2009. – 352с.

**ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ
БОЛТОВОГО СОЕДИНЕНИЯ С ПОДКРЕПЛЕНИЕМ В ДЕТАЛЯХ ИЗ
ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Е.А.КЛИМОВ, Ю.А.ВАШУКОВ

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П.Королева

E-mail: wenzelw@yandex.ru

Использование полимерных композиционных материалов (КМ) является одним из эффективных средств снижения массы конструкций летательных аппаратов (ЛА). При этом одной из основных задач является обеспечение высоких ресурсных показателей узлов и агрегатов. Проведенные экспериментальные исследования и испытания на выносливость, показали, что ресурс конструкций из КМ, в первую очередь, определяется ресурсом болтовых и заклепочных соединений, которые являются концентраторами напряжений и источниками зарождения усталостных трещин.

Одним из способов, позволяющих повысить несущую способность соединений КМ, является подкрепление стенок отверстий элементами (втулками, вкладышами) из однородного материала. Подкрепляющий элемент позволяет снизить концентрацию напряжений на границе отверстия за счет перераспределения напряжений, повысить разрушающее напряжение соединения на смятие и разрыв, обеспечить стабильность осевой затяжки соединения.

Разработан способ [1] постановки подкрепляющего элемента в отверстие листовой заготовки из КМ. Способ постановки втулки заключается в осевом пластическом сжатии подкрепляющего элемента, в процессе осуществления которого его внутренний диаметр остается неизменным, а по внешнему диаметру осуществляется преимущественная радиальная раздача совместно с соответствующими участками листовой заготовки с образованием на границе отверстия переменного поля радиальных сжимающих напряжений.

Для экспериментального исследования напряженно-деформированного состояния болтового соединения с подкреплением в пластине из КМ разработана конечно-элементная модель с использованием программного комплекса ANSYS. Адекватность разработанной конечно-элементной модели проверялась путем сравнения результатов КЭ-расчетов с аналитическим решением для тестового случая. В качестве тестовой рассматривалась задача [2] определения радиального контактного напряжения в изотропной полосе, растягиваемой силой P и в отверстие которой вложена шайба, нагруженная усилием Q , рисунок 1. Радиальные напряжения определялись из выражения

$$\sigma_r = \frac{Q}{F} \beta^* \cdot \left[\frac{2}{\pi} \left(\frac{b}{r\beta^*} - 1,35 \frac{P}{Q} \right) \cos \theta + \frac{P}{Q} \cos^* \theta \right], \quad (1)$$

где F – площадь поперечного сечения полосы; $\beta^* = \frac{\beta}{\beta(1+\mu)+1-\mu}$; $\beta = \frac{E_1}{E}$;

E и E_1 – модуль упругости материалов соответственно пластины и шайбы; b – ширина полосы; r – радиус отверстия в пластине; μ – коэффициент Пуассона материала пластины.

Результаты сравнения в характерных точках приведены на рисунке 2. Анализ результатов КЭ - расчетов и аналитического решения, полученного по формуле 1, показал хорошее согласование результатов.

Для исследования напряженно-деформированного состояния по контуру отверстия с подкреплением проводилось конечно-элементное моделирование на пластинке размером 240 * 240 мм. Толщина пластинки составляла 1,0мм. При этом наружный диаметр втулки был равен 8,0мм, внутренний диаметр 4,0 мм. Пластинка находилась под действием силы от

болта, установленного в отверстие втулки, равной 500 Н. Материал пластинки имел следующие характеристики: $E_1=120000$ МПа, $E_2=8000$ МПа, $G_{12}=4000$ МПа, $\nu_{12}=0,3$, $\nu_{21}=0,02$ Материал втулки и болта – сталь с характеристиками $E_1=210000$ МПа, $G_{12}=79000$ МПа, $\nu_{12}=0,3$.

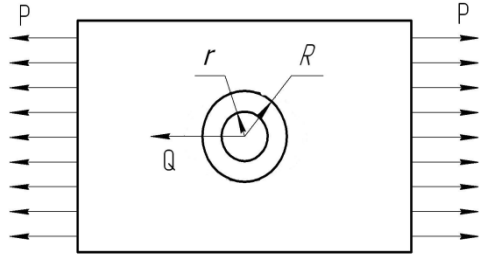


Рисунок 1 - Растяжения пластины с подкрепленным отверстием при действии сил Q и P

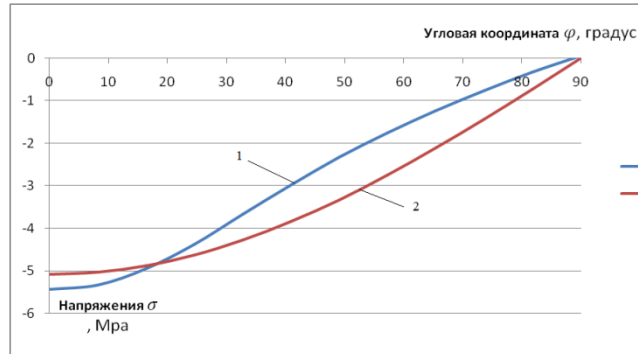


Рисунок 2 – Сравнение результатов конечно-элементного моделирования-1 и аналитического расчета-2

Проведенные исследования показали, что разработанный способ постановки втулки значительно снижает напряженное состояние по периметру отверстия с подкреплением, рисунок 3, и увеличивает несущую способность силовой точки. Разработанная конечно – элементная модель и методика расчета позволяет с высокой точностью определять напряженное состояние по контуру силовой точки и в самой анизотропной пластине, рисунок 4.

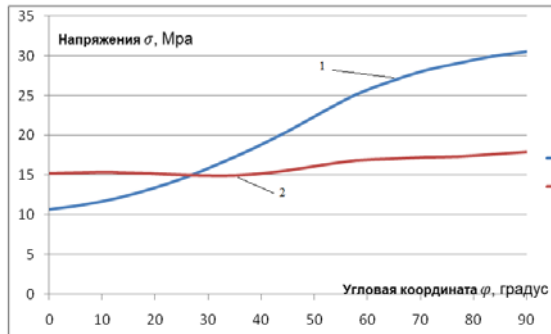


Рисунок 3– Сравнение напряжений по контуру отверстия с клеенной- 1 и с клеенной и запрессованной с преимущественной радиальной раздочей втулкой -2 от действия внешней растягивающей нагрузки P и усилия Q

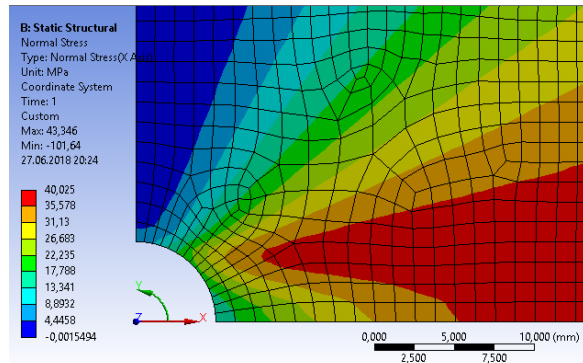


Рисунок 4 – Эквивалентные напряжения (по Мизесу) в пластинке с клеенной и запрессованной с преимущественной радиальной раздочей втулкой от действия внешней растягивающей нагрузки P и усилия Q

Список литературы

1. Вашуков Ю.А. Исследование процесса постановки подкрепляющих элементов при образовании высокоресурсных соединений изделий из композиционных материалов // Сборка в машиностроении, приборостроении.-2015.-№6.-С.21-26.
2. Кожевников В.Ф. Упругое взаимодействие растягиваемой полосы с подгруженным круглым включением // Прикладная механика.- 1983. - Том 19 , №2.- С 109-112 .

ПРИМЕНЕНИЕ СХЕМЫ КАБАРЕ В ЗАДАЧАХ УДАРНО-ВОЛНОВОГО НАГРУЖЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ

В.А. КОЛОТИЛОВ^{1,2}

¹ Новосибирский государственный университет

² Институт теоретической и прикладной механики СО РАН

E-mail: kolotilov1992@gmail.com

Нестационарные задачи ударно-волнового нагружения твердых деформируемых тел имеют больше практическое применение в прикладных задачах. Внешнее воздействие малой продолжительности по времени приводит к распространению в твердом теле приводит к распространению упругих и упругопластических волн, их взаимодействию с свободными границами тела. В задачах соударения тел возникает необходимость учета контактной границы. Для многокомпонентных материалов (слоистые периодические композитные материалы, керамика) возникает необходимость учета перехода к разным компонентам материала или применение методов осреднения.

Для решения вышеперечисленных задач применяются численные методы. Одним из эффективных методов решения являются сеточно-характеристические методы [1,2]. В настоящей работе за основу взята схема Кабаре, хорошо зарекомендовавшая себя в гидро- и газодинамических задачах [3]. В задачах численного моделирования механики деформируемого твердого тела схема на данный момент не нашла большого применения [4].

Схема Кабаре является общим подходом аппроксимации гиперболических уравнений, обладают высокой точностью при переносе линейных возмущений без заметных диссипативных ошибок. Один из вариантов схемы – двухслойная по времени – является сильно монотонной при любых начальных данных и при числах Куранта $\tau \in (0,1]$ является устойчивой [5]. Другая привлекательная особенность схемы заключается в ее простоте реализации. Схема является явной и второго порядка аппроксимации по пространству и времени. Обладает компактным вычислительным шаблоном. Данные свойства алгоритма при перенесении его на задачи механики деформируемого твердого тела могут быть востребованы в задачах ударно-волнового нагружения материалов.

В настоящей работе приводится одномерная математическая модель гетерогенной среды с использованием метода осреднения по объему каждой входящей фазы. Материал описывается континуальным подходом, с использованием Максвелловской модели материала [6]. Для замыкания системы законов сохранения применяется уравнение состояния конденсированных веществ в форме Тэта (1):

$$p_x = A(x^n - 1); x = \frac{\rho}{\rho_0} \quad (1)$$

где p_x – давление холодного (упругого) сжатия, ρ – плотность вещества, ρ_0 – истинная (табличная) плотность вещества, A и n – константы, характеризующие вещество.

Система законов сохранений была аппроксимирована двухслойной по времени схемой Кабаре. На границах задавались кинематические условия, а на контактной поверхности задавался идеальный механический контакт [7].

В ходе выполнения расчета были получены ударные адиабаты используемых в расчетах материалов, проведен сравнительный анализ с экспериментом. Получены затухания ударных волн в материале-мишени.

Список литературы

1. Рихтмайер Р., Мортон К Ю.Р. – Разностные методы решения краевых задач. – Москва: Мир, 1972. – 380с.

2. Петров И. Б., Холодов А. С., Численное исследование некоторых динамических задач механики деформируемого твёрдого тела сеточно-характеристическим методом // Журнал вычислительной математики и математической физики – 1984 - т 24 - № 5 – С. 722–739.
3. Головизнин В.М., Зайцев М.А., Карабасов С.А., Короткин И.А. – Новые алгоритмы вычислительной гидродинамики для многопроцессорных вычислительных комплексов. – Москва: Изд. Московского университета, 2013. – 472с.
4. Зайцев М.А., Карабасов С.А. – Схема Кабаре для численного решения задач деформирования упругопластических тел // Математическое моделирование. – 2017 – Т 29 - № 11 – С. 53-70.
5. Остапенко В.В. – О сильной монотонности двухслойной по времени схемы Кабаре// Математическое моделирование. – 2018 – Т 30 - №5 – С. 5-18.
6. Годунов С.К., Роменский Е.И. – Элементы механики сплошных сред и законы сохранения. Новосибирск: Научная книга, 1998.
7. Гулидов А.И., Шабалин И.И. – Численная реализация граничных условий в динамических контактных задачах. Препринт № 12-87. Новосибирск – ИТПМ СО РАН.

СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ НАНОВОЛОКОН ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

А.А. ЛЕОНОВ, В.Д. ПАЙГИН, О.С. ТОЛКАЧЁВ, Т.Р. АЛИШИН

Томский политехнический университет

E-mail: laa91@tpu.ru

Нанопорошки и волокна оксида алюминия находят свое применение во многих областях промышленности и используются для производства катализаторов и их носителей, адсорбентов, покрытий, абразивов и керамических композитов [1, 2]. Оксид алюминия (Al_2O_3) существует в нескольких полиморфных модификациях: метастабильные γ -, δ -, η -, θ -, χ -фазы, а также термодинамически стабильная α -фаза Al_2O_3 . Свойства конечных изделий из оксида алюминия значительно зависят от кристаллической структуры, морфологии и микроструктуры полиморфа. В связи с этим многие исследовательские работы направлены на изучение фазовых переходов оксида алюминия относительно их механизмов трансформации, изменениям пористости, удельной поверхности, химической активности и дефектной кристаллической структуры. На трансформацию также влияет присутствие химически связанной воды и/или физически адсорбированной воды, особенно для наноразмерных материалов с высокой удельной поверхностью.

В настоящей работе исследовались нановолокна (НВ) оксида алюминия «Fibrall» (OCSiAl, Россия) полученные методом жидкофазного каталитического окисления алюминия молекулярным кислородом при температуре 820 °С. Нановолокна диаметром 10-15 нм, длиной > 1 мкм и с удельной поверхностью 96 м²/г представляют собой плотные пучки, состоящие из нескольких тысяч волокон [3]. Синхронный термический анализ НВ проводили с помощью термоанализатора STA 409 C Jupiter (Netzsch, Германия) в температурном диапазоне от 30 до 1250 °С, со скоростью изменения температуры 5 °С/мин, используя режимы дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) и термогравиметрии (ТГ). Полученные с его помощью кривые ТГ и ДСК зависимостей представлены на рисунке 1а. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония). Морфология и структура нановолокон оценивались на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100F (JEOL, Япония).

На рисунке 1а представлена ДСК кривая, которая имеет 5 выраженных пиков. Пик 64 °С, это эндотермический эффект, связанный с испарением физически связанной воды.

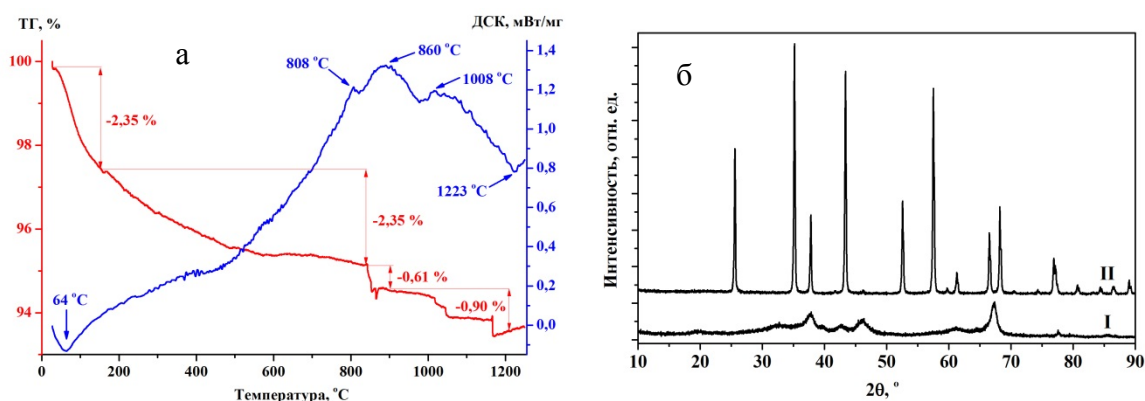


Рисунок 1 – а) ТГ/ДСК анализ нановолокон Al_2O_3 ; б) рентгенограммы НВ: I – в исходном состоянии, II – после термообработки при 1250°C

Последующие термические эффекты связаны с фазовыми переходами Al_2O_3 , что согласуется с [4]. При 808°C происходит переход $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \delta\text{-Al}_2\text{O}_3$, при 860°C $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ и переход $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3 \rightarrow \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ начинается при 1008°C и полностью заканчивается при 1223°C . Согласно данным ТГ анализа нагрев порошка НВ до $T = 1250^\circ\text{C}$ сопровождается уменьшением его массы на $\sim 6,2\%$. Причем наибольшие ее потери ($4,7\%$) приходятся на интервал температур $T = (30\text{-}840)^\circ\text{C}$.

На рисунке 1б представлены рентгенограммы НВ Al_2O_3 в исходном состоянии (кривая I) и после термической обработки при 1250°C (кривая II). Рентгенофазовый анализ показал, что в исходном состоянии нановолокна находятся преимущественно в метастабильной γ -модификации Al_2O_3 . Термическая обработка волокон при 1250°C сопровождается полным превращением в α -модификацию Al_2O_3 (рисунок 1б, кривая II).

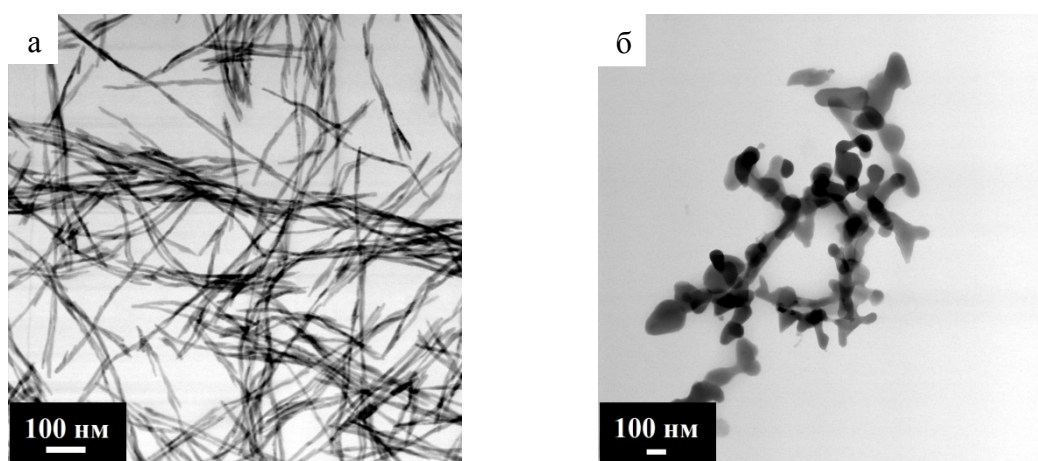


Рисунок 2– ПЭМ изображения НВ: а) в исходном состоянии; б) после термообработки при 1250°C

На рисунке 2а показано ПЭМ-изображение НВ в исходном состоянии, из которого видно, что присутствуют как отдельные нановолокна игольчатой формы, так и их агрегаты. После термообработки, рисунок 2б, помимо фазового перехода, происходит изменение структуры нановолокон, формируются протяженные неравноосные частицы сложной формы. Присутствие такой каркасной структуры в композитных материалах, должно приводить к повышению механических характеристик формируемых композитов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-00763 мол_а.

Список литературы

1. Dabbagh H.A., et al. Effects of vacuum and calcination temperature on the structure, texture, reactivity, and selectivity of alumina: experimental and DFT studies // J. Mol. Catal. A: Chem. – 2010. – V.326. – P. 55–68.
2. Леонов А.А. и др. Структура и свойства керамических композитов ZrO_2 , модифицированных различными армирующими наполнителями // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник трудов XV Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, в 7 т., г. Томск, 24-27 апреля 2018. – Томск: Изд. дом ТГУ, 2018 – Т.1. Физика. – С. 180–182.
3. Леонов А.А. Получение композитных порошков ZrO_2 /ОУНТ и ZrO_2 /нановолокна Al_2O_3 // Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XIX Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых, Томск, 21-24 Мая 2018. – Томск: ТПУ, 2018 – С. 90–91.
4. Lamouri S., et al. Control of the γ -alumina to α -alumina phase transformation for an optimized alumina densification // Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio. – 2017. – V.56. – P. 47-54

РАЗРУШЕНИЕ СВЕТОДИОДНЫХ ГЕТЕРОСТРУКТУР ПРИ ОБЛУЧЕНИИ СИЛЬНОТОЧНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

ЛИ ЦЗЫСЮАНЬ, СЯНЬ ЦЗЫЯО, СЫСОЕВА С.Г.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: llzxxx0@163.com

Введение. Исследования [1] продемонстрировали перспективы применения сильноточных электронных пучков (СЭП) для люминесцентного контроля светодиодных гетероструктур GaN/InGaN, нанесенных на сапфировые подложки. В связи с этим возник вопрос о радиационной стойкости, порогах и механизмах разрушения тонкопленочных гетероструктур при их диагностики СЭП. Ранее закономерности электронно-пучкового разрушения твердых тел изучались на макрообразцах, размеры которых на порядок превышали глубину пробега электронного пучка в материале. Было установлено [2-5], что основными механизмами разрушения диэлектриков и полупроводников являются термоудар и электрический пробой. Оба механизма связаны со спецификой воздействия СЭП на материалы: высокой скоростью ввода энергии (10^{11} - 10^{13} Гр/с) и заряда (10^{10} - 10^{11} Кл/с). Экспериментально разделить эти механизмы можно характерной морфологии разрушений. Электрический пробой ЦГК реализуется в режиме многоимпульсного облучения образцов электронным пучком низкой плотности энергии ($0.1 < H < 0.3$ Дж/см²), термоудар – в режиме однократного облучения электронным пучком более высокой плотности ($H > 0.5$ Дж/см²).

Целью настоящей работы является исследование закономерностей и особенностей разрушения светодиодных гетероструктур GaN/InGaN, выращенных различными производителями.

Материалы и методы исследования. В работе исследовались три светодиодные структуры, выращенные методом металлоорганической газофазной эпитаксии на сапфире с ориентацией (0001). Образцы имели плотность дислокаций 10^7 – 10^9 см⁻². Некоторые образцы имели ступенчатую поверхность сапфировой подложки, снижающую влияние эффекта полного внутреннего отражения на выход излучения из гетероструктуры благодаря рассеянию света на микровыступах и микровпадинах текстурированного слоя. Облучение образцов проводилось в атмосферном воздухе при комнатной температуре. Источником

возбуждения являлся ускоритель электронов с генератором ГИН-600 (250 кэВ, 3 кА, 15 нс). Плотность энергии электронного пучка варьировалась в диапазоне 0.05 – 0.25 Дж/см². Интегральные (по времени) спектры люминесценции гетероструктур регистрировались с помощью оптоволоконного спектрометра AvaSpec 2048. Пространственное распределение люминесценции по поверхности образца фотографировалась зеркальной цифровой фотокамерой SONY DSLR-A500 в режиме «Bulb» за один импульс возбуждения через микроскоп МБС-10. Морфология остаточных разрушений, образующихся после многоимпульсного облучения СЭП, изучалась методом оптической микроскопии с помощью микровизора проходящего света μ Vizo-101.

Результаты и их обсуждение. В результате исследований установлено, что морфология разрушений образцов изменяется в процессе многоимпульсного облучения и определяется их индивидуальными свойствами. На рисунке 1 представлены фотографии характерных разрушений в исследуемых гетероструктурах после 50 импульсов облучения СЭП с плотностью энергии $H = 0.25$ Дж/см². При таких условиях облучения формируемые разрушения в отдельных структурах достигают размера порядка сотен микрометров, а минимальный размер разрушений определяется разрешающей способностью микровизора проходящего света μ Vizo-101 и составляет ~ 1 мкм.

Анализ морфологии разрушений исследуемых образцов позволяет выделить ряд закономерностей. Под действием СЭП с плотностью энергии $H \sim 0.2$ Дж/см² гетероструктуры деградируют локально. Форма разрушений индивидуальна для каждого образца.

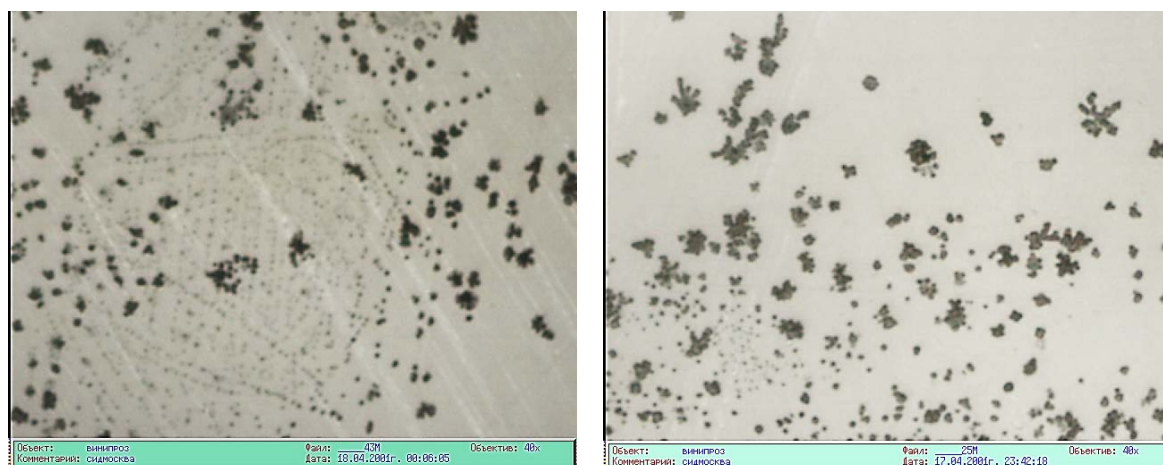


Рисунок 1 - Фотографии микроразрушений в разных гетероструктурах после 100 импульсов облучения СЭП при $H = 0.25$ Дж/см²

В процессе многоимпульсного облучения размер локальных разрушений, образовавшихся при первых импульсах СЭП, может, как увеличиваться, так и оставаться неизменным, при этом количество разрушенных зон увеличивается. Пространственное распределение микроразрушений определяется предысторией образцов.

Заключение. Интерпретация полученных результатов может быть дана на основе представлений об электроразрядном механизме разрушения диэлектриков и полупроводников под действием СЭП [4]. Облучение гетероструктур InGaN/GaN, нанесенных на сапфировые подложки, электронным пучком с плотностью энергии $H \sim 0.2$ Дж/см² приводит к формированию сильного электрического поля, связанного с инжектированным в Al₂O₃ отрицательным объемным зарядом СЭП и электрическому пробое образца. Известно, что электрический пробой, инициированный СЭП в диэлектриках и некоторых полупроводниках группы A₂B₆, является структурно чувствительным, т.е. локализуется в зонах расположения электрических

микронеоднородностей, роль которых могут выполнять дислокации, поры, преципитаты и другие дефекты технологического происхождения. Подобные дефекты, как известно, имеются и в эпитаксиальных слоях GaN и гетероструктурах InGaN/GaN, выращенных на подложках Al₂O₃. Высокая плотность энерговыделения в зонах развития электрических микрозарядов приводит к локальному разогреву и формированию микроразрушений, пространственное распределение которых по поверхности гетероструктуры неоднородно. Выяснение роли подложки (отдельных технологических операций, включающих ее обработку) и последовательно расположенных эпитаксиальных слоев, образующих гетероструктуру, в деградации светоизлучающих структур требует проведения дополнительных исследований.

Список литературы

1. Олешко В.И., Горина С. Г., и др. Изв. Вузов. Физика. 56, №1. С. 55. (2013).
2. Высокоэнергетическая электроника твердого тела. / Под ред. Д. И. Вайсбурда. (Новосибирск: Наука, 1982. 227 с).
3. Богданкевич О.Б., Зверев М.М., Иванова Т.Ю. и др. КЭ. 113, №10. С. 2132. (1986).
4. Олешко В.И., Лисицын В.М., Скрипин А. С. и др. Письма в ЖТФ. 38, №9. С. 37. (2012).
5. Oleshko V., Lisitsyna L., Malys D. et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. 268, N19. P. 3265. (2010).

ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ РЕЗЦА ПРИ РЕЗАНИИ СТАЛИ

Я. ЛИ, Ц. ЧЖАН, В.Н. КОЗЛОВ

Научный руководитель: доцент, к.т.н. В. Н. Козлов

Национальный исследовательский Томский политехнический институт

E-mail: kozlov-viktor@bk.ru

При резании стали 40X неизношенным резцом сила резания достаточно стабильна, как правило, не велика и не вызывает опасность разрушения режущего клина при рациональном режиме резания. При черновой обработке стали допускается существенный износ режущего инструмента, что вызывает увеличение силы резания и увеличивает вероятность выкрашивания режущей кромки и скола режущего клина. Наиболее существенное увеличение силы резания вызывается износом по задней поверхности с образованием фаски длиной h_z , измеряемой перпендикулярно режущей кромки.

Для исследования изменений напряженно-деформированного состояния режущего инструмента при износе были проведены эксперименты по определению распределения контактных напряжений (нагрузок) на передней и задней поверхностях резца при обработке стали 40X при резании с разными подачами ($s = 0,07...0,52$ мм/об) и длиной фаски на задней поверхности ($h_z = 0,13 ... 0,95$ мм) с задним углом $\alpha h = 0^\circ$, моделирующей износ по задней поверхности [1]. Главный передний угол $\gamma = 7^\circ$, главный задний угол $\alpha = 12^\circ$, угол наклона главной режущей кромки $\lambda = 0^\circ$. Радиус округления режущей кромки $\rho = 0,003$ мм соответствовал заточке фаски задней поверхности. Расчёт напряжений и деформаций в режущем клине резца был выполнен методом конечных элементов с использованием программы ANSYS12, рисунок 1.

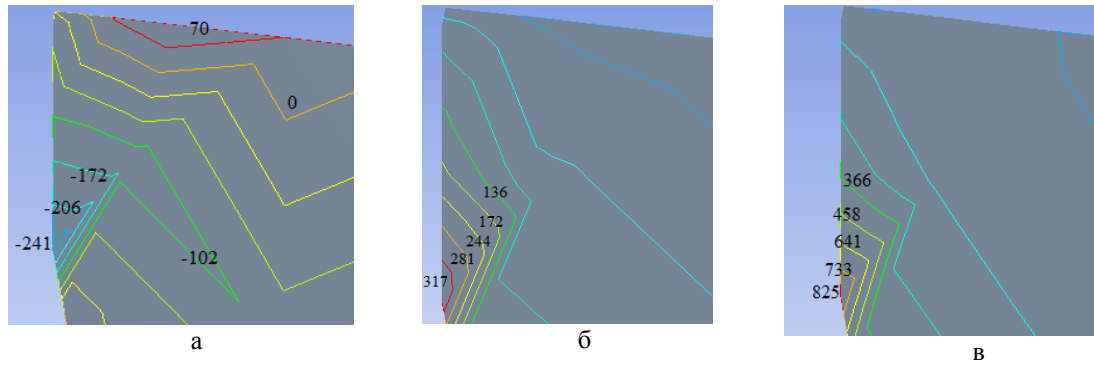


Рисунок 1 - Распределение нормального σ_y (а), касательного τ_{xy} (б) и эквивалентного $\sigma_{эКВ}$ (в) напряжений в режущем клине резца при установившемся резании. Сталь 40X - T15K6; $v = 2$ м/с; $s = 0,52$ мм/об; $t = 1,8$ мм; $\rho = 0,003$ мм; $h_3 = 0,13$ мм

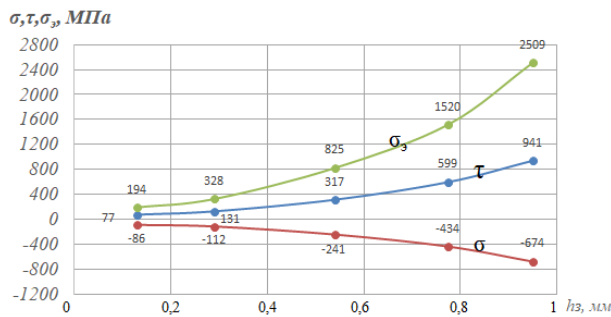


Рисунок 2 - Зависимость внутренних напряжений (МПа) от длины фаски на задней поверхности h_3 (мм). Сталь 40X - T15K6; $v = 2$ м/с; $s = 0,11$ мм/об; $t = 1,8$ мм; $\rho = 0,003$ мм. σ - наибольшее нормальное напряжение; τ - наибольшее касательное напряжение; $\sigma_{э}$ - наибольшее эквивалентное напряжение

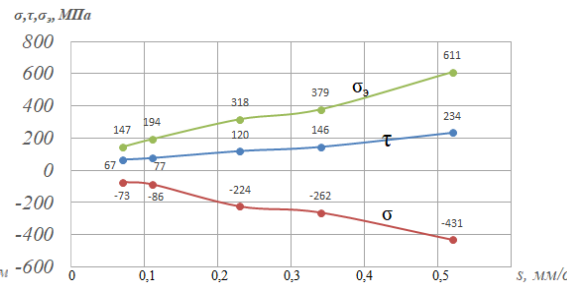


Рисунок 3 - Зависимость внутренних напряжений (МПа) от подачи s (мм/об). Сталь 40X - T15K6; $v = 2$ м/с; $t = 1,8$ мм; $\rho = 0,003$ мм; $h_3 = 0,13$ мм. σ - наибольшее нормальное напряжение; τ - наибольшее касательное напряжение; $\sigma_{э}$ - наибольшее эквивалентное напряжение

При увеличении длины фаски на задней поверхности наиболее интенсивно увеличиваются эквивалентные напряжения $\sigma_{эКВ}$, рисунок 2. Нормальные и эквивалентные напряжения увеличиваются более интенсивно по сравнению с касательными напряжениями. При длине фаски на задней поверхности более 0,9 мм даже при небольшой подаче $s = 0,11$ мм/об наибольшие эквивалентные напряжения приближаются к пределу прочности твёрдого сплава на сжатие.

Увеличение подачи вызывает увеличение напряжений, но при небольшой длине фаски на задней поверхности $h_3 = 0,13$ мм наибольшее эквивалентное напряжение в несколько раз меньше предела прочности твёрдого сплава на сжатие, рисунок 3.

Заключение

1. При установившемся резании стали 40X увеличение длины фаски износа на задней поверхности приводит к существенному увеличению наибольших напряжений при постоянной подаче.

2. Подача незначительно влияет на величину наибольшего касательного напряжения.

3. Увеличение длины фаски на задней поверхности более 0,9 мм при подаче менее 0,23 мм/об приводит к появлению эквивалентных напряжений, приближающихся к пределу прочности твёрдого сплава на сжатие.

Список литературы

1. Козлов В.Н., Чжан Ц., Го И., Сабават С.К. Исследование контактных нагрузок при врезании // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2017): сборник научных трудов VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, г. Томск, 27–29 ноября 2017 г. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ) ; под ред. А. Н. Яковлева. – Томск: Изд-во ТПУ, 2017. — с. 315-316.

ВЛИЯНИЕ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРОНИЦАЕМОСТИ ПОВЕРХНОСТНЫХ ОКСИДНЫХ СТРУКТУР ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ НА ИХ ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ

Н.З. МАДАМИНОВ, А.А. КОНДРАТЮК, К.П. АРЕФЬЕВ, П.А. ЧАЗОВ, В.П. НЕСТЕРЕНКО

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: madnodir@mail.ru

Величина износостойкости режущих инструментов, а также её разброс в значительной степени зависит от свойств, формируемых, на их контактных поверхностях оксидных пленочных структур. Тонкие оксидные пленки, образующиеся на контактных поверхностях режущего клина, оказывают большое влияние на рабочие характеристики режущих инструментов – износостойкость, прочность, надежность. Они снижают интенсивность адгезионных процессов в зонах контакта за счет экранирования межмолекулярного взаимодействия с обрабатываемым материалом. Было установлено, что на интенсивность межмолекулярного взаимодействия поверхностей, инструментального и обрабатываемого материалов большое влияние, оказывает относительная диэлектрическая проницаемость у оксидных структур, формирующихся в зонах их контакта. При уменьшении величины относительной диэлектрической проницаемости оксидных структур, износостойкость режущих инструментов при обработке ими материалов, вызывающих интенсивный адгезионный износ, приобретает тенденцию к росту. К обрабатываемым материалам, вызывающим ускоренное адгезионное разрушение режущего клина, относятся стали аустенитного, аустенитно-мартенситного, аустенитно-ферритного классов, а также хромоникелевые сплавы. Данная группа материалов подвергается обработке, как правило, твердосплавными режущими инструментами группы применяемости – К [1]. Одновременно с повышением износостойкости при снижении величины относительной диэлектрической проницаемости у поверхностной оксидной структуры, формируемой на контактных поверхностях режущих инструментов, также, происходит и снижение коэффициента вариации данной рабочей характеристики.

Исследование износостойкости твердосплавных режущих пластин группы применяемости К осуществляли на токарно-винторезном станке. В качестве обрабатываемого материала использовалась сталь X17H13M2T, вызывающая интенсивный адгезионный износ. Режущим инструментом служили твердосплавные пластины промышленной марки ВК6, относящиеся к вышеуказанной группе. Скорость резания, подача и глубина резания при испытаниях устанавливались, соответственно, 60 м/мин, 0,21 мм/об и 1,5 мм. Износостойкость оценивалась в минутах времени работы режущего инструмента до установленного критерия потери режущих свойств. За критерий потери режущих свойств, принимался износ по задней поверхности режущего клина, равный 0,4 мм.

После испытания твердосплавные режущие пластины очищали в специальном растворе, а затем, после сушки, подвергали окислению в электрической печи с открытым доступом в зону нагрева атмосферного воздуха. Температура окисления режущих пластин в печи примерно соответствовала температуре, действующей в зонах контакта,

инструментального и обрабатываемого материалов, и равнялась 9000 °С. Затем от извлеченных из печи режущих пластин отделяли сформировавшуюся в процессе окисления полиоксидную структуру (окалину), измельчали её и приготавливали из порошка равные навески, например, по 5-15 г. После этого навески по очереди помещали в ячейку, оснащенную электродами из меди. Ячейку, как своеобразный конденсатор с полиоксидной массой помещали между изолирующими пластинами в специальное сжимающее приспособление. С помощью динамометра регистрировали давление, оказываемое на полиоксидную массу, которое составляло $0,02 \pm 0,005$ кг/мм². Ячейку подключали в измерительную электрическую цепь переменного тока и определяли электрическую емкость полиоксидной массы. Измерение электрической емкости производили с помощью измерителя емкости, индуктивности и омического сопротивления Е7-8 при частоте переменного тока 1000 Гц.

Величину относительной диэлектрической проницаемости, у полиоксидных образцов, определяли по известной формуле [2], на основании полученных при измерениях величины электрической емкости:

$$\varepsilon = \frac{C \cdot H}{\varepsilon_0 \cdot S}, \quad (2)$$

где С – электрическая емкость исследуемой полиоксидной структуры у образцов, измеренная с помощью прибора Е7-8 в пФ,

Н – толщина слоя полиоксидной структуры между медными электродами в мм,

ε_0 – электрическая постоянная,

S – площадь электродов, мм².

Толщину спрессованной полиоксидной массы в ячейке определяли после, соответственно, измерения у неё электрической емкости и извлечения из приспособления. Измерение толщины, спрессованной полиоксидной массы производили с помощью метрологического длинномера, с точностью до 0,005 мм.

По результатам определения износостойкости режущих инструментов группы применяемости К при обработке хромоникелевой стали аустенитного класса, вызывающей интенсивный адгезионный износ и на основании полученной при измерении электрической емкости и последующего вычисления величины относительной диэлектрической проницаемости строили график зависимости величины износостойкости, выраженной во времени безотказной работы режущего инструмента до установленного критерия затупления от величины относительной диэлектрической проницаемости полиоксидной структуры: «износостойкость – относительная диэлектрическая проницаемость».

В результате исследований было установлено, что между износостойкостью твердосплавных режущих инструментов группы применяемости – К и величиной относительной диэлектрической проницаемости поверхностных оксидных структур, формируемых при нагревании в электрической печи, существует довольно тесная корреляционная связь. С уменьшением относительной диэлектрической проницаемости оксидной массы, износостойкость твердосплавных режущих пластин приобретает тенденцию к росту.

Основным разрушением твердосплавных режущих инструментов группы применяемости К, при обработке ими аустенитных хромоникелевых сталей является адгезионный износ [3]. Снижение величины относительной диэлектрической проницаемости структуры, располагающегося в межконтактном пространстве приводит к более надежному экранированию межмолекулярного взаимодействия между инструментальным и обрабатываемым материалами. Прочность, образующихся микроточечных адгезионных соединений в зонах контакта, режущего и инструментального материалов в данном случае, не достигает критической величины. В результате при разъединении поверхностей режущего клина с обрабатываемым материалом области контакта не перерастают в очаги значительного разрушения

Тесная связь между износостойкостью твердосплавных режущих инструментов и относительной диэлектрической проницаемостью полиоксидных структур, получаемых при окислении режущих инструментов в муфельной электрической печи, указывает на факт образования и функционирование ультратонких полиоксидных структур на контактных поверхностях режущего клина и подтверждает их большое влияние на износостойкость и на некоторые характеристики процесса резания.

Список литературы

1. ГОСТ 3882 – 74 (с дополнениями).
2. Губкин А. Н. Физика диэлектриков М.: В.Ш Том 1, 1071, с. 270 с.
3. Трент Е. М. Резание металлов. М.: Машиностроение, 1980, 283 с.

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ НАКОПЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ В КОМПОЗИТНОМ ФЛАНЦЕ С ДЕФЕКТОМ В ВИДЕ РАССЛОЕНИЯ

П.В. ПИСАРЕВ, А.Н. АНОШКИН

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: pisarev85@live.ru

Одним из основных вопросов при создании перспективных изделий авиационной и ракетно-космической техники из композиционных материалов является обеспечение надежности в течение длительной эксплуатации. Особенно остро данный вопрос стоит при использовании композитов в гражданском авиастроении и двигателестроении. К сожалению, опыт и объем исследований по применению композитов в конструкциях, подверженных длительным интенсивным температурным и силовым воздействиям, значительно меньше, чем для большинства сталей и сплавов [1].

Проектирование силовых деталей и узлов из композиционных материалов должно основываться на новых математических моделях механики композиционных материалов. Математические модели должны учитывать параметры структуры, в том числе изменение их в конструкции в связи с изменениями геометрии или технологических особенностей изготовления, кинетических процессов накопления повреждений в процессе эксплуатации конструкции при статических и циклических нагрузках. Математические модели должны позволять прогнозировать физико-механические свойства материала при статических и циклических нагрузках с различными вариантами армирования [2].

В рамках настоящей работы предложен уникальный алгоритм прогнозирования остаточного ресурса конструкций из полимерных композиционных материалов (ПКМ) с дефектом в виде расслоения с помощью структурно-феноменологической модели.

В качестве объекта исследования рассматривался отгибной фланец кожуха авиадвигателя, который изготавливается последовательной выкладкой равнопрочных эпоксидных углепрепрегов со схемой армирования (0°;45°). Для исследования влияния дефекта на остаточный ресурс выбранной конструкции из ПКМ рассматривались две структурно-феноменологические модели фланца с дефектом и без дефекта.

На базе структурно-феноменологических моделей фланца были разработаны конечно-элементные модели фланца без дефекта и с дефектом, явным образом учитывающие его схему армирования и наличие клеевых прослоек. При этом проводилась адаптация конечно-элементной модели в областях высоких градиентов напряжений, т.е. в области перегиба слоев.

Усталостное разрушение моделировалось в виде разрушения эпоксидного связующего в клеевых слоях, таким образом, моделировалось развитие повреждения типа «расслоение», которое является типичным и характерным видом разрушения данных конструкций как при эксплуатационной нагрузке, так и при лабораторных испытаниях.

Прочность эпоксидного связующего при действии циклических нагрузок предложено принимать по экспериментальным данным известным в литературе [3]. Предварительная оценка ресурса работы проводилась по критерию наислабейшего звена [4]. Технические упругие постоянные углепластика, используемые в численном моделировании, принимались как по результатам испытаний стандартных образцов (для E_{11} , E_{22} , G_{12}), так и по оценочным данным из работ [5,6].

По результатам численных экспериментов было получено решение задачи накопления повреждений и разрушения в структурных элементах (клеевых слоях) рассматриваемой композитной конструкции при циклическом нагружении. Получены поля напряжений, значения функции поврежденности, области разрушения в рассматриваемой конструкции на различных шагах нагружения. Показано развитие областей разрушения клеевых слоев (развитие расслоений) в конструкции фланца с дефектом и без дефекта. Получена оценка снижения жесткости конструкции по мере развития областей расслоения.

Анализ полученных результатов выявил, что для фланца без дефекта разрушение при циклическом нагружении прогнозируется после $2,819 \cdot 10^8$ циклов нагружения, предполагаемое место разрушения - клеевой слой в районе закрепления. Для фланца с дефектом разрушение прогнозируется после $1,108 \cdot 10^8$ циклов нагружения в центральном, вертикальном клеевом слое в районе дефекта. Таким образом, ресурс бездефектного фланца приблизительно в 2,54 раза больше, чем фланца с дефектом.

Анализ кинетики разрушения выявил, что разрушение бездефектного фланца развивается от зоны закрепления, при наработке $5,34 \cdot 10^8$ циклов нагружения, у фланца без дефекта появляется сквозное расслоение между первым и вторым слоем в районе закрепления. Общая площадь разрушения при этом составляет 1%. Падение жесткости конструкции - изменение перемещений под нагрузкой по сравнению с исходным состоянием – при этом составляет порядка 13%. Расчеты показывают, что фланец сохраняет допустимую жесткость в течение дополнительных $2,53 \cdot 10^8$ циклов нагружения после возникновения первой внутренней зоны разрушения. Разрушение фланца с дефектом начинается в районе заложенного расслоения. При наработке $3,41 \cdot 10^8$ циклов нагружения, у фланца с дефектом появляется сквозное расслоение между центральными слоями. Общая площадь разрушения составила 1,673%. Падение жесткости для фланца с дефектом составляет порядка 14,5 %. Расчеты показывают, что фланец сохраняет допустимую жесткость в течение дополнительных $2,31 \cdot 10^8$ циклов нагружения после возникновения первой внутренней зоны разрушения.

Исследование выполнено в Пермском национальном исследовательском политехническом университете при финансовой поддержке РФФИ (проект № 17-48-590129).

Список литературы

1. Волегов П.С., Грибов Д.С., Трусков П.В. Поврежденность и разрушение: обзор экспериментальных работ // Физическая мезомеханика. -2015. - Т.18. -№ 3. -С.11-24.
2. Волков И.А., Коротких Ю.Г. Моделирование процессов усталостной долговечности материалов и конструкций при малоцикловом нагружении // Известия РАН. Механика твердого тела. 2014. - №3. - С.66-78.
3. Shokrieh M.M., Esmkhani M., Haghghatkhah A.R. Mechanical Properties of Graphene/Epoxy Nanocomposites under Static and Flexural Fatigue Loadings// Mechanics of Advanced Composite Structures. - 2014. - 1. - pp. 1-7.
4. Anoshkin, A.N., Zuiko, V.Yu., Osokin, V.M., Pisarev, P.V. In-situ microfocus X-ray monitoring of damage accumulation in composite bulkhead under loading //ECCM17.
5. Grinev M.A., Anoshkin A.N., Pisarev P.V., Zuiko V.Y., Shipunov G.S., Mathematical modeling of the stress-strain state of the outlet guide vane made of various materials // AIP Conference Proceedings. - 2016. - 1783(020065) doi:10.1063/1.4966358.

6. Anoshkin A.N., Zuiko V.Y., Osokin V.M., Pisarev P.V. Numerical study of composite bulkhead partition strength with in-situ x-ray monitoring // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. - 2016. - 156. - 012008. - doi:10.1088/1757-899X/156/1/012008.

ЧИСЛЕННОЕ ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ЭФФЕКТИВНЫХ УПРУГИХ ХАРАКТЕРИСТИК ОВКМ С ТЕРМОПЛАСТИЧНОЙ МАТРИЦЕЙ

П.В. ПИСАРЕВ, А.Н. АНОШКИН, Д.А. ЕРМАКОВ, К.А. МАКСИМОВА

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: pisarev85@live.ru

В последние годы наблюдается повышенный интерес к использованию термопластичных матриц при производстве широкого спектра изделий из композиционных материалов, в том числе и ответственных деталей авиационной техники [1,2]. Термопластичные композиционные материалы (ТКМ) позволяют кардинально сократить время и трудоемкость изготовления деталей, поскольку не требуют проведения реакции полимеризации и отверждения (длительностью от 4 до 12 часов). ТКМ очень сильно зависят от температуры и режимов производства. Это упрощает получение деталей сложной конфигурации, повышает производительность оборудования, сокращает объем сборочных операций. Кроме того, термопластичные композиционные материалы обладают и другими преимуществами: неограниченный срок хранения полуфабриката, способность к релаксации напряжений, повышенные трещиностойкость и ударостойкость, усталостная выносливость, возможность вторичной переработки, взрывобезопасность, нетоксичность [3,4].

При проектировании конструкций из ТКМ, возникает необходимость в численном прогнозировании механических характеристик рассматриваемых материалов. Существующие на сегодняшний день экспериментальные методики позволяют с достаточной точностью определить только шесть упругих технических постоянных: модули упругости E_x , E_y , коэффициент Пуассона μ_{xy} , модуль сдвига в плоскости G_{xy} и межслойные модули сдвига G_{xz} и G_{yz} [5]. В связи с этим, численное прогнозирование упругих характеристик ОВКМ, является актуальной задачей.

Объектами настоящих исследований являются структуры ОВКМ с тетрагональной и гексагональной укладкой волокон, рисунок 1а, 2а. Решение краевых задач для моделей ОВКМ осуществлялось на фрагментах, содержащих одно волокно в центре и ближайший слой окружения - ячейка периодичности (ЯП), рисунок 1б, 2б [6].

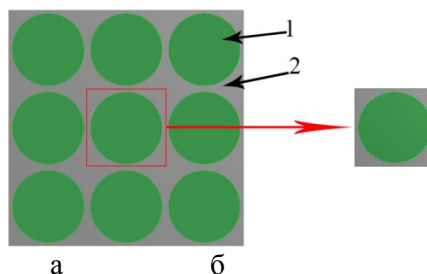


Рисунок 1 - ОВКМ с тетрагональной укладкой волокон: а - представительный объем, б - ЯП; 1 - волокно, 2 – связующее

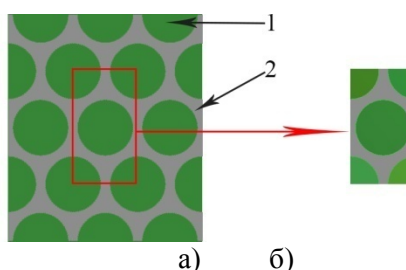


Рисунок 2 - ОВКМ с гексагональной укладкой волокон: а - представительный объем, б - ЯП; 1 - волокно, 2 - связующее

В ходе работы разработана математическая модель и компьютерная программа для прогнозирования упругих механических свойств однонаправленного композиционного материала с термопластичной матрицей.

По результатам численного моделирования были получены поля распределения напряжений и деформаций в матрице и волокнах при заданных значениях макродеформаций 0,1%. При последующем осреднении этих полей были вычислены эффективные упругие характеристики ОВКМ. Проведена верификация численных расчетов упругих характеристик однонаправленных волокнистых термопластичных композитов с оценками, полученными по известным аналитическим зависимостям Чамиса [7].

Анализ результатов расчетов позволяет сказать, что при использовании связующего РЕЕК (полиэфир-эфир-кетон), упругие эффективные модули по направлениям осей и сдвиговые модули имеют большее значение, чем при использовании связующего РС (поликарбонат). При сравнении значений эффективных модулей ОВКМ с тетрагональной укладкой волокон с двумя разными связующими (РЕЕК, РС), разница составила: E_x - 0,3%, E_y и E_z - 22 %, G_{xy} и G_{xz} - 3,3 %, G_{yz} 27,6 - %. При гексагональной укладке волокон ОВКМ разница значений эффективных модулей составила: E_x - 0,37 %, E_y и E_z - 27,75 %, G_{xy} - 10,13 %, G_{xz} - 8,3 %, G_{yz} - 24,16 %.

При сравнении результатов аналитических и численных расчетов для ЯП ОВКМ с тетрагональной укладкой определено что, разница значений эффективных модулей составила: E_x - 0,35 %, E_y и E_z - 0,31 %, G_{xy} и G_{xz} - 0,68, G_{yz} - 0,15%.

Кроме этого, было проведено сравнение значений эффективных модулей ОВКМ с термопластичной и эпоксидной матрицей выявлено, что у КМ с термопластичной матрицей, упругие эффективные модули по направлениям осей и сдвиговые модули имеют большее значение. Разница составила: E_x - 24%, E_y и E_z - 19 %, G_{xy} и G_{xz} - 23 %, G_{yz} 23 - %.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России, уникальный идентификатор проекта RFMEFI57717X0261.

Список литературы

1. Федулов Б.Н., Сафонов А.А., Кантор М.М., Ломов С.В. Моделирование отверждения термопластических композитов и оценка величин остаточных напряжений // Композиты и наноструктуры. - 2017. - Т 9. - №2. - С.102-122.
2. Ткачук А. И., Гребенева Т. А., Чурсова Л. В., Панина Н. Н. Термопластичные связующие. Настоящее и будущее // Труды ВИАМ. - 2013. - №11.
3. Бейдер Э.Я., Петрова Г.Н., Изотова Т.Ф., Гуреева Е.В. Композиционные термопластичные материалы и пенополиимиды // Труды ВИАМ. - 2013. - №11.
4. Meyer D.R., Carnevale P., Bersee H.E.N., Beukers A. New affordable reinforced thermoplastic composite for structural aircraft applications // 50th AIAA/ASME/ASCE/AHS/ASC Structures, Structural Dynamics, and Materials Conference, Palm Springs, California, 2009.
5. Победря Б.Е. Механика композиционных материалов – Москва: Изд-во Моск. ун-та, 1984. – 336 с.

6. Anoshkin A.N., Pisarev P.V., Ermakov D.A. and Maksimova K.A. Numerical prediction of the elastic characteristics of spatially reinforced composite materials // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. - 2017. - 286. - 012029. - doi:10.1088/1757-899X/286/1/012029.
7. Fathi B., Esfandehb M., Khalifeh Soltanic A., Taghavianc H. Effect of corona discharge treatment on dynamic mechanical properties of unsaturated polyester carbon fiber pultruded composites // Polym.-Plast. Technol. Eng. - 2014. - V. 53(2). - pp.162–166.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ ПОПЕРЕЧНО-ВИНТОВОЙ ПРОКАТКИ НА ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ ТРУБНОЙ СТАЛИ

А.А. ПИЩУЛОВА¹, А.И. ГОРДИЕНКО², Л.С. ДЕРЕВЯГИНА³

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

^{2,3}Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: vip.pishulova@mail.ru

Введение

Успехи в развитии новых технологий создания материалов, разработка оригинальных методов и режимов их обработки позволяют получать комплекс качественно улучшенных служебных свойств. Важную роль в ряду развивающихся перспективных материалов занимают низкоуглеродистые, малолегированные стали, получившие широкое распространение при строительстве нефте- и газопроводов, работающих в холодных климатических условиях Северных регионов страны. Основными требованиями, предъявляемыми к механическим свойствам таких сталей, являются высокие прочностные свойства и низкая температура вязко-хрупкого перехода. Улучшение механических свойств низкоуглеродистых сталей достигали путем модификации их структуры с применением методов интенсивных пластических деформаций (ИПД) (равноканального углового прессования, всесторонней изотермической ковки, интенсивной теплой прокатки и т.д.) или различных схем термомеханической обработки (в частности, контролируемой прокатки в условиях вариации скорости охлаждения).

Материалы и методика исследований

Для исследований была взята низкоуглеродистая малолегированная трубная сталь 10Г2ФБЮ. Была применена поперечно-винтовая прокатка (ПВП) по трем режимам: режим I – прокатка в γ -области от температуры 1000 °С; режим II – прокатка вблизи точки A_{r3} ; режим III – прокатка от 850 °С с завершением в $(\gamma+\alpha)$ -области. Микроструктурные исследования выполняли с использованием оптической, растровой микроскопии, а также с помощью метода анализа дифракции обратно рассеянных электронов. Механические испытания образцов на статическое растяжение выполнены на установке типа Поляни, испытания на ударный изгиб образцов проводили на маятниковом копре INSTRON MPX 450 в диапазоне температур от +20 до -70 °С.

Результаты и их обсуждение

В состоянии поставки микроструктура стали 10Г2ФБЮ представлена широкими областями из квазиполигональных зерен феррита и перлита. Средний размер ферритных зерен составляет $d=12$ мкм, микротвердость ферритных областей составляет 1620 МПа, перлитных – 2300 МПа.

После ПВП в структуре стали по сравнению с исходным состоянием распределение ферритных и перлитных областей становится более однородным, наблюдается уменьшение размеров колоний перлита и чередование светлых и темных полос. В светлых ферритных областях средний размер зерен в зависимости от режима обработки уменьшается до 5 и 3 мкм, наиболее мелкодисперсная и равномерная структура наблюдается после обработки по

режиму III. Встречаются полосы с типичной бейнитной структурой, которая представлена мелкодисперсными пластинами и квазиравноосными зёрнами средним размером $d = 2,7$ мкм.

С помощью анализа EBSD-карт выявлены различия в структурах стали после выбранных режимов. После режима I выявлена значительная неоднородность по размеру ферритной фазы, также обнаружены более извилистые границы зёрен и цвет некоторых зёрен неоднородный, что указывает на их фрагментацию. При деформации от 920 °C и 850 °C вблизи области γ - α -превращения отсутствует рекристаллизация, происходит наклеп аустенита, накопление плотности дефектов структуры и упорядоченное их распределение, что при последующем охлаждении способствует образованию более мелкозернистой и однородной структуры.

В результате обработки прочностные свойства стали возрастают, при сохранении пластичности на уровне значений исходного состояния. Наибольшее увеличение прочности наблюдается для образцов после 3го режима обработки, предел текучести возрастает на 35%, предел прочности на 20%.

Заключение

В результате проделанной работы были сделаны следующие выводы:

1) Применение поперечно-винтовой прокатки стали 10Г2ФБЮ по режимам I-III приводит к измельчению ферритных зёрен стали с 12 мкм (для исходного состояния) до 3-5 мкм, более однородному чередованию феррита и перлита, уменьшению общей доли перлитных зёрен с 20 % до 14 – 8,5 %, формированию мелкодисперсных бейнитных областей.

2) Такие изменения в структуре способствуют повышению прочностных характеристик стали после обработки до 20-30 % (предел прочности увеличился с 650 МПа до 790 МПа при прокатке по режиму III), при этом пластичность сохраняется на уровне значений исходного состояния стали.

3) Поперечно-винтовая прокатка позволяет значительно улучшить низкотемпературные характеристики стали в условиях ударного нагружения. Температура вязко-хрупкого перехода стали после обработки по режиму I смещается в область температур ниже -55 °C, а по режимам II и III – ниже -70 °C.

Было установлено, что наилучшим комплексом свойств обладает сталь прокатанная по режиму III в (γ + α) – области.

Список литературы

1. Счастливцев В.М., Табатчикова Т.И., Яковлева И.Л. и др. Влияние режимов термомеханической обработки на структуру и механические свойства листового проката из низкоуглеродистых низколегированных сталей // Вопросы материаловедения. – 2005. – №3(43). – С.13-23.
2. Настич С.Ю. Особенности ферритно-бейнитной структуры и сопротивление вязким разрушениям высокопрочных трубных сталей // Деформация и разрушение материалов.– 2012. №7. – С. 9-13.
3. Эфрон Л.И. Металловедение в «большой» металлургии. Трубные стали. – М.: Металлургиздат, 2012. – 696 с.

РАСЧЕТ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ ШАРНИРНО-СТЕРЖНЕВЫХ КОНСТРУКЦИЙ МЕТОДОМ КОНТУРНЫХ УРАВНЕНИЙ

М.Р. ПЕТРОВ¹, А.Н. ПЕТРОВА¹, Д.А. ПОТЯНИХИН², С.Ф. ХАКИМОВ¹

¹Комсомольский-на-Амуре государственный университет

²Институт машиноведения и металлургии ДВО РАН

E-mail: potyanikhin@mail.ru

Задачи о расчете шарнирно-стержневых конструкций насчитывают несколько столетий. Методы расчета статически определимых ферм известны еще с XIX века – это метод Кремоны, метод Риттера, способ вырезания узлов и т.д. Метод сил, метод перемещений, смешанный метод применяют для расчета статически неопределимых стержневых систем. С появлением ЭВМ и применением их для расчетов конструкций метод конечных элементов (МКЭ) позволил решать этот класс задач быстро и точно. Новые методы разрабатывались в соответствии с новыми потребностями. Со временем увеличивается разнообразие конструкций и области их применения. Шарнирная стержневая система представляет собой расчетную схему таких стержневых конструкций как фермы, ванты, различные висячие конструкции. На сегодняшний день актуальными являются задачи расчета на нагрузки выше критических, а также задачи расчета поведения конструкции в экстремальных условиях, при больших перемещениях узлов. Такие конструкции представляют собой либо конструкции со стержнями из гиперэластичного материала или с телескопическими стержнями, либо конструкции с большой геометрической изменчивостью. Исследования показывают, что метод конечных элементов не всегда применим при расчете подобных конструкций [1].

Предлагается для расчета шарнирно-стержневых конструкций, состоящих из гиперэластичных стержней, соединённых шарнирами в треугольники, использовать метод контурных уравнений [2]. Его суть состоит в следующем. Для плоской шарнирной стержневой системы векторная сумма длин стержней вдоль любого замкнутого контура равна нулю в любой момент нагружения системы. Это условие дает возможность описать конструкцию любой степени внутренней статической неопределимости, в т.ч. пространственную, в виде замкнутой стержневой системы алгебраических уравнений вида

$$\sum_{j=1}^f \vec{l}_j = 0, \quad (1)$$

где f – число стержней, составляющих контур. Если обозначить текущее положение стержня направляющим вектором $\vec{k}_i = \{m_i, n_i\}$, то

$$\vec{l}_j = (l_{0j} \pm \Delta l_j) \vec{k}_j. \quad (2)$$

Индекс «0» здесь и далее относится к недеформированному состоянию. Если напряженно-деформированное состояние стержней подчиняется закону Гука, то их удлинения

$$\Delta l_j = \frac{N_j l_{0j}}{E_j A_{0j}}, \quad (3)$$

где N_j – усилие в j -м стержне, E_j – модуль Юнга, A_{0j} – площадь поперечного сечения. Окончательно для замыкания системы уравнений, состоящей из уравнений равновесия в узлах, получим условия совместности деформаций и соотношения для направляющих косинусов стержней:

$$\sum_{j=1}^f \left(l_{0j} \pm \frac{N_j l_{0j}}{E_j A_{0j}} \right) \vec{k}_j = 0, \quad m_j^2 + n_j^2 = 1. \quad (4)$$

В общем случае для нелинейной деформации удлинение является некоторой функцией $\Delta l_j = f(N_j, l_j, E_j^{np}, A_j)$, где N_j – усилие в j -м стержне, E_j^{np} – приведенный модуль

упругости, A_j – текущая площадь поперечного сечения. Записывая определенным образом граничные условия, можно получить математическую модель пространственной шарнирной стержневой системы, которая будет иметь более сложный вид.

Для проверки адекватности рассматриваемой модели был проведен эксперимент. В качестве гиперэластичного стержня использовался силиконовый шланг. Нелинейная зависимость деформаций от напряжений для материала шланга находилась в виде эмпирической кривой из эксперимента на одноосное растяжение.

Экспериментальная установка изображена на рисунке 1, а; соответствующая ей расчетная схема приведена на рисунке 1, б. Нижняя платформа оставалась неподвижной, верхняя подвергалась вертикальному смещению. Одновременно фиксировались возникающие усилия. При составлении модели считается, что стержни 1-6 имеют бесконечно большую жесткость.

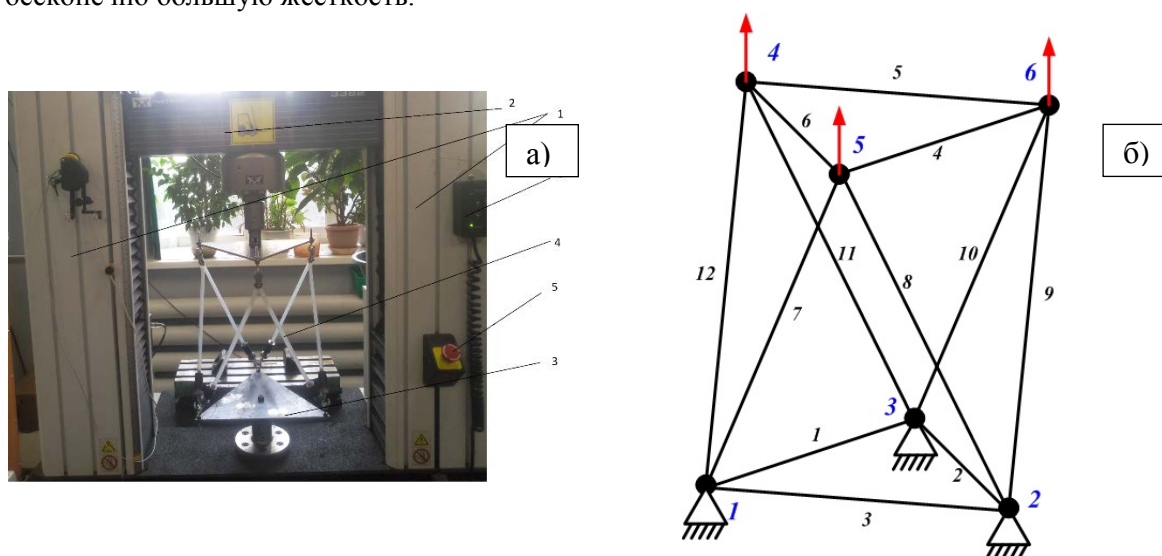


Рисунок 2 - Экспериментальная установка и расчетная схема: а) испытательная установка на базе Instron 3382 (2 – подвижная верхняя опора; 3 – неподвижная нижняя опора; 4 – стержни испытуемого образца), б) схема стержневой системы

Сравнение результатов расчета методом контурных уравнений с экспериментальными данными показало погрешность около 5%, что говорит о применимости метода для расчета шарнирно-стержневых конструкций из гиперэластичных материалов.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИМиМ ДВО РАН №007-00285-18-00.

Список литературы

1. Галишникова В.В., Игнатьев В.А. Расчет шарнирно-стержневых систем с большими перемещениями узлов // Интернет-вестник ВолгГАСУ, серия: Строительная информатика. – 2006. Вып.1(2). [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://vestnik.vgasu.ru/attachments/1-2_1206_000.pdf – 31.07.18.
2. Тарануха Н.А., Жеребко К.В., Петрова А.Н., Петров М.Р. Математическая модель шарнирной стержневой системы с большими перемещениями узлов // Известия высших учебных заведений. Строительство. – 2003. – №3. – С. 12–18.

ПРИМЕНЕНИЕ ЦИФРОВОЙ ШИРОГРАФИИ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ УДАРНЫХ ПОВРЕЖДЕНИЙ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

П.Е. РАСПОПИН¹, М.В. БУРКОВ^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: per2@tpu.ru

В настоящее время композиционные материалы (КМ) на основе полимерных и металлических матриц нашли широкое применение во многих областях промышленности. Данные материалы используются в качестве конструкционных материалов. При использовании КМ в ответственных деталях, агрегатах и изделиях, например в узлах самолета, на композиты накладываются жесткие требования по прочности, усталости, выносливости, ресурсу и ремонтпригодности. Для удовлетворения необходимых условий, необходимо применять современные методы неразрушающего контроля (НК). Одним из таких является оптический метод контроля, а именно сдвиговая спекл – интерферометрия или цифровая широкография [1].

Цель работы: Исследование особенностей функционирования системы неразрушающего контроля, работающего по принципу цифровой широкографии, для дефектоскопии слоистых углепластиковых конструкций.

В ходе исследования на контролируемую панель с помощью ударника наносились 5 ударных повреждений с различными энергиями. С помощью прибора цифровой широкографии и инфракрасного нагретия или охлаждения выполняли поиск полученных дефектов.

Материал, на котором проводились эксперименты – углепластиковая сотовая панель. Данный материал является частью руля направления самолета Sukhoi Superjet 100. Углепластиковая сотовая панель состоит из: обшивки (препрег КМКУ 2м 120) и стеклонаполнителя (полимерсотопласт ПСП 1 2,5). Панель сделана методом автоклавного формования под давлением.



Рисунок 1 – Углепластиковая сотовая панель

Ударные повреждения наносились с относительной энергией 2,5 Дж/мм толщины материала для получения слабозаметных ударных повреждений (BVID) [2]

С учетом толщины обшивки (1,2 мм) для исследуемого объекта рассчитана энергия 3 Дж. Для оценки чувствительности цифровой широкографии были выбраны следующие энергии ударного нагружения: 1 Дж, 2 Дж, 3 Дж, 4 Дж, 5 Дж.

Устройство для цифровой широкографии собрано на основе цифровой ПЗС камеры Basler piA2400-17gc.



Рисунок 2 – Прибор для цифровой широгграфии

В ходе эксперимента были получены широгаммы представленные на рисунке 1.

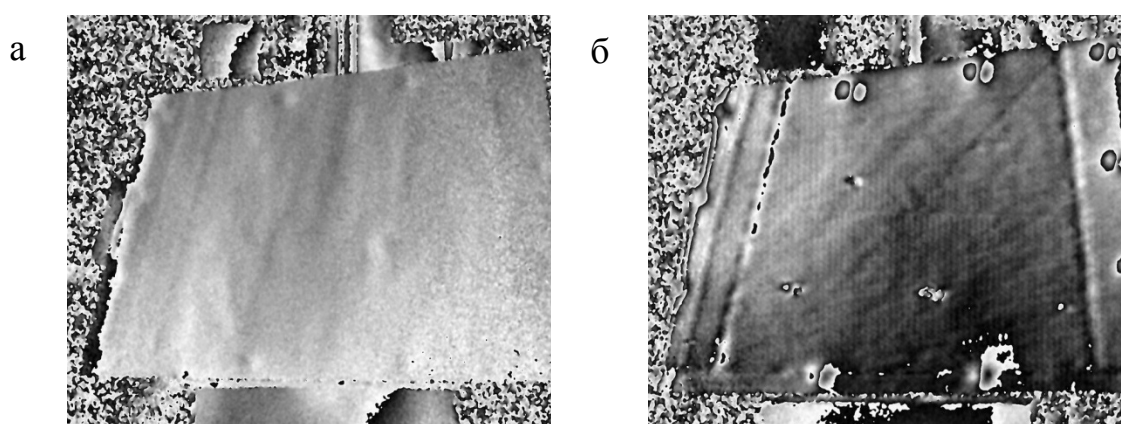


Рисунок 3 – Широгаммы углепластиковой сотовой панели: а) бездефектное состояние; б) с дефектами

Результаты экспериментов по обнаружению ударных повреждений показали, что:

- Первый дефект с номинальной энергией равной 1 Дж – визуально не заметен, также дефект не был обнаружен широгграфом;
- Второй дефект с номинальной энергией равной 2 Дж – визуально не заметен, но был обнаружен с помощью ширографа;
- Третий дефект с номинальной энергией равной 3 Дж – визуально слабо заметен, однако хорошо виден широгграфом;
- Четвертый и пятый дефекты с номинальной энергией равной 4 и 5 Дж – хорошо различимы, как визуально, так и с помощью ширографа;

Можно заключить, что данная методика позволяет эффективно обнаруживать BVID (Barely visible impact damage) и может найти широкое применение в отраслях использующих КМ на основе высокопрочных волокон и требующих надежного и быстрого контроля.

Список литературы

1. Фирсов А.М / Основы неразрушающего контроля материалов и деталей машин. Учебное пособие. СПб: Изд. Центр СПбГМТУ. 2009, 51 с
2. Mikhail Burkov, Lyubutin Pavel, Vyakov Anton and Panin Sergey. Detecting Barely Visible Impact Damages of Honeycomb and Laminate CFRP Using Digital Shearography // AIP Conference Proceedings 1909, (2017), 020022. 10.1063/1.5013703.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ Al_2O_3 С СЕГМЕНТИРОВАННОЙ СТРУКТУРОЙ

М. П. СЕНАТОРОВ¹, М. В. ГРИГОРЬЕВ²

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: mps4@tpu.ru

В литературе известен подход к увеличению вязкости разрушения хрупких материалов, претерпевающих внезапное разрушение из-за трещин, распространяющихся с высокой скоростью, а именно, использование сегментированных, а не монолитных структур [1]. Сегменты (блоки) могут быть скреплены вместе фазой связующего, или в силу особой геометрии и расположения сегментов. Целенаправленно создавая слабые границы раздела между сегментами, можно заставить двигаться распространяющуюся трещину по намеченному пути – по границе с соседним сегментом (рисунок 1, а). В результате можно получать керамические материалы, способные под нагрузкой рассеивать прикладываемую энергию, без катастрофического разрушения [1]. Исследование [2] также показало, что при фиксированных значениях объема порового пространства керамика с сегментированной структурой имеет заметно более высокие значения предела прочности при сжатии по сравнению с керамикой того же состава, но с унимодальной пористостью.

Сегментированная структура керамики формируется при введении порообразователей во время спекания. Благодаря т. н. эффекту «зонального обособления», происходит разделение спекаемого образца на области, значительно превышающие средний размер частиц спекаемого материала. В результате получается структура, состоящая из сегментов, разделенных протяженными поровыми каналами и достаточно крупными порами.

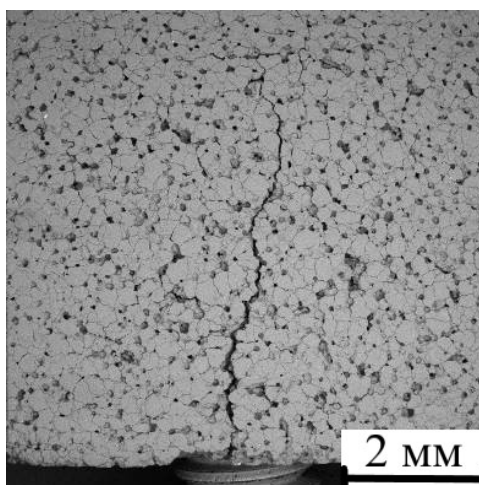


Рисунок 1 – Распространение трещины на торцевой полированной поверхности образца Al_2O_3 , после испытаний на сжатие ($\sigma \leq 0,3 \times \sigma_{сж}$)

Данное исследование направлено на дальнейшее изучение механических свойств сегментированной керамики. Для экспериментов были использованы образцы керамики ВК95 на основе Al_2O_3 с температурами спекания 1200, 1300, 1400, 1500 и 1600°C и содержанием порообразователя (СВМПЭ) 10, 15%, 20%, 25%. По фотографиям с РЭМ были проведен подсчет размеров структурных элементов: зерен, пор, блоков и поровых каналов.

Средние размеры блоков, крупных и мелких пор составили порядка 220, 123 и 2,4 мкм соответственно и в целом не изменяется ни с ростом температуры спекания, ни с ростом концентрации СВМПЭ. Ширина поровых каналов с ростом температуры

уменьшается, что более заметно для малых значений СВМПЭ. Средний размер зерна возрастает с увеличением температуры спекания от 2 до 2,5 мкм в затем при температуре 1600°C, резко увеличивается до 4,1 мкм.

Проведены механические испытания на одноосное статическое сжатие для цилиндрических образцов и на трехточечный изгиб для образцов в виде балок с постоянной скоростью деформирования (0,1 мм/мин), по результатам которых были рассчитаны предел прочности на сжатие и изгиб и построены их зависимости от температуры, рисунок 2 а, и пористости, рисунок 2 б.

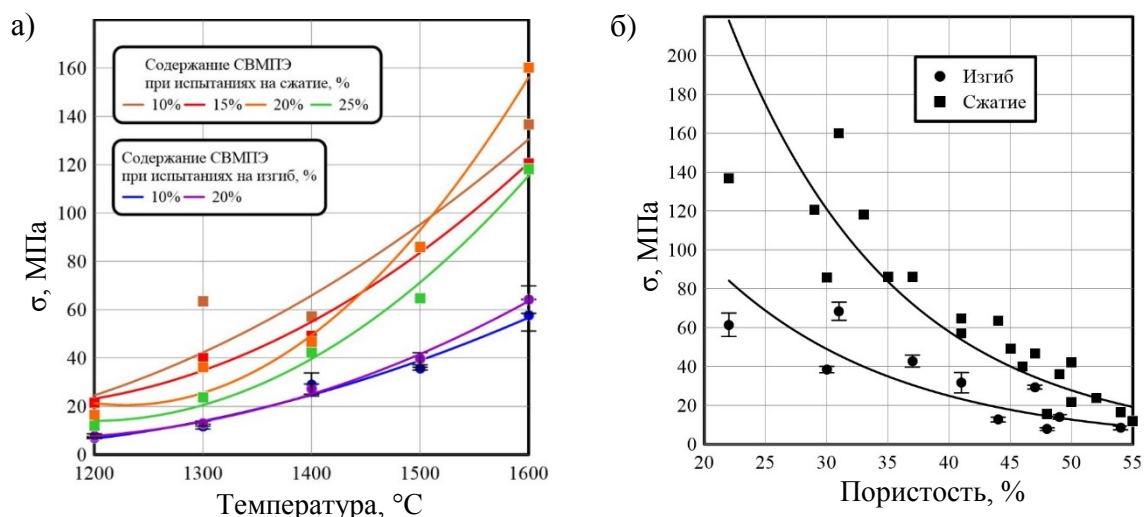


Рисунок 2 – Зависимости предела прочности на сжатие и изгиб а) от температуры спекания; б) от пористости

Графики показывают, что механические свойства керамики закономерно возрастают с увеличением температуры спекания и уменьшаются с ростом пористости. Был отмечен переход от хрупкого разрушения к квазипластичному у образцов с добавлением СВМПЭ и температур 1200-1400 °C. Любопытно, что при испытаниях на изгиб образцы при достижении предела прочности даже после падения напряжения визуально выглядели целыми. Это может говорить о том, что разрушение сегментированной керамики не является катастрофическим и после достижения предела прочности керамика может сохранять свою целостность.

Показано, что сегментированная поровая структура керамики оказывает существенное влияние на характер повреждения материала при сжатии, обуславливая переход от хрупкого разрушения к квазипластичному, вследствие формирования многочисленных очагов разрушения, а формирование иерархической деформационной структуры в объеме керамики приводит к эффекту понижения масштаба процессов разрушения от макроскопического, в случае унимодальной керамики, до мезомасштабного разрушения, сравнимого с размерами, сформировавшихся при спекании блоков.

Список литературы

1. Improvement of sound absorption and flexural compliance of porous alumina-mullite ceramics by engineering the microstructure and segmentation into topologically interlocked blocks / M. Carlesso, R. Giacomelli, T. Krause et al. // Journal of the European Ceramic Society – 2013. – Vol. 33, № 13,14. – P. 2549–2558.
2. Григорьев, М. В., Савченко, Н. Л., Буякова, С. П., Кульков, С. Н. Неупругое поведение при сжатии керамики с иерархической поровой структурой // Письма в ЖТФ. – 2017. – Т. 43. – № 15. – С. 79–86.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫХ ЦИКЛИЧЕСКИХ НАГРУЗОК НА ЖЕСТКОСТНЫЕ И ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА СТЕКЛОПЛАСТИКОВЫХ КОМПОЗИТОВ*В.Э. ВИЛЬДЕМАН, О.А. СТАРОВЕРОВ*Пермский национальный исследовательский политехнический университет
sem_staroverov@mail.ru

В настоящее время проектировщики в качестве основных элементов конструкций все чаще применяют композиционные материалы, которые по сравнению с металлическими сплавами имеют меньший вес при относительно равных физико-механических свойствах. В процессе эксплуатации композиционные конструкции подвергаются воздействию непредвиденных ударных, циклических, вибрационных и термомеханических нагрузок. Такие свойства, как стойкость к повреждениям и допустимые повреждения, помогают при разработке изделия и выборе материала. Циклические нагрузки приводят к постепенной деградации и усталостному разрушению конструкций, связывают это с преобладанием отдельных механизмов разупрочнения на разных периодах циклического нагружения. Установлена четкая последовательность этих механизмов для волокноно-армированных композиционных материалов. Снижение свойств связано с накоплением повреждений: расслоением матрицы и разрывами волокон в композитах. Особую значимость имеют вопросы, связанные с механизмом разрушения.

Данное исследование посвящено вопросам изменения остаточных свойств слоисто-волоконистых стеклопластиковых композитов в условиях комбинированных циклических и статических воздействий.

В ходе исследования была реализована методика совместного использования испытательной электромеханической системы Instron E10000 и инфракрасной тепловизионной системы FLIR SC7700M на базе Центра экспериментальной механики ПНИПУ. Экспериментальная часть исследования состояла из реализации комбинированного циклического и квазистатического нагружения.

В результате экспериментального исследования построены диаграммы относительного изменения модуля упругости и снижения остаточного предела прочности композита, рисунок 1.

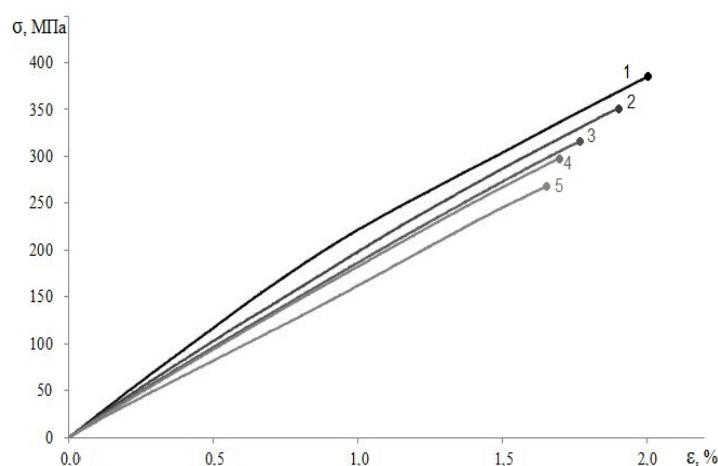


Рисунок 1 – Диаграммы деформирования образцов при квазистатических испытаниях после предварительного циклического нагружения (1 – без предварительного циклического нагружения; 2 – $2,5 \cdot 10^4$ циклов нагружения; 3 – $7,5 \cdot 10^4$ циклов нагружения; 4 – $1,25 \cdot 10^5$ циклов нагружения; 5 – $1,75 \cdot 10^5$ циклов нагружения)

Отмечается что введенные функции накопления повреждений и снижения предела прочности, описывающие изменение жесткостных и прочностных свойств композита с

увеличением числа циклов предварительного усталостного воздействия, имеют близкие зависимости для данного материала. Проанализированы температурные поля в рабочей зоне образцов и выявлены характерные особенности распределения температур в зоне разрушения. Предложена новая форма оценки остаточной прочности исследуемого материала в виде диаграммы усталостной чувствительности, рисунок 2. На диаграмме усталостной чувствительности отмечается стадийность изменения остаточной прочности в зависимости от степени предварительного циклирования. Для исследуемого материала выявлены участки начальной усталостной чувствительности, стабилизации и обострения усталостной чувствительности. При усталостном нагружении на стадии первых циклов происходят процессы разрушения самых непрочных связей, для описания поведения образцов на данной стадии введено понятие порога усталостной чувствительности.

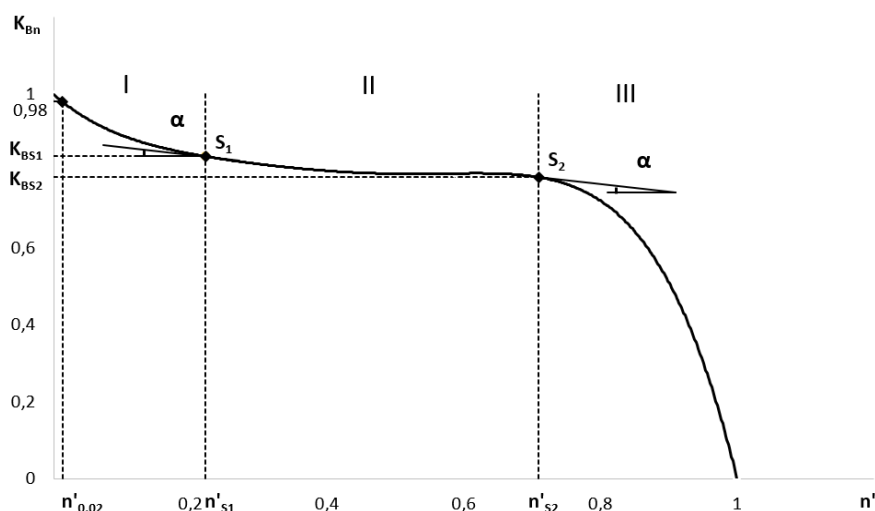


Рисунок 2 – Диаграмма усталостной чувствительности

Диаграмма усталостной чувствительности может быть использована для анализа остаточных прочностных ресурсов конструкций из композиционных материалов.

Работа выполнена в Пермском национальном исследовательском политехническом университете при финансовой поддержке в рамках научного проекта РФФИ № 16-41-590360.

Список литературы

1. Вильдеман В.Э., Соколкин Ю.В., Ташкинов А.А.; Под редакцией Соколкина Ю.В. Механика неупругого деформирования и разрушения композиционных материалов. – М.: Наука. Физматлит, 1997. – 288 с.
2. Вильдеман В.Э., Староверов О.А., Лобанов Д.С. Диаграмма и параметры усталостной чувствительности для оценки остаточной прочности слоисто-волоконистых стеклопластиков после предварительных циклических воздействий. – Механика композитных материалов. – 2018. – Т. 54, № 3. – С. 463—472

АНАЛИЗ ПРОЦЕССОВ ДЕФОРМИРОВАНИЯ В ПОЛИМЕРНЫХ ОБРАЗЦАХ С КОЦЕНТРАТОРОМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА КОРРЕЛЯЦИИ ЦИФРОВЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

Е.М. СТРУНГАРЬ¹, Д.С. ЛОБАНОВ¹

¹ Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: cem.spaskova@mail.ru

Композиционные материалы нашли широкое применение в различных отраслях аэрокосмической техники. Наличие концентратора напряжений в конструкции приводит к детальному изучению напряженного и деформируемого состояния в местах концентрации в условиях упругости, пластичности и ползучести. В связи с тем, что именно в местах концентрации наступает предельное состояние и разрушение важно уметь оценивать на сколько тот или иной концентратор напряжений снизит несущую способность элемента конструкции [1,2]. Понимание поведения композитных образцов с концентратором необходимо для проектирования сложных конструкций, где детали в основном связаны между собой с помощью болтов и заклепок. Поэтому при проведении экспериментальных исследований на композитах с концентраторами для получения более подробной информации необходимо изучать полные картины полей деформаций [1-5], а не ограничиваться измерениями деформаций и перемещений, полученных с помощью традиционных экстензометров.

Работа посвящена экспериментальному исследованию образцов полимерных композиционных материалов с различными типами армирования для оценки разрушающего усилия при испытаниях на растяжение. В качестве материала рассматривается 3D тканый композит с попарно межслойным армированием. В работе произведена оценка полей деформаций для определённых моментов времени, полученные поля показали неоднородность распределения деформации и зависимость от схемы армирования. Представленная методика может быть применена для проверки деформаций композиционных материалов при моделировании.

Образцы выполнены в соответствии с рекомендациями ASTM D 5766/D 5766M. Испытания проводились на универсальной электромеханической системе Instron 5989 (600кН) с использованием бесконтактной оптической видеосистемы Vic-3D и метода корреляции цифровых изображений (DIC), представленных на рисунке 1.

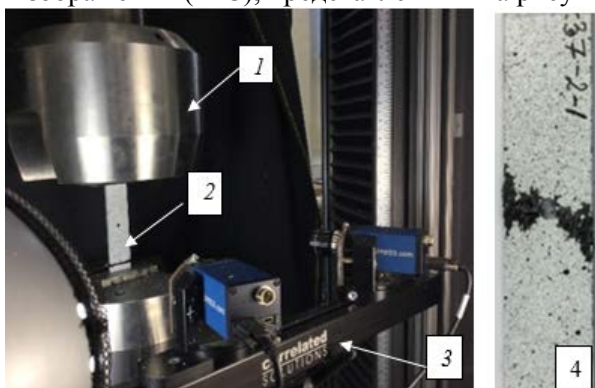


Рисунок 1 – Проведение испытания на одноосное растяжение с видеофиксацией:

- 1 – захваты испытательной системы Instron 5989, 2 – образец, установленный в захваты, 3 – трехмерная цифровая оптическая система Vic- 3D, 4 – фото разрушенного образца

Скорость подвижного захвата составила 2 мм/мин. Видеофиксация процесса деформирования производилась камерами Limes с объективами 2,0/28/0901. Скорость съёмки составляла 15 кадров в секунду с установленным разрешением камер 4,0 Мп. Осуществлялась синхронизация испытательной системы и системы Vic- 3D для записи

приложенной нагрузки. В качестве примера на рисунке 2 приведены неоднородные поля поперечной (а), сдвиговой (б) и продольной (в) деформации при определенной нагрузке.

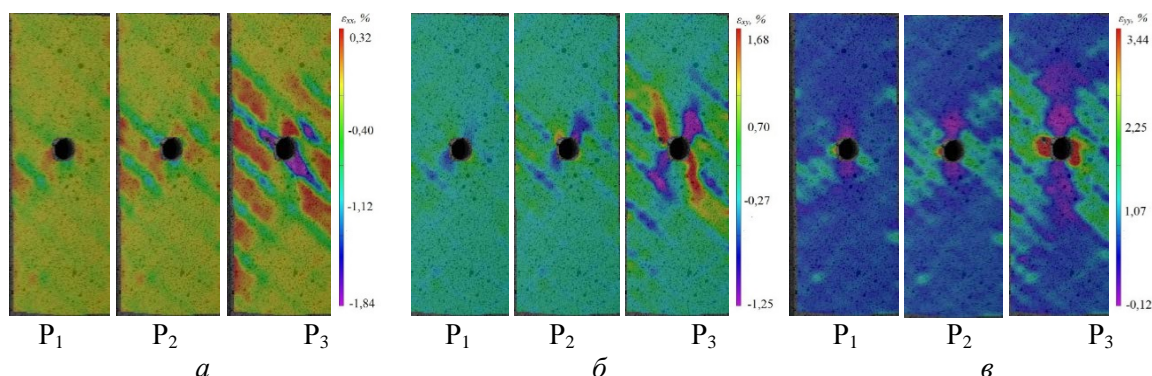


Рисунок 2 – Поля поперечных ε_{xx} (а), сдвиговых ε_{xy} (б) и продольных деформаций ε_{yy} (в) на поверхности образца при нагрузке $P_1=47$ кН, $P_2=50$ кН, $P_3=51$ кН

Процесс деформирования материала является неоднородным, на поверхности образца зафиксированы зоны локализованной деформации в виде диагональных полос, которые в свою очередь отражают внутреннюю структуру материала. На рисунке 2 на границе с отверстием отмечены высокие концентрации продольных и сдвиговых деформаций, которые и приводят к образованию трещин под углом $\pm 45^\circ$ на макроуровне, сопровождающиеся разрушением матрицы и в последующем к полному долому образца.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов № 18-01-00763 А, № 16-41-590360 р_а в Пермском национальном исследовательском политехническом университете.

Список литературы

1. Xun Wu, Jonathan D. Fuller, Marco L. Longana et al. Reduced notch sensitivity in pseudo-ductile CFRP thin ply angle-ply laminates with central 0° plies // Composites Part A. – 2018. – Vol. 111, – С. 62–72
2. Caminero M.A., Lopez-Pedrosa M., Pinna C. et al. Damage monitoring and analysis of composite laminates with an open hole and adhesively bonded repairs using digital image correlation // Composites: Part B. – 2013. – Vol. 53. – pp. 76–91.
3. Третьякова Т. В., Спаскова Е.М. Экспериментальное исследование напряженно-деформированных состояний квазихрупкого материала с использованием метода корреляции цифровых изображений // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2013. – № 2. – С. 186-198.
4. Лобанов Д.С., Вильдеман В.Э., Спаскова Е.М. и др. Экспериментальное исследование влияния дефектов на прочность композитных панелей методами корреляции цифровых изображений и инфракрасной термографии // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2015. – № 4. – С. 159–170.
5. Вильдеман В.Э., Бабушкин А.В., Третьяков М.П. и др. Механика материалов. Методы и средства экспериментальных исследований: учебное пособие / Под ред. В.Э. Вильдемана. – Пермь: Изд-во Перм. нац. исслед. политехн. ун-та, 2011. – 165 с. ISBN 978-5-398-00652-0.

ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МИКРОТВЕРДОСТЬ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ X23AG17

И.А. ТУМБУСОВА¹, Г.Г. МАЙЕР²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: tumbusovairina@outlook.com

Проблемой современного материаловедения является создание легированных сталей и сплавов, удовлетворяющих таким требованиям как высокая прочность, текучесть, способность работать при пониженных и повышенных температурах, хорошая износостойкость и свариваемость. Создание высокоазотистых аустенитных сталей обусловлено необходимостью получения недорогих безникелевых аналогов традиционным коррозионностойким сталям 300-ой серии. Одним из методов дополнительного повышения прочностных характеристик высокоазотистых сталей является термическая обработка, например, старение [1-3].

В работе исследовали влияние старения на микроструктуру и микротвердость высокоазотистой аустенитной стали X23AG17 (23Cr-17Mn-0,18Ni-0,04V-0,1C-0,6N, мас. %). Для получения аустенитной структуры исследуемую сталь закаливали от 1200 °С (выдержка 30 мин) в воду. Старение выполняли при температуре 700 °С в течение 10 и 50 часов, после выдержки образцы закаливали в воду комнатной температуры.

На рисунке 1 представлены металлографические картины протравленной поверхности образцов стали X23AG17 в исходно аустенитном состоянии и после старения при 700 °С продолжительностью 10 и 50 ч. Исходная структура состоит из зерен аустенита со средним размером зерна 30 мкм. Также наблюдали зерна, обладающие повышенной травимостью, соответствующие, по-видимому, δ-ферриту.

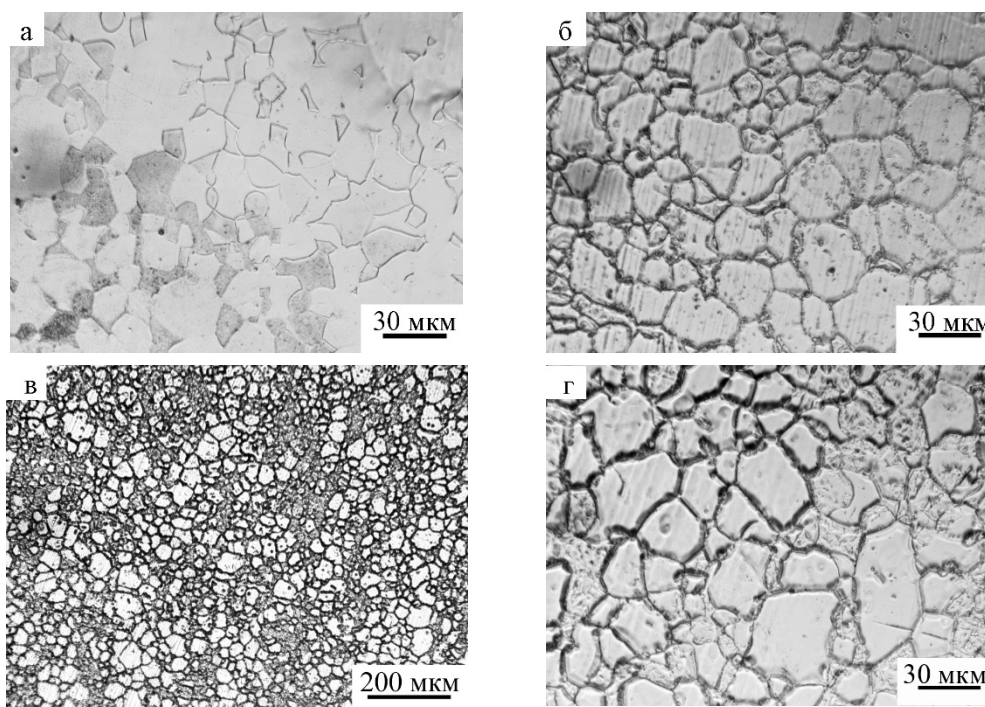


Рисунок 1 – Изображения протравленных поверхностей образцов стали X23AG17, полученные методом световой микроскопии: а – в закаленном состоянии; б – после старения в течение 10 часов; в, г – после старения в течение 50 часов

Старение при температуре 700°C сопровождается изменением фазового состава стали: $\gamma_N\text{-Fe} + \delta\text{-феррит}$ (исходное состояние) $\rightarrow \gamma_N\text{-Fe} + \text{Cr}_2(\text{N,C}) + \text{феррит} + \sigma\text{-фаза}$ (после старения). В процессе старения $\delta\text{-феррит}$ претерпевает распад с образованием феррита, нитридов и $\sigma\text{-фазы}$. После старения в течение 10 и 50ч структура носила смешанный характер со средним размером зерна 20 ± 10 мкм, наблюдали зерна, не претерпевшие фазовый распад, и зерна, в которых произошел фазовый распад. С увеличением продолжительности старения наблюдали рост объемной доли зерен, претерпевающих распад с образованием σ , $\text{Cr}_2(\text{N,C})\text{-фаз}$, от 20,5% после выдержки в течение 10 ч до 37,61% после старения в течение 50 ч.

На рисунке 2 изображен график зависимости микротвердости от продолжительности старения. В исходном состоянии микротвердость стали составляла $3,09 \pm 0,08$ ГПа. Обнаружено, что микротвердость зерен, в которых произошел распад, и зерен, не претерпевших распад, после старения различна. Старение исследуемой стали приводит к незначительному росту микротвердости в зернах, не претерпевших фазовый распад. При этом в зернах, претерпевших фазовый распад, после старения при температуре 700 °С в течение 10 часов наблюдается резкое возрастание значений микротвердости. Последнее обусловлено обильным выделением частиц Cr_2N и интерметаллидной $\sigma\text{-фазы}$. Старение в течение 50 ч привело к незначительному спаду микротвердости по сравнению со старением с меньшей продолжительностью выдержки в результате увеличения размеров фаз.

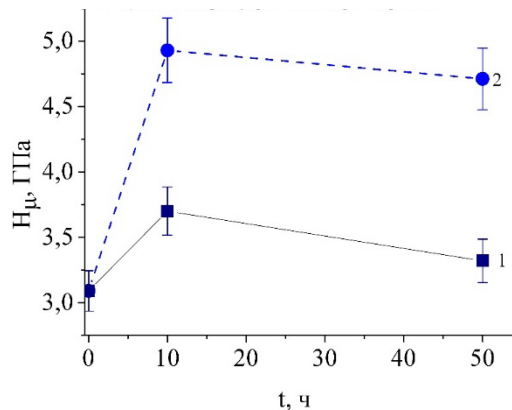


Рисунок 2 – Зависимость значений микротвердости исследуемой стали от продолжительности старения: 1- зерна, не претерпевшие распад; 2- зерна, претерпевшие распад

Изучение микроструктуры стали X23AG17 показало, что в процессе старения происходит формирование смешанной структуры. Обнаружено, что микротвердость зерен, претерпевших фазовый распад, в 1,5 раза выше в сравнении с зернами, в которых фазовый распад не произошел. Показано, что доля зерен, претерпевших фазовый распад, растет с увеличением продолжительности старения.

Авторы благодарны Астафуровой Е.Г. и Гальченко Н.К. за помощь с постановкой задачи исследования и полезные дискуссии.

Список литературы

1. Банных О. А., Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В., Мурадян С.О. О возможности применения в российском арматуростроении аустенитных азотистых сталей // *Материалы в машиностроении* – 2014.– С. 67-75.
2. Банных О. А., Блинов В.М. Дисперсионно твердеющие немагнитные ванадийсодержащие стали. – М.: Наука, 1980. – 190 с.
3. Дубовик Н.А. Структура и механические свойства высокоазотистых сталей, подвергнутых деформационному упрочнению и дисперсионному твердению: Дис.кандидата технических наук. Томск. 1994.129 с.

АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ГЕОМЕТРИИ ЭЛЕМЕНТОВ БИОМЕХАНИЧЕСКОГО КОНТАКТНОГО УЗЛА НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ ЗУБНОЙ ШИНЫ

А.А. КАМЕНСКИХ, Т.Н. УСТЮГОВА, К.С. КРЕЦУ

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: anna_kamenskih@mail.ru

Компьютерное моделирование задач стоматологии является одним из актуальных направлений исследования в рамках биомеханики. В [1] отмечается интерес к исследованию деформационного поведения протетических конструкций и материалов, из которых они изготовлены. В данной работе выполнен сравнительный анализ влияния геометрических особенностей элементов зубочелюстной системы человека на деформационное поведение однослойной зубной шины из этиленвинилацетата (Eva), рисунок 1.

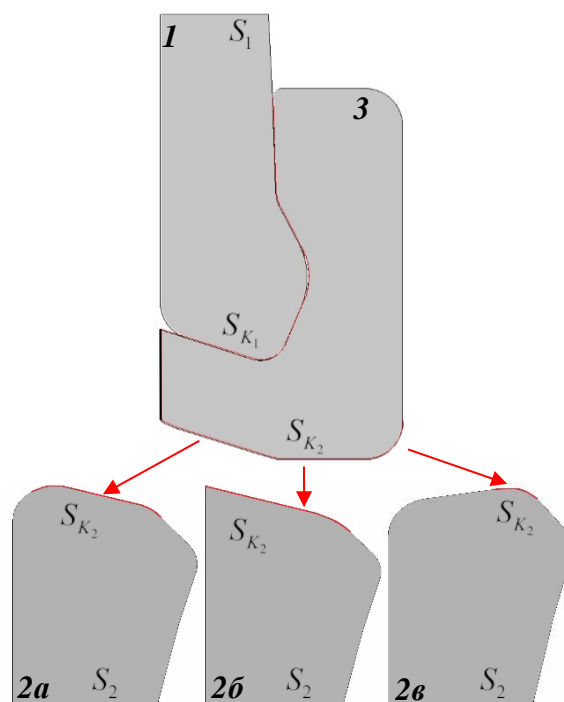


Рисунок 1 - Контакт зуба верхнего зубного ряда через капу с разными геометрическими конфигурациями (а,б,в) зубов из нижнего зубного ряда

В работе рассмотрена задача численного моделирования контактного взаимодействия зубов верхнего (1) и нижнего (2) зубного ряда через протетическую конструкцию (3). Рассматривается три вида геометрической конфигурации зуба из нижнего зубного ряда. При этом размер первоначальной площадки контакта у всех трех геометрий разный: наибольшая площадка контакта у геометрии (б); наименьшая площадка контакта (изначальный контакт точечный) у геометрии (в). Материал каппы Eva с модулем Юнга 17,1 МПа и коэффициентом Пуассона 0,46 проявляет упругопластические свойства [1], для его описания выбрана деформационная теория упругопластичности [2]. Твердые ткани зубов рассматриваются как упругий материала с модулем Юнга и коэффициентом Пуассона $80,4 \cdot 10^3$ МПа и 0,3 соответственно. На границе S_1 приложена постоянная сила индентирования F в диапазоне от 100 до 500 Н и запрещен изгиб; на границе S_2 запрещены перемещения по координате y . На границах контакта S_{K1} и S_{K2} реализовано фрикционное контактное взаимодействие с коэффициентом трения 0,3 и всеми типами контактного состояния (прилипание, проскальзывание, отлипание) [3].

На рисунке 2 показаны качественные картины распределения интенсивности пластических деформаций. Зависимость максимального уровня пластических деформаций от силы индентирования для всех вариантов геометрии показана на рисунке 3.

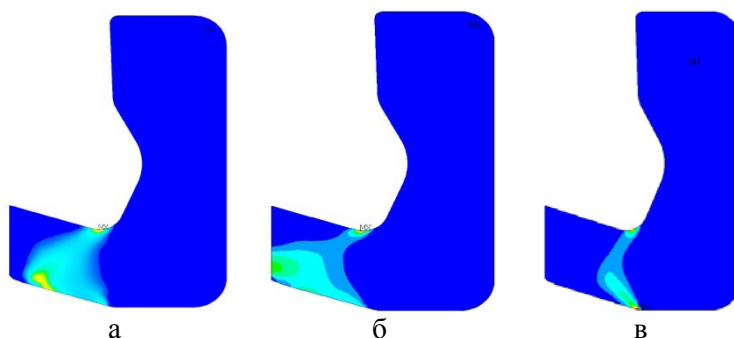


Рисунок 2 – Качественная картина распределения ε_{II_p} при $F = 500$ Н
(а, б, в – расчетные схемы)

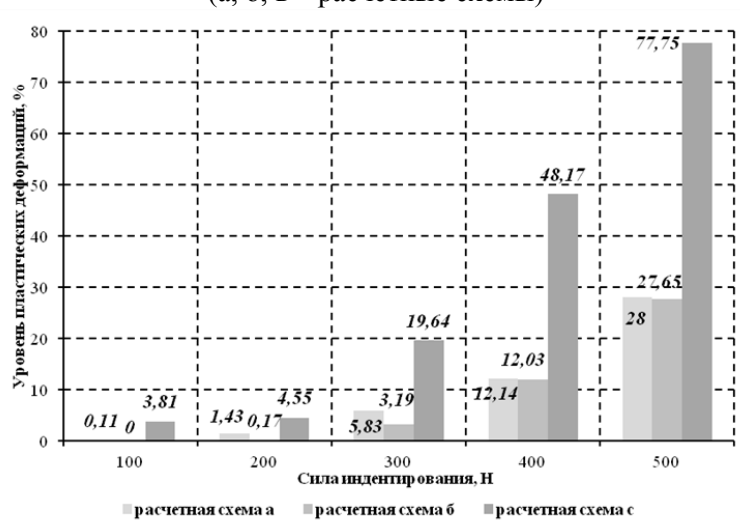


Рисунок 3 - Зависимость $\max \varepsilon_{II_p}$ от силы индентирования

Установлено, что уровень пластических деформаций при контакте с геометрией нижнего зуба (а,б) имеет малые отличия и не превышает 28 % при максимальной силе индентирования, при этом площадь распределения пластических деформаций больше чем у геометрии (в). Стоит отметить, что для геометрии нижнего зуба (в) с первоначально наименьшей площадкой контакта наблюдаются максимальные пластические деформации в капле на меньшей площади (при максимальной силе индентирования 77,75 %).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 17-48-590411 р_а.

Список литературы

1. Лохов В.А., Кучумов А.Г., Мерзляков А.Ф., Асташина Н.Б., Ожгихина Е.С., Тропин В.А. Экспериментальное исследование материалов новой конструкции спортивной зубной шины // Российский журнал биомеханики. – 2015. – Т. 19. – № 4. – С. 409-420.
2. Каменских А.А., Лесникова Ю.И. Численное моделирование контакта полупространства из этиленвинилацетата с зубом-индентором // Математическое моделирование в естественных науках. 2017. – Т. 1. – С. 22-26.
3. Каменских А.А., Адамов А.А. Численное исследование сферического контактного узла с полимерной антифрикционной прослойкой // Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии. – 2012. – № 3-2. – С. 48-55.

КОНТАКТНОЕ ДЕФОРМИРОВАНИЕ ПАРЫ ЗУБОВ ЧЕРЕЗ ОДНОСЛОЙНУЮ ПРОТЕТИЧЕСКУЮ КОНСТРУКЦИЮ ИЗ EVA

А.А. КАМЕНСКИХ, Т.Н. УСТЮГОВА, А.Г. КУЧУМОВ

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: anna_kamenskih@mail.ru

На протяжении последних десятилетий можно отметить особый интерес отечественных и зарубежных ученых к вопросам биомеханического моделирования задач стоматологии. Актуальными задачами исследования являются: биомеханический анализ влияния свойств материалов зубных шин на деформационное поведение твердых тканей зубов; математическое моделирование контактного взаимодействия зубных шин разной геометрической конфигурации при широком диапазоне физиологических нагрузок; анализ качественных и количественных закономерностей изменения параметров зоны контакта элементов зубочелюстной системы без учета и с учетом защитной шины и т.п.. Большое количество исследований данной отрасли посвящено анализу влияния протетических конструкций на зубочелюстную систему человека и снижение нагрузки на зубной ряд при занятии спортом и тяжелым физическим трудом [1-2]. Другим актуальным направлением исследования является анализ свойств материалов спортивных зубных шин [2, 3] и их влияния на НДС биомеханического контактного узла. Данная работа направлена на анализ деформирования твердых тканей зубов при контакте через однослойную протетическую конструкцию из Eva, а также анализ работы материала зубной шины.

В работе рассмотрена задача численного моделирования контактного взаимодействия для двух расчетных схем, рисунок 1: первая – контакт зубов верхнего (1) и нижнего (2) зубного ряда без учета протетической конструкции, вторая – контакт зубной пары через протетическую конструкцию (3). Физико-механические свойства Eva, материала из которого изготовлена зубная шина были получены по результатам серии экспериментов [2]. Модуль Юнга для упругого участка составил $17,1 \pm 1,58$ МПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,46$, материал Eva проявляет упругопластические свойства, поэтому по результатам серии экспериментов была построена диаграмма $\sigma - \varepsilon$ [4].

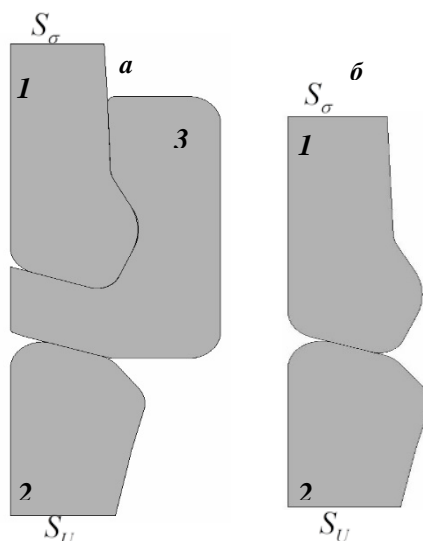


Рисунок 1 - Расчетные схемы контакта зубной пары:
а) с учетом и б) без учета протетической конструкции

Математическая постановка включает в себя уравнения равновесия, физические и геометрические соотношения, граничные и контактные условия: на границе S_σ приложена

постоянная функциональная нагрузка, которая варьируется от 50 до 500 Н (сила индентирования) и запрещен изгиб; на границе S_U запрещены перемещения по координате y ; на границах контакта S_{cont} рассматривается контактное взаимодействие с учетом трения по сопрягаемым поверхностям и всеми типами контактного состояния (прилипание, проскальзывание, отлипание) с постоянным коэффициентом трения 0.3 [5].

При контакте пары зубов через упругопластическую однослойную каппу наблюдается значительное падение максимального уровня интенсивности напряжений более чем на 60 %. Зависимость максимальной интенсивности напряжений от силы индентирования для двух вариантов расчетных схем показана на рисунке 2.

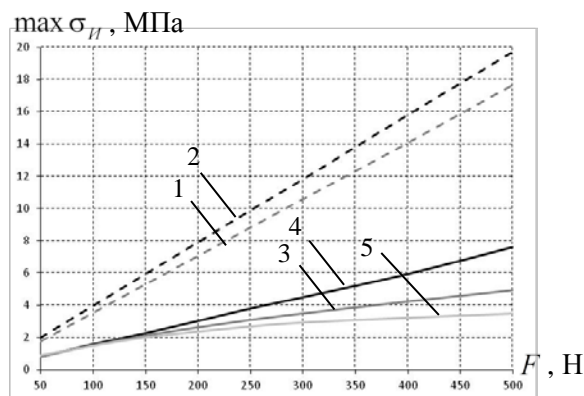


Рисунок 2 - Зависимость максимальной интенсивности напряжения от нагрузки:
1-2 – нижний и верхний зуб соответственно при контакте без каппы; 3-4 – нижний и верхний зуб соответственно при контакте через каппы; 5 – каппа

Максимальная интенсивность напряжений для расчетной схемы с учетом протетической конструкции из Eva в среднем в 2-2,5 раза меньше, чем при контакте зубов без учета каппы. Интенсивность напряжений в каппе минимальная, что связано с физико-механическими свойствами материала.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 17-48-590411 р_а.

Список литературы

1. Лохов В.А., Асташина Н.Б., Сергеева Е.С., Мерзляков А.Ф., Байдаров А.А. Сравнительная оценка уровня функциональных нагрузений, развивающихся в эмали зубов при использовании различных типов спортивных зубных шин // Российский журнал биомеханики. – 2017. – Т. 21. – № 2. – С. 211-218.
2. Лохов В.А., Кучумов А.Г., Мерзляков А.Ф., Асташина Н.Б., Ожгихина Е.С., Тропин В.А. Экспериментальное исследование материалов новой конструкции спортивной зубной шины // Российский журнал биомеханики. – 2015. – Т. 19. – № 4. – С. 409-420.
3. Севбитов А.В., Ачкасов Е.Е., Канукоева Е.Ю., Борисов В.В., Султанова О.А. Индивидуальные защитные зубные шины для спортсменов, принимающих участие в контактных видах спорта // Спортивная медицина: наука и практика. 2014. № 2. С. 42-46.
4. Каменских А.А., Лесникова Ю.И. Численное моделирование контакта полупространства из этиленвинилацетата с зубом-индентором // Математическое моделирование в естественных науках. 2017. Т. 1. С. 22-26.
5. Каменских А.А., Адамов А.А. Численное исследование сферического контактного узла с полимерной антифрикционной прослойкой // Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии. – 2012. – № 3-2. – С. 48-55.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ГЕТЕРОГЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ
НА ОСНОВЕ СУБМИКРОННЫХ ПОРОШКОВ КАРБИДА БОРА, ПОЛУЧЕННЫХ
МЕТОДОМ ГОРЯЧЕГО ПРЕССОВАНИЯ**

¹*А.А.ФИЛИППОВ*, ²*В.А. КУЗНЕЦОВ*, ²*Е.Е. КОРНИЕНКО*, ²*В.А. БЕЗРУКОВА*

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича Сибирского отделения Российской академии наук, Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, Россия

E-mail: filippov@itam.nsc.ru

В настоящей работе исследуется микроструктура и механические свойства керамических таблеток, полученных из смесей субмикронных порошков на основе карбида бора с различными добавками. Для порошков твердых веществ, имеющих высокую температуру плавления применение холодного прессования практически не осуществимо из-за крайне низкой скорости протекаемой в веществе диффузии. Процесс горячего прессования позволяет получать из прессуемого порошка спеченные компакты, механическое поведение которых можно описать поведением сплошного гетерогенного деформируемого твердого тела. С уменьшением дисперсности порошка значительно ускоряются диффузионные процессы, что приводит к увеличению, как скорости спекания, так и прочности спеченного материала [1,2]. В то же время, уменьшение дисперсности затрудняет предсказание размеров полученного изделия, так как величина усадки становится значительной. В качестве основного порошка для изучения были использован кристаллический порошок карбида бора марки F400 (ЧАО «Запорожский абразивный комбинат») со средним размером 20 мкм. В качестве добавок были использованы субмикронные порошки карбида бора, нитрид бора и углеродные нанотрубки.

Таблица 1 - Порошковые композиции для горячего прессования

№	Название порошка	Механо активация	Нитрид бора	Субмикронный карбид бора	Субмикронный кристаллический нитрид бора	Углеродные нанотрубки
1	ЗАК F400	–	–	–	–	–
2	ЗАК F400 МА	+	–	–	–	–
3	F400+10%BN(K)_МА	+	+	–	+	–
4	F400+10%BN(K)+1%УНТ	–	+	–	+	+
5	F400+10%(B4C,B2O,BO, C) № 29/2	–	–	+	–	–

Для одноосного прессования таблеток был использован компактный автоматический лабораторный горячий пресс. Параметры прессования выбраны минимально возможными для получения сплошных изделий. Нагрев порошковых смесей в графитовой пресс-форме осуществлялся со скоростью 50 °С/мин. Максимальная температура нагрева составила 1700 °С, давление прессования – 25 МПа. Время выдержки при максимальных параметрах 15 мин.

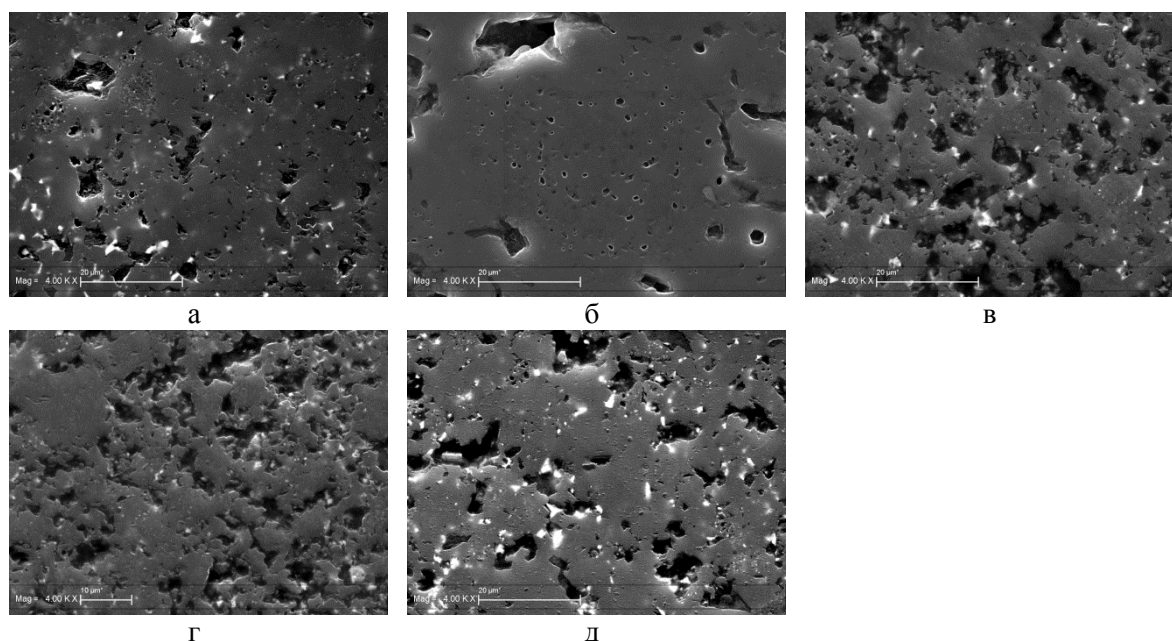


Рисунок 1 – СЭМ-изображения поперечных шлифов спеченных таблеток: а- F-400; б- A-400+MA; в- F400+B₂O₅; г- F400+BN ; д - F400+BN+CNT

Полученные образцы материалов полировались для дальнейшего анализа на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Zeiss EVO MA 15 и энергодисперсном анализаторе (EDX) Oxford Instruments INCA X-Max, таблица 2.

Таблица 2 - EDX-анализ полученных таблеток

Название смеси	F400	F400MA	F400+B ₂ O ₅	F400+BN	F400+BN+CNT
Элементы					
B	73,95	68,25	67,82	70,75	73,77
C	22,97	30,72	26,44	18,12	18,81
O	0,82	0,63	2,73	3,52	2,28
Al	0,11	0,15	0,11	0,21	0,10
Si	0,09	0,05	0,27	0,32	0,26
Ca	0,30	0,14	–	0,26	0,30
Cr	0,07	–	0,13	0,14	0,09
Fe	1,69	0,06	2,51	3,05	1,98
N	–	–	–	3,62	2,40

Полученные таблетки демонстрируют рыхлую структуру, высокую пористость и большое количество железа в образцах, что непосредственно связано с недостаточными параметрами температуры и давления прессования. Тем не менее, механоактивация и добавление углерода в виде нанотрубок обеспечивает активизацию процессов спекания, что соответствует литературным данным.

Список литературы

1. Koichi Niihara, Atsushi Nakahira, Toshio Hirai The Effect of Stoichiometry on Mechanical properties of boron carbide.. The research institute for Iron, and other metals, Tohoku university, Sendai, Japan. Communications of the American ceramic society (Jan 1984)
2. Filippov, A.A., Fomin, V.M., Malikov, A.G., Orishich, A.M .Effect of laser radiation on the structure of metal–ceramic mixtures based on boron carbide.– 2017 – 8(1) – pp. 55-66
3. Fomin V.M. and oth. Creation of heterogeneous materials on the basis of B₄C and Ni powders by the method of cold spraying with subsequent layer-by-layer laser treatment. Journal of Applied Mechanics and Technical Physics – 2017 – № 58.

ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ НА ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВОДОРОДНОГО ОХРУПЧИВАНИЯ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

А.С. ФОРТУНА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Институт физики прочности и материаловедения
E-mail: anastasya_fortuna@mail.ru

В среде водорода многие металлы подвергаются охрупчиванию, что обусловлено его взаимодействием с дефектами кристаллической решетки. Коррозионностойкие аустенитные стали проявляют большую стойкость к водородному охрупчиванию, чем другие конструкционные материалы. При этом степень водородного охрупчивания в них в большой степени определяется механизмами их деформации, которые, в свою очередь, зависят от характера нагружения. Цель данной работы – выявить влияние скорости деформирования на процессы водородного охрупчивания, механические свойства и коэффициенты деформационного упрочнения аустенитной нержавеющей стали 01X17H14M3.

Исходные стальные заготовки (Cr 16,8%, Ni 13,3%, Mo 2,7%, Mn 1,7%, Si 0,6%, C 0,01%, Fe ост.) подвергали закалке в воду ($T=1100^{\circ}\text{C}$, 1ч.) для получения аустенитной структуры (средний размер зерна составлял 19 мкм). Наводороживание осуществляли в электролитической ячейке при комнатной температуре в течение 100 часов, при плотности тока 50 mA/cm^2 , в 1 N водном растворе H_2SO_4 с добавлением $\text{CS}(\text{NH}_2)_2$. Образцы подвергали одноосному статическому растяжению до разрыва с относительными начальными скоростями деформации $6,2 \times 10^{-5} \text{ c}^{-1}$, $6,2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ и $6,2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Изучение микромеханизмов разрушения стали (поверхностей излома) и боковых поверхностей разрушенных образцов производили методом растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Увеличение скорости деформирования сопровождается повышением пределов текучести $\sigma_{0,2}$ и прочности σ_B в исходных закаленных образцах стали, не насыщенных водородом, а также способствует снижению их пластичности – общего удлинения δ и однородной деформации ϵ , рисунок 1, таблица 1.

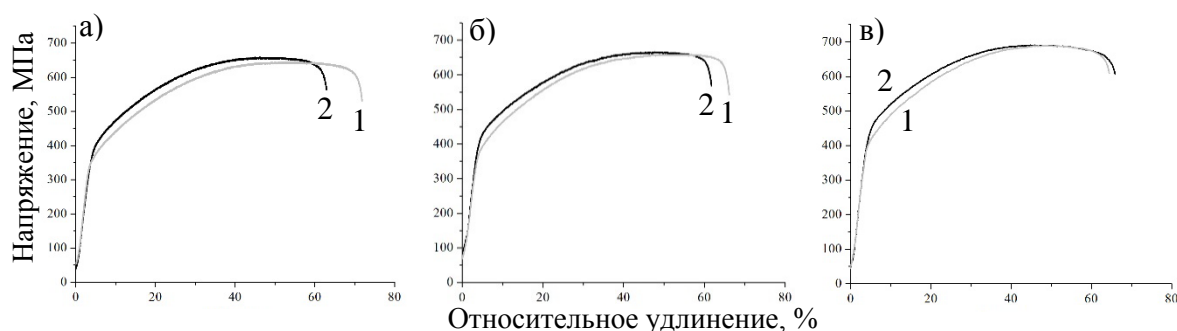


Рисунок 1 – Инженерные кривые течения образцов стали 01X17H14M3 в зависимости от скорости деформирования: а) $6,2 \times 10^{-5} \text{ c}^{-1}$, б) $6,2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, в) $6,2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, 1 – исходные образцы, 2 – образцы, насыщенные водородом

Таблица 1 – Механические свойства образцов стали 01X17H14M3, подвергнутых растяжению при различных скоростях деформирования (в исходном состоянии / в наводороженном состоянии)

Скорость деформирования, c^{-1}	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ϵ , %	K_H , %
$6,2 \times 10^{-5}$	360/390	1050/1020	54/47	41/36	13
$6,2 \times 10^{-4}$	390/450	1050/1030	51/45	38/36	12
$6,2 \times 10^{-3}$	430/470	1080/1080	47/44	37/38	6

Наводороживание не изменяет стадийности пластического течения стали при всех исследуемых скоростях деформации, рисунок 1. Коэффициенты деформационного упрочнения при наводороживании изменяются слабо. Насыщение водородом вызывает рост пределов текучести и снижение пределов прочности, таблица 1. Пластичность стальных образцов при наводороживании снижается, однако этот эффект уменьшается при повышении скорости деформации. В результате этого, разница пределов прочности и общего удлинения исходных и насыщенных водородом образцов тем меньше, чем выше скорость деформирования. Для исходных и насыщенных водородом образцов не выполняется условие Консидера, то есть образование шейки на образцах происходит при значениях напряжения больших, чем значение коэффициента деформационного упрочнения $d\sigma/d\varepsilon < \sigma$, что свойственно материалам с планарной дислокационной структурой, в которых образование шейки затруднено за счёт подавления множественности сдвига.

По полученным результатам механических испытаний образцов, таблица 1, рассчитали коэффициент водородного охрупчивания K_H , характеризующий относительное изменение общего удлинения образцов стали при наводороживании. При повышении скорости деформирования коэффициент водородного охрупчивания уменьшается (таблица 1), то есть сталь проявляет меньшие эффекты водородного охрупчивания.

При всех исследуемых скоростях деформации ненаводороженные образцы стали разрушаются транскристаллитно вязко с образованием шейки. На поверхностях излома, изученных методом РЭМ, наблюдается большое количество ямок. С увеличением скорости деформации размер ямок уменьшается. В наводороженных образцах центральная часть образца разрушается вязко, по аналогии с исходными ненаводороженными образцами. Однако в результате насыщения водородом в них формируется тонкий поверхностный слой толщиной порядка 17 мкм, который разрушается хрупко при растяжении. Толщина такого слоя не зависит от скорости деформации и определяется, прежде всего, продолжительностью и условиями наводороживания образцов. Согласно данным РЭМ-анализа поверхностей излома наводороженных образцов, такие поверхностные слои разрушаются по механизму квазискола и скорость деформации не влияет на микромеханизм их излома. Между этими двумя слоями образуется промежуточный слой – на поверхностях разрушения наблюдаются плоские фасетки со следами деформации. Ближе к поверхности в промежуточном слое видны следы деформации, вблизи центральной части образца в нем появляются ямки, форма которых вытянутая, а не равноосная, как в сердцевине. Формирование вытянутых ямок излома наиболее выражено при меньшей скорости деформирования и свидетельствует о процессах микролокализации деформации при растяжении образцов.

Исследования боковых поверхностей растянутых без наводороживания образцов показывают, что при всех скоростях деформирования внутри зёрен наблюдаются следы как одиночного, так и множественного сдвига. Вблизи шейки в таких образцах формируются полосы локализованной деформации. Повышение скорости деформирования вызывает огрубление следов деформации, наблюдаемые вблизи шейки полосы локализованной деформации приобретают макроскопический характер, что свидетельствует об усилении вклада механического двойникования и микролокализации сдвига. При деформации наводороженной стали происходит растрескивание боковых поверхностей образцов. Хрупкие трещины образуются на границах и в теле зерен, часто их направление совпадает со следами скольжения (двойникования). Это свидетельствует о накоплении водорода, как по границам зерна, так и в кристаллической решетке. Доля транскристаллитных трещин возрастает с увеличением скорости деформирования и при насыщении образцов водородом.

Автор работы выражает благодарность Е.Г. Астафуровой, Е.В. Мельникову, С.В. Астафурову, В.А. Москвиной, Г.Г. Майер и А.Г. Бурлаченко за помощь в проведении исследований. Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» (ИФПМ СО РАН).

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОЙ СТРУКТУРЫ СТАЛИ 09Г2С ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Н.А.ХИСАМЕТДИНОВ¹, Ю.И.ПОЧИВАЛОВ², А.С.СМИРНОВА^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail:chicharito_96@mail.ru

Электропластический эффект импульсного тока возникает при любом виде обработки металлов давлением (ОМД), связанном с пластической деформацией в условиях нахождения заготовки под механическими напряжениями выше предела текучести и действия импульсами тока непосредственно на зону деформации. ЭПЭ во время ОМД проявляется в снижении сопротивления металла деформированию на 25-30%, увеличении его пластичности, в улучшении структуры, текстуры и фазового состава материала [1].

В настоящей работе исследовали влияние электропластической деформации на тонкую структуру стали 09Г2С. На сегодняшний день металлургические заводы выпускают широкий ассортимент труб, отличающийся химическим составом, уровнем механических свойств, надежностью и долговечностью в процессе эксплуатации. По химическому составу и уровню прочностных и пластических характеристик существует класс труб, изготовленный из низколегированных сталей, содержащих в качестве основных легирующих элементов марганец и кремний, образующих с железом твердые растворы замещения с высоким уровнем твердорастворного упрочнения. Одним из ярких представителей таких сталей является сталь 09Г2С. Высокая механическая устойчивость к низким температурам позволяет применять трубы из стали 09Г2С в условиях климатического холода [2].

Образцы для исследований получали прокаткой до 1 мм заготовки толщиной 10 мм на лабораторном прокатном стане в обычных условиях и при подводе к заготовке импульсов тока.

Структуру стали исследовали методами оптической и электронной микроскопии.

Металлографические исследования показали, что для стали 09Г2С после холодной прокатки ярко выражена характерная для наклепанного металла строчечность, она образована вытянутыми в направлении прокатки ферритными зёрнами различного размера, среди которых равномерно распределены полосообразные островки перлита, также ориентированные по направлению прокатки, рисунок 1.

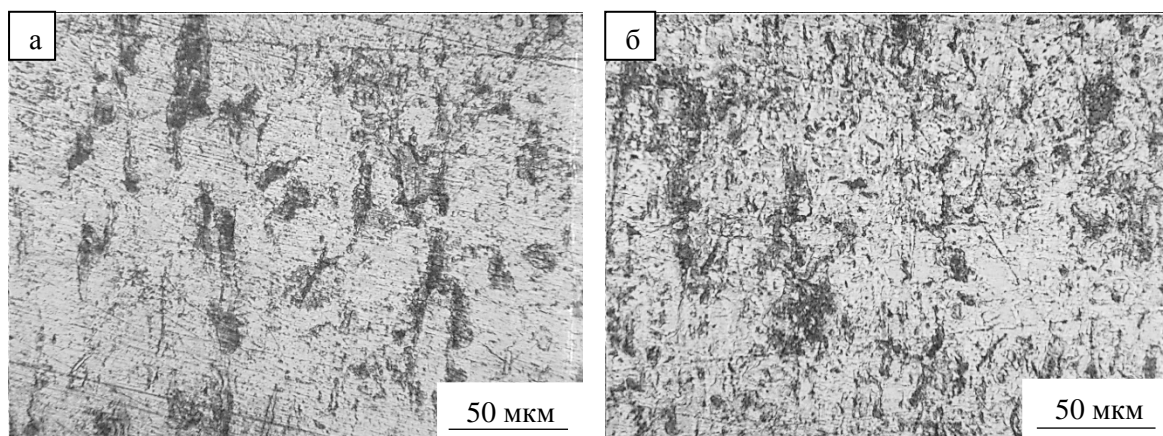


Рисунок 1 – Оптические фотографии поверхности образца стали 09Г2С:
а - прокат; б – прокат с ЭПД

Структура стали после проката претерпевает существенные изменения. Зерна вытягиваются в направлении проката, в них наблюдается большое количество дислокаций, малоугловых границ с достаточно высокой разориентацией.

С помощью компьютерной программы Process Diffraction был совершен фазовый анализ по структуре металла. Было получено, что эти электроннограммы соответствуют α -ферриту. В структуре стали 09Г2С в состоянии поставки и после проката можно наблюдать перлитные колонии. Общий вид перлитных колоний показан на рисунке 2

Средний размер фрагментов составил 8-15 мкм. Картина микродифракции становится кольцевой, что может свидетельствовать об измельчении зерна. Произошло формирование преимущественно субзеренной и ячеистой структуры.

На электроннограмме видны отдельные рефлексы цементита (показано стрелкой на рисунке 2 б).

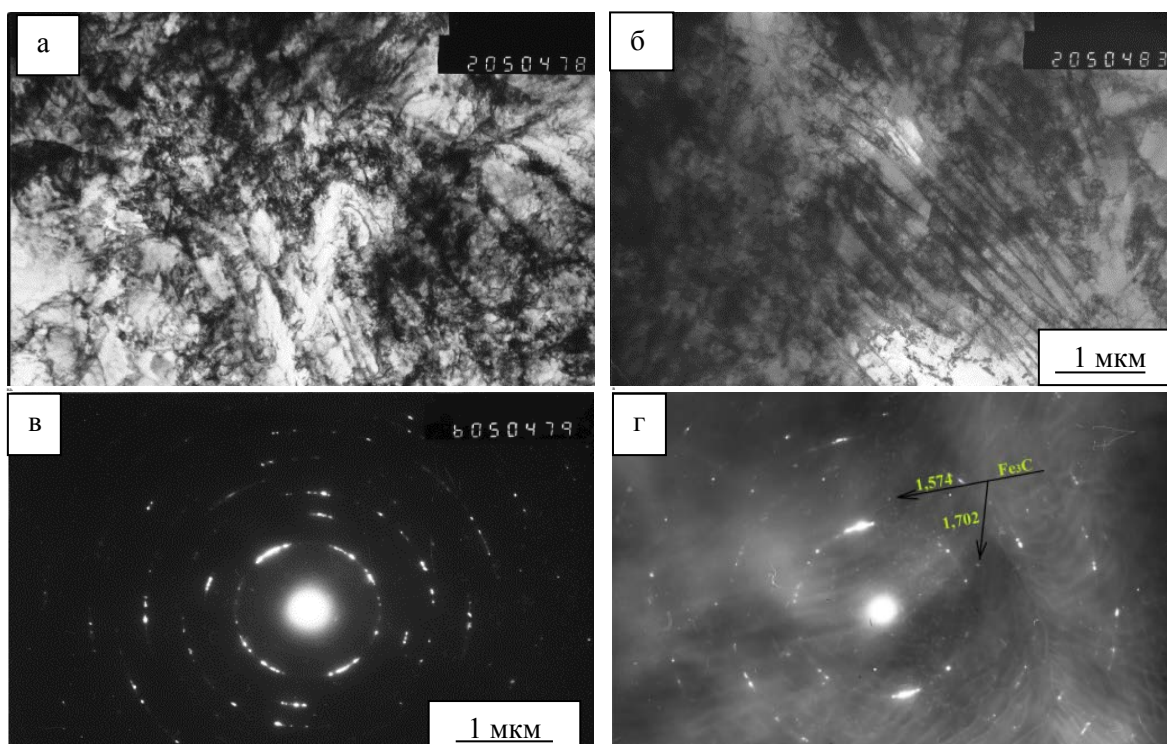


Рисунок 2 – Электронно – микроскопические изображения структуры стали 09Г2С после прокатки: а) ферритные зерна; б) перлитная колония, общий вид; в), г) картина микродифракции

Список литературы

1. Троицкий О.А. Энергосберегающая электропластическая деформация металлов // НПП «Институт ЭПДМ», 2010.
2. Константинов В.М. Исследование влияния режимов термической обработки на структуру и механические свойства горячекатанных труб, изготовленных из стали 09Г2С – М.: БНТУ, 2014. С. 131-136.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ПОРОШКОВ ГЛИНОЗЕМА И ЭЛЕКТРОКОРУНДА НА ИХ СВОЙСТВА И СПЕКАЕМОСТЬ КОРУНДОВОЙ КЕРАМИКИ

В.А. ЧАЛЫЙ, С.В. МАТРЕНИН

Томский политехнический университет

E-mail: vm-s@mail.ru

Прочная керамика на основе Al_2O_3 является весьма перспективным конструкционным и функциональным материалом. Наиболее распространенными методами получения прочной корундовой керамики являются методы порошковой технологии, т. е. различные виды прессования и спекания, модифицированные применительно к керамике. Модификация сводится к выбору оптимальных параметров консолидирования керамики.

Целью данной работы являлась методов активирования спекания керамики на основе Al_2O_3 путем механической обработки порошков в планетарной мельнице, добавления в шихту нанопорошков (НП) Al , Al_2O_3 и субмикронного порошка TiO_2 .

Использовали промышленные нанокристаллические оксидные порошки Al_2O_3 , $Al_2O_3-ZrO_2-Y_2O_3$, полученные в условиях плазмохимического синтеза марки УДПО ВТУ 4-25-90. Кроме плазмохимических нанопорошков в работе использовали порошок оксида алюминия марки ЧДА ТУ 6-09-426-75, порошок технического глинозема марки ГК-5 ГОСТ 30559-98 и электрокорунд марки 25А.

Белый электрокорунд широко используется в технологии корундовой керамики, температура его обжига должна быть не ниже $1800\text{ }^\circ\text{C}$ [1, 2]. С целью ее снижения в порошок белого электрокорунда добавляли субмикронный порошок TiO_2 с размером частиц $0,5 \dots 2\text{ }\mu\text{m}$ в количестве $1,5\text{ мас. \%}$.

В качестве активирующей добавки использовали также электровзрывной НП Al , полученный с использованием полупромышленной установки ЭВП в Томском политехническом университете.

Для улучшения технологических характеристик и повышения активности [3, 4] обожженные порошки обрабатывали в энергонапряженной планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL». С целью установления активирующего влияния механической обработки на процесс консолидирования белый электрокорунд обрабатывали при различных режимах: частота вращения барабанов $f - 20$ и 30 Гц , время обработки $\tau - 10, 20, 30$ и 40 минут при каждой частоте.

Обработанные порошковые шихты просеивали через сито № 0045 в течение 10 минут на вибростенде С. 1 для получения фракции $<45\text{ }\mu\text{m}$ и пластифицировали водным раствором карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ) из расчета: $5\text{ мас. \% КМЦ} - 95\text{ \% порошка}$. После гранулирования и сушки пластифицированные порошки формовали с помощью одноосного прессования в стальной пресс-форме.

Спекание прессовок проводили в высокотемпературной печи сопротивления по режиму: скорость нагрева – 10 град/мин , температура и время изотермической выдержки – $1600\text{ }^\circ\text{C}$ и 1 ч , охлаждение с печью

Плотность спеченных образцов ρ определяли гидростатическим взвешиванием в 96 %-ом этиловом спирте ($\rho_{\text{сп}}=0,807\text{ г/см}^3$ при $20\text{ }^\circ\text{C}$) с погрешностью $\pm 0,001\text{ г}$. Рассчитывали также относительную плотность образцов θ в соответствии с выражением:

$$\theta = \frac{\rho}{\rho_{\text{т}}} \cdot 100\text{ \%},$$

где $\rho_{\text{т}}$ – теоретическая плотность керамики.

Твердость HRA определяли по ГОСТ 9013-59 с помощью стационарного твердомера Роквелла.

На рисунке 1 представлена зависимость относительной плотности и твердости спеченной керамики от содержания и химического состава добавок.

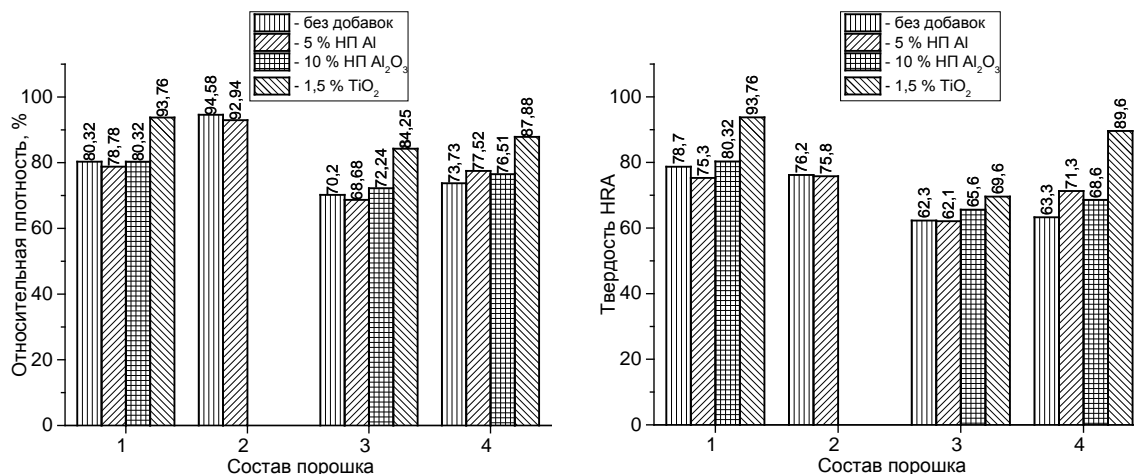


Рисунок 1 - Зависимость относительной плотности и твердости керамики от содержания и химического состава добавок: 1–4 – керамика, спеченная из НП Al₂O₃, НП 80 % Al₂O₃– 19 % ZrO₂– 1 % Y₂O₃, ГК-5 и 25А, соответственно (для состава 1 – первый и третий столбцы эквивалентны, в состав 2 НП Al₂O₃ и порошок TiO₂ не добавляли)

Заключение

Показано, что добавка нанопорошка Al₂O₃ до 20 мас. % в крупнодисперсные порошки α-Al₂O₃ марок ГК-5 и 25А активировала спекание корундовой керамики: повышались ее плотность и микротвердость.

Установлена эффективность применения метода ИПС для получения плотной корундовой керамики из исследованных порошков.

Наибольшим активирующим эффектом оказалось введение в порошки корунда добавок нанодисперсного порошка TiO₂ (1,5 мас. %). При спекании образуется твёрдый раствор вычитания TiO₂ в α-Al₂O₃, решётка которого имеет повышенную диффузионную способность и активирует процесс спекания.

Список литературы

1. Керамика из высокоогнеупорных окислов / под ред. Д.Н. Полубояринова, Р.Я. Попильского. – М.: Металлургия, 1977. – 304 с.
2. Nazarenko O.A., Ilyin A.P., Tikhonov D.V. Electric explosion of conductors: obtaining of metal nanopowder and non-metallic refractory compounds. – Germany: LAP LAMBERT Academic Publishing, 2012. – 274 p.
3. Аввакумов Е.Г. Механические методы активации химических процессов. – Новосибирск: Наука, 1988. – 306 с.
4. Механический синтез в неорганической химии / под ред. Е.Г. Аввакумова. – Новосибирск: Наука, 1991. – 55 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ РЕЗЦА ПРИ ВРЕЗАНИИ В СТАЛЬНУЮ ЗАГОТОВКУ

Ц. ЧЖАН, Я. ЛИ, В.Н. КОЗЛОВ

Научный руководитель: доцент, к.т.н. В. Н. Козлов

Национальный исследовательский Томский политехнический институт

E-mail: kozlov-viktor@bk.ru

При встречном фрезеровании в начальный момент контакта с заготовкой зуб фрезы начинает резание с нулевой толщиной среза. Образование стружки при этом не происходит, а подминаемый под режущую кромку металл оказывает большое радиальное давление на зуб фрезы, при этом происходит кратковременное увеличение всех составляющих силы резания в 1,5-2 раза по сравнению с установившемся резанием в зависимости от подачи [1].

Измерение физических составляющих силы резания, действующих на зуб концевой или торцевой фрезы, затруднено из-за вращения фрезы и поворота составляющих P_z и P_y силы резания относительно оси вращения фрезы. Поэтому врезание зуба торцевой фрезы с главным углом в плане $\varphi = 45^\circ$ было смоделировано врезанием главной режущей кромки токарного резца в коническую часть заготовки, оставшуюся от предыдущего резания резцом с $\varphi = 45^\circ$, что обеспечивало контакт резца сразу по всей длине режущей кромки в начальный момент её касания.

На главной задней поверхности режущей пластины затачивалась фаска различной длиной h_3 (мм), измеряемой перпендикулярно главной режущей кромке, с задним углом $\alpha_h = 0^\circ$, моделирующая износ по задней поверхности [1]. Радиус округления режущей кромки $\rho = 0,003$ мм соответствовал естественной заточке по фаске задней поверхности. Приложение внешних нагрузок при врезании выполнялось на основе наших экспериментов [1] с учётом других исследований [2]. Расчёт напряжений в режущем клине резца методом конечных элементов с использованием программы ANSYS12 показал, что при большой подаче и длине фаски задней поверхности наибольшие эквивалентные напряжения ($\sigma_{\text{экв}} = 3605$ МПа), рисунок 1 в, приближаются к предельно допустимым, что приводит к увеличению вероятности выкрашивания режущей кромки.

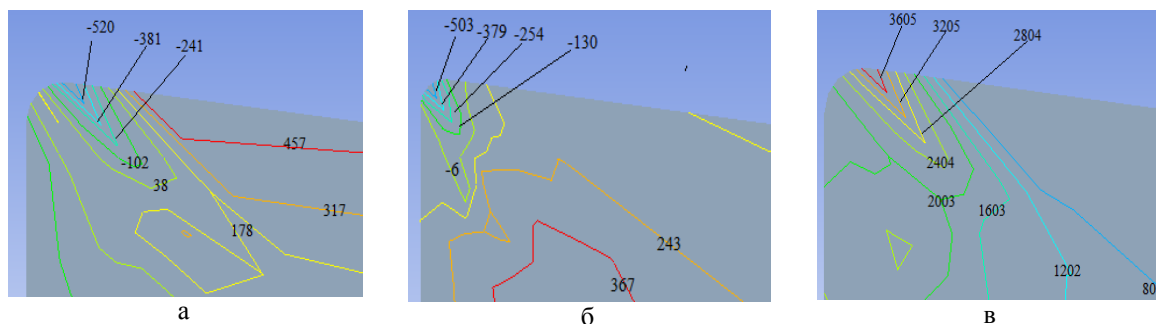


Рисунок 1 - Распределение нормального σ_y (а), касательного τ_{xy} (б) и эквивалентного $\sigma_{\text{экв}}$ (в) напряжений в режущем клине резца при врезании в стальную заготовку. Сталь 40Х - Т15К6; $\gamma = 7^\circ$, $v = 2$ м/с; $s = 0,52$ мм/об; $t = 1,8$ мм; $\rho = 0,003$ мм; $h_3 = 0,54$ мм

Из рисунка 2 видно, что при постоянной подаче $s = 0,52$ мм/об увеличение длины фаски износа на задней поверхности h_3 приводит в разных диапазонах h_3 к уменьшению внутренних напряжений.

Увеличение подачи приводит к увеличению внутренних напряжений при постоянной фаске на задней поверхности $h_3 = 0,54$ мм, но подача более значительно влияет на эквивалентные внутренние напряжения, рисунок 3.

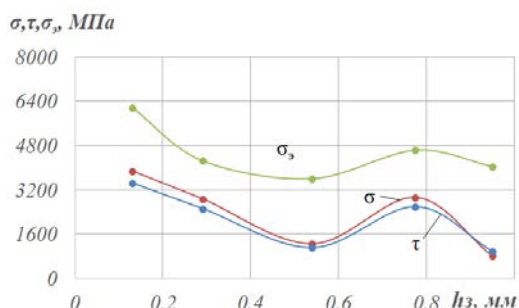


Рисунок 2 - Зависимость внутренних напряжений (МПа) от фаски на задней поверхности h_3 (мм) при постоянной подаче $s = 0,52$ мм/об. Сталь 40X - Т15К6; $t = 2$ мм; $v = 2$ м/с. σ - нормальное напряжение; τ - касательное напряжение; σ_3 - эквивалентное напряжение

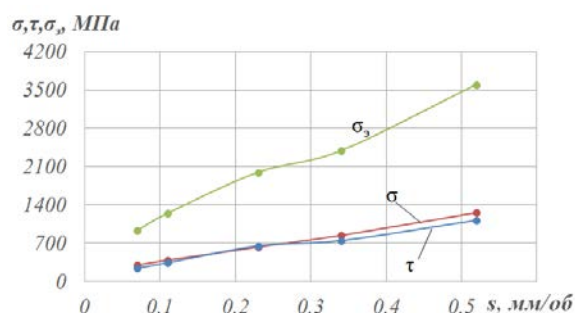


Рисунок 3 - Зависимость внутренних напряжений (МПа) от подачи s (мм/об) при постоянной длине фаски на задней поверхности $h_3 = 0,54$ мм. Сталь 40X - Т15К6; $t = 2$ мм; $v = 2$ м/с. σ - нормальное напряжение; τ - касательное напряжение; σ_3 - эквивалентное напряжение.

Заключение

1. Увеличение длины фаски на задней поверхности при врезании приводит к уменьшению наибольших внутренних напряжений.
2. Увеличение подачи приводит к увеличению напряжений, но подача более существенно влияет на эквивалентные напряжения.

Список литературы

1. Козлов В.Н., Чжан Ц., Го И., Сабават С.К. Исследование контактных нагрузок при врезании // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2017): сборник научных трудов VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, г. Томск, 27–29 ноября 2017 г. / Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ); под ред. А. Н. Яковлева. – Томск: Изд-во ТПУ, 2017. — с. 315-316.
2. Полетика М.Ф., Собанин А.Л., Кужларов В.Н. Силы и деформации на различных участках задней поверхности резца // Вопросы оптимального резания металлов. – Уфа, Изд-во УФАИ, 1976. – С. 76-78.

АНГИОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ РЕНТГЕНОКОНТРАСТНОСТИ МИНИАТЮРНЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ СПЛАВОВ TiNi С МИКРОННЫМИ ПОКРЫТИЯМИ НА ОСНОВЕ Ti-Ta

О.И.ШАБАЛИНА^{1,2}, Е.Ю. ГУДИМОВА^{1,2}, Л.Л. МЕЙСНЕ^{1,2}, А.А. БОЩЕНК³, С.И.ВИНТИЗЕНКО³

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск

³Научно-исследовательский институт кардиологии, Томск

E-mail: ShabalinaO@vtomske.ru

В настоящее время широкое применение в лечении сердечно-сосудистых заболеваний приобрели методы малоинвазивной хирургии с использованием слабого рентгеновского излучения. Несмотря на привлекательность сплавов на основе никелида титана, обладающих эффектами памяти формы и сверхэластичности, данный материал слаборентгеноконтрастен. Поэтому важной задачей является повышение визуализации

эндоваскулярных имплантатов (корзинки, ловушки, стенты) из сплавов на основе TiNi для отслеживания их движения, оценки положения и ориентации во время и после операции [1]. Нанесение покрытий из тантала позволяет повысить не только рентгеноконтрастность материала в целом, но и увеличить коррозионную стойкость, параметры био- и гемосовместимости. Нанесение двухкомпонентных покрытий системы Ti-Ta, которые относятся к высокотемпературным сплавам с памятью формы и при температуре человеческого тела находятся в высокоэластичном мартенситном состоянии, также может привести к повышению физико-механических свойств изделия.

Цель работы – изучение (1) – влияния концентрации тантала в Ti-Ta покрытиях микронной толщины, осажденных на поверхность, на рентгеноконтрастность образцов проволоки из TiNi сплава субмиллиметрового диаметра, (2) – морфологии и (3) – однородности элементного состава этих покрытий.

Для исследований использовали образцы в виде проволоки диаметром 150 мкм из сплава на основе никелида титана марки ТН1 (ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»): после электрохимической очистки поверхности (далее – TiNi); после обработки электронным пучком ($U=25$ кВ, $n=32$) (далее – TiNi^{EB}); с Ti₇₀Ta₃₀ покрытием толщиной 1 мкм (далее – Ti₇₀Ta₃₀/TiNi); с Ti₆₀Ta₄₀ покрытием толщиной 2 мкм (далее – Ti₆₀Ta₄₀/TiNi); с покрытием из тантала толщиной 2 мкм (далее – Ta/TiNi). Модификация поверхностей образцов проводилась на установке «РИТМ-СП» в ИСЭ СО РАН (г. Томск) [2].

Исследование морфологии поверхности и элементного состава образцов проводили на растровом электронном микроскопе (РЭМ) «LEO EVO 50» (Zeiss, Германия) с использованием системы «INCA EDS system» (Oxford Instruments, Англия) при ускоряющем напряжении 20 кВ (ЦКП «Нанотех», ИФПМ СО РАН, г. Томск). Погрешности определения элементного состава: ± 2 ат. % (Ti), ± 2 ат. % (Ni), ± 1 ат. % (Ta), ± 4 ат. % (O), ± 5 ат. % (C)

Экспериментальную оценку рентгеноконтрастности образцов осуществляли на базе НИИ кардиологии (г. Томск) на ангиографической установке Axiom Artis dFC (Siemens Health Care GmbH, Germany) в стандартном низкодозовом режиме Care: напряжение на трубке $U = 54$ кВ, толщина Cu-фильтра $h = 0.2$. Результаты обрабатывали с помощью программы Adobe Photoshop 10, в градиенте серого по шкале RGB от 0 (черный) до 255 (белый). Коэффициент рентгеноконтрастности (K) рассчитывали по формуле:

$$K = \left[\frac{RGB_{фон} - RGB_i}{RGB_{фон}} \right] \times 100\%, \text{ где } i - \text{ номер образца.}$$

В исходном состоянии после электрохимической очистки поверхность образцов TiNi характеризуется развитым рельефом, наблюдается размытие границ проволоки. Согласно данным ЭДС/РЭМ, в поверхностном слое толщиной 1 мкм исходного образца TiNi присутствует титан в концентрации 45 ат. % и никель 55 ат. %. Воздействие импульсным электронным пучком на поверхность образца приводит к ее выглаживанию, относительно исходного состояния. Элементный состав в поверхностном слое: титан 43 ат. %, никель 57 ат. %. Формирование микронных покрытий на основе Ti-Ta и Ta не приводят к существенному изменению рельефа, сформированного в результате обработки электронным пучком, предшествующей магнетронному осаждению. Покрытия полностью однородны по всей площади цилиндрических образцов, наличие сколов и трещин не обнаружено. В образцах Ti₇₀Ta₃₀/TiNi в поверхностном слое концентрация титана составляет 59 ат. %, тантала 15 ат. %, никеля 4 ат. %, кислорода 22 ат. %. В микронном поверхностном слое образцов Ti₆₀Ta₄₀/TiNi содержания титана составляет 47 ат. %, тантала 22 ат. %, а также 11 ат. % никеля и 20 ат. % кислорода. В образцах с покрытием из чистого Ta толщиной 2 мкм обнаружено наличие 3 ат. % титана, 60 ат. % тантала, 9 ат. % никеля и 28 ат. % кислорода. Небольшое количество никеля и завышенное содержание титана обусловлено использованием ускоряющего напряжения $U = 20$ кВ при съемке на РЭМ, при котором толщина анализируемого слоя составляет более 1 мкм и, наряду с покрытием, в результирующий состав вносит вклад материал подложки.

Ангиографический анализ показал, что коэффициент рентгеноконтрастности исходного образца TiNi при съемке в режиме Care составляет $K \sim 3,8\%$. После электронно-пучковой обработки образцов TiNi коэффициент K увеличивается в $\sim 1,3$ раза. Это может быть связано с изменением рельефа проволочного образца TiNi^{EB}, что позволяет более точно определить границы проволочного образца на ангиографических снимках. Как видно из рисунка 1, осаждение Ti₇₀Ta₃₀ и Ti₆₀Ta₄₀ покрытий толщиной 1 – 2 мкм на поверхности проволоки приводит к увеличению рентгеноконтрастности в ~ 2 раза. Осаждение покрытия из тантала толщиной 2 мкм повышает рентгеноконтрастность проволоки в $\sim 2,6$ раз.

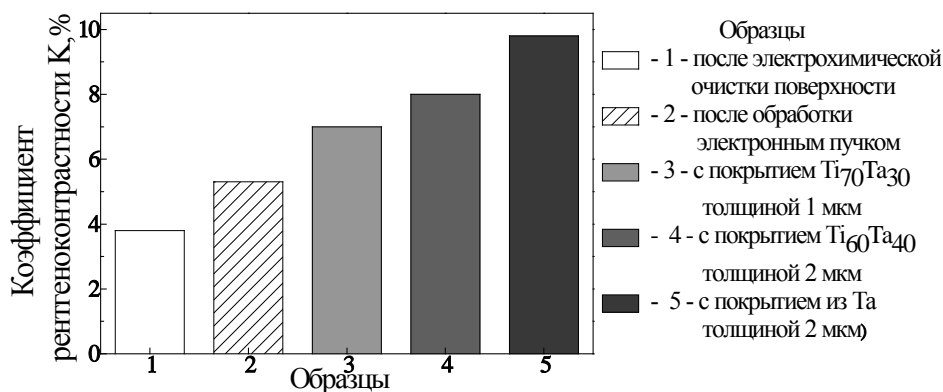


Рисунок 1 – Изменение коэффициента рентгеноконтрастности K сплава TiNi в зависимости от типа обработки поверхности и концентрации тантала в покрытии. Режим Care.

Установлено, что в результате одновременного магнетронного осаждения титана и тантала на поверхности цилиндрических TiNi образцов формируется морфологически и химически однородные Ti-Ta и Ta покрытия заданного состава. Обнаружено, что для увеличения рентгеноконтрастности проволочных образцов TiNi диаметром 150 мкм является достаточным формирование на их поверхности покрытий толщиной 1 мкм и составом Ti₇₀Ta₃₀.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, проект № 18-19-00198 от 26.04.2018.

Список литературы

1. Bechtold C. et al. Method for fabricating miniaturized NiTi self-expandable thin film devices with increased radiopacity //Shape Memory and Superelasticity. – 2016. – . Vol.2. – №.4. – P.391–398.
2. Марков А. Б. и др. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов //Приборы и техника эксперимента. – 2011. – №.6. – С.122–126.

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ В ОБЪЕМЕ ЧАСТИЦЫ ПОСЛЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ С ТВЕРДОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ ПРИ ГАЗОТЕРМИЧЕСКОМ НАПЫЛЕНИИ

И.С.ЮГОВА

Научный руководитель: к.ф.-м.н., доцент Б.С. Зенин

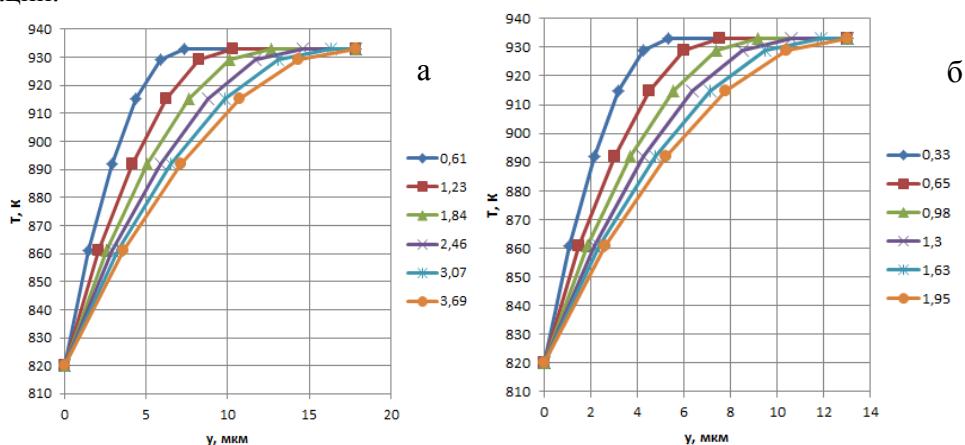
Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: isy4@tpu.ru

Введение. К деталям машин в зависимости от их назначения предъявляются определенные требования по свойствам, таким как износостойкость, жаростойкость, коррозионная стойкость. Свойства поверхностей деталей и конструктивных элементов оказывают большое влияние на надежность и срок службы. Улучшить их можно с помощью образования слоев на поверхностях деталей. Существуют различные методы упрочнения поверхности [1]. Данная работа посвящена газотермическому напылению. Газотермические методы напыления широко применяются для нанесения покрытий различного назначения [2]. Существуют аморфные металлические сплавы с неупорядоченным расположением атомов в пространстве, которые называют аморфными металлическими стеклами. Известно, что такие материалы значительно отличаются по своим свойствам от кристаллических материалов, для которых характерно упорядоченное расположение атомов. Аморфная структура характеризуется отсутствием дальнего порядка в расположении атомов, поэтому в ней нет кристаллической анизотропии, границ зерен и других дефектов структуры [3]. При газотермическом напылении условия, необходимые для появления аморфной структуры – высокие скорости охлаждения – появляются автоматически.

Методика эксперимента. В данной работе в качестве реального напыляемого материала был выбран аморфизирующийся сплав $Fe_{83}B_{15}Si_2$, в качестве материала основы – Ст20. Анализ взаимодействия частицы с подложкой осуществлялся с помощью численного моделирования. В процессе выполнения данной работы использовалась компьютерная программа Cristall. Для расчетов вводятся следующие параметры: характеристики материалов, модельные параметры и технологические. В результате расчетов программа выдает значения толщины частицы после взаимодействия с основой и температурное распределение в зависимости от времени.

Результаты эксперимента. Численные расчеты проводились при следующих условиях: $D = 0,0001$ м – диаметр частицы; $T_0 = 300$ К – температура основы; $V = 50; 100; 200; 400$ м/с – скорость частицы. На рисунке 1 представлены графики распределения температуры в объеме деформированной частицы (сплэта) при ее кристаллизации после деформации.



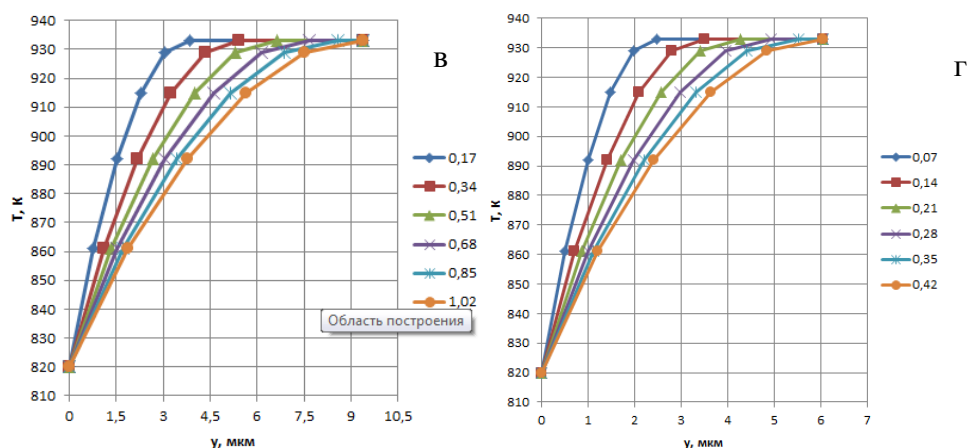


Рисунок 1 – Распределение температуры в объеме частицы сплава при ее кристаллизации на поверхности подложки из ст20 в различные моменты времени: а – при скорости частицы $V = 50$ м/с; б – при $V = 100$ м/с; в – $V = 200$ м/с; г – $V = 400$ м/с

По графикам были определены изменения со временем t температуры T на различных расстояниях y от контактной границы, и по ним построены кривые охлаждения в заданных точках объема частицы. Затем с помощью кривых охлаждения были рассчитаны скорости охлаждения, рисунок 2.

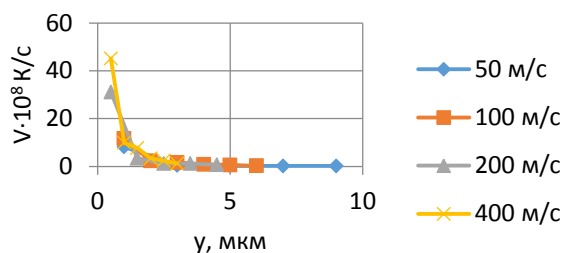


Рисунок 2 – Скорости охлаждения в объеме частицы сплава $Fe_{83}B_{15}Si_2$ при разных скоростях напыления на основе из ст20

Экспериментальные результаты показали, что можно выделить три зоны в объеме частицы, которым соответствуют разные скорости охлаждения.

Заключение. Согласно полученным результатам, можно отметить, что в приконтактной области самая высокая скорость охлаждения при соударении с твердой поверхностью из ст20 наблюдается при $V = 400$ м/с. Чем выше значение скорости напыления, тем меньше толщина частицы после столкновения с основой. Анализ полученных данных показал, что для всех исследуемых материалов в объеме сплэта можно выделить три зоны, которым соответствует высокая, средняя и низкая скорости охлаждения. Такие условия могут соответствовать образованию аморфной, нанокристаллической и кристаллической структуры.

Список литературы

1. Хасуи А., Мorigаки О. Наплавка и напыление. – пер. с японского В.Н. Попова. – М.: Машиностроение, 1985. – 121 с.
2. Бобров Г.В. Нанесение неорганических покрытий (теория, технология, оборудование): учеб. Пособие для студентов вузов. – М.: Интермет Инжиниринг, 2004. – 624 с.
3. Золотухин И.В. Аморфные металлические материалы // Соросовский образовательный журнал. - №4. – 1997. – С. 73-78.

ВЛИЯНИЕ ДАВЛЕНИЯ ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЕЧЕННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ПОРОШКОВОЙ СМЕСИ СИСТЕМЫ FE-C-CR

ЮЙ СЯОЛИНЬ, ЛО ЦЗЯНКУНЬ, О.Ю. ВАУЛИНА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
E-mail: kolgay@tpu.ru

Изделия, изготавливаемые технологией порошковой металлургии, рассматриваются в настоящее время в качестве перспективных конструкционных материалов в области материаловедения. Актуальной материаловедческой задачей данной методики производства порошковых изделий является получение материалов, которые достаточно сложно или невозможно изготовить другим методом, достижение высоких технических показателей, где прослеживается экономный расход металла и исключение отходов, получение материалов с минимальным процентным содержанием примесей и точным химическим составом [1, 2].

Материал и методы исследования. В работе исследовали сталь 20X13, полученную с помощью порошковой металлургии. В работе исследовали три группы прессованных образцов порошковой стали 20X13 разной нагрузке прессования: 1 группа – нагрузка прессования составила 250 МПа, 2 группа – 500 МПа, 3 группа – 750 МПа. Спекали образцы в электрической вакуумной печи при 1380°C в течение 1 час.

Определению пористости образцов с помощью «Анализатора фрагментов микроструктуры твердых тел SIAMS 700™». Анализ фазового состава проводили рентгенографическим методом. Металлографический лабораторный инвертированный микроскоп «ЛабОМет». Микротвердость образцов измеряли с помощью микротвердомера.

Результаты исследования.

На рисунке 1 представлены РЭМ-изображения порошковой смеси 20X13. Видно, что порошинки имеют сферическую форму. Встречаются как очень мелкие частицы до 1 мкм, так и крупные до 15 мкм. Средний диаметр порошка 7 мкм.

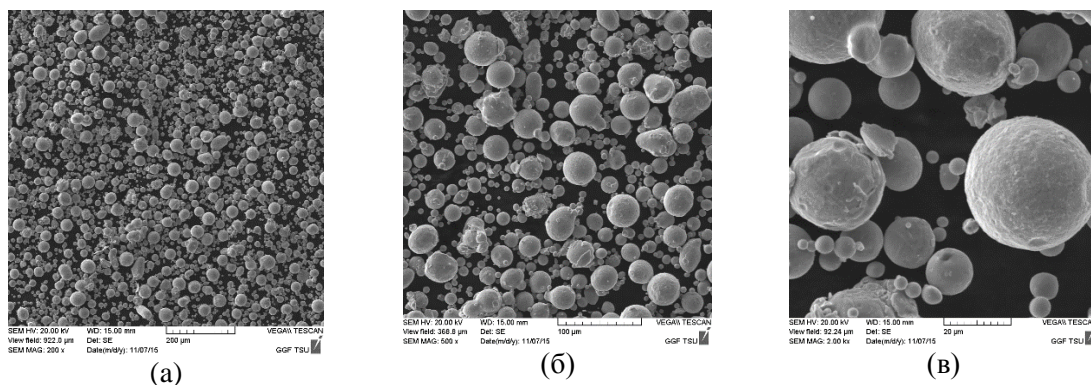


Рисунок 1 – РЭМ порошковой смеси 20X13: а, б – разное увеличение

Все образцы имеют остаточную пористость после спекания, рисунок 2. Распределение пор в спеченных образцах неравномерное. На полированной поверхности шлифа можно выделить области с высокой концентрацией пор и области, где поры совсем отсутствуют. Большинство пор имеют размер до 30-40 мкм. Для металлографического исследования образцы подверглись травлению, рисунок 2. Структура достаточно равномерная, равноосная, ферритная. Средняя пористость по образцам приведена в таблице 1.

На рисунке 3 приведена дифрактограмма с поверхности образцов 20X13, полученных из отдельных порошков при разном давлении. Можно видеть, что пики совмещены и не имеют значительных уширений. Рентгеноструктурным анализом была подтверждена ферритная структура. Найдены параметры решетки для всех образцов. Образца: значение параметра для всех образцов близки. Механические свойства также

увеличиваются с увеличением давления прессования. Микротвердость представлена в таблице 1.

Таблица 1 – Сводные данные по группам образцов, спрессованных при разных нагрузках

Группа образцов	Нагрузка прессования, МПа	Средняя пористость, %	Параметр кристаллической решетки, Å	Размер зерна, мкм	Микротвердость HV _{ср}
1	250	13	2,866	130±5	472±15
2	500	10	2,8705	110±7	576±20
3	750	8	2,8772	98±5	628±17

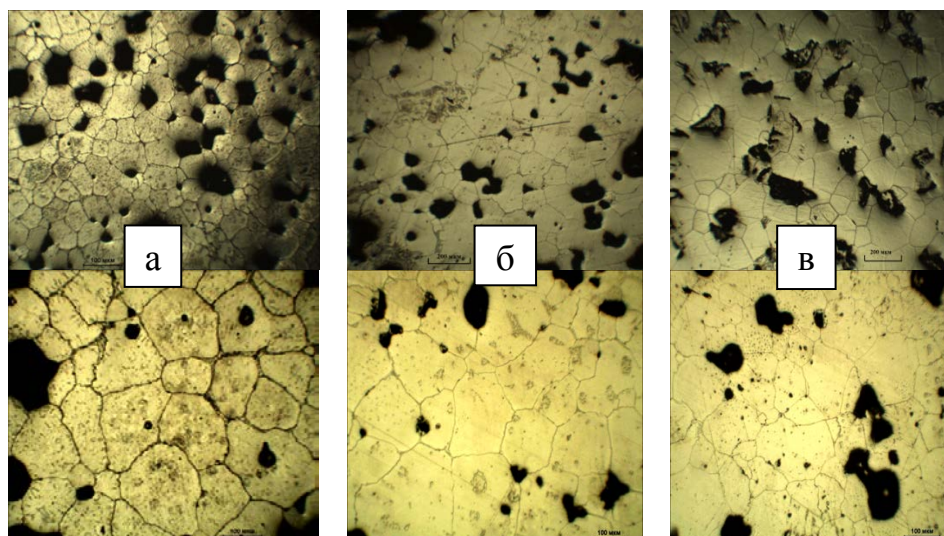


Рисунок 2 – Структура поверхности травленных спеченных образцов: а – нагрузка 250 МПа, б – 500МПа, в– 750МПа

Заключение. С увеличением давления прессования величина пористости в спеченных образцах уменьшается на 35 %. Большинство размеров пор для всех групп образцов лежит в пределах до 50 мкм, но с увеличением давления прессования мелких пор становится больше, в то время как количество больших пор уменьшается.

Определение фазового состава по диаграмме состояния показало, что сталь 20X13 относится к ферритно-мартенситному классу. Следовательно, в структуре могут наблюдаться структура феррита и мартенсита.

Список литературы

1. Хань Лян, О. Ю. Ваулина Исследование структуры и свойств порошковой стали 20X13, полученной методом инъекционного формования // Современные технологии и материалы новых поколений: сборник трудов Межд. конференции, г. Томск, 9-13 октября 2017 г. - Томск: Изд-во ТПУ, 2017. - С. 114-115
2. Metallography of powder metallurgy materials Lawley A., Murphy T.F. Materials Characterization. 2003 г. Т. 51. № 5. с. 315-327.

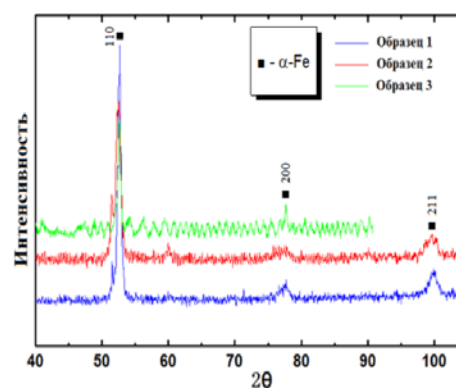


Рисунок 3 – Дифрактограмма с поверхности спеченного образца 20X13, полученного из порошка при разном давлении

СЕКЦИЯ 2

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

ENHANCING MECHANICAL PROPERTIES AND CONDUCTIVITY OF CFRP USING CARBON NANOTUBES

^{1,2} *M.V.BURKOV*, ¹ *A.V.EREMIN*

¹ Institute of strength physics and materials science, Tomsk, Russia

² Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

E-mail: burkovispms@mail.ru

Composites are widely used in aerospace offering the engineer a possibility to create lightweight parts suitable for exact loading conditions: polymer matrix composites are used for mechanically loaded aircraft structures, ceramic matrix composites applied for engine parts can withstand high temperature and corrosive environment, etc. However aerospace demands specific properties: the skins should be electrically conductive to ensure that high-voltage impact during lightning strike would not damage the aircraft. Metal structures do not require any additional solutions due to good electrical conductivity but in CFRP designs the engineers need to use special techniques which however modify only the surface of CFRP making the production technology more complicated. The enhancing of the bulk properties of CFRP is a promising way to improve both electrical conductivity and thermal one, which is also quite important.

Naturally carbon fibers are conductors but the epoxy is an insulator. The carbon fiber/epoxy composite due to high anisotropy demonstrate insufficient electrical conductivity, which can be improved by additives establishing cross-links between the layers of carbon: carbon nanofibers, carbon nanotubes or graphene. Such materials have affinity with carbon fiber fabrics and epoxy binder resulting in high adhesion thus CFRPs can be upgraded to hybrid composites with great electrical and thermal conductivity along with high mechanical properties.

The aim of the present work is to investigate the electrical properties and fracture behavior of hybrid carbon fiber reinforced polymers modified with single-wall carbon nanotubes (SWCNT). The resistivity of both modified and non-modified CFRP specimens were measured. The mechanical behavior of CFRP was evaluated via three point bending tests and static tension.

The specimens were produced using carbon fabrics, VATI basalt fabrics with densities of 200 g/m² both and epoxy binder resulting in a 2.1 mm thick 12-ply orthotropic laminate. The basalt layers allow avoiding the contact between neighboring carbon fiber layers and helping to investigate directly the effect of modification by CNTs. Hand lay-up with hot pressing using Gotech 7014-R (pressure 0.48 MPa, heating of plates to 60 °C, 12 hours) was used to fabricate blanks which were cut into specimens using milling machine. The SWCNTs by OCSiAl were used to modify CFRP and were added into epoxy. In order to obtain a uniform distribution and deagglomeration the mixture was subjected to ultrasonication during 20 min. Then modified epoxy was manually mixed with hardener. The specimens were tested using Instron 5582 universal testing machine. Quasi static tension was performed at the rate of 1.5 mm/min with gage length of 70 mm. Three-point bending was conducted with the span of 60 mm at 10 mm/min rate. Three specimens were tested for each CNT content and testing method.

In order to perform conductivity measurement the CFRP and epoxy the specimens were coated with silver conductive paint. The epoxy specimens were tested only in one configuration: between the ends of cylindrical specimen. While for CFRP specimens there were 3 configurations: in-plane surface measurement, out-of-plane diagonal and out-of-plane through thickness. For each CNTs content the conductivity measurements were conducted for 3 epoxy and 2 CFRP samples.

The failure mode of all specimens was lateral crack at the grip. Table 1 presents the summarized results of tensile tests. Ultimate strength and modulus are not significantly affected by addition of CNTs. The result is agreed with theoretical assumptions: tensile strength and modulus depends mainly on the longitude oriented fibers while the impact of a binder is small.

In bending tests the strength and stiffness of matrix greatly influences the final properties of CFRP/SWCNT hybrid composites. The shearing stresses occurring in interlayers of bended specimen are held by binder. Thus modification of matrix should improve flexural properties.

Table 1 - Results of mechanical testing

Specimen	CNT, wt. %	UTS, MPa	Strain at fracture, %	Modulus, GPa	Flexural strength, MPa	Fracture deflection, mm	Flexural modulus, GPa
CNT-0	0	601.7±18.8	6.9±0.6	9.81±0.25	493.1±1.7	2.9±0.05	48.1±1.01
CNT-1	0.1	590.8±13.5	6.6±0.2	9.84±0.18	510.4±59	3.1±0.2	49.4±1.57
CNT-2	0.2	583.5±17.2	6.4±0.1	9.58±0.36	585.1±58	3.4±0.4	52.3±1.13
CNT-3	0.3	604.6±15.3	6.3±0.3	9.71±0.23	604.9±29	3.3±0.3	55.9±2.16

Table 1 present the results of 3-point bending test. It can be seen that both flexural strength and modulus were increased by 23% and 16% correspondingly for 0.3 wt.% of SWCNT. The modification increases the flexural strength of hybrid composite, but the scatter is quite high for CNT-1 and CNT-2. Flexural modulus with increase of CNTs demonstrates a uniform growth with average scatter. The increase of flexure properties is attributed to higher shear strength of binder and adhesion between the layers after modification.

The results of conductivity measurements are presented in Table 2. Non-modified epoxy has very low electrical conductivity: less than 10^{-7} S/m. The addition of 0.1% of CNTs increases its conductivity to 0.012 S/m. Larger CNTs content results in nonlinear drastic rise of conductivity to 0.063 S/m for specimen CNT-3. The scatter for CNT-1 is about 6% while for CNT-2 – 27%. The results demonstrate the possibility of enhancing the conductivity of materials using CNTs: the dielectric epoxy after modification acquired conductive properties.

The in-plane conductivity of CFRP depends only on the surface fiber layer thus in-plane conductivity demonstrates slight increase with addition of CNTs however the CNT-0 specimen is conductive as well: 564 S/m. Quite identical results of out-of-plane through thickness and diagonal measurements along with null conductivity for CNT-0 are showing that the final electrical conductivity of hybrid CFRP in out-of-plane mode is dictated by epoxy matrix. Thus an addition of CNTs enhances conductivity in final hybrid CFRP even if it was zero. Table 4 shows electrical properties for modified and non-modified specimens measured in three directions.

Table 2 - Electrical conductivity of the specimens

Specimen	Electrical conductivity, S/m			
	epoxy specimen	CFRP in-plane surface	CFRP out-of-plane diagonal	CFRP out-of-plane thickness
CNT-0	$<10^{-7}$	564±319	$<10^{-5}$	$<10^{-5}$
CNT-1	0.012±0.0007 (±6%)	514±252	6.8±1.5	7±1.18
CNT-2	0.03±0.0083 (±27%)	702±228	16.1±1.5	16.3±1.02
CNT-3	0.063±0.0025 (±4%)	865±184	65.3±11.1	66.2±9.9

The investigation of CFRP modified by SWCNT was performed. The experiments were focused on the evaluation of electrical conductivity and mechanical properties. It has been shown that tensile properties are less affected by addition of SWCNT while flexural were improved. Addition of 0.3 wt.% SWCNTs results in improvement of flexural strength and modulus on 22% and 16% correspondingly. Electrical conductivity after the addition of SWCNT raised both for epoxy and CFRP. The effect of CNTs on CFRP conductivity is much higher for out-of-plane path provided by interlayer connections in epoxy binder while in-plane conductivity determined by carbon fibers and therefore it shows an ambiguous increase with large scatter. Addition 0.3 wt.% of SWCNT increases out-of-plane conductivity up to ~66 S/m while unmodified CFRP was dielectric. The proposed method for producing of hybrid composites has good potential and future research is to be linked to the development of reliable and inexpensive preparation and mixing technique and investigation of fatigue properties which are important for industrial application.

Acknowledgements

This work was performed with support of Fundamental Research Program III.23 of the State Academies of Sciences for 2013-2020 and RF President Council Grant for leading research schools NSh-5875.2018.8.

FABRICATION OF FINE-GRAINED 4 AT% Nd³⁺:YAG TRANSPARENT CERAMICS BY REACTIVE SPS*D.YU. KOSYANOV¹, A.A. VORNOVSKIKH¹, O.O. SHICHALIN^{1,2}, V.G. KURYAVYI²*¹Far Eastern Federal University²Institute of Chemistry, Far Eastern Branch RAS

E-mail: kosyanov.diu@dvfu.ru

Transparent ceramics of Y-Al garnet doped with rare earth elements (RE³⁺:YAG) is a prospective material for quantum electronics and laser engineering [1]. Coming from coarse-grained to fine-grained ceramics allows one to improve physico-mechanical properties (hardness, fracture viscosity, plasticity and etc.) of the materials significantly. Theoretical assessment of Nd³⁺:YAG ceramics properties by microstructural and optical modeling shows that transparency of ceramics increases at lower grain sizes [2].

Spark plasma sintering (SPS) belongs to prospective methods to obtain fine-grained YAG ceramics, and combines rapid heating of nanopowders to sintering temperature at a high speed (to 250°C/min) by short (order of ms) electric pulses with moderate pressure (<100 MPa). Such conditions favor grain-boundary and surface diffusion, i.e. densification dominates over grain growth. Short sintering cycle provides ceramics with submicro- and nano-grained structure with a density close to theoretical. Basic approach in this respect is consolidation of commercial single-phase RE³⁺:YAG nanopowders that have relatively low densification driving force and/or non-uniform mesostructure of green bodies due to agglomeration [3, 4].

We suggested a new approach to obtain fine-grained RE³⁺:YAG ceramics via reactive SPS of nanopowders in the Y₂O₃-RE₂O₃-Al₂O₃ oxide systems with controlled particle size distribution. This route allows implement simultaneously external pressure, particle surface curvature (nanopowders of different sizes) and chemical reactions (phase transformations according to the scheme «starting oxides→YAM→YAP→YAG») as driving forces of sintering to obtain uniform highly dense microstructure. Crystal lattice rearrangement during phase transitions activate diffusion-dislocation processes promoting effective densification of ceramics due to grain rotation and migration as a whole. This work is therefore devoted to study formation of structural-phase state and optical properties of fine-grained transparent Nd³⁺:YAG ceramics by the reactive SPS.

Commercial α-Al₂O₃ (d=0.15-0.3 μm); Y₂O₃ (d≈5 μm) and Nd₂O₃ (d=2-5 μm) powders were used as starting materials. Powders were weighted according to 4 at% Nd³⁺:YAG stoichiometric composition, mixed with ethanol and then milled with Al₂O₃ balls using a planetary mill. Then dried and sieved powder mixtures with bimodal particle size distribution and a ratio of average particle sizes D(Al₂O₃/RE₂O₃)≈2.5 were loaded into a graphite die. Sintering experiments were conducted in the temperature range of 1200-1500°C at the pressure 30 MPa. After sintering, the ceramics were annealed in air at 900°C for 1 hour to recover oxygen vacancies and completely remove residual stress. Finally, the samples were mirror polished on both surfaces with different grade of the diamond slurries. Microstructure, phase composition, optical and physico-mechanical properties of the obtained samples have been studied.

According HRSEM analysis, the mean grain size of Nd³⁺:YAG ceramics grows from 200 to 930 nm with sintering temperature increase from 1200 to 1500°C, while the grain size distribution becomes wider. Ceramics prepared at 1500°C contain relatively large grains with size above 1 μm. Single-phase Nd³⁺:YAG ceramics is produced in 5 min only in the temperature range of 1350-1500°C. Reactive sintering does not influence the phase transition sequence YAM→YAP→YAG but significantly increases transformation kinetics. During rapid sintering under pressure, short diffusion paths and developed system of diffusion channels along the grain boundaries increases nucleation of new phases, diffusion of structure-forming ions through the product layer and promotes YAM→YAP→YAG phase transformations. These allow reducing duration of sintering by 10-20 times as compared to conventional SPS approaches for YAG

transparent ceramics [4, 5]. Nd³⁺:YAG ceramics sintered at 1500°C were found to have traces of carbon that penetrated into the ceramics bulk by 200 μm from the surface. Lower temperatures makes carbon penetrate only into the subsurface of the ceramics. These traces provides oxygen vacancies according to the scheme $C + O_o^x \rightarrow V''_o + CO_{(g)}$. Thermal treatment in air and surface polishing allows minimizing negative aspects of carbon on the properties of optical Nd³⁺:YAG ceramics obtained by reactive SPS. Sintering at the temperatures of 1350-1500°C has practically no effect on ceramics' transmittance in the near IR spectral range ($T_{1064}=68\div 70\%$). Consequent annealing in oxygen atmosphere leads to increased transmittance of ceramics prepared at 1350°C. However, samples' transmittance obtained at higher temperatures is reduced significantly. This can be attributed to pore coalescence and formation of additional pores, local microcracks and grain-boundary defects when removing carbon traces.

4 at% Nd³⁺:YAG transparent ceramics prepared at optimal conditions ($T=1350^\circ\text{C}$, $t=5$ min, $P=30$ MPa) possesses a single-phase homogenous microstructure with average grain size of 520 nm, in-line optical transmittance coefficient of 70% in the visible wavelength range (for the sample of 1 mm thick), and microhardness of 13.7 GPa (Fig. 1).

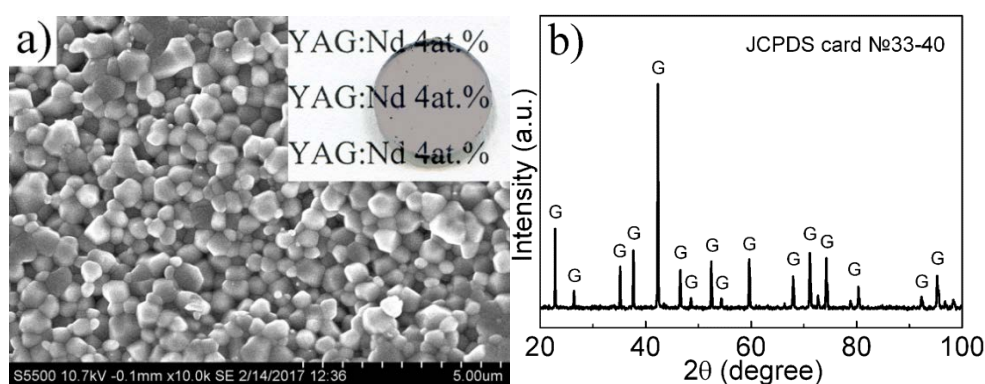


Figure 1 – a) HRSEM image of the fracture surface of 4 at% Nd³⁺:YAG ceramics prepared at optimal conditions, b) their XRD pattern (insert - photo of polished specimen after annealing).

Acknowledgements

The experimental investigation of the powder systems was supported by Russian Foundation for Basic Research (Project No. 18-29-11044/18). Structural phase state analysis of ceramic solid solutions was supported the Ministry of Education and Science of the Russian Federation within the framework of project part of the state task (Project No. 3.2168.2017/4.6).

References

1. A. Ikesue, Y.L. Aung. Ceramic laser materials // Nat. Photonics. – 2008. – № 2. – P. 721–727.
2. U. Aschauer, P. Bowen. Theoretical assessment of Nd:YAG ceramic laser performance by microstructural and optical modeling // J. Am. Ceram. Soc. – 2010. – V. 93. – № 3. – P. 814–820.
3. N. Frage, S. Kalabukhov, N. Sverdlov, et al. Effect of the spark plasma sintering (SPS) parameters and LiF doping on the mechanical properties and the transparency of polycrystalline Nd-YAG // Ceram. Int. – 2012. – V. 38. – № 7. – P. 5513–5519.
4. R. Marder, C. Estournès, G. Chevallier, et al. Spark and plasma in spark plasma sintering of rigid ceramic nanoparticles: A model system of YAG // J. Eur. Ceram. Soc. – 2015. – V. 35. – № 1. – P. 211–218.
5. N. Frage, S. Kalabukhov, N. Sverdlov, et al. Densification of transparent yttrium aluminum garnet (YAG) by SPS processing // J. Eur. Ceram. Soc. – 2010. – V. 30. – № 16. – P. 3331–3337.

ВЛИЯНИЕ ВРЕМЕНИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО НАВОДОРАЖИВАНИЯ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОРОШКОВОГО НИКЕЛИДА ТИТАНА

Е.В. АБДУЛЬМЕНОВА¹, О.Ю. ВАУЛИНА¹, С.Н. КУЛЬКОВ^{1,2}

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: eva5@tpu.ru

Никелид титана широко используется в химической промышленности, в технике благодаря уникальным свойствам памяти формы, сверхэластичности и хорошей коррозионной стойкости. Существует перспектива использования никелида титана как носитель водорода, однако взаимодействие водорода с этим интерметаллидом может сопровождаться водород-индуцированной аморфизацией, изменением типа мартенситного превращения, изменением параметров структуры и др. [1]. Существует много работ, посвящённых изучению подобных систем металл-водород [2, 3], однако механизм процесса наводороживания мало изучен, что затрудняет управление процессами адсорбции / десорбции водорода.

В работе изучено влияние времени наводороживания на фазовый состав порошкового никелида титана.

Изучен порошковый никелид титана марки ПН55Т45 производства АО «Полема» после механической активации в течение 10 с. Механическую активацию исходного порошка TiNi проводили в планетарной шаровой мельнице «АГО-2». Наводороживание проводили в электрохимической ячейке с графитовым анодом. Электролитом служил 20%-ый водный раствор NaCl с добавкой 1,5 г/л декстрина. Плотность катодного тока в течение всего эксперимента составляла от 40-70 мА/см². Морфология частиц и гранулометрический состав исследовался с помощью микроскопа TESCAN VEGA 3SBH и лазерного дифракционного анализатора размеров наночастиц SALD-7101 фирмы Shimadzu (Япония). Фазовый состав проводился с помощью дифрактометра с CuK_α излучением в режиме сканирования по точкам в интервале углов 10° - 130° с шагом 0.05°.

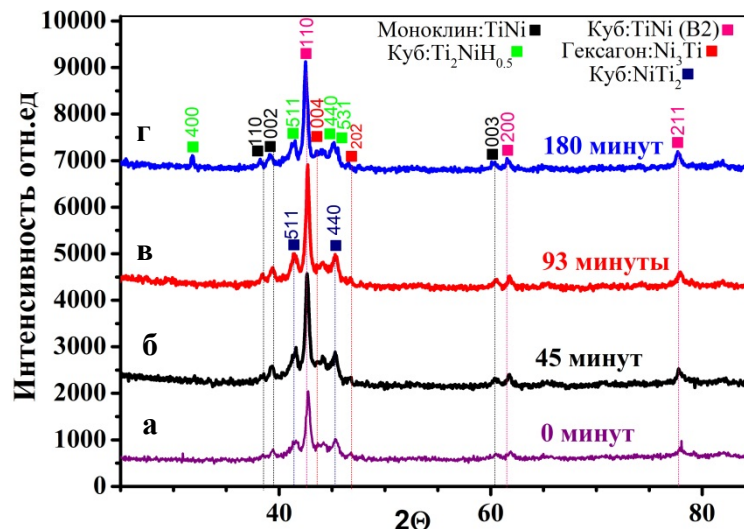


Рисунок 1 – Фрагмент рентгенограммы порошкового ПН55Т45 после механической активации в течение 10 с до наводороживания (а); после наводороживания: 45 (б), 93 (в), 180 минут (г)

После механической активации порошковый никелид титана состоит из смеси фаз, рисунок 1, – TiNi (B2) и NiTi₂ (кубическая сингония); TiNi (моноклинная сингония B19') и Ni₃Ti (гексагональная сингония). Дифрактограмма порошка до наводороживания

характеризуются широкими дифракционными профилями. Наводораживание порошка от 0 до 93 минут не изменило фазовый состав порошка, при этом профили дифракционных пиков, характеризующие кристаллические фазы, уширяются в среднем примерно в 2 раза по сравнению с исходным образцом.

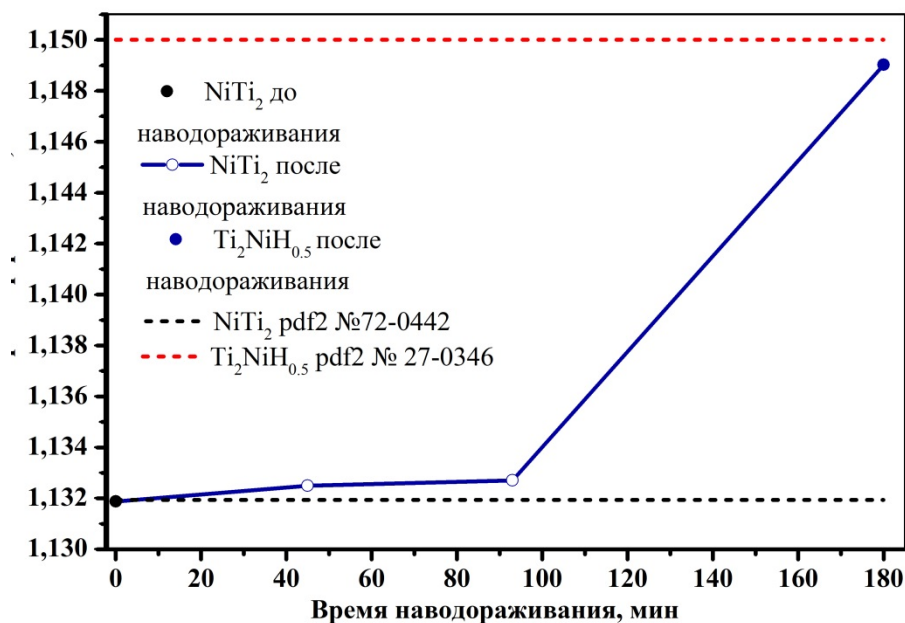


Рисунок 2 – Зависимость параметра решётки фазы NiTi_2 порошкового ПН55Т45 после механической активации 10 с от времени наводораживания. Пунктирами обозначены параметры решёток для фаз Ti_2Ni и $\text{Ti}_2\text{NiH}_{0.5}$ [из базы pdf2 №72-0442; 27-0346]

Параметры кристаллических решеток фаз кроме Ti_2Ni не изменяются. На рисунке 2 представлено изменение параметра его кристаллической решётки от времени наводораживания. Видно, что до 90 минут параметр решётки фазы Ti_2Ni не меняется и равен табличному значению [из базы pdf2 №72-0442]. При дальнейшем наводораживании параметр увеличивается и для 180 минут соответствует фазе $\text{Ti}_2\text{NiH}_{0.5}$. Это свидетельствует о том, что гидрирование происходит только на основе фазы Ti_2Ni . Из рисунка 2 также видно, что существует «мёртвое время наводораживания» примерно 90 мин, когда процесс гидрирования не протекает. Возможной причиной могут быть окисные пленки на поверхности никелида титана образовавшиеся в процессе механической активации, которые разрушаются в процессе электролитического наводораживания.

Список литературы

1. N.Y. Skryabina, D. Fruchartb, L. Cagnon, A.V. Shelyakov. Hydrogen induced structural phenomena in amorphous and crystalline shape memory alloys // Journal of Alloys and Compounds. – № 480. – 2009. – p. 91–93
2. Ильин А.А. Фазовые и структурные превращения в титановых сплавах, легированных водородом // Известия вузов. Цветная металлургия. 1987. № 1. – С. 96-101.
3. Ильин А.А. Некоторые аспекты взаимодействия водорода с металлическими материалами // Металлы. 1994. № 5. – С. 65-70.

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА ПОРИСТУЮ КЕРАМИКУ С РАЦИОНАЛЬНО ОРГАНИЗОВАННОЙ СТРУКТУРОЙ НА ОСНОВЕ ГИДРОКСИДА АЛЮМИНИЯ И ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

А.Д.АБДЫКЕРИМОВ^{1,2}, *Р.В.ЛЕВКОВ*^{1,2,3}

Научный руководитель: д.ф.-м.н., профессор Кульков С.Н.^{1,2,3}

¹ Томский государственный университет

²ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения РАН

³Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Email: method396@gmail.com

Композиционные системы на основе $\text{Al}(\text{OH})_3$ — ZrO_2 широко известны своими свойствами и качествами, прекрасно проявляющие себя в самых разных областях применения, но как и у любого материала его физико-химические характеристики в значительной мере зависят от исходных компонентов и способа их обработки.

Целью исследования является изучение влияния длительности механической активации порошковой шихты в широком интервале времени для получения оксидной пористой керамики с организованной структурой на основе гидроксида алюминия и диоксида циркония.

В ходе работы, порошки $\text{Al}(\text{OH})_3$ и ZrO_2 (MgO) подвергались высокоскоростному помолу на планетарной мельнице АГО-2 с частотой вращения в 50 гц с различной длительностью от 10 сек. до 10 мин. Результаты исследования показали, что максимальная удельная поверхность достигается у $\text{Al}(\text{OH})_3$ и равна $35.43 \text{ м}^2/\text{г}$ при 600 секундах механической активации. У ZrO_2 точка насыщения достигается быстрее и уже при 210 секундах механической активации удельная поверхность становится равной $21.06 \text{ м}^2/\text{г}$ и уменьшается при дальнейшем помолу, в связи с переизбытком поверхностной энергии и последующей агломерацией частиц.

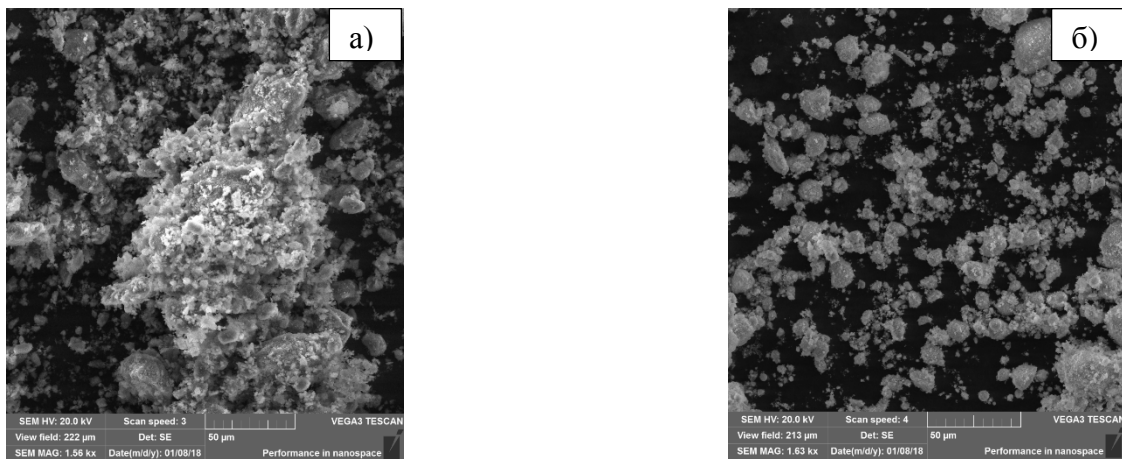


Рисунок 1 – снимки механически активированных образцов в точках насыщения: а) гидроксид алюминия при 600 сек; б) диоксид циркония при 210 сек.

Результаты подсчёта распределения частиц по размерам показали, что средний размер микроагрегатов $\text{Al}(\text{OH})_3$ исходного порошка достигает около 69.78 мкм, а у ZrO_2 до 13.3 мкм. Причем тенденция увеличения суммарной контактирующей поверхности порошков с уменьшением среднего размера их микроагрегатов наблюдается во всех образцах двух типов

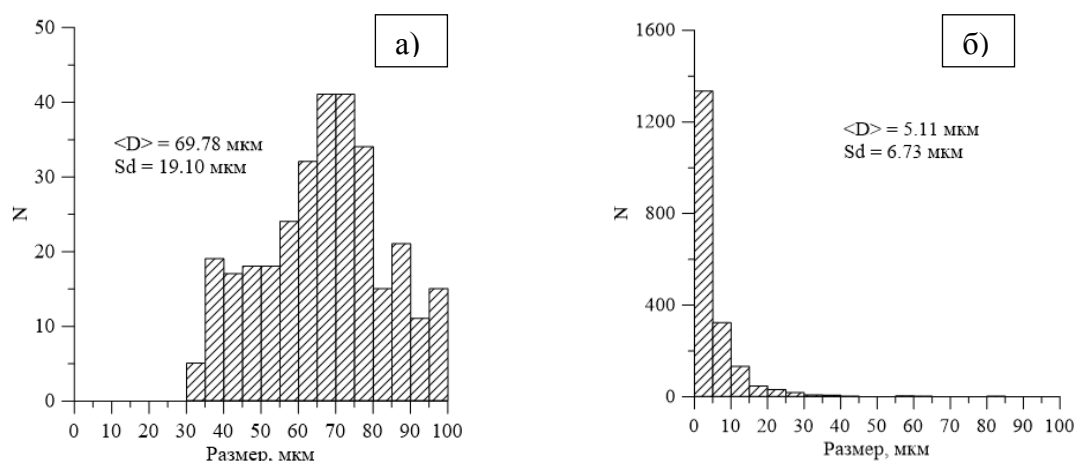


Рисунок 2 – гистограммы распределения частиц по размерам: а) Для исходного порошка гидроксида алюминия; б) для механически активированного порошка гидроксида алюминия после 240 сек. обработки в мельнице

Так после 240 секунд диспергации на планетарной мельнице значение среднего размера частиц у гидроксида алюминия с 69.78 мкм, уменьшается до 5.11 мкм, причем среднеквадратичное отклонение становится соизмеримо равным со средним значением их размеров.

В ходе исследования, экспериментально были получены графики зависимости и гистограммы распределения, по которым можно судить о поведении частиц в разных промежутках механической активации, которые дают представления о том каким будет конечное изделие в виде спечённой пористой керамики с рационально организованной структурой благодаря дальнейшим способам обработки порошковой шихты из смеси двух компонентов для понимания которой необходимо дальнейшее исследование, в частности: структурное исследование с помощью растровой электронной микроскопии, прессование и последующее спекание образцов с разным пропорциональным содержанием двух порошков в смеси для получения готовых керамических изделий и нахождения их зависимостей от методов обработки исходных материалов.

Список литературы

1. Беркман А.С. Пористая проницаемая керамика, Москва – 1959.
2. Третьяков Д. А., Жуков И. А., Буякова С. П. – Использование гидроксида алюминия и диоксида циркония для получения пористой керамики системы $ZrO_2-Al_2O_3$, Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск – 2012.
3. Пористая керамика, полученная из оксида и гидроксида алюминия [Электронный ресурс] / Р.В. Левков [и др.] // Ползуновский вестник. – 2015. – № 1. – С. 23-25. – Электрон. версия печат. публ. – Доступ из электрон.-библи. системы «Издательство Лань».
4. Жуков И.А., Буякова С.П., Кульков С.Н., Третьяков Д.А. - ПОРИСТАЯ КЕРАМИКА $ZrO_2 - Al_2O_3$, В сборнике: ВЫСОКИЕ ТЕХНОЛОГИИ В СОВРЕМЕННОЙ НАУКЕ И ТЕХНИКЕ Сборник научных трудов в 2-х томах. Национальный исследовательский Томский политехнический университет; Редакторы: Лопатин В.В., Яковлев А.Н.. 2013. С. 169-173.

СРАВНЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ВВЕДЕНИЯ УГЛЕРОДНЫХ ВОЛОКОН РАЗЛИЧНОЙ РАЗМЕРНОСТИ В ФОРМИРОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ СВОЙСТ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ СВМПЭ

С.В. ПАНИН^{1,2}, В.О. АЛЕКСЕНКО^{1,2}, Л.А. КОРНИЕНКО², Д.Г. БУСЛОВИЧ^{1,2}

¹Национальный Исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск

E-mail: vl.aleksenko@mail.ru

Антифрикционные полимерные композиционные материалы широко применяются в составе узлов трения и в качестве уплотнительных элементов в различных видах современной техники и медицине, определяя их надежность и долговечность. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен (УНМВРЕ) занимает особое место среди полимерных смол благодаря хорошим деформационно-прочностным показателям, низкому коэффициенту трения и высокой износостойкости, химической стойкости к агрессивным средам, широкому температурному интервалу формостабильности. Выбором наполнителей можно целенаправленно изменять функциональные свойства и расширять область использования УНМВРЕ в машиностроении, химических технологиях, сельском хозяйстве и других областях техники [1-3]. В частности, углеродные волокна позволяют одновременно обеспечить повышение прочностных характеристик, а также повышение износостойкости композитов в различных условиях трибонагружения [4,5].

В настоящей работе исследованы механические и триботехнические характеристики композитов на основе СВМПЭ, наполненного углеродными волокнами различной размерности (нано-, микро- и милли) в условиях различных нагрузок и скоростей скольжения (60 Н×0,3 м/с, 60 Н×0,5 м/с, 140 Н×0,3 м/с, 140 Н×0,5 м/с).

Использовали порошок СВМПЭ фирмы Ticona (GUR-2122) молекулярной массой 4,0 млн. и размером частиц $5 \div 15$ мкм, углеродные нановолокна «Таунит» ($\varnothing=60$ нм), короткие углеродные микроволокна средней длиной ~ 70 и 200 мкм ($\varnothing 7,5$ мкм) и длинные волокна ~ 2 мм. Механические характеристики определяли при разрывных испытаниях на электромеханической испытательной машине Instron 5582 при растяжении образцов в форме двойной лопатки (ГОСТ 11262-80). Испытания на износостойкость проводили на машине трения 2071 СМТ-1 по схеме «вал-колодка». Для исследования поверхностей испытанных образцов использовали оптический профилометр New View 6200 (Zygo). Надмолекулярную структуру композитов наблюдали с помощью растрового электронного микроскопа LEO EVO 50 (Carl Zeiss) при ускоряющем напряжении 20 кВ на поверхностях скола образцов с надрезом, механически разрушенных после выдержки в жидком азоте.

Показано, что прочностные характеристики (модуль упругости, предел текучести, твердость) возрастают при армировании СВМПЭ углеродными микро- и (милли)волоконными. Нановолокна в объеме 0,5 вес.% практически не изменяют прочностных свойств композита. Триботехнические характеристики (коэффициент трения, объемный износ) зависят от размера волокон и условий трибоиспытаний (нагрузка, скорость скольжения). При умеренных условиях трибонагружения (60 Н×0,3 м/с) наиболее эффективным наполнителем являются нановолокна, выполняющие роль твердой смазки (износостойкость повышается в 2,7 раза). В жестких условиях испытаний (140 Н×0,5 м/с) эффективными оказываются длинные углеродные волокна (2 мм), принимающие на себя действие сжимающей и сдвигающей нагрузки от контртела, защищая поверхность трибосоприжения от интенсивного изнашивания (износостойкость повышается вдвое). Обсуждаются механизмы изнашивания композитов на основе СВМПЭ с углеродными волокнами различной размерности.

Показано, что уровень упругого восстановления характеристик после трибоиспытаний композитов на основе СВМПЭ с углеродными волокнами может служить критерием выбора размера и содержания наполнителя, уровня нагрузок и скоростей при длительной эксплуатации изделий в трибоузлах.

Благодарности. Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.604.21.0154, идентификатор проекта RFMEFI60417X0154).

Список литературы

1. Zoo V.S., An J.-W., Lim D.-Ph., Lim D.-S. Effect of carbon nanotube addition on tribological behavior of UHMWPE // Tribology Letters. – 2004. – Vol. 16, N 4. – P. 305–309.
2. Z. Wei, Ya-Pu Zhao, S.L. Ruan, P. Gao. A study of the tribological behavior of carbon-nanotube-reinforced ultrahigh molecular weight polyethylene composites// Surface and Interface Analysis. – 2006. – Vol. 38. – P. 883 – 886.
3. Brian J. Briscoe, Sujeet K. Sinha. Tribological applications of polymers and composites: Past, present and future prospects, Elsevier, – 2008. – P. 1–14.
4. S.V. Panin, L.A. Kornienko, V.O. Alexenko, L.R. Ivanova, S.V. Shilko. Extrudable composites based on UHMWPE: Prospects of application in additive technologies// Nanoscience and Technology, 8, Issue 2, 2017. – P. 85–94.
5. S.V. Panin, L.A. Kornienko, V.O. Alexenko et. al. Comparison on efficiency of carbon nano- and microfibers in formation physical-mechanical and tribotechnical properties of polymer composites based on highmolecular weight matrix //Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol. – 2016. – Vol. 59. – N. 9. – P. 99–105 (in Russian).

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СОСТАВА СВЯЗУЮЩЕГО НА СТРУКТУРУ СПЕЧЕННОГО ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ЖЕЛЕЗА

А.И. АМАНОВ, Е.А. ДАРЕНСКАЯ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: darenskaya@tpu.ru

Связующее, входящее в состав фидстока, является важным элементом в процессе инъекционного формования. Оно должно придавать смеси (фидстоку) хорошую формуемость и легко удаляться при последующей обработке [1-4].

Цель работы: Исследование влияния состава связующего на свойства спеченного технического железа.

В работе исследованы три цилиндрических образца, полученных методом порошковой металлургии из смеси порошка карбонильного железа и двухкомпонентного связующего, состав которого представлен в таблице 1.

Таблица 1 – Состав связующих

Номер связующего	Содержание, % масс.	
	Полипропилен	Парафиновый воск
1	20	75
2	25	65
3	35	35

Прессование формовок проводили на разрывной машине Р-20. Режим формования образцов: температура нагрева пресс-формы 110 °С и нагрузка 1 т. Спекали формовки в камерной вакуумной электропечи типа СВНЗ при температуре 1300 °С в течение 2 часов.

Металлографический анализ структуры образцов на подготовленных шлифах проведен на металлографическом микроскопу ЛабоМет-И с системой визуализации. Определение пористости образцов проводили с помощью программы «Анализатора

фрагментов микроструктуры твердых тел «SIAMS 700™». Для измерения микротвердости использовали микротвердомер ПМТ-3, нагрузка 50 г.

Использование разного по составу связующего при формовании образцов позволило получить спеченные образцы технически чистого железа с разной пористостью: образец № 1 (содержание полипропилена в связующем 20 %) имеет пористость 39 %, образец № 2 (содержание полипропилена в связующем 25 %) – 20 %, образец № 3 (содержание полипропилена в связующем 35 %) – 11 %.

У всех спеченных образцов наблюдается структура с крупными ферритными зернами и тонкими границами зерен, что указывает на отсутствие примесей или их очень малое количество, рисунок 1.

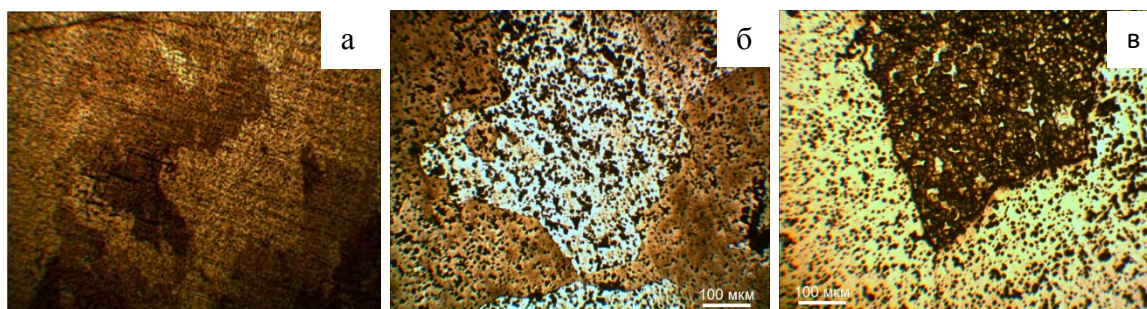


Рисунок 1– Микроструктура спеченных образцов:

- а) образец № 1 (содержание полипропилена в связующем 20 %);
- б) образец № 2 (содержание полипропилена в связующем 25 %);
- в) образец № 3 (содержание полипропилена в связующем 35 %)

Значения микротвердости образцов находятся в пределах 430-485 МПа, однако наибольшую микротвердость имеет образец № 3.

В результате исследования установлено, что при данном режиме формования состав связующего практически не влияет на микроструктуру образцов, но влияет на свойства: с увеличением количества полипропилена пористость уменьшается, а микротвердость – увеличивается. Оптимальным связующим для получения формовок и дальнейшего изготовления из них деталей является связующее с 35 % полипропилена и 65 % парафинового воска.

Список литературы

1. Сосновская А.А., Воробьев А.О., Даренская Е.А. Исследование влияния состава связующего «парафиновый воск-полипропилен» на структуру и свойства спеченных изделий // Современные технологии и материалы новых поколений: сборник трудов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи, г. Томск, 9-13 октября 2017 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2017. – С. 246-247.
2. Darenskaya E.A. et al. Influence of binding composition on the structure and properties of steel work-pieces obtained by injection moulding // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2017. – Vol. 175.
3. Myachin Yu.V. et al. Structure and properties of steel produced by metal injection molding // Inorganic Materials: Applied Research. – 2017. – Vol. 8, iss. 2. – P. 331–334.
4. Сосновская А.А., Воробьев А.О., Даренская Е.А. Исследование смачивающей способности связующего для изготовления фидстоков // Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении: сборник трудов Международной конференции, г. Томск, 9-11 июня 2016 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2016. – С. 93-96.

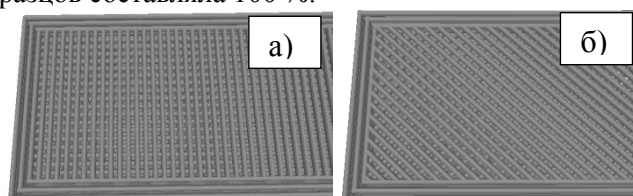
ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ПЛА ДЛЯ 3Д ПЕЧАТИ*Е.Т. АМИТОВ, Е.А.МИКУТСКИЙ*

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: Mikuta638@gmail.com

Введение. Одной из основных проблем аддитивных технологий является разработка и изготовление новых полимерных композиционных материалов (КПМ) с заданными свойствами, пригодных для переработки методом 3Д-печати. Применение КПМ позволяет существенно расширить номенклатуру композиций, пригодных для 3Д-печати, и изготавливать мелкие серии изделий с потребительскими свойствами, отличающимися от свойств базовых полимеров [1]. При этом изготавливаемые изделия должны обладать высокой механической прочностью и сохранять целостность в процессе эксплуатации. В работе в качестве полимерной матрицы был выбран биоразлагаемый полилактид (ПЛА), который является экологически чистым возобновляемым полимером. В качестве наполнителей были применены порошки бронзы (Бр), меди (Cu), древесная мука (Дрм). Приведены результаты сравнительных механических испытаний на растяжение наполненных композиций на основе ПЛА, изготовленных методом горячего прессования и трехмерной печати.

Методика эксперимента. Определение физико-механических свойств композиционных материалов при растяжении производилось в соответствии с ГОСТ 11262-80 (ИСО R527) с помощью универсальной разрывной машины Instron 3345. Образцы для испытаний изготавливались методом горячего прессования и послойного наложения (так называемый метод fused deposition modeling (FDM)). Технология FDM имеет специфическую последовательность операций при печати. Вначале создается контурный слой изделия (каркас), а затем контур заполняется при последовательном наложении слоев расплавленного филамента под определенным углом. В данной работе были использованы следующие комбинации углов наложения: $0/90^\circ$ и $45^\circ/45^\circ$, рисунок 1. Степень заполнения при изготовлении образцов составляла 100 %.

Рисунок 1 – FDM печать: а) $0/90^\circ$; б) $45^\circ/45^\circ$

Экспериментальные результаты и их обсуждение. Значения предела прочности и относительного удлинения при растяжении для образцов из композиций ПЛА/Бр, изготовленных способом горячего прессования при различном содержании бронзы, приведены на рисунке 2 (а.б). Видно, что σ_p уменьшается с увеличением содержания порошка бронзы по сравнению с ненаполненным ПЛА, и достигает значения 77,4 МПа при 30 вес.%, при этом композиции становятся более жесткими. Относительное удлинение для композиций ПЛА/Бр уменьшается с увеличением содержания бронзы. Это может быть обусловлено тем, что частицы наполнителя играют роль своеобразных концентраторов локальной напряженности и препятствуют свободному движению полимерных цепей [1,2]. На рисунке 2 (в) виден существенный рост значений модуля Юнга с увеличением концентрации бронзы. В то же время композиции ПЛА/30 вес.% Cu и ПЛА/30 вес.% Бр обладают сравнимыми значениями модуля Юнга (1,88 ГПа и 1,86 ГПа). Композиция ПЛА/10 вес.% Дрм имеет достаточно высокое значение E_c (1,962 ГПа). Это может быть обусловлено тем, что частицы древесной муки играют роль своеобразных армирующих элементов конструкции за счет высокого соотношения длина/диаметр.

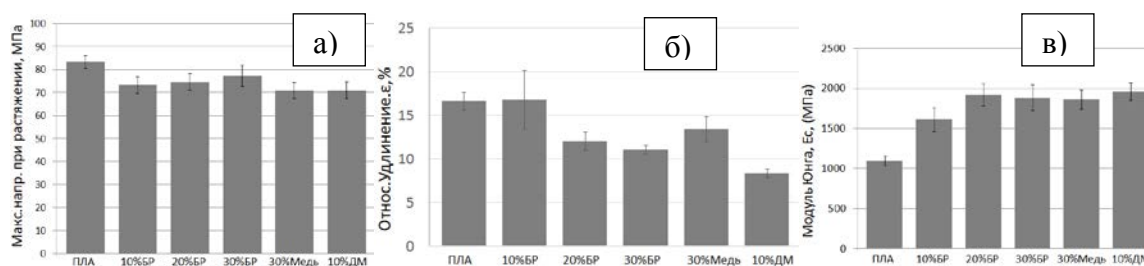


Рисунок 2 – Значения измерений при растяжении образцов, изготовленных методом горячего прессования: а) предел прочности; б) относительное удлинение; в) модуль Юнга E_c

Значения предела прочности, относительного удлинения и модуля Юнга для образцов, изготовленных методом FDM, приведены на рисунке 3 (а.б.в). Видно, что схема наложения слоев филамента $0/90^\circ$ и $45^\circ/45^\circ$ слабо влияет на σ_p , ϵ и E_c из-за наличия контурного слоя [3,4]. Однако тенденции, обнаруженные для образцов, изготовленных методом горячего прессования, сохраняются и в этом случае: при наполнении ПЛА, значения σ_p и ϵ имеют тенденцию к снижению, в то время как значения E_c увеличиваются по сравнению с ненаполненным ПЛА. Все образцы, изготовленные методом горячего прессования, обладают более высокими значениями σ_p , ϵ и E_c по сравнению с образцами, изготовленными методом FDM.

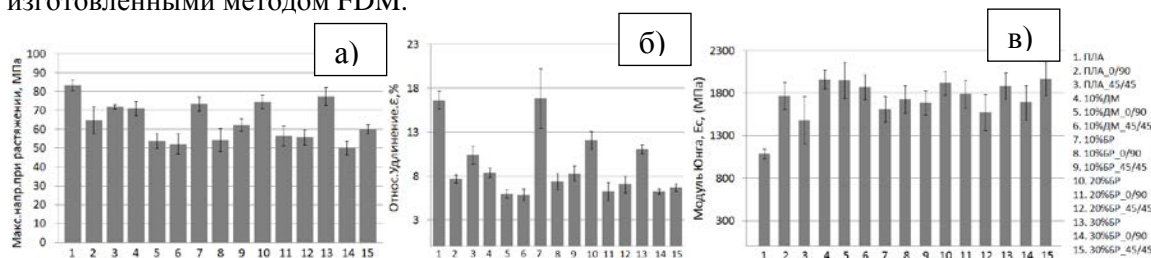


Рисунок 3 – Значения измерений при растяжении образцов, изготовленных методом FDM: а) предел прочности; б) относительное удлинение; в) модуль Юнга E_c

Заключение. Проведенные исследования показали, что все разработанные КИМ на основе ПЛА обладают достаточно высокими значениями прочности на разрыв. Для всех композиций предел прочности и относительное удлинение при растяжении уменьшаются с ростом концентрации наполнителя, а значения модуля Юнга растут по сравнению с ненаполненным ПЛА.

Угол наложения филамента при 3Д-печати ($0/90^\circ$ и $45^\circ/45^\circ$) практически не оказывает влияния на значения σ_p , ϵ и E_c за счет наличия контурного слоя.

Значения σ_p для образцов, изготовленных методом горячего прессования, увеличиваются приблизительно на 25-50 % по сравнению с образцами, изготовленными методом FDM.

Список литературы

1. Pilla S., Gong S., O'Neill E., Rowell R.M., Krzysik A.M. Polylactide-pine wood flour composites, Polym. Eng. Sci., 2008, Vol. 48, pp. 578–587.
2. Kuentz L., Salem A., Singh M., Halbig M. C., Salem, J. A. Additive manufacturing and characterization of polylactic acid (PLA) composites containing metal reinforcements, Intern. Conf. Adv. Ceramics and Compos. – 2016, 24-29 Jan.
3. Letcher T., Waytashek M. Material property testing of 3D-printed specimen in PLA on an entry-level 3D printed, In: Proc. ASME, 2014 Intern. Mech. Eng. Congress and Exposition (IMECE2014), Monreal, 2014.
4. Song Y., Li Y., Song W., Yee K., Lee K.-Y., Tagarielli V.L. Measurements of the mechanical response of unidirectional 3D-printed PLA, Mater. Design, 2017, Vol. 123, pp. 154–164.

ТЕРМОСТОЙКИЕ ПОЛИЭФИРКЕТОНЫ

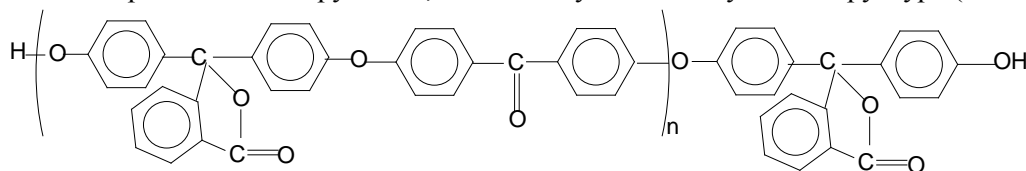
Д.М. ШАХМУРАДОВА, Р.Ч. БАЖЕВА, З.И. ИНАРКИЕВА, Л.Х. АФАШАГОВА

ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова»

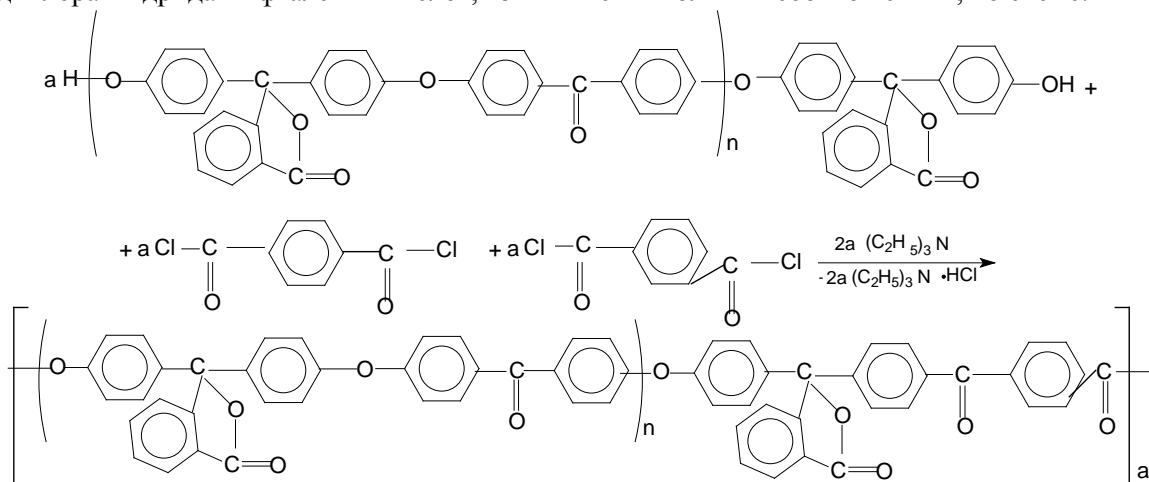
E-mail: r.bazheva@mail.ru

Полиэфиркетоны (ПЭК) являются конструкционными термопластами специального назначения и относятся к материалам для высоких технологий. Они известны своими уникальными физико-механическими характеристиками, термо-, теплостойкостью, хорошими электрофизическими свойствами, способностью выдерживать высокие механические нагрузки в широком интервале температур (от минусовых до повышенных), минимальным дымообразованием при горении, высокими диэлектрическими свойствами, хорошей износостойкостью и стойкостью к гидролизу. По этим показателям они значительно превосходят многие другие термопласты [1-3]. Учитывая ценные свойства данного класса полимеров, актуальна задача совершенствования способов синтеза и регулирования свойств этих полимеров.

Процесс синтеза ПЭК проводили в две стадии. Такой выбор метода позволяет варьировать структуру, а, следовательно, и свойства полиэфиркетонов. На первой стадии получали олигокетоны на основе фенолфталеина различной степени конденсации с концевыми гидроксильными группами, соответствующие следующей структуре ($n=1-20$):



На второй стадии проводили конденсацию полученных олигокетонов с дихлорангидридами фталевых кислот, взятых в эквимольных соотношениях, по схеме:



Синтез ПЭК проводили методом акцепторно-каталитической поликонденсации в среде 1,2-дихлорэтана. В качестве акцептора-катализатора использовали двойной избыток триэтиламина по отношению к олигокетонам. В зависимости от степени поликонденсации олигокетона, макромолекулы ПЭК насыщены либо простыми, либо сложноэфирными связями. Полимеры получают с количественным выходом и высокими значениями приведенной вязкости. Состав и строение ПЭК изучены методами ИК-спектроскопии, рентгеноструктурного анализа, дифференциальной сканирующей калориметрии, термогравиметрического анализа.

Некоторые свойства синтезированных полиэфиркетонов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Свойства полиэфиркетонов

Исходный олигомер	$\eta_{пр.}$, дл/г	T_c, K	$T_{тек.}, K$	$\sigma_p, %$	$\epsilon_p, %$	Потеря массы (воздух), %			ϵ'
						2	10	50	
ОК-1Ф	2,5	448	568	80,1	19,9	678	780	663	3,43
ОК-5Ф	1,8	453	578	82,4	18,0	680	780	863	3,40
ОК-10Ф	1,4	468	590	84,4	16,0	682	785	863	3,25
ОК-20Ф	1,2	473	603	90,0	10,3	690	790	860	3,06

где ОК-1Ф, ОК-10Ф, ОК-20Ф - олигокетоны на основе фенолфталеина со степенями конденсации $n=1, 5, 10$ и 20 соответственно.

Исследование термомеханических свойств полиэфиркетонов показало, что в ряду полимеров с ростом степени конденсации исходных олигокетонов наблюдается заметное повышение температур стеклования и текучести. Введение в качестве мостиковой группы объемных кардовых группировок в структуру ПЭК, как и следовало ожидать, повышает T_c и $T_{тек}$ полиэфиркетонов.

Сравнение прочностных свойств ПЭК показывает, что в рядах ПЭК с ростом длины исходных ОК наблюдается некоторое повышение разрывной прочности.

Полученные результаты по термостойкости показывают, что полиэфиркетоны характеризуются высокими показателями термостойкости в атмосфере воздуха. Для всех образцов полимеров начало деструктивного процесса начинается при $670 K$ и выше.

Полиэфиркетоны проявляют хорошую стойкость в разбавленных растворах серной кислоты, а также в концентрированной соляной кислоте. Они легко растворяются как в концентрированной, так и в разбавленной щелочи, что связано с содержанием в цепи ПЭК химически нестойких сложноэфирных связей. Этому свидетельствует факт, что ПЭК на основе коротких ОК и насыщенные такими связями быстрее деструктируются, чем ПЭК на основе ОК с большей степенью конденсации. В 10%-ной серной кислоте за набуханием следует стабилизация массы, что свидетельствует об отсутствии растворимости, а тем более деструктивных процессов. В 30%-ной серной кислоте за набуханием у ПЭК на основе коротких ОК наблюдается некоторая потеря массы образца.

Изучение диэлектрических свойств ПЭК показывало, что значения диэлектрической проницаемости в рядах с ростом длины исходных ОК несколько падает (с $3,43$ до $3,06$), что можно объяснить структурой ПЭК и повышением степеней кристалличности для ПЭК с наиболее длинных ОК.

По огнестойкости, синтезированные полиэфиркетоны существенно не отличаются и значения кислородного индекса этих полиэфиров лежат в интервале $30,5-32,5\%$, что дает возможность утверждать, что данные ПЭК в атмосфере воздуха не будут гореть.

Исследования показали, что полиэфиркетоны на основе фенолфталеиновых олигокетонов и смеси дихлорангидридов изо- и терефталевой кислот, могут найти широкое применение в качестве тепло-, термо- и хемостойких полимерных материалов конструкционного назначения.

Список литературы

1. Хараев А.М., Бажева Р.Ч., Лукожев Р.В., Инаркиева З.И., Барокова Е.Б. Синтез и свойства полиариленэфиркетонов на основе некоторых производных хлораля// Пластические массы. – 2014. - № 5-6. – С. 24-28.
2. Kharaev A.M., Shaov A.Kh., Bazheva R.Ch. The synthesis and stabilization of polymers. Saarbrücken, 2013. - 300 с.
3. Kharayev A.M., Mikitaev A.K., Bazheva R.C., Zaikov G.E. The synthesis and properties of unsaturated halogen-containing poly (arylene ether ketone)s: Monomers, oligomers, polymers, composites and nanocomposites research. – US. - 2009. - С. 103-114.

ТЕПЛОСТОЙКИЕ СОПОЛИЭФИРКАРБОНАТЫ

Д.Х. АФАШАГОВА, Д.М. ШАХМУРАДОВА, Р.Ч. БАЖЕВА, А.М. ХАРАЕВ

ФГБОУ ВО «Кабардино-Балкарский государственный университет им. Х.М. Бербекова»

E-mail: r.bazheva@mail.ru

Повышенные требования по огнестойкости в настоящее время являются обязательными при применении полимерных материалов в строительстве, в авиа- и машиностроении, электротехнике и других областях промышленности. Поэтому, снижение воспламеняемости и горючести полимеров, создание пожаробезопасных материалов остается актуальной проблемой, требующей постоянного внимания и неотложного решения. Одним из путей снижения горючести полимеров является введение в макромолекулу полимеров атомов галогена. Известно, что присутствие атомов хлора и, особенно, брома в полимере эффективно содействует уменьшению горючести. Пониженная горючесть полимеров со связями С–Br, С–Cl обусловлена процессами, ингибирующими в поверхностной и предпламенной зонах воспламенение и развитие горения из-за выделения большого объема негорючих газообразных продуктов.

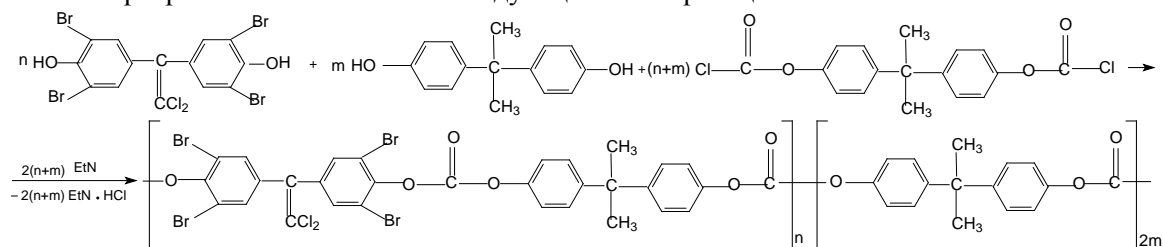
Поликарбонат на основе бисфенола 4,4'-диоксифенилпропана (ПК) относится к числу наиболее применяемых конструкционных термопластов с уникальным сочетанием потребительских свойств. Несмотря на ряд уникальных свойств, поликарбонат на основе бисфенола А имеет ряд недостатков, в частности высокие внутренние напряжения в изделиях, медленно идущие релаксационные процессы, высокая вязкость расплава, а, следовательно, трудность переработки, низкая стойкость к средам основного характера, невысокая огнестойкость.

Поставленная задача решалась введением в макромолекулу ПК фрагментов, содержащих атомы галогена, в частности, дихлорэтиленовые >CCl₂-связи, а также атомы Br, непосредственно связанные с бензольным кольцом. Имеются многочисленные сведения, что полисульфоны, полиарилаты, полиэфиркетоны, содержащие > CCl₂-связи обладают высокими тепло-, термо- и огнестойкостью [1-5].

Исходный мономер 1,1-дихлор-2,2-ди(3,5-дибром-4-оксифенил)этилен (ТБС-2) синтезировали из фенола и хлораля.

Синтез сополиэфиркарбонатов на основе смеси бисфенолов 4,4'-диоксифенилпропана и 1,1-дихлор-2,2-ди(3,5-дибром-4-оксифенил)этилена проводили методом акцепторно-каталитической поликонденсации в среде 1,2-дихлорэтана в присутствии катализатора реакции и акцептора HCl триэтиламина, используя найденные оптимальные условия: концентрация смеси бисфенолов в растворе составляет 0,4-0,5 моль/л, соотношение смеси бисфенолов: ТЭА составляет 4:1 (2 моля ТЭА на 1 моль каждого бисфенола, температура реакции равна 20 - 25 °С, необходимое время реакции 40-60 минут.

В качестве осадителей рекомендуется использовать пропанол-2, петролейный эфир, гептан, ацетон, горячая вода. В качестве растворителя также можно использовать метилхлорид, хлороформ. Варьируя соотношения исходных бисфенолов получены сополимеры различного состава по следующей схеме реакции:



На спектрах сополикарбонатов обнаружены характерные полосы поглощения, соответствующие валентным колебаниям: С=О-группе 1705-1660 см⁻¹; изопропилиденовой

группе ($-\text{CH}_3$) в области $2960\text{--}2980\text{ см}^{-1}$; связям $\text{C}_{\text{аром}}\text{--H}$ в области $\approx 3030\text{ см}^{-1}$; бензольного кольца в области $1600\text{--}1575$, $1590\text{--}1575$, $1525\text{--}1475$, $1465\text{--}1440\text{ см}^{-1}$; деформационным колебаниям связи $\text{C}_{\text{аром}}\text{--H}$ в области $900\text{--}690\text{ см}^{-1}$; группе $>\text{C}=\text{CCl}_2$ (980 см^{-1}), C--Br ($500\text{--}600\text{ см}^{-1}$).

Полученные полимеры хорошо растворимы во многих органических растворителях, таких как хлороформ, дихлорэтан, тетрахлорэтан, тетрагидрофуран и др. Температуры стеклования сополимеров, найденные методом дифференциальной сканирующей калориметрии, зависят от количественного соотношения исходных мономеров и находятся в интервале температур $148\text{--}208\text{ }^\circ\text{C}$. Термостойкость сополимеров также зависит от соотношения мономеров: потеря массы для данных сополимеров лежит в области $380\text{--}400\text{ }^\circ\text{C}$, что на $60\text{--}80\text{ }^\circ\text{C}$ выше, чем у ПК.

По деформационно-прочностным характеристикам синтезированные сополиэфиркарбонаты также превосходят ПК. Так сополимер на основе эквимольной смеси исходных мономеров имеет прочность на разрыв 90 МПа , тогда как ПК 56 МПа . Значения кислородного индекса повышается с $25,5\%$ для ПК до $56,5$ и зависит от содержания остатков $1,1\text{-дихлор-}2,2\text{-ди(}3,5\text{-дибром-}4\text{-оксифенил)этилена}$ в макроцепи, рисунок 1.

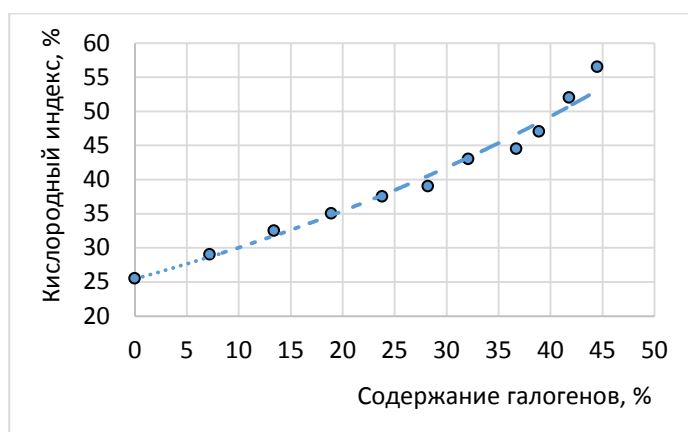


Рисунок 1 – Зависимость кислородного индекса от общего содержания атомов галогена (хлора и брома) в сополиэфиркарбонатах

Таким образом, показана эффективность использования $1,1\text{-дихлор-}2,2\text{-ди(}3,5\text{-дибром-}4\text{-оксифенил)этилена}$ в качестве мономера при синтезе ароматических полиэфиров. Комплекс физико-механических свойств, а также хорошая растворимость во многих органических растворителях позволяет рекомендовать синтезированные сополимеры в качестве тепло-, термо- и огнестойких конструкционных и пленочных материалов.

Список литературы

1. Хараев А.М., Бажева Р.Ч., Чайка А.А., Барокова Е.Б. Химическая модификация поликарбоната (обзор) // Пластические массы. – 2006. - № 9. – С. 25-30.
2. Хараев А.М., Бажева Р.Ч., Лукожев Р.В., Инаркиева З.И., Барокова Е.Б. Синтез и свойства полиариленэфиркетонов на основе некоторых производных хлоралля// Пластические массы. – 2014. - № 5-6. – С. 24-28.
3. Kharaev A.M., Shaov A.Kh., Bazheva R.Ch. The synthesis and stabilization of polymers. Saarbrücken, 2013. - 300 с.
4. Бажева Р.Ч., Хараев А.М., Бажев А.З., Инаркиева З.И., Бесланеева З.Л. Огнестойкие сополикарбонаты //Пластические массы. - 2016. - № 5-6. - С. 26-30.
5. Хараев А.М., Бажева Р.Ч., Чайка А.А. Композиционные материалы на основе поликарбоната (обзор) // Пластические массы. – 2006. - № 8. – С. 26-31.

ИССЛЕДОВАНИЕ НОВЫХ МЕТОДОВ ОБРАБОТКИ ЛИСТОВОГО ПРОКАТА ИЗ ЛЕГКИХ СПЛАВОВ С ЦЕЛЬЮ ПОВЫШЕНИЯ ИХ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

Л.Р. АХМЕТШИН, Е.Н. МОСКВИЧЕВ

Национальный исследовательский Томский государственный университет (ТГУ)

E-mail: this_is_patrik@mail.ru

Повышение прочностных характеристик и надежности элементов конструкции с давних времен ведет к развитию методов обработки легких конструкционных сплавов с целью повышения их прочностных свойств. Наиболее эффективным и популярным путем получения высоких прочностных свойств является использование методов интенсивной пластической деформации (ИПД), в основе которых лежит использование больших степеней деформаций. Среди методов ИПД широко используются кручение под высоким давлением, всесторонняя ковка, равноканальное угловое прессование (РКУП), винтовая экструзия [1], прессование рифлением (ПР) [2].

Обработка листового проката методами ПР зарекомендовала себя как перспективный подход для изменения внутренней структуры материалов и изменения их физико-механических свойств. Классическая оснастка для реализации ПР представлена в виде пресс-формы с зубьями трапецеидального профиля. Суть метода заключается в попеременном рифлении и выпрямлении образцов, рисунок 1.

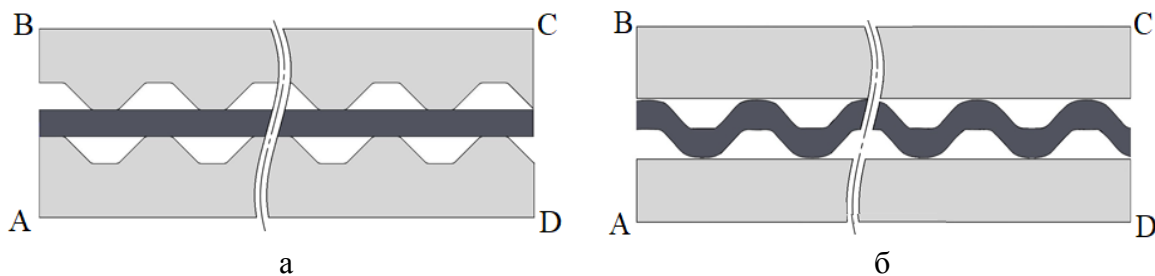


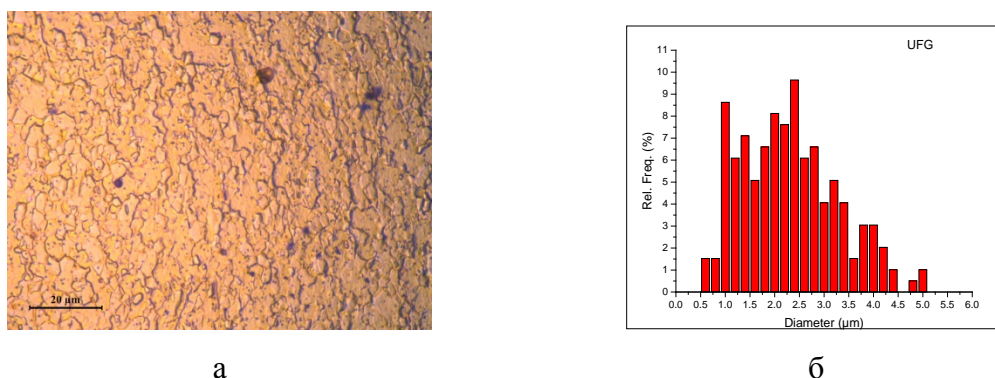
Рисунок 1 – Схема ПР: а) рифление, б) выпрямление

Исследование проводилось для листового проката из конструкционного магниевого сплава Ма8, который активно используется для штамповок образцов со сложной геометрией, а также в сварных конструкциях. Определение напряженно-деформированного состояния плоских заготовок из исследуемого сплава при обработке прессованием рифлением проводили методами численного моделирования. Для решения системы уравнений механики сплошной среды применяли метод конечных элементов в лагранжевом подходе для плоско-деформированного состояния. Использовано определяющее уравнение, учитывающее упругопластическое поведение материала, основанного на билинейной аппроксимации экспериментальной кривой деформирования исследуемого сплава. Билинейная аппроксимация заключается в замене нелинейной упругопластической задачи двумя линейными упругими задачами. Данный подход является частным случаем метода упругих решений А.А. Ильюшина.

Численное моделирование проводилось для полуцикла обработки, заключающемся в одном прессовании рифлением и одном прессовании выпрямлением. За один этап прессования сдвиговые деформации в образце реализуются неравномерно. Накопление эффективной пластической деформации происходит в области сдвига. Установлено, что при рифлении в недеформированных местах толщина пластины остается неизменной, а в местах, где локализуются большие пластические деформации, она может уменьшаться вплоть до половины начальной толщины. Данное сужение характеризуется тем, что в этой

области происходит процесс растяжения. При выпрямлении образца происходит перераспределение материала.

После четырех циклов ПР в исследуемом сплаве предполагается равномерное распределение деформаций. Большие степени деформации должны явиться причиной измельчения внутренней структуры материала [3]. При натурном испытании происходит измельчение зерен. Увеличение числа циклов прессования ведет к пропорциональному увеличению степени накопленной деформации, что в свою очередь ведет к разной форме измельчения зерна. На практике получена ультрамелкозернистая структура (УМЗ), состоящая преимущественно из зерен с размерами от 1 до 4 нм, рисунок 2.



а
б
Рисунок 2 – Бимодальная структура сплава

Выявлен значительный вклад ИПД в изменение физико-механических свойств исследуемого сплава при использовании метода ПР. После четырехпроходной обработки сплава ПР физико-механические параметры возросли. Значение предела пропорциональности материала изменялось при достижении определенного размера зерна, при бимодальном распределении зерна увеличился в ~ 1.4 раза, а при УМЗ структуре в ~ 1.9 раза. Также увеличилось значение временного сопротивления разрушению, в ~ 1.3 раза для бимодальной и УМЗ структуры. Значение деформации до разрушения возросли в ~ 2 раза как для бимодальной, так и УМЗ структуры.

В ходе работы был проведен анализ образцов после ПР и была предложена альтернатива классической пресс-форме. Новая пресс-форма имеет зубья в виде полуцилиндров. Сглаженный профиль зубьев должен исключать появление поперечных канавок, и уменьшать риск образования трещин.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №16-19-10264).

Список литературы

1. Маркушев М.В. К вопросу об эффективности некоторых методов интенсивной пластической деформации, предназначенных для получения объемных наноструктурных материалов // Письма о материалах. – 2011. – Т.1, №1. – С. 36-42.
2. Козулин А.А., Красновейкин В.А., Скрипняк В.В., Хандаев Б.В., Ли Ю.В. Механические свойства алюминий магниевых сплавов после интенсивной пластической деформации // Современные проблемы науки и образования. 2013. № 6. – С. 888.
3. Козулин А.А., Скрипняк В.А., Красновейкин В.А., Скрипняк В.В., Каравацкий А.К. Исследование физико-механических свойств ультрамелкозернистых магниевых сплавов после интенсивной пластической деформации // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57, № 9. – С. 98-104.

ВЛИЯНИЕ ИСХОДНОГО РАЗМЕРА ЧАСТИЦ ПОРОШКА В₄С НА СТРУКТУРУ ГОРЯЧЕПРЕССОВАННОГО МАТЕРИАЛА

¹В.А. БЕЗРУКОВА, ¹Е.Е. КОРНИЕНКО, ¹В.А. КУЗНЕЦОВ, ²А.А. ФИЛИППОВ

¹Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск, Россия

²Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича Сибирского отделения Российской академии наук, Новосибирск, Россия

E-mail: vikabezrukova1995@mail.ru

Карбид бора (В₄С) – один из перспективных керамических материалов, который нашел широкое применение в промышленности [1]. Он отличается высокой твердостью и низкой плотностью, а также высокой температурой плавления. Благодаря своим уникальным свойствам карбид бора применяют для производства следующих изделий: бронепластин (высокая твердость и низкая плотность), огнеупорных материалов (высокая температура плавления), изнашиваемых материалов, например, режущего инструмента и других трибологических применений (сопротивление абразивному износу), стержней автоматического регулирования ядерных реакторов (высокое сечение поглощения нейтронов) [1-4]. Традиционной технологией формирования изделий из карбида бора является горячее прессование [1]. Известно, что основными факторами, влияющими на спекаемость порошков, являются размер исходных частиц порошка, чистота порошка и наличие специальных добавок [2-3]. Целью настоящей работы является исследование влияния исходного размера частиц порошка карбида бора на структуру горячепрессованного материала.

Материалы и методы исследования

В качестве материала для прессования использовали порошок карбида бора (В₄С) производства Запорожского абразивного комбината различной дисперсности 60±2 мкм (F220), 29,2±1,5 мкм (F320), 17,3±1 мкм (F400).

В качестве оборудования для спекания порошков был использован автоматизированный лабораторный горячий пресс производства КТИ ИП СО РАН. Получали цилиндрические образцы массой 2 г и диаметром 16 мм при температуре 1950 К и усилении 5000 Н.

Исследования структуры образцов проводились на растровом электронном микроскопе CarlZeiss EVOMA 15 на микрошлифах, приготовленных по стандартной методике. Фазовый состав порошка и образцов был изучен с использованием рентгеновского дифрактометра ARL X'TRA в CuK α -излучении. Дифрактограммы регистрировали в режиме времени t=3 с шагом $\Delta 2\theta = 0,05^\circ$. Образцы для рентгенофазового анализа подготавливали с использованием абразивной бумаги различной зернистости до получения ровной и гладкой поверхности.

Результаты и обсуждения

Растровой электронной микроскопией на рисунке 1 показано, что с уменьшением дисперсности исходного порошка увеличивается контактная поверхность между частицами, что, в свою очередь, способствует увеличению плотности компактов. Контактная поверхность частиц образцов из порошков F220, рисунок 1, а, и F320, рисунок 1, б, значительно меньше по сравнению с образцами из порошка F400, рисунок 1, в.

Результаты рентгенофазового анализа приведены на рисунке 2. Показано, что во всех образцах имеются фазы карбида бора (В₄С), оксида бора (В₂О₃) и бориды железа (FeB). В образцах из порошка F400 также наблюдается наличие фазы графита.

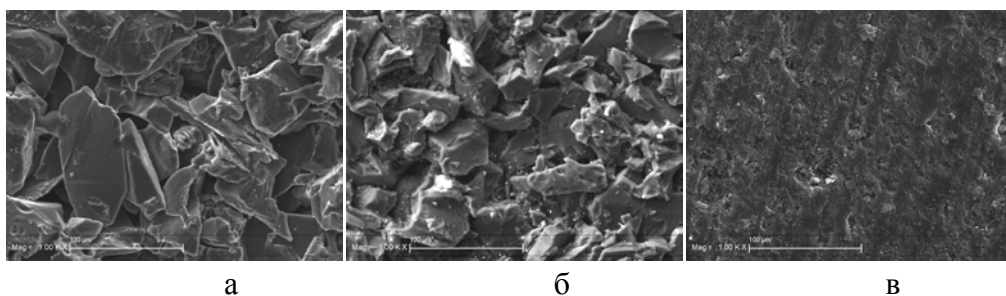


Рисунок 1 – Изображения, полученные растровой электронной микроскопией:
а – F220, б – F320, в – F400

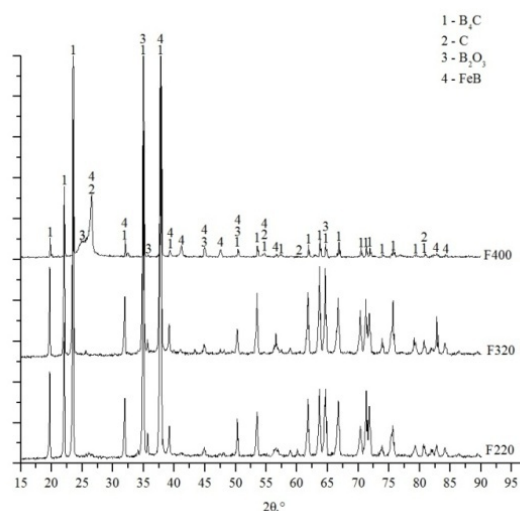


Рисунок 2 – Результаты рентгенофазового анализа

Таким образом, результаты исследования показали, что с уменьшением размера частиц порошков плотность компактов при одинаковых режимах прессования увеличивается.

Список литературы

1. Xiaorong Zhang, Zhixiao Zhang, Ruolin Wen, Guangshuo Wang, Xiaoliang Zhang, Jingbo Mu, Hongwei Che, Weimin Wang. Comparisons of the densification, microstructure and mechanical properties of boron carbide sintered by hot pressing and spark plasma sintering // *Ceramics International*. 2017. Vol. 44. Doi.org/10.1016/j.ceramint.2017.10.230.
2. Angel L. Ortiz, Florentino Sánchez-Bajo, Victor M. Candelario, Fernando Guiberteau. Comminution of B₄C powders with a high-energy mill operated in air in dry or wet conditions and its effect on their spark plasma sinterability // *Journal of the European Ceramic Society*. 2017. Vol. 13. P. 3873-3884. Doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2017.05.034.
3. Mohammad Asadikiyaa, Cheng Zhanga, Christopher Rudolf, Benjamin Boesla, ArvindAgarwala, Yu Zhonga. The effect of sintering parameters on spark plasma sintering of B₄C // *Ceramics International*. 2017. Vol. 43. P. 11182-11188. Doi: 10.1016/j.ceramint.2017.05.167.
4. H.B. Ereka, D. Özyüreka, A. Asanb. Corrosion behavior and electrical conductivity of reinforced TiAl₃ and B₄C hybrid aluminum composites // *Special Issue of the 6th International Congress & Exhibition (APMAS 2016), Maslak, Istanbul, Turkey, June 1-3, 2016*. Vol. 131.No 1.P 156-158. Doi: 10.12693/APhysPolA.131.156.

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПРОЧНОЙ КОРУНДОВОЙ И ЦИРКОНИЕВОЙ КЕРАМИКИ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕХАНИЧЕСКИ АКТИВИРОВАННЫХ ПОРОШКОВ

А.С. БЕСПАЛОВ, С.В. МАТРЕНИН

Томский политехнический университет

E-mail: 16aleks16@gmail.com

Высокопрочные керамики на основе ZrO_2 и Al_2O_3 являются весьма перспективными материалами конструкционного и инструментального назначения. Это обусловлено, с одной стороны, постоянно возрастающими требованиями к таким свойствам материалов как высокая прочность, износостойкость, термостойкость, жаропрочность, инертность к агрессивным средам. С другой стороны, перспективность оксидных керамик связана с появлением и развитием технологий, позволяющих получать материалы с уникальным комплексом физико-механических характеристик, которые в полной мере удовлетворяют выше перечисленным требованиям [1, 2]. Тем не менее, широкому практическому распространению прочных оксидных керамик препятствуют сложность и низкая производительность технологий горячего и горячего изостатического прессования, позволяющих получать материалы с максимально высокими прочностными характеристиками [3]. Относительно простая технология прессования с последующим свободным спеканием, как правило, не позволяет получать керамику с высоким уровнем механических свойств [4]. Поэтому проблема активирования спекания керамики имеет важное практическое значение. Одним из ее решений является механическая активация исходных порошков в процессе их сверхтонкого измельчения, в результате которого исходный материал перестает существовать в своей изначальной структуре или химическом составе, превращаясь в новое вещество с иными свойствами и структурой [5].

Целью данной работы являлось исследование активирования спекания оксидных керамик на основе Al_2O_3 и ZrO_2 путем механической активации исходных нанопорошков, а также исследование физико-механических свойств спеченных керамических материалов.

В качестве исходных материалов использовали нанодисперсные керамические порошки составов 80 % Al_2O_3 – 19 % ZrO_2 – 1 % Y_2O_3 , 95 % ZrO_2 – 5 % Y_2O_3 (мол. %). Механическую активацию исходных порошков проводили в планетарной шаровой мельнице по режимам, отличающимся частотой вращения размольных стаканов f . Время обработки составляло 20 мин. Порошки прессовали методом холодного статического одноосного прессование в жесткой пресс-форме с помощью гидравлического пресса. Давление прессование составляло 200, 400, 600, 800 МПа. Плотность прессовок рассчитывали по данным геометрических измерений. Прессовки спекали в печи сопротивления при температуре 1600 °С. Время изотермической выдержки при указанной температуре составляло 1 ч. Плотность спеченных образцов определяли методом гидростатического взвешивания. На полированных и протравленных микрошлифах исследовали микроструктуру спеченных образцов с использованием металлографического микроскопа и системы анализа изображений. Для выявления микроструктуры образцов осуществляли термическое травление в вакууме (около 10^{-4} мм. рт. ст) при температуре 1100 °С в течение одного часа. Модуль нормальной упругости и микротвердость спеченных образцов определяли по методике индентирования с помощью наноиндентора G 200. Трещиностойкость определяли методом исследования отпечатков, которые наносили на полированную поверхность образцов с помощью твердомера Виккерса при нагрузке 100 Н. Характеристику трещиностойкости, критический коэффициент интенсивности напряжений K_{Ic} , рассчитывали по формуле:

$$K_{Ic} = 0,016 \left(\frac{E_{II}}{H_{II}} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}},$$

где P – прикладываемая нагрузка, E_{IT} – модуль Юнга, H_{IT} – микротвердость, C – среднее расстояние от центра отпечатка до конца трещины.

Обработанные и спрессованные по указанному режиму оксидные НП спекали при температуре 1600 °С. Время изотермической выдержки при указанной температуре составляло 1 ч. В результате были получены плотные спеченные керамические образцы цилиндрической формы диаметром 8 мм и высотой 4 мм. Плоские поверхности шлифовали и полировали алмазными пастами, затем на полированных поверхностях проводили наноиндентирование, а также исследовали отпечатки, нанесенные пирамидой по методу Виккерса с целью определения трещиностойкости. Результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Физико-механические свойства керамик на основе Al_2O_3 и ZrO_2 , спеченных из нанодисперсных порошков

Состав (мол. %)	$\theta_{сп}$, %	E_{IT} , ГПа	H_{IT} , ГПа	K_{Ic} , МПа·м ^{0,5}
80 % Al_2O_3 – 19 % ZrO_2 – 1 % Y_2O_3	90	294,4	19,2	5,2
95 % ZrO_2 – 5 % Y_2O_3	91	181,6	14,5	7,8

Заключение

Спекание керамики, полученной прессованием механически активированных порошков, приводит к существенному увеличению плотности, что позволяет, в свою очередь, достичь достаточно высокого уровня физико-механических характеристик спеченного материала.

В образцах на основе Al_2O_3 наблюдается выраженная двухфазная структура в соответствии с диаграммой состояния Al_2O_3 – ZrO_2 . Темная составляющая соответствует α - Al_2O_3 , цвет обусловлен частичным восстановлением алюминия из корунда и его последующим испарением. Светлая фаза представлена частично стабилизированным ZrO_2 . Обращает внимание неравномерное распределение ZrO_2 вокруг корундовых частиц, обусловленное локально неоднородным уплотнением. Подобный механизм уплотнения часто наблюдается при спекании субмикронных порошков. Структура керамики 95 % ZrO_2 – 5 % Y_2O_3 также двухфазна: светлая фаза представлена c - ZrO_2 , темные включения – t - ZrO_2 .

Список литературы

1. Nettleship L. and Stevens R. Tetragonal zirconia polycrystal (TZP) – a review // Int. J. High Technology Ceramics. - 1987. No. 3. P. 1 – 32.
2. Шевченко А.В., Рубан А.К., Дудник Е.В. Высокотехнологичная керамика на основе диоксида циркония // Огнеупоры и техническая керамика. - 2000. - № 9. С. 2 – 8.
3. Лукин Е.С., Макаров Н.А. и др. Прочная и особопрочная керамика на основе оксида алюминия и частично стабилизированного диоксида циркония // Стекло и керамика. 2003. - № 9. - С. 32 – 34.
4. Смирнов А.И. Конструкционная керамика // Итоги науки и техники ВИНТИ. Сер. Порошковая металлургия. 1990. С. 64 – 106.
5. Аввакумов Е.Г. Механические методы активации химических процессов. 2-е изд., перераб. и доп. - Новосибирск: Наука, 1986. - 306 с.

**ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В ПОЛИКРИСТАЛЛАХ FeMnCrNiSi
ПРИ ТЕРМОУПРУГОМ γ - ϵ МАРТЕНСИТНОМ ПРЕВРАЩЕНИИ***И.Г. БЕССОНОВА, И.В. КУКСГАУЗЕН, И.В. КИРЕЕВА, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ*

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: 79516284172@yandex.ru

Сплавы на основе системы Fe-Mn-Si благодаря низкой стоимости, высокой прочности, хорошей способности к обработке являются перспективными с точки зрения их практического применения как большеразмерных структурных компонентов, в том числе как демпферов, поглощающих сейсмическую энергию при землетрясениях [1]. Авторами работ [1 – 5] показано, что в сплавах Fe-Mn-Si развитие термоупругого γ - ϵ мартенситного превращения (МП) приводит к появлению эффекта памяти формы (ЭПФ), который обусловлен обратимым движением частичных дислокаций Шокли $a/6\langle 112 \rangle$. Впервые ЭПФ при термоупругом γ - ϵ МП величиной около 9 % в таких сплавах был получен в 1982 году на монокристаллах сплава Fe-30%Mn-1%Si (масс. %) [1]. В поликристаллах сплавов Fe-Mn-Si величина ЭПФ оказывается меньше, чем в монокристаллах. Так, в литых поликристаллах величина ЭПФ имеет небольшие значения порядка 2 – 4 % [3] и для увеличения этих значений используются сложные термомеханические обработки [4, 5]. В 2017 году авторами [5] на поликристаллах Fe-19%Mn-5.5%Si-9%Cr-4.5%Ni (масс. %) за счет увеличения размера зерна была достигнута величина ЭПФ равная 7.7 %.

К настоящему времени проблема достижения больших обратимых деформаций при термоупругом γ - ϵ МП на поликристаллах сплавов на основе Fe-Mn-Si остается не выясненной. Поэтому целью настоящей работы являлось исследование ЭПФ в поликристаллах сплава Fe-15%Mn-10%Cr-8%Ni-4%Si (масс. %) при растяжении. После выплавки поликристаллы были разрезаны на образцы для растяжения в форме двойных лопаток с длиной рабочей части равной 12 мм и сечением $1.5 * 2.5 \text{ мм}^2$. Для получения однородного распределения элементов по образцу проводили высокотемпературные гомогенизационные отжиги при $T = 1373 \text{ K}$ в течение 14 часов. Оптические исследования на микроскопе Keyence VHX – 2000 показали, что после выплавки и гомогенизации средний размер зерна в поликристаллах сплава Fe-15%Mn-10%Cr-8%Ni-4%Si (масс. %) составляет около 1000 мкм. Исследования ЭПФ проводили следующим образом: образцы деформировали при $T = 77 \text{ K}$ до различных степеней деформации: $\epsilon_{\text{зад}} = 2.8, 6.0, 7.0, 8.4$ и 10.7% и затем нагревали в свободном состоянии со скоростью нагрева 10 K/мин в специально сконструированной установке.

Результаты эксперимента по исследованию ЭПФ в поликристаллах сплава Fe-15%Mn-10%Cr-8%Ni-4%Si (масс. %) при растяжении представлены на рисунках 1 и 2. Из рисунка 1 видно, что после предварительной деформации до $\epsilon_{\text{зад}} = 2.8 \%$ при $T = 77 \text{ K}$ при нагреве наблюдается уменьшение размеров образца, следовательно, идет обратное ϵ - γ превращение. При этом при нагреве заданная деформация возвращается полностью: величина обратимой деформации $\epsilon_{\text{обр}}$ равна заданной. Это является подтверждением того, что γ - ϵ МП в поликристаллах сплава Fe-Ni-Mn-Cr-Si является термоупругим и наблюдается ЭПФ. По кривой нагрева были определены температуры начала $A_s = 318 \text{ K}$ и конца $A_f = 333 \text{ K}$ обратного превращения, как показано на рисунке 1 б.

Дальнейшее увеличение степени деформации при $T = 77 \text{ K}$ использовали для получения максимального ресурса обратимой деформации. Так, при деформации до 7 %, после нагрева образца выше $A_f = 333 \text{ K}$, полученной в первом цикле, происходит полное восстановление его размеров, следовательно, наблюдается ЭПФ величиной 7 %. Далее с увеличением заданной деформации до $\epsilon_{\text{зад}} = 8.4 \%$, после нагрева наблюдается небольшая необратимая деформация $\epsilon_{\text{необр}}$ равная 0.4 %, рисунок 2. А уже при максимальной заданной деформации $\epsilon_{\text{зад}} = 10.7 \%$ остаточная деформация составила 2.3 %. Таким образом, величина ЭПФ в исследованных поликристаллах равна 8.4 %.

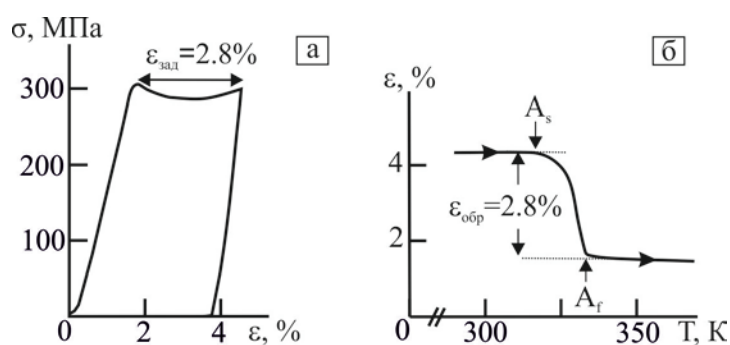


Рисунок 1 – $\sigma(\epsilon)$ кривая для прямого γ - ϵ превращения при заданной деформации растяжением 2.8 % при $T = 77$ К (а) и соответствующая ей $\epsilon(T)$ - кривая для обратного ϵ - γ превращения при нагреве в свободном состоянии (б) для поликристаллов сплава Fe-15%Mn-10%Cr-8%Ni-4%Si (масс. %)

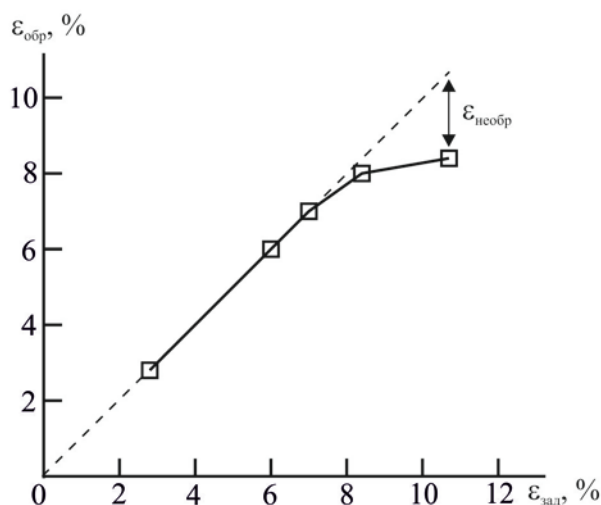


Рисунок 2 – Зависимость величины обратимой деформации от заданной деформации растяжением при $T = 77$ К для поликристаллов Fe-15%Mn-10%Cr-8%Ni-4%Si (масс. %)

Таким образом, экспериментальные исследования показали, что γ - ϵ МП в исследуемых поликристаллах Fe-15%Mn-10%Cr-8%Ni-4%Si (масс. %) является термоупругим и наблюдается ЭПФ. Величина ЭПФ составила 8.4 %, что близко к максимально полученному значению на монокристаллах Fe-30%Mn-1%Si (масс. %) [1] и больше, чем в поликристаллах близкого состава.

Список литературы

1. Sawaguchi T., Maruyama T., Otsuka H., Kushibe A., Inoue Y., Tsuzaki K. Design Concept and Applications of FeMnSi- Based Alloys from Shape-Memory to Seismic Response Control // Materials Transactions. – 2016. – V. 57. – P. 283–293.
2. Sato A., Soma K., Chishima E., Mori T. Shape memory effect in γ - ϵ transformation in Fe-30Mn-1Si alloy single crystals // Acta Metallurgica. – 1982. – V. 30. – P. 1177–1183.
3. Murakami M., Otsuka H., Matsuda S. Improvement in Shape Memory Effect for Fe-Mn-Si Alloys // Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan. – 1987. – V. 27. – P. B89.
4. Min X. H., Sawaguchi T., Zhang X., Tsuzaki K. Reasons for incomplete shape recovery in polycrystalline Fe-Mn-Si shape memory alloys // Scripta Materialia. – 2012. – V. 67. – P. 37–40.
5. Peng H., Wang G., Wang S., Chen J., MacLaren I., Wen, Y. Key criterion for achieving giant recovery strains in polycrystalline Fe-Mn-Si based shape memory alloys // Materials Science and Engineering A. – 2017. – V. 712. – P. 37–49.

ИЗУЧЕНИЕ ОСОБЕННОСТЕЙ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ТВЕРДОСПЛАВНЫХ КОМПОЗИТОВ ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ БИМОДАЛЬНЫХ ПО РАЗМЕРУ ЧАСТИЦ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ

Н.Е. АНИСТРАТЕНКО, Ю.И. ГОРДЕЕВ, В.Б. ЯСИНСКИЙ, А.С. БИНЧУРОВ

ФГАОУ ВПО «Сибирский федеральный университет»

E-mail: tms-mtf@rambler.ru

Для создания твердых сплавов с регулируемой зернистостью, структурой и повышенными свойствами в состав бимодальной порошковой смеси вводятся модифицирующие добавки наночастиц. Механизм замедления роста карбидного зерна при спекании заключается в сегрегации ингибитора на границах WC-WC или WC-Co (в объеме кобальтового связующего). В процессе проведения экспериментальных исследований сравнивались два способа введения в структуру твердосплавного композита модифицирующих добавок оксидов алюминия: на стадии механического перемешивания порошков WC-Co-наночастицы Al_2O_3 и формировании дисперсно упрочняющих оксидных включений в процессе спекания заготовок полученных из смесей порошков WC-Co с добавками наночастиц алюминия [1]. Изменения структурно-фазового состояния в спеченных образцах, полученных из смесей порошков карбида вольфрама, кобальта и нанопорошков алюминия контролировались методами термогравиметрии (ТГ), дифференциального термического анализа (ДТА) и дифференциальной сканирующей калориметрией (ТГ – ДТА – ДСК) – рисунок 1. Сочетание этих методов позволяет установить температурно-временные интервалы соответствующие значимым изменениям фазового состояния в объеме композитов.

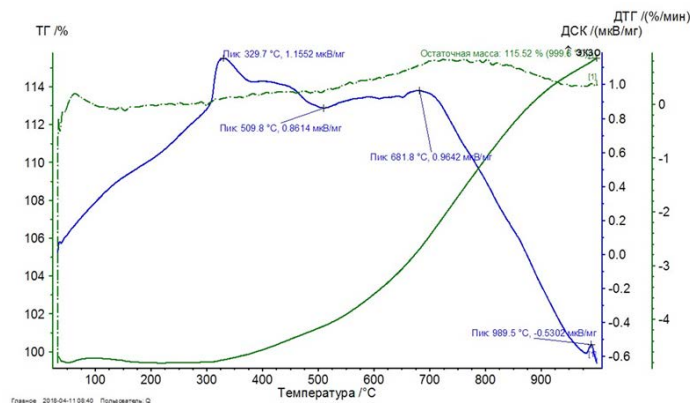


Рисунок 1 – Результаты термоанализа образцов из бимодальных смесей WC-Co-Al

Результаты изучения структурных параметров на основании типичных изображений микроструктур, рисунок 2, с использованием AxioVisio 4.6.3 (Carl Zeiss) показывают, что средний размер карбидного зерна у твердосплавных композитов WC-Co, модифицированных добавками наночастиц составляет 1,1 – 1,2 мкм (для WC-8%Co). В фрагментах микроструктуры твердосплавного композита, полученного из бимодальных смесей порошков, возникает сложное объемное напряженное состояние, поэтому для описания процесса разрушения целесообразно выбрать параметр трещиностойкости по Палмквисту. Дискретная извилистая траектория трещины – результат блокирующего действия дисперсных включений наночастиц, расположенных в кобальтовой прослойке между карбидными зёрнами - рисунок 2. Дополнительное изучение морфологии и размеров трещины показывает, что ширина раскрытия не превышает 0,5 мкм. Такие размеры «ручья» трещины гарантированно подтверждают результаты вычислений средней толщины прослойки связующего λ_{Co} , полученные по изображениям микроструктур с применением программы AxioVision 4.6.3, модуля для анализа изображений Auto Measure на базе оптического микроскопа Carl Zeiss Observer.Z1m. У модифицированных наночастицами

твердосплавных композитов средняя толщина λ_{Co} варьируется от 0,12 до 0,2 мкм. (у стандартных твердых сплавов на основе WC-Co средняя толщина λ_{Co} - 0,5-0,6 мкм).

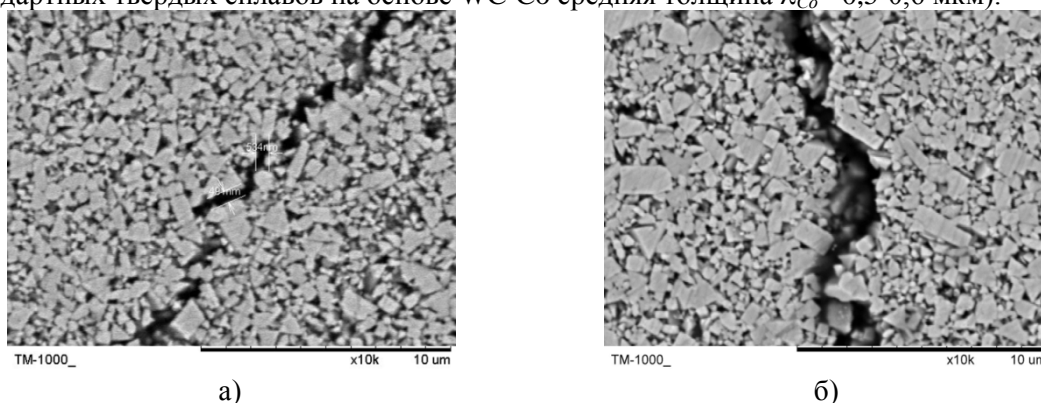


Рисунок 2 – Характер раскрытия трещины Палмквиста

Такие изменения этого структурного параметра неизбежно сопровождаются снижением контактности карбидных зерен, общей протяженности интерфейсных границ, среднего размера карбидных зерен в большей степени изолированных друг от друга (по сравнению с базовыми материалами). Разрушение такого типа микроструктуры должно начаться с пластической деформации кобальта, а разрушение карбида вольфрама начнется при значительно большей нагрузке. В пользу этого предположения свидетельствуют изменения морфологии отпечатка индентора и прилегающей к нему микроструктуры, рисунок 3.

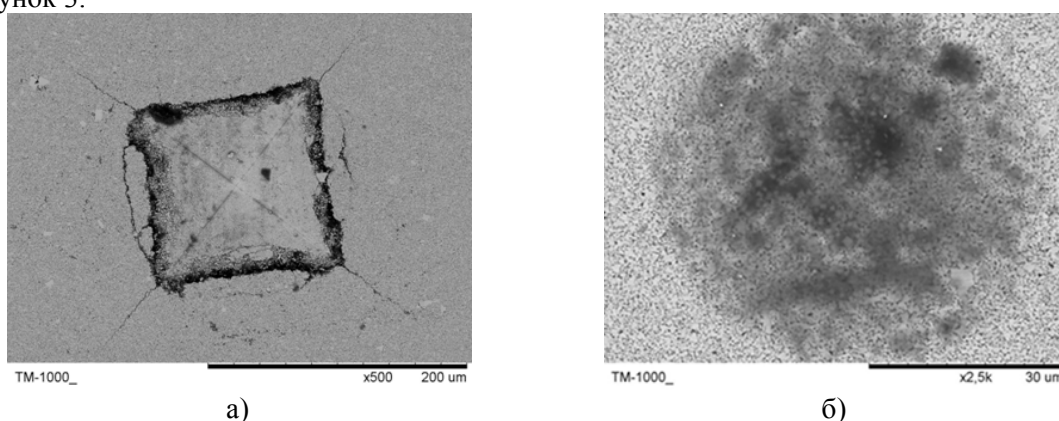


Рисунок 3 - Релаксация напряжений в зоне индентирования на поверхности фрагментарно наноструктурированного твердосплавного композита

Подобного рода эффекты наблюдаются и у других композиционных материалов повышенной твердости с наноструктурной фрагментацией зеренной структуры [2, 3].

Список литературы

1. Анистратенко Н. Е., Ясинский В. Б., Бинчуров А. С. Комплексное применение композитных порошков WC-Co и наночастиц как эффективный метод повышения уровня свойств твердых сплавов // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2017): сборник научных трудов VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов. – Томск, 2017. – С. 23-24.
2. Huang, S.G. NbC as grain growth inhibitor and carbide in WC-Co hardmetals // International Journal of Refractory Metals & Hard Materials. –2008. –№ 26. – p. 389-395.
3. Dvilis E.S., Khasanov A.O. Pattern of the B₄C Ceramics Surface Deformation at Local Loading // Advanced Materials Research. – 2014. – vol. 872. – p. 60-64.

ПОЛЯРИЗАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА УГЛЕРОДОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ СТРУКТУР, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ 3D-ПЕЧАТИ, В КВЧ ДИАПАЗОНЕ

Д.С. БОДАЖКОВ, Р.А. КРЕМЗЕР, А.В. БАДЬИН

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: thzlab@mail.ru

С развитием технологий в различных сферах деятельности, всё более сильным становится спрос на качественные материалы по невысоким ценам. Преимуществом создания деталей методом послойного добавления материала заключается в возможности изготавливать 3D-объекты, смоделированных с помощью системы автоматического проектирования. Такая технология позволяет создавать и собирать элементы, обладающие разнообразными физико-механическими свойствами.

С каждым годом возрастает разнообразие материалов с разными электрофизическими свойствами. Изготовление современных элементов с внедрением аддитивных технологий и продвижение технологий в области крайне высоких частот (КВЧ), становится актуальным в настоящее время. За счёт применения примесей на основе углерода удаётся изготавливать филаменты для 3D-печати со значительной удельной проводимостью [1-5]. Углеродные композиционные материалы содержат углеродный армирующий элемент в виде непрерывных нитей, дискретных волокон, тканей с плоским и объемным плетением. Преимуществом таких структур является невысокая плотность, большая теплоемкость, высокая прочность и жесткость, сопротивление тепловому удару, эрозии и облучению, низкий коэффициент трения, высокая коррозионная стойкость, широкий диапазон электрических свойств (от проводников до полупроводников).

Представляет интерес применить аддитивную технологию по методу горячего экструдирования для изучения поляризационных свойств углеродосодержащих композиционных структур в КВЧ диапазоне. В качестве проводящего материала при 3D-печати использовался графитсодержащий филамент, комплексная диэлектрическая проницаемость которого представлена на рисунке 1.

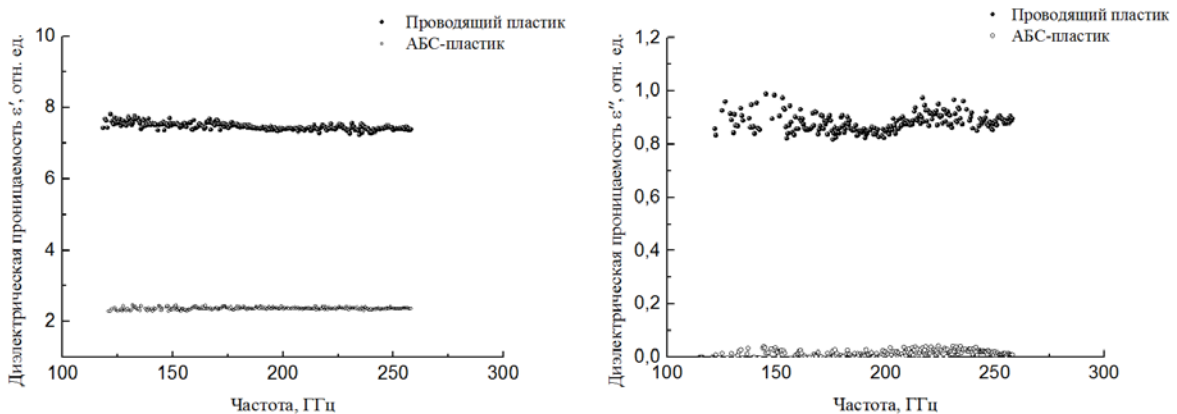


Рисунок 1 - Зависимость действительной (слева) и мнимой (справа) частей диэлектрической проницаемости от частоты в КВЧ диапазоне

Исходя из графиков, представленных на рисунке 1 действительная часть диэлектрической проницаемости проводящего пластика в КВЧ диапазоне примерно равна 7,8. Вместе с тем мнимая часть составляет 0,9, а удельная проводимость пластика с содержанием графита составила 0,0125 - 0,02 мкСм/м при диаметре филамента 1,75 мм. В свою очередь действительная часть диэлектрической проницаемости АБС-пластика составляет 2,2. Также стоит отметить, что в АБС-пластике практически отсутствуют

«потери», что подтверждается малым значением мнимой части диэлектрической проницаемости, которая равна 0,01 – 0,03.

Измерения угловых зависимостей коэффициента прохождения в частотном диапазоне 35-55 ГГц, рисунок 2, были произведены с помощью терагерцового спектрометра СТД-21, модифицированного прецизионной системой углового позиционирования исследуемых образцов материалов [6].

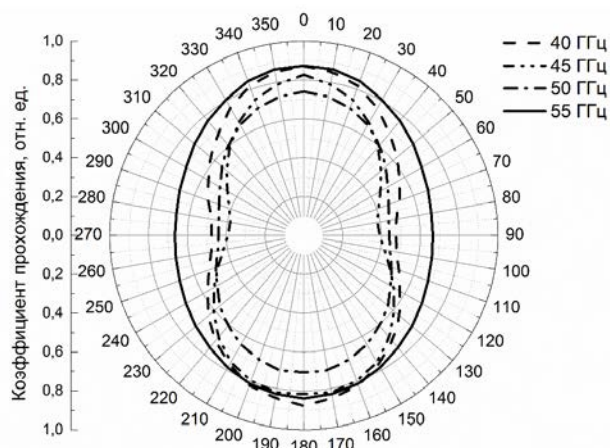


Рисунок 2 – Угловая зависимость коэффициента прохождения для поляризатора

Максимальное значение коэффициента прохождения достигается, когда ориентация проводящих полос ортогональна вектору напряженности электрического поля падающей волны, рисунок 2. Как видно из графиков на рисунок 3, максимальное значение коэффициента прохождения достигается при угле 0 град, когда ориентация проводящих полос ортогональна вектору напряженности электрического поля падающей волны. Максимальное значение коэффициента прохождения достигается на частоте 40 ГГц (50%) и при увеличении частоты уменьшается (24% на частоте 55 ГГц).

Автор выражает благодарность за помощь в проведении эксперимента К.В. Дорожкину. Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00810.

Список литературы

1. Gnanasekaran K. et al. 3D printing of CNT- and graphene- based conductive polymer nanocomposites by fused deposition modeling // Applied materials today, 2017, Vol. 9., pp. 21-28.
2. García-Tuñón E. et al. Printing in three dimensions with graphene // Advanced materials, 2015, Vol. 27., No. 10., P. 1688-1693.
3. De la Osa G. et al. Printing of graphene nanoplatelets into highly electrically conductive three-dimensional porous macrostructures // Chemistry of Materials, 2016, Vol. 28, No. 17, P. 6321-6328.
4. Gardner J. M. et al. 3-D printing of multifunctional carbon nanotube yarn reinforced components // Additive Manufacturing, 2016, Vol. 12, P. 38-44.
5. Leigh S. J. et al. A simple low-cost conductive composite material for 3D printing of electronic sensors // PloS one, 2012, Vol. 7., No. 11, P. e49365.
6. Badin A.V. et al. System of automated measurement of electromagnetic response of anisotropic materials in quasi-optical beams // Micro/Nanotechnologies and Electron Devices (EDM), 2017 18th International Conference of Young Specialists on, IEEE, 2017, P. 301-304.

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ КЕРАМИК ZrO_2 и ZrO_2-ZrB_2 ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ УДАРНО-ВОЛНОВОГО КОМПАКТИРОВАНИЯ

В.Н. БУРДУКОВСКИЙ¹, А.С. БУЯКОВ^{1,2,3}

¹Национальный исследовательский Томский Государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

³Национальный исследовательский Томский Политехнический университет

E-mail: vladimirburdukovsky@gmail.com

Актуальность разработки новых конструкционных керамических материалов на основе диоксида циркония (ZrO_2) и диборида циркония (ZrO_2-ZrB_2) обусловлена уникальным комплексом физико-механических свойств этих керамик. Эти материалы обладают высокой температурой плавления, прочностью, износостойкостью и твёрдостью. В связи с этим они находят своё применение в таких сферах как: нефтегазовая промышленность, медицина, металлургия и др.

Ввиду высокой твёрдости такие материалы относятся к труднопрессуемым и для их компактирования целесообразно применять методы ударно-волнового воздействия. Уникальность метода ударно-волнового компактирования заключается в том, что к прессуемой массе порошка за короткий промежуток времени прикладывается большее по сравнению с традиционными методами нагружения количество энергии [1]. Однако несмотря на исследовательские работы ряда авторов в данной области существует недостаток научного знания о влиянии ударно-волнового компактирования на микро- и тонкую кристаллическую структуру материала.

Целью данной работы является исследование структуры керамик на основе ZrO_2 и ZrO_2-ZrB_2 полученных методом ударно-волнового компактирования.

В работе исследованы керамические образцы на основе ZrO_2 и композиционного материала ZrO_2-ZrB_2 , которые имели цилиндрическую форму диаметром 5-6 мм. Для исследования тонкой кристаллической структуры материалов были сняты рентгенограммы на дифрактометре ДРОН-3. В условиях фильтрованного $Cu-K\alpha$ излучения (длина волны $\lambda = 1,5417\text{\AA}$) в угловом диапазоне 2θ от 20° до 90° с шагом 0.05 и временем экспозиции 3 с, расшифровка рентгенограмм была произведена с помощью ПО Renex. Для оценки параметров кристаллической решётки были взяты из литературных данных [2], а также были вычислены параметры после ударно-волнового компактирования. Для определения областей когерентного рассеяния (ОКР) и микроискажений кристаллической решётки был использован метод графического построения зависимостей Вильямсона-Холла. Микронапряжения оценены как произведение микроискажений кристаллической решётки на модуль упругости исследуемого образца. Для изучения микроструктуры исследуемых керамик были получены изображения с помощью растрового-электронного микроскопа.

Рентгеноструктурный анализ исследуемых керамик на основе ZrO_2 и композита ZrO_2-ZrB_2 показал, что после ударно-волнового компактирования параметры кристаллической решётки исследуемых материалов изменились, таблица 1.

Таблица 1 – Исходные и полученные параметры кристаллической решётки исследуемых образцов

Материал	Фаза	Исходные данные			Полученные данные		
		a(Å)	b(Å)	c(Å)	a(Å)	b(Å)	c(Å)
ZrO_2	суб	5,07			5,0987		
ZrO_2	Мон	5,1477	5,2030	5,3156	5,1547	5,1672	5,282
ZrB_2	Гек	3,1687	3,1687	3,5301	3,1566	3,1565	3,4684

Где суб-кубическая фаза ZrO_2 , мон-моноклинная фаза ZrO_2 , гек-гексагональная фаза ZrB_2 .

Анализ полученных результатов показал, что параметры кубического диоксида циркония увеличились на 0,5%; моноклинного: параметр а-увеличился на 0,1%, параметр b-уменьшился на 0,7%, параметр с-уменьшился на 0,6%; параметры ZrB₂: а, b-уменьшились на 0,4%, с-уменьшился на 1,7%.

Микроискажения и размеры ОКР для ZrO₂ и ZrB₂ были определены из графического построения зависимостей Вильямсона-Холла, таблица 2.

Таблица 2 – Значения микроискажений и размеров ОКР для ZrO₂ в кубической и моноклинной фазах, а также для ZrB₂ в гексагональной фазе

Материал	Фаза	ϵ	D (Å)
ZrO ₂	sub+mon	0,006	192,24
ZrO ₂	sub+mon	0,006	154,26
ZrB ₂	hex	0,0035	241,9

Исследования показали, что значения микроискажений у ZrO₂ одинаковые и составляют 0,006, а у ZrB₂ 0,0035. Видно, что размеры ОКР у ZrO₂ уменьшаются, у ZrB₂ наибольшее значение размеров ОКР и составляет 241,9 Å.

С помощью полученных растровых изображений для ZrO₂ и ZrB₂ продольного и поперечного шлифа исследуемых образцов керамик оценен средний размер пор, таблица 3.

Таблица 3 – Числовые характеристики размеров пор

Образец и сечение	Среднее значение (μm)	σ (μm)
ZrO ₂ – попер.сеч	19,18	20,74
ZrO ₂ – прод.сеч	32,68	28,29
ZrB ₂ – попер.сеч	10,86	11,03
ZrB ₂ – прод.сеч	18,63	15,05

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00304.

Список литературы

1. Первухин Л.Б. и др. Компактирование взрывом керамических порошков // Письма о материалах – 2015. Т. 5. – № 1. – С. 57-60.
2. Hannink R. H. and Garvie R. C. Subeutectoid aged Mg-PSZ alloys with enhanced thermal up-shock resistance // J. Mater. Sci. –1982. – V. 1 – No. 7. –P. 2837-2843.
3. Kulkov S.N Rheology and porosity effecton mechanical properties of zirconia ceramics // Építőanyag. – 2015. – No. 4. – P. 155.
4. Kulkov S.N Porosity and mechanical properties of zirconium ceramics // AIP Conference Proceedings. – 2014. – V. 1623. – No. 1. – P. 225–228.

**МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ПОЛИМЕР-ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ НА
ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОЙ МАТРИЦЕ (СВМПЭ)**

С.В. ПАНИН^{1,2}, *Д.Г. БУСЛОВИЧ*^{1,2}, *С.А. БОЧКАРЕВА*², *Б.А. ЛЮКШИН*²

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: svp@ispms.tsc.ru

Сверхвысокомолекулярный полиэтилен, обладая приемлемыми для полимеров характеристиками прочности, а также низким коэффициентом трения, высокой износо- и химической стойкостью в агрессивных средах, используется для изготовления узлов трения машин и механизмов, а также широко используется в медицине в качестве деталей и узлов ортопедических имплантатов [1]. Однако в силу большой длины полимерных цепей он имеет крайне низкий показатель текучести расплава (ПТР - 0.06 г/10 мин) [2], что не позволяет перерабатывать порошковый СВМПЭ традиционными для конструкционных пластиков методами. С целью увеличения текучести расплава (ПТР) в высокомолекулярную матрицу добавляли полипропилен (ПП), имеющий высокий показатель текучести (ПТР=0,6 г/10 мин). Однако полипропилен, не имея термодинамического родства с СВМПЭ, не имеет адгезию к нему. По этой причине полипропилен, повышая текучесть расплава (технологичность порошковой композиции), резко снижает физико-механические свойства (прочность, удлинение до разрушения) образцов смесей СВМПЭ с полипропиленом.

Возможным способом создания композитов на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ), имеющих более высокие технологические свойства и повышенное сопротивление изнашиванию при сухом трении скольжения, является введение частиц полипропилена совместно с полиэтиленом низкого давления, привитым малеиновым ангидритом (HDPE-g-SMA). Выбор подобных наполнителей для введения в неполярную сверхвысокомолекулярную матрицу связан с необходимостью обеспечения адгезии между полимерными компонентами смеси. Задача исследований заключается в определении необходимой при этом степени наполнения.

Выбор полимерных компонент для сверхвысокомолекулярной матрицы с целью увеличения технологичности (экструдирруемости) СВМПЭ обусловлен поиском доступных (промышленно выпускаемых) и эффективных наполнителей для разработки износостойких экструдированных полимерных композитов для 3D-технологий производства. Это позволит изготавливать прочные и износостойкие изделия сложной формы для трибоузлов в машиностроении и медицине. Подход, основанный на усилении модифицирующих эффектов за счет образования более прочных связей на границе раздела фаз «полимер-полимер», является эффективным и перспективным на пути расширения перечня доступных износостойких экструдированных полимерных материалов для успешного их использования в аддитивных технологиях.

В работе использовали сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) фирмы Ticona (GUR-2122) молекулярной массой 4,0 млн и размером частиц порошка 5–15 мкм, порошок полипропилена PP₂₁₀₃₀ (размер частиц порошка ~100–200 мкм), порошок полиэтилена низкого давления, привитого малеиновым ангидритом HDPE-g-SMA (размер частиц порошка ~100–200 мкм). Образцы полимерных композитов получали компрессионным спеканием при давлении 10 МПа и температуре 200 °С со скоростью последующего охлаждения 5 °С/мин.

Анализ полученных результатов (рис. 1) показал, что коэффициент трения полимер-полимерных композиций на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена повышается практически у всех композиций относительно чистого СВМПЭ, кроме композиции «СВМПЭ₂₁₂₂+20 % HDPE-g- SMA +20 % PP₂₁₀₃₀».

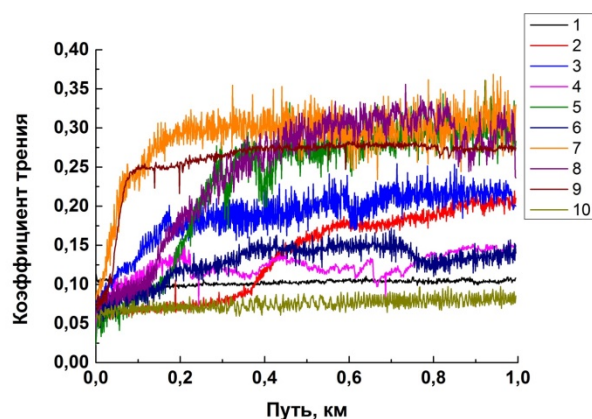


Рисунок 1 - Зависимость коэффициента трения образцов на основе СВМПЭ от степени наполнения полипропилена: 1 - СВМПЭ₂₁₂₂, 2 – «СВМПЭ₂₁₂₂+10 % HDPE-g- SMA +10 % PP₂₁₀₃₀», 3 – «СВМПЭ₂₁₂₂+10 % HDPE-g- SMA +15 % PP₂₁₀₃₀», 4 – «СВМПЭ₂₁₂₂+10 % HDPE-g- SMA +20 % PP₂₁₀₃₀», 5 – «СВМПЭ₂₁₂₂+15 % HDPE-g- SMA +10 % PP₂₁₀₃₀», 6 – «СВМПЭ₂₁₂₂+15 % HDPE-g- SMA +15 % PP₂₁₀₃₀», 7 – «СВМПЭ₂₁₂₂+15 % HDPE-g- SMA +20 % PP₂₁₀₃₀», 8 – «СВМПЭ₂₁₂₂+20 % HDPE-g- SMA +10 % PP₂₁₀₃₀», 9 – «СВМПЭ₂₁₂₂+20 % HDPE-g- SMA +15 % PP₂₁₀₃₀», 10 – «СВМПЭ₂₁₂₂+20 % HDPE-g- SMA +20 % PP₂₁₀₃₀»

Износостойкость трехкомпонентных композитов на основе СВМПЭ представлена в таблице 1. Из таблицы следует, что величина износа полимер-полимерных композиций незначительно увеличивается относительно ненаполненного СВМПЭ ($V=0,137 \text{ мм}^3$). При добавлении в исходный полимер 20 % HDPE-g- SMA +20 % PP₂₁₀₃₀ износостойкость оказывается на 25 % выше, чем у чистого СВМПЭ. На основании полученных данных проведен поиск оптимального содержания исследованных полимерных наполнителей.

Таблица 1 – Зависимость характеристики износа ($\text{мм}^3/\text{час}$) образцов на основе СВМПЭ от степени наполнения полипропилена

Φ_{HDPE} \ $\Phi_{\text{ПП}}$	10 % полипропилена	15 % полипропилена	20 % полипропилена
10 % HDPE-g-SMA	0,145	0,163	0,142
15 % HDPE-g-SMA	0,127	0,132	0,146
20 % HDPE-g-SMA	0,126	0,154	0,101

Благодарности. Работа выполнена в рамках Программы "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы" Министерства образования и науки РФ; Соглашение № 14.604.21.0154, идентификатор проекта RFMEFI60417X0154.

Список литературы

1. Kurtz S.M. The UHMWPE handbook: ultra-high molecular weight polyethylene in total joint replacement. – L.: Academic press, 2004. 379 p.
2. Panin S.V., Kornienko L.A., Alexenko V.O., Buslovich D.G., and Dontsov Yu.V. Extrudable polymer-polymer composites based on ultra-high molecular weight polyethylene // AIP Conf. Proc. – 2017. – 1915. – pp 020005-1–020005-5.
3. Bochkareva S.A., Grishaeva N.Yu., Lyukshin B.A., Lyukshin P.A., Matolygina N.Yu., Panov I.L. Obtaining of specified effective mechanical, thermal, and electrical characteristics of compo-site filled with dispersive materials // Inorganic Materials: Applied Research. – 2017. – Vol. 8. – Issue 5. – pp. 651–661

**МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ТВЕРДОСМАЗОЧНЫХ КОМПОЗИТОВ
НА МАТРИЦЕ СВЕРХВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОГО ПОЛИЭТИЛЕНА**

С.В. ПАНИН^{1,2}, АЛЕКСЕНКО^{1,2}, Л.А. КОРНИЕНКО¹, Н.Н. ВАЛЕНТЮКЕВИЧ², Л.Р. ИВАНОВА¹

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

²Национальный Исследовательский Томский политехнический университет,
e-mail: svp@ispms.tsc.ru

Антифрикционные полимерные композиционные материалы широко применяются в составе узлов трения и в качестве уплотнительных элементов в различных видах современной техники и медицине, определяя их надежность и долговечность. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) занимает особое место среди полимерных смол благодаря хорошим деформационно-прочностным показателям, низкому коэффициенту трения и высокой износостойкости, химической стойкости к агрессивным средам, широкому температурному интервалу формостабильности [1-3]. Этот комплекс свойств позволяет применять СВМПЭ в изделиях, обладающих стойкостью к удару, растрескиванию и истиранию. Выбором наполнителей можно целенаправленно изменять функциональные свойства и расширять область использования СВМПЭ в машиностроении, химических технологиях, сельском хозяйстве и других областях техники. При разработке композиционных материалов на основе СВМПЭ, как правило, ориентируются на преимущественные условия их эксплуатации: сухое трение, трение в режиме граничной смазки, абразивный износ. Поэтому разработка трех- и более компонентных композитов на СВМПЭ-матрице позволяет одновременно повысить прочностные свойства композитов и износостойкость за счет введения в композицию твердосмазочных наполнителей. В частности, углеродные микроволокна позволяют обеспечить повышение модуля упругости, предела текучести и предела прочности, а мелкодисперсный политетрафторэтилен обеспечит наличие твердосмазочных включений внутри композита, с последующим их внесением в зоны трибоконтакта при эксплуатации.

В настоящей работе исследованы механические и триботехнические характеристики двух- и трехкомпонентных композитов на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена, наполненного короткими углеродными волокнами и мелкодисперсным политетрафторэтиленом в условиях различных нагрузок и скоростей скольжения (60 Н×0,3 м/с, 60 Н×0,5 м/с, 140 Н×0,3 м/с, 140 Н×0,5 м/с).

Использовали порошок СВМПЭ фирмы Ticona (GUR-2122) молекулярной массой 4,0 млн. и размером частиц 5÷15 мкм, порошок ПТФЭ марки «Флуралит» размером <3 мкм, короткие углеродные микроволокна средней длиной ~65 мкм (Ø 7,5 мкм).

Механические характеристики определяли при разрывных испытаниях на электромеханической испытательной машине Instron 5582 при растяжении образцов в форме двойной лопатки (ГОСТ 11262-80). Испытания на износостойкость проводили на машине трения 2071 СМТ-1 по схеме «вал-колодка». Для исследования поверхностей испытанных образцов использовали оптический профилометр New View 6200 (Zygo). Надмолекулярную структуру композитов наблюдали с помощью растрового электронного микроскопа LEO EVO 50 (Carl Zeiss) при ускоряющем напряжении 20 кВ на поверхностях скола образцов с надрезом, механически разрушенных после выдержки в жидком азоте.

Исследованы механические свойства и надмолекулярная структура двухкомпонентных композитов на основе СВМПЭ с различным содержанием мелкодисперсного политетрафторэтилена (флуралита) с целью определения оптимального его содержания в композиции в условиях сохранения сферолитной надмолекулярной структуры и минимального снижения прочностных свойств СВМПЭ. Показано, что оптимальным (достаточным) содержанием указанного наполнителя следует считать 5 вес. %.

В таблице 1 приведены механические характеристики трехкомпонентных композитов на основе СВМПЭ с различным содержанием углеродных волокон.

Таблица 1

Наполнители, вес. %	$\rho, \text{г/см}^3$	Шор D	$E, \text{МПа}$	$\sigma_t, \text{МПа}$	$\sigma_B, \text{МПа}$	$\varepsilon, \%$
СВМПЭ	0,928	55,6±0,2	405±36	22,1±0,9	36±1,7	482±24
5% флуоралита	0,954	54,2±0,3	352,3±21,7	20,4±0,5	32,1±0,8	434,6±7,8
5% флуоралита +5% УВ	0,987	57,2±0,7	486,9±11	17±5,4	33,2±9,6	431,2±41
5% флуоралита +10% УВ	1,008	58,9±1,1	616±10	24,4±0,5	29,7±3,4	376±60
5% флуоралита +20 %УВ	1,058	61,6±0,8	765±30	28,9±1,0	29,4±1,7	297,6±31

Исследования структуры всех указанных выше композитов показали, что при содержании наполнителей до 5 вес.% флуоралита и до 10 вес.% углеволокна в композитах сохраняется сферолитная надмолекулярная структура, формирующаяся в исходном высокомолекулярном полимере СВМПЭ.

Проведены триботехнические испытания всех указанных выше композитов на изнашивание при различных нагрузках и скоростях скольжения (60 и 140 Н; 0,3 и 0,5 м/с). Показано, что введение двух наполнителей (твердосмазочного и армирующего) в сверхвысокомолекулярную матрицу позволяет одновременно обеспечить повышение механических характеристик (модуль упругости, предел текучести, твердость) и износостойкости трехкомпонентных композитов на основе СВМПЭ в различных условиях эксплуатации.

При умеренных скорости и нагрузке ($P=60 \text{ Н}$, $V=0,3 \text{ м/с}$) оптимальным составом композита следует считать: «СВМПЭ+5 вес.% флуоралита+5 вес. % УВ» (износостойкость при этом повышается вдвое). В жестких условиях испытаний ($P=140 \text{ Н} \times V=0,5 \text{ м/с}$) двукратное увеличение износостойкости обеспечивает композит «СВМПЭ+5 вес. % флуоралита+10 вес. % УВ».

Обсуждаются механизмы изнашивания трехкомпонентных композитов на основе СВМПЭ.

Благодарности. Работа выполнена в рамках Программы "Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы" Министерства образования и науки РФ; Соглашение № 14.604.21.0154, идентификатор проекта RFMEFI60417X0154.

Список литературы

1. Zoo V.S., An J.-W., Lim D.-Ph., Lim D.-S. Effect of carbon nanotube addition on tribological behavior of UHMWPE // Tribology Letters. – 2004. – Vol. 16, N 4. – P. 305-309.
2. Z. Wei, Ya-Pu Zhao, S.L. Ruan, P. Gao. A study of the tribological behavior of carbon-nanotube-reinforced ultrahigh molecular weight polyethylene composites// SURFACE AND INTERFACE ANALYSIS.-2006, Vol. 38, 883-886.
3. S.V. Panin, L.A. Kornienko, V.O. Alexenko et. al. Comparison on efficiency of carbon nano- and microfibers in formation physical-mechanical and tribotechnical properties of polymer composites based on highmolecular weight matrix //Izv. Vyssh. Uchebn. Zaved. Khim. Khim. Tekhnol. 2016, V. 59, N. 9, P.99-105 (in Russian).

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ СИСТЕМ

ВАН ДАКУНЬ, ВАН ИФАНЬ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: lanyuyan1993@gmail.com

Введение

Оксид алюминия является одним из перспективных керамических материалов для широкого спектра конструкционных и трибологических применений благодаря сочетанию высокой твердости, термостойкости, химической инертности, с одной стороны, и доступности – с другой [1]. Керамики на основе Al_2O_3 , полученные с использованием традиционных технологий порошковой металлургии, во многих случаях имеют неоднородную крупнозернистую структуру. Это приводит к низким значениям твердости и трещиностойкости, высокой чувствительности к абразивному износу, ограничивающей применение данных керамик в качестве материалов пар трения, работающих при повышенных нагрузках [2, 3].

В связи с этим встает задача повышения эксплуатационных характеристик керамик за счет создания композиционной структуры путем добавления в порошок Al_2O_3 порошков керамик с более высокими прочностными характеристиками (SiO_2 , TiO_2 , MgO) и оптимизации режимов компактирования, обеспечивающих получение плотной, однородной и мелкозернистой структуры [4].

Эксперимент

Основной кристаллической фазой муллитовой и муллито-корундовой керамики являются муллит $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ и корунд $\alpha-Al_2O_3$. Эти керамические материалы называют высокоглиноземистой керамикой. Добавочное количество оксида алюминия вводят обычно с глиноземом или электрокорундом. Таким образом, высокоглиноземистая керамика включает составы с содержанием Al_2O_3 от 45 до 100%.

Отжиг смесей при $1450^\circ C$ проводили при в электрической печи сопротивления в воздушной атмосфере, для получения $\alpha-Al_2O_3$. С целью получения порошковых шихт заданных составов, улучшения технологических их характеристик и повышения активности отожженные порошки и добавки обрабатывали в энергонапряженной планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL» в течение 20 минут при частоте вращения размольных сосудов 20 Гц.

Пластифицированные порошки формовали методом одноосного прессования в стальной пресс-форме, давление прессования составляло 300 МПа. Полученные прессовки представляли собой цилиндры диаметром $25 \pm 0,01$ мм и высотой $5 \pm 0,01$ мм.

Спекание прессовок проводили в высокотемпературной печи сопротивления при температуре $1700^\circ C$.

Инденитрование осуществляли с помощью прибора Nano Indenter G200. В качестве индентора использовали пирамиду Берковича, нагрузка составляла 500 мН (50 г). Конструкция прибора позволяет выводить диаграмму внедрения индентора на монитор в режиме реального времени. Первичные данные – нагрузка и глубина внедрения пирамиды. По диаграмме внедрения прибор автоматически рассчитывал модуль упругости E_{IT} и микротвердость H_{IT} в соответствии со стандартом ISO 14577.

С помощью прибора Nano Indenter G 200 определяли модуль упругости E_{IT} , твердость H_{IT} и прочность σ_b спеченной керамики по методике «Scratch Testing». Суть метода заключается в нанесении на исследуемую поверхность царапины заданной длины (200 мкм) под действием линейно возрастающей нагрузки (от 0 до 4 г), последующем определении глубины и ширины профиля. Прочность образцов рассчитывалась по формулам:

$$\sigma = \frac{F_n}{A_s \sin \alpha} \text{ и } A_s = \frac{a^2}{2\sqrt{3} \sin \alpha} + \frac{ah}{\cos \alpha},$$

где F_n – нормальная нагрузка, A_s – проекционная площадь отпечатка от пирамиды Берковича, a и h – ширина и глубина профиля царапины на дистанции 200 мкм соответственно, α – угол, для пирамиды Берковича равный 65° .

Трещиностойкость спеченных образцов определяли с помощью метода отпечатков, её значения рассчитывали по формулам:

$$K_{Ic} = 0.16 HV \cdot a^{1/2} \cdot (c/a)^{-3/2} \text{ [МПа} \cdot \text{м}^{1/2}\text{]},$$

$$HV = 1.8544 \cdot (p/d^2).$$

В таблице 1 приведены физико-механические характеристики спеченных образцов, определенных по методике наноиндентирования.

Таблица 1 - Физико-механические свойства спеченной керамики

Состав, мас. %	E_{IT} , МПа	H_{IT} , МПа	σ , МПа	K_{Ic} , МПа*м ^{1/2}
99,6% Al ₂ O ₃ – 0,4% MgO	422217	19870	18	6,1
98,6% Al ₂ O ₃ – 0,4% MgO – 1% TiO ₂	400126	23286	272	3,4
97,6% Al ₂ O ₃ – 0,4% MgO – 2% TiO ₂	440494	22658	78	-
95,6% Al ₂ O ₃ – 0,4% MgO – 4% TiO ₂	178267	9913	38	3,7
94,6 % Al ₂ O ₃ – 0,4% MgO – 5% SiO ₂	427240	17495	480	7,9
89,6 % Al ₂ O ₃ – 0,4% MgO – 10% SiO ₂	292791	19992	48	-

Заключение

1. Добавление 5 % по массе SiO₂ к Al₂O₃ реализует механизм жидкофазного спекания керамики, что приводит к повышению ее плотности и прочности до 480 МПа (табличное значение прочности при изгибе высокоплотной корундовой керамики не превышает 400 МПа). Данный состав соответствует муллито-корундовой керамике.

2. Наименьшую пористость имели спеченные образцы составов 98,6% Al₂O₃ – 0,4% MgO – 1% TiO₂ и 94,6 % Al₂O₃ – 0,4% MgO – 5% SiO₂. Эти данные коррелируют с результатами определения плотности, твердости и прочности спеченных образцов.

3. Наибольшую трещиностойкость имел образец №5, со составами: 94,6 % Al₂O₃ – 0,4% MgO – 5% SiO₂.

Список литературы

1. Матренин С.В., Слосман А.И. Техническая керамика: Учебное пособие. – Томск: Изд-во ТПУ, 2004.–75 с.
2. Briegleb F., Geuther A. – Libigs Ann., 1962, 123,238.
3. Смирнов А.И. Конструкционная керамика // Итоги науки и техники ВИНТИ. Сер. Порошковая металлургия. – 1990. – С. 64–106.
4. Лукин Е.С., Макаров Н.А. и др. Прочная и особопрочная керамика на основе оксида алюминия и частично стабилизированного диоксида циркония // Стекло и керамика. – 2003. – № 9. – С. 32–34.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ И АЛЮМИНИЯ

ВАН ИФАНЬ, ВАН ДАКУНЬ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
E-mail: msv@tpu.ru

Введение

Керамика на основе диоксида циркония является весьма перспективным конструкционным и функциональным материалом [1,2]. Наиболее распространенными методами получения прочной циркониевой керамики являются методы порошковой технологии [3,4].

Целью работы являлось исследование закономерностей консолидирования керамики на основе диоксида циркония с различным содержанием оксидов алюминия и иттрия и изучение физико-механических свойств спеченной керамики.

Эксперимент

В качестве исходных компонентов использовались промышленный нанокристаллические оксидные порошки (НП) $Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3$, полученные методом плазмохимического синтеза.

Порошки обрабатывали в планетарной шаровой мельнице «Активатор 2SL» Обработанные порошки пластифицировали водным раствором карбоксиметилцеллюлозы (КМЦ) из расчета: 5 мас. % КМЦ – 95 % порошка. Пластифицированные порошки формовали методом статического одноосного прессования, прессовки спекали в высокотемпературной печи сопротивления при температуре 1700°C.

С помощью прибора Nano Indenter G 200 определяли модуль упругости E_{IT} , твердость H_{IT} и прочность σ_b спеченной керамики по методике «Scratch Testing». Суть метода заключается в нанесении на исследуемую поверхность царапины заданной длины (200 мкм) под действием линейно возрастающей нагрузки (от 0 до 4 г), последующем определении глубины и ширины профиля. Прочность образцов рассчитывалась по формулам:

$$\sigma = \frac{F_n}{A_s \sin \alpha} \quad \text{и} \quad A_s = \frac{a^2}{2\sqrt{3} \sin \alpha} + \frac{ah}{\cos \alpha},$$

где F_n – нормальная нагрузка, A_s – проекционная площадь отпечатка от пирамиды Берковича, a и h – ширина и глубина профиля царапины на дистанции 200 мкм соответственно, α - угол, для пирамиды Берковича равный 65°.

Трещиностойкость спеченных образцов определяли с помощью метода отпечатков, её значения рассчитывали по формулам:

$$K_{Ic} = 0.16 HV \cdot a^{1/2} \cdot (c/a)^{-3/2} \quad [\text{МПа} \cdot \text{м}^{1/2}],$$

$$HV = 1.8544 \cdot (p/d^2).$$

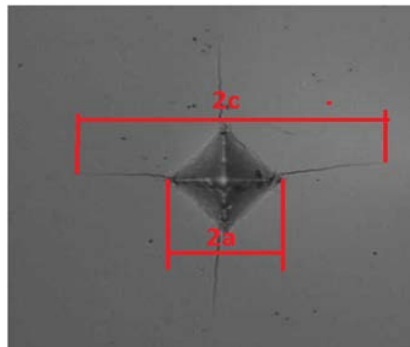


Рисунок 1 - Отпечаток индентора Виккерса на полированной поверхности образца диоксида циркония

В таблице 1 приведены физико-механические характеристики спеченных образцов, определенных по методике наноиндентирования.

Таблица 1 - Физико-механические свойства спеченной керамики

Состав, мас. %	E_{IT} , ГПа	H_{IT} , ГПа	σ_b , МПа	K_{IC} , МПа·м ^{1/2}
76,1% Al ₂ O ₃ – 21,8% ZrO ₂ – 2,1% Y ₂ O ₃	356,0	18,5	71	5,6
31,7% Al ₂ O ₃ – 62,2% ZrO ₂ – 6,1% Y ₂ O ₃	329,2	22,1	193	5,2
16,6% Al ₂ O ₃ – 76% ZrO ₂ – 7,4% Y ₂ O ₃	439,2	24,3	274	9,47
92,9% ZrO ₂ – 7,1% Y ₂ O ₃	230,8	14,9	93	11,59

Видно, что значения модуля нормальной упругости твердости керамики на основе корунда в целом соответствуют табличным (19-21 ГПа), в то время, как разброс значений прочности, определенной по методике царапания значителен. В целом, следует отметить, что методика скрэч-тестирования требует весьма качественную подготовку поверхности образцов. При этом они должны иметь минимальную остаточную пористость.

Заключение

В результате проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1. Из образцов керамической системы Al₂O₃ – ZrO₂ – Y₂O₃ исследованных составов повышенную плотность после спекания имел образец заэвтектического состава 76,1% Al₂O₃ – 21,8% ZrO₂ – 2,1% Y₂O₃.

2. Наибольшую плотность имел образец № 4 состава 92,9% ZrO₂ – 7,1% Y₂O₃. Данный состав соответствует частично-стабилизированному диоксиду циркония.

3. Из исследованных составов керамической системы Al₂O₃ – ZrO₂ – Y₂O₃ наиболее высокий уровень физико-механических свойств имела композиция заэвтектического состава 16,6% Al₂O₃ – 76% ZrO₂ – 7,4% Y₂O₃. В данной композиции одновременно реализованы два механизма упрочнения: трансформационное упрочнение за счет *t-m* – перехода в ZrO₂ (перехода тетрагональной модификации в моноклинную) [5] и дисперсное упрочнение высокомолекулярными частицами α - Al₂O₃.

Список литературы

1. Калинович Д.Ф., Кузнецова Л.И., Денисенко Э.Т. Диоксид циркония: свойства и применение // Порошковая металлургия.-1987.-№1.-с. 98-102.
2. Шевченко А.В., Рубан Ф.К., Дудник Е.В. Высокотехнологичная керамика на основе диоксида циркония // Огнеупоры и техническая керамика. – 2000. – № 9. – С. 2 – 8.
3. Балкевич В. Л. Техническая керамика: Учеб. пособие для втузов. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Стройиздат, 1984. – 256 с.
4. Матренин С.В, Слосман А.И. // Техническая керамика: Учебное пособие – Томск: Изд-во ТПУ, 2004. – 80 с.
5. M. Dehestani, E. Adolfsson. Phase stability and mechanical properties of zirconia and zirconia composites // Appl. Ceram. Technol. 2013. V. 10, № 1. P. 129-141.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРНЫХ РАЗМЕРОВ НАНОПОР В МЕТАЛЛАХ МЕТОДАМИ МОЛЕКУЛЯРНОЙ ДИНАМИКИ

Р.М. ГЕРАСИМОВ, П.С. ВОЛЕГОВ

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: romagrizly@gmail.com

Проблемы описания поврежденности металлов и сплавов на сегодняшний день являются весьма актуальными, поскольку металлические соединения используются чрезвычайно широко в большинстве отраслей промышленности. Для того, чтобы понимать и в полной мере управлять свойствами металлических изделий, которые определяются внутренней морфологией и совокупностью дефектов поликристалла, необходимо понимать роль основных механизмов поврежденности (образование и эволюция микропор и микротрещин) в ходе различных технологических процессов (например, при изготовлении, эксплуатации, в экстремальных условиях и др.).

Целью работы является определение характерных размеров микропор в металлах с использованием метода молекулярной динамики [1]. В ходе работы предложена и численно реализована математическая модель, описывающая поведение микропоры при различных внешних воздействиях (тепловых, деформационных и др.). Отметим, что исследование вопросов поврежденности принято рассматривать в рамках континуальных моделей (теорий поврежденности), которые подразумевают наличие представительного объема рассматриваемого материала [2]; на уровне же атомарных масштабов возможность выделения представительного объема отсутствует, однако метод молекулярной динамики является мощным теоретическим инструментом, позволяющим описывать внутреннюю структуру материала на уровне наномасштабов. Стоит отметить, что основным недостатком такого подхода является невозможность построения моделей реальных технологических (макромасштабных) процессов ввиду большой вычислительной сложности.

Взаимодействие частиц в зависимости от их взаимного расположения в рамках моделей молекулярной динамики описывается с помощью потенциалов межатомного взаимодействия. Выбор потенциала межатомного взаимодействия при использовании дискретно-атомистического подхода можно сравнить с выбором определяющих соотношений в рамках континуальных моделей. В работе для построения потенциала межатомного взаимодействия использовалась модель погруженного атома (*embedded atom model, EAM*) [3]. Преимущество EAM по сравнению с другими моделями для построения потенциалов межатомного взаимодействия обусловлено достаточно прозрачной процедурой построением и учетом взаимодействия отдельного атома с электронными облаками, что является важным фактором при моделировании металлических соединений.

Построенная модель использовалась для проведения ряда численных экспериментов с целью выявления характерных устойчивых размеров микропор в стали Fe-C (содержание углерода до 0,8%). Под устойчивостью конфигурации поры понималось существование объема, отделенного от частиц системы некоторой поверхностью раздела, в течение времени, превышающего время релаксации системы. Потенциал межатомного взаимодействия для Fe-C представлен в работе [4]. В рамках работы рассмотрение только атомной системы Fe-C связано с принятой гипотезой, что объем поры занят вакуумом, а не газом, что возможно наблюдать при образовании микропор как следствия скопления вакансий в процессах «быстрого» охлаждения и интенсивных деформациях. В качестве начальной конфигурации системы рассматривалась ОЦК структура Fe-C с равномерным распределением углерода по объему. Поиск термодинамически равновесной конфигурации осуществлялся путем поддержания постоянной температуры $T = 300\text{K}$ (*NVT* ансамбль). Непосредственно генерация микропоры осуществлялась путем исключения части атомов из объема.

Проведенные численные эксперименты показали, что минимальный устойчивый размер микропоры при $T=300\text{K}$ составляет 4.2Å . Однако, такой размер является

неустойчивым по отношению к внешним воздействиям, что приводит к «залечиванию» поры при повышении температуры. Показано, что устойчивой по отношению к внешним воздействиям (до $T=1000\text{K}$ и деформациям до 0,7%) являются поры, характерный размер которых составляет 5.1\AA и более.

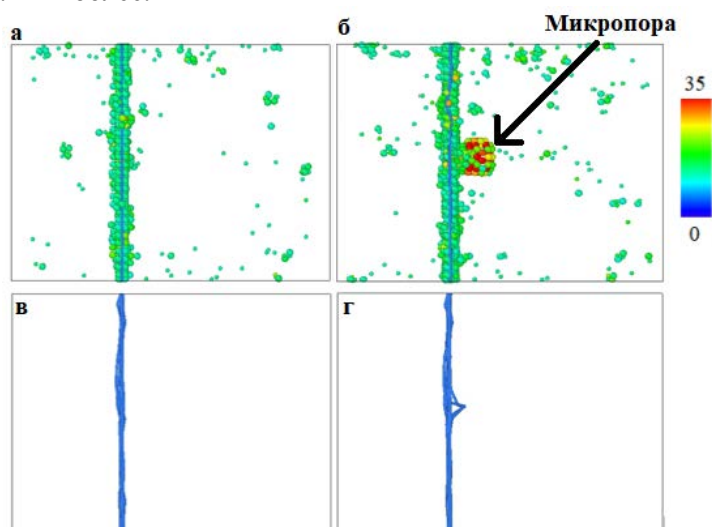


Рисунок 1 - Анализ дефектной структуры расчетной области до (слева) и после (справа) внесения микропоры

Кроме того, в работе проведено исследование взаимодействия микропоры с дислокациями. Для анализа дефектной структуры использовались параметр общего соседства [5] (*common neighbourhood parameter, CNP*) (рис. 1, а–б), а также алгоритм выделения дислокаций [6] (*dislocation extraction algorithm, DXA*). В качестве источника дислокаций рассматривается межзеренная (малоугловая) граница, представляющая собой совокупность дислокаций. На рис. 1 представлена дефектная структура и выделенная межзеренная граница соответственно до внесения микропоры (рис. 1, а, рис. 1, в), а также после внесения микропоры и релаксации системы при постоянной температуре $T = 300\text{K}$ (рис. 1, б, рис. 1, г). Представленные результаты позволяют качественно судить о характере взаимодействия микропор с дислокационными линиями, образованными границами зерен.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента РФ № МК-1298.2017.1.

Список литературы

1. Leimkuhler B., Matthews C. *Molecular Dynamics: With Deterministic and Stochastic Numerical Methods*. – Springer, 2015. – 468 p.
2. Volegov, P.S., Gribov, D.S., Trusov, P.V. *Damage and fracture: Classical continuum theories// Physical Mesomechanics*. – 2017. – Vol. 20, Is. 2. – pp. 157-173.
3. Волегов П.С., Герасимов Р.М., Давлятин Р.П. Модели молекулярной динамики: обзор ЕАМ-потенциалов. Часть 1: Потенциалы для однокомпонентных систем// Вестник ПНИПУ. Механика. – 2017. – № 4. – С. 214–237
4. Hepburn D.J., Ackland G.J. *Metallic-covalent interatomic potential for carbon in iron// Phys. Rev. B*. – 2008. – Vol. 78, Is. 16. – 165115.
5. Tsuzuki H., Branicio P., Rino J.P. *Structural characterization of deformed crystals by analysis of common atomic neighborhood// Computer Physics Communications*. – 2007. – Vol. 177, Is. 5 – Pp. 518 – 523.
6. Stukowski A., Albe K. *Extracting dislocations and non-dislocation crystal defects from atomistic simulation data// Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*. – 2010. – Vol.18, Is. 8. – 085001.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ КОЛИЧЕСТВА ВВОДИМЫХ ОРГАНИЧЕСКИХ И НЕОРГАНИЧЕСКИХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ

ГО ФУЦЗАЙ, Н.З.МАДАМИНОВ, А. А. КОНДРАТЮК

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail:madnodir@mail.ru

Сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) представляет собой линейный конструкционный термопластик с превосходными свойствами: высокой прочностью, коррозионной стойкостью, самосмазывающимися свойствами и работоспособностью при низких температурах. Добавление наполнителей является одним из самых простых и эффективных методов модификации СВМПЭ с целью получения дополнительных особых свойств характерных для материалов конструкционного назначения [1].

Для исследований были изготовлены композиты на основе СВМПЭ с наполнителями в виде органического - УНТ (углеродные нанотрубки) и неорганического - диоксида циркония в количествах 0,5, 1, 3, 5, 10,15,20,25% (вес.) [2,3]. Измерение твердости проводилось с помощью твердомера «ТКМ-359». Исследования на износостойкость проводились на установке для исследования износа «ИИП-1». Исследования на растяжение композитов проводились на машине «Instron 5582» [4].

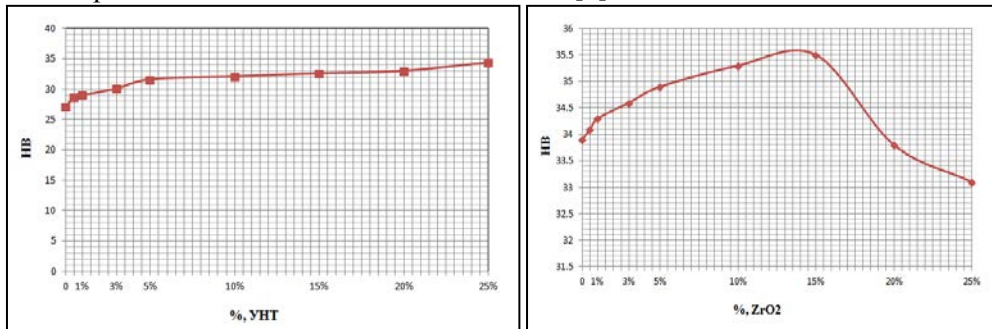


Рисунок 1 – Твердость по Бринеллю композитов с различным содержанием УНТ и ZrO₂

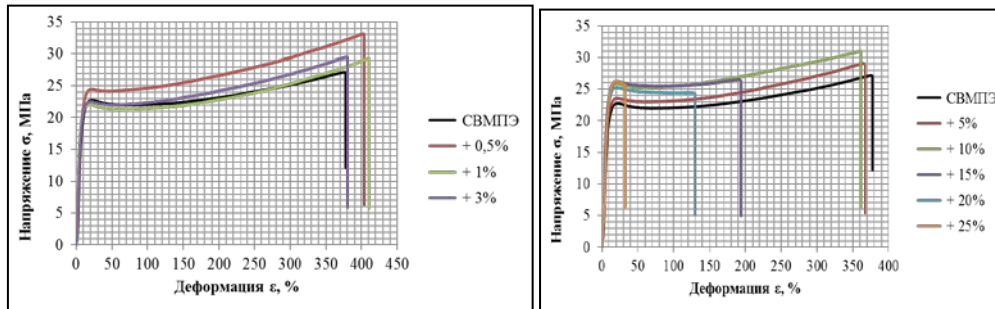


Рисунок 2 – Диаграммы растяжений композитов с диоксидом циркония

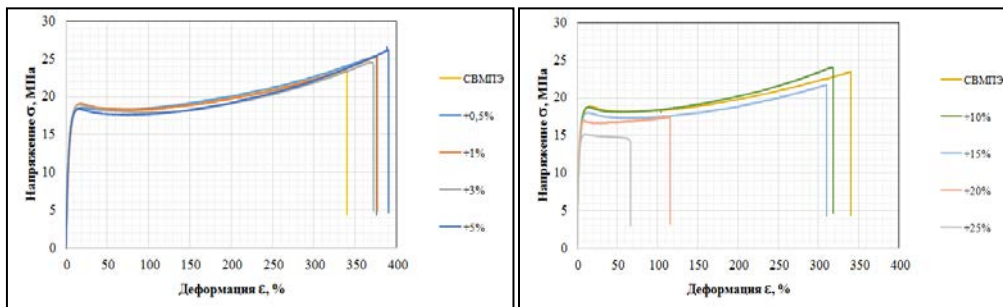


Рисунок 3 – Диаграммы растяжений композитов с УНТ

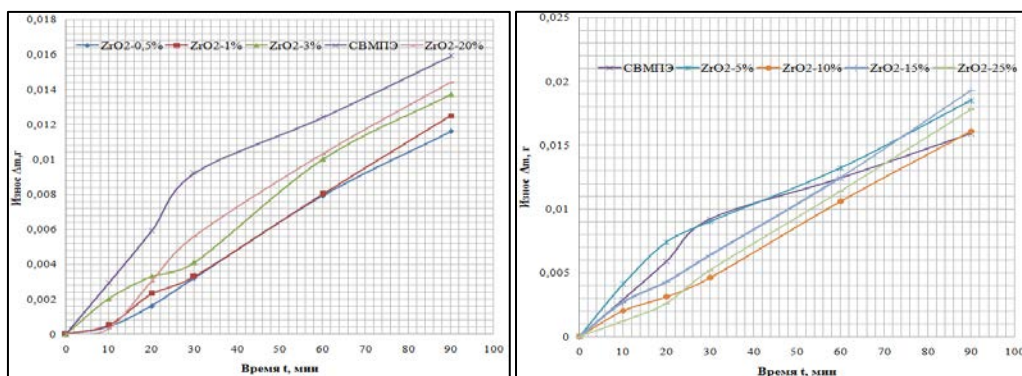
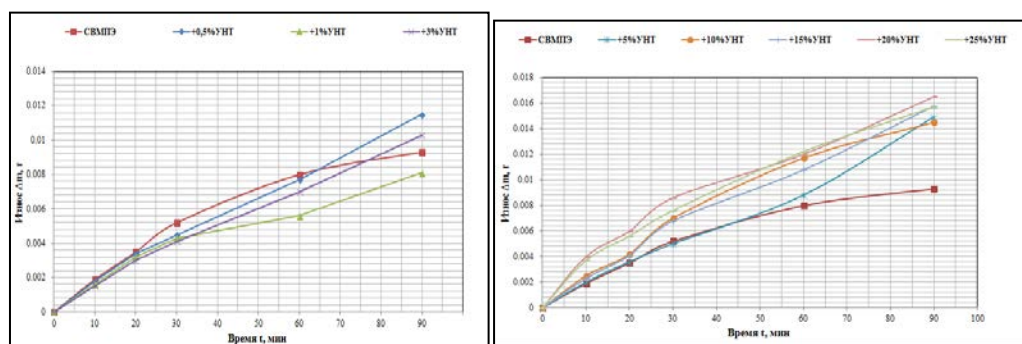
Рисунок 4 – Результаты исследования на износ композитов с ZrO_2 

Рисунок 5 – Результаты исследования на износ композитов с УНТ

Выводы. Измерения твердости показали, что величина твердости композитов пропорциональна количеству добавки УНТ. При использовании ZrO_2 величина твердости, начиная с концентрации 15% снижается.

Исследование прочностных характеристик выше перечисленных композитов показало, что в общем случае при введении наполнителей до значений 3-5% увеличивает их прочностные и деформационные свойства. Дальнейшее увеличение содержания наполнителей приводит к уменьшению значения пластичности.

При исследовании износостойкости в условиях сухого абразивного трения установлено, что введение ZrO_2 и УНТ до 3% можно добиться увеличения износостойкости композитов в сравнении с образцом чистого СВМПЭ. Дальнейшее увеличение содержания наполнителей приводит к уменьшению износостойкости. Это объясняется с нашей точки зрения уменьшением площади чистой контактной поверхности частиц матрицы СВМПЭ в композите.

Список литературы

1. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности/И. Н. Андреева, Е. В. Веселовская, Е. И. Наливайко и др. – Л.: Химия, 1982. – 80 с.
2. Кондратюк А.А., Клопотов А.А., Муленков А.Н., Зиганшин А.И., Васендина Е.А. // Изв. Вузов. Физика. – 2012. – № 5/2. – С. 151-155.
3. Кондратюк А.А., Матренин С.В., Недосекова О.Ю. // Изв. вузов. Физика. – 2014 год. №9/3. – 87-102 стр.
4. Яхин А.А., Мадаминов Н.З., Кондратюк А.А. Исследование влияния наноразмерных наполнителей на прочность полимерных композитов // Научный потенциал молодежи и технический прогресс: Материалы I международной научно-практической конференции. – Санкт-Петербург: СПбФ НИЦ МС, 2018. – С. 134-135.

ОПТИМИЗАЦИЯ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ НА ПОРОШКОВУЮ СМЕСЬ В₄С - Ti ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ТВЕРДОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА

А.А. ГОЛЫШЕВ

Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН,
Новосибирский государственный университет, Новосибирск

E-mail: alexgol@itam.nsc.ru

Аддитивные технологии (АТ) – способ изготовления изделий путем послойного наращивания материала любой геометрии. Эта технология играет важную роль для изготовления функциональных изделий или в восстановлении их изношенных частей с высокими прочностными свойствами.

Характеристики материалов изделий, изготовленных аддитивной технологией - предел текучести, удлинение, ударная вязкость, удельная прочность и т.д. - соответствуют более высоким требованиям, чем при изготовлении традиционными методами. Особенно важно, что 3D-наплавка порошковых смесей позволяет быстро изменять состав материала путем внесения в расплав разных порошков. Это дает возможность разрабатывать гетерогенные или градиентные металлические композиты.

При лазерном спекании порошков по методу АТ возможно образование дефектов – микрополостей, пор, что снижает механические свойства изделий. К настоящему времени не разработаны методы определения оптимальных параметров наплавки - таких, которые обеспечивали бы минимальные значения шероховатости, монолитность и однородность структуры. Поэтому поиск оптимальных комбинаций параметров (мощности лазерного излучения, скорости сканирования, шага сканирования, толщины слоя и других) для данного материала производится эмпирически, методом проб и ошибок.

Существует большое количество методов получения данных металломатричных композитных покрытий: холодное газодинамическое напыление (ХГН), лазерно-порошковая наплавка, селективное лазерное плавление, плазменное напыление, электронно-лучевая наплавка и др. [1-3]. В настоящей работе исследуется SLM метод получения металломатричного композиционного покрытия на основе В₄С и металлической матрицы на основе титана (рис.1).

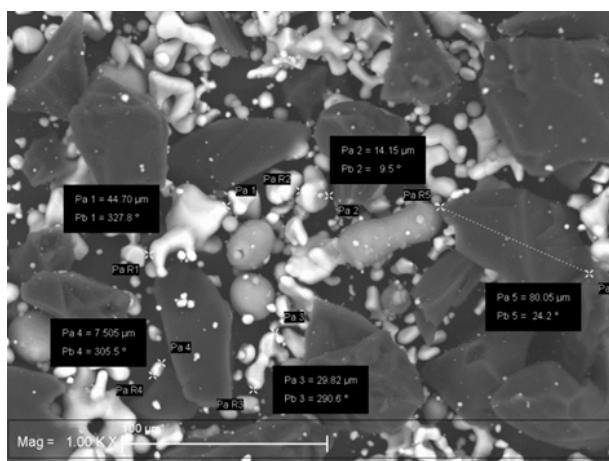


Рисунок 1 - СЭМ-изображение порошковой смеси В₄С – Ti

Были проведены эксперименты по оптимизации процесса лазерной наплавки для различного процентного содержания карбида бора в исходной смеси. На рисунке 2 представлена фотография подложки с наплавленными треками при разных режимах. При оптимизации варьировались такие параметра как скорость движения луча V , мощность

излучения W и параметры фокусировки F. Обработка лазерным излучением (ЛИ) осуществлялась на созданном в ИТПМ СО РАН АЛТК «Сибирь 1» [4]. АЛТК «Сибирь 1» включает непрерывный CO₂-лазер мощностью до 5 кВт. и параметром качества пучка K = 0,7 и компьютерную систему управления лазером и технологическим столом. Лазерное излучение с помощью линзы из ZnSe с фокусным расстоянием 254 мм фокусировалось вглубь материала, на поверхность и над материалом.



Рисунок 1 - Фотография подложки с единичными металлокерамическими треками при разных режимах лазерного воздействия

При анализе экспериментальных образцов из многочисленных треков на микроскопе были установлены наиболее качественные треки и соответственно определены оптимальные режимы лазерной наплавки. Отмечено, что при увеличении содержания карбида бора оптимальные мощность и скорость перемещения излучения снижаются для достижения качественной наплавки. Важной особенностью оптимального режима наплавки с большим содержанием частиц карбида бора являлось использование теплопроводного режима нагрева поверхности, т.е. положение фокуса линзы приходилось поднимать для достижения качественной наплавки порошка. В режиме кинжального проплавления при опускании положение фокуса внутрь образца с большим содержанием частиц карбида бора формирующийся канал не заплывался, что приводило к существенному ухудшения качества трека. При этом вдоль наплавочных треков регистрировалось большее количество поперечных трещин.

Благодарности

Работа выполнена при поддержке гранта Российского научного фонда «Исследование послойного лазерного формирования функционально-градиентных металлокерамических структур, включающих в себя B₄C, TiC и TiB₂, используя импульсно-периодическое лазерное излучение» № 18-79-00052.

Список литературы

1. Feng C., Guipont V., Jeandin M. and et al. B₄C/Ni composite coatings prepared by cold spray of blended or CVD-coated powders // J. Thermal Spray Technol. – 2012. – V. 21. – № 3/4. – P. 561–570.
2. Meng Q.W., Geng T.L., Zhang B.Y. Laser cladding of Ni-base composite coatings onto Ti–6Al–4V substrates with pre-placed B₄C+NiCrBSi powders // Surface Coatings Technol. – 2006. – V. 200. – P. 4923–4928.
3. Фомин В.М., Голышев А.А., Косарев В.Ф. и др., Создание гетерогенных материалов на основе порошков B₄C и Ni методом холодного газодинамического напыления с

последующим послойным лазерным воздействием // Прикладная механика и техническая физика. – 2017. – Т. 58. – №5. – С. 218– 227.

4. Гольшев А.А., Маликов А.Г., Оришич А.М., Шулятьев В.Б., Высококачественная лазерная резка нержавеющей стали в атмосфере инертного газа с помощью волоконного иттербиевого и СО₂-лазеров // Квантовая электроника. 2014. – Т.44. – №3. – С. 233-238.

ГИСТЕРЕЗИС АВТОЭЛЕКТРОННОЙ ЭМИССИИ ГРАФЕНОВЫХ ПЛЕНОК

Д.В. ГОРОДЕЦКИЙ¹, К.М. ПОПОВ¹, С.Н. ШЕВЧЕНКО², А.В. ОКОТРУБ¹

¹Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

²Физико-технический институт низких температур имени Б.И. Веркина НАН, Украина

E-mail: gordim2005@yandex.ru

Сочетание уникальных электрических и механических свойств графена делает его привлекательным для различных приложений, включая автоэлектронную эмиссию. Помимо высокого аспектного отношения интересной особенностью автоэлектронной эмиссии с графенового катода является выраженный гистерезис вольтамперных характеристик (ВАХ). [1]. Такие свойства полезны для элементов с памятью - мемристоров [2, 3]. В данной работе подробно рассмотрен гистерезис автоэлектронной эмиссии с графеновых катодов.

Для экспериментального исследования ВАХ автоэлектронной эмиссии с торца графена использовались образцы производства компании «Graphenea», SIC NanoGune, Испания. Графен площадью 100 мм² находился на поверхности кремниевой подложки со слоем SiO₂.

Установка измерения автоэлектронной эмиссии представляет собой вакуумную камеру, поддерживающую разряжение порядка $1 \cdot 10^{-5}$ Торр. Для проведения эксперимента, кремниевая подложка с графеном раскалывалась пополам, после чего одна из половинок 5*10 мм устанавливалась в измерительную камеру установки измерения автоэлектронной эмиссии сколом вверх (сколом к аноду длиной ~10 мм).

В качестве анода выступает стекло с токопроводящим покрытием (ИТО). Установка позволяет подавать пилообразный потенциал в диодном режиме на электроды в диапазоне от 0 до 6000 вольт. Расстояние между поверхностью массива ориентированных УНТ, являющегося катодом, и плоским анодом варьировали от 1000 мкм до 10000 мкм.

Для установления частотной зависимости были проведены эксперименты по подаче пилообразного сигнала с частотой от 0,1 до 30 Гц. ВАХ регистрировались при подаче нескольких последовательных циклов.

В описанной модели в качестве катода выступал графен на подложке Si/SiO₂. Вольтамперные кривые отображают не только гистерезис, но и взаимное самопересечение. Самопересечение обусловлено механическим колебанием свободного края графеновой пленки. Механическое движение, обусловленное отслаиванием графена с подложки было описано в рамках двухступенчатой мемрезистивной модели.

Работа была выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-32-00448.

Список литературы

1. V. I. Kleshch, D. A. Bandurin, A. S. Orekhov, S. T. Purcell, and A. N. Obraztsov, Applied Surface Science 357, 1967 (2015).
2. D. V. Gorodetskiy, A. V. Gusel'nikov, S. N. Shevchenko, M. A. Kanygin, A. V. Okotrub, and Y. V. Pershin, J. Nanophoton. 10, 012524 (2016).
3. Y. V. Pershin and S. N. Shevchenko, Nanotechnology. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/aa53bf> (2016).

АНАЛИЗ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ДИСЛОКАЦИЙ И ГРАНИЦ ЗЕРЕН В ГЦК МЕТАЛЛАХ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ЭДУ, РАЗОРИЕНТИРОВОК И ТИПА ГРАНИЦЫ*Р. П. ДАВЛЯТШИН, П. С. ВОЛЕГОВ*

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: romadavly@gmail.com

Разработка изделий и конструкций с улучшенными эксплуатационными характеристиками требует создания материалов с заранее известными свойствами (т.н. функциональных материалов). Такие материалы часто получают в процессе интенсивных пластических деформаций. Основным механизмом пластической деформации в поликристаллах является движение дислокаций; при этом дислокации при движении взаимодействуют с другими дефектами кристаллической структуры (вакансии, атомы внедрения, межзеренные и межфазные границы), причем такое взаимодействие очень сложно наблюдать в натурном эксперименте *in situ*. Таким образом, актуальным представляется использование прямых методов моделирования поведения материала на атомарном уровне.

Метод молекулярной динамики (ММД) – мощный инструмент для изучения поведения металлов и сплавов, жидкостей и газов, органических соединений на атомарном (молекулярном) уровне. В основе ММД лежит идея о представлении тела в виде совокупности взаимодействующих частиц, причем движение каждой частицы определяется вторым законом Ньютона, а сила взаимодействия определяется межатомным потенциалом. Наиболее эффективными на данный момент являются потенциалы, основанные на методе погруженного атома (ЕАМ потенциалы) [1]:

$$E_{tot} = \frac{1}{2} \sum_{i,j(j \neq i)} \Phi(r_{ij}) + \sum_i F(\rho_i),$$

где $\Phi(r_{ij})$ – функция парного взаимодействия, зависящая от расстояния между атомами i и j , $F(\rho_i)$ – энергия погружения, которая зависит от электронной плотности, действующей на атом i со стороны других атомов. Тем не менее, сегодня не существует универсального ЕАМ потенциала, который бы хорошо воспроизводил свойства даже для однокомпонентного металла [2]. В связи с тем, что в рамках работы основной упор был сделан на изучение дефектной структуры ГЦК металлов, был проведен краткий обзор существующих ЕАМ потенциалов для ГЦК металлов и отобраны наиболее пригодные для целей исследования [3].

При изучении взаимодействия дислокации и границы зерен (ГЗ) необходимо учитывать разориентировки и тип границы, которые существенно влияют на ее энергию [4]. Получение бикристалла с устойчивой межзеренной границей, вообще говоря, является отдельной задачей, результаты решения которой приведены, например, в [5]. В рамках работы для получения устойчивых границ зерен применялся метод молекулярной статики (метод сопряженного градиента), что позволило существенно ускорить вычислительный процесс. Также для изучения взаимодействия ГЗ и решеточных дислокаций необходимо учитывать энергию дефекта упаковки (ЭДУ). Для этого в работе рассмотрены несколько ГЦК металлов: никель (0,24 Дж/м²), алюминий (0,135 Дж/м²), золото (0,52 Дж/м²), медь (0,85 Дж/м²), серебро (0,21 Дж/м²) [6].

Для изучения взаимодействия межзеренной границы и дислокаций был реализован следующий алгоритм. Сначала генерировался бикристалл с устойчивой межзеренной границей, состоящий из ~500 тыс. атомов с периодическими граничными условиями по осям OY, OZ и конечными граничными условиями (первого рода) по оси OX. Далее в один из кристаллитов вносилась петлевая дислокация. Такой вид дислокаций был выбран для

того, чтобы избежать появления «бесконечных» дислокационных линий из-за использования периодических граничных условий (рис. 1). После этого было проведено моделирование процесса деформации простого сдвига. Для этого на границах системы (вдоль оси OX) выделялись две «жесткие» области толщиной 6–7 межатомных расстояния. Атомам одной из них были предписаны постоянные скорости, соответствующие скорости деформации, а атомы другой области были жестко закреплены.

Анализ атомарной структуры металлов проводился с применением алгоритма определения дислокаций (*dislocation extraction algorithm, DXA*), а также параметра центральной симметрии (*central symmetry parameter, CSP*).

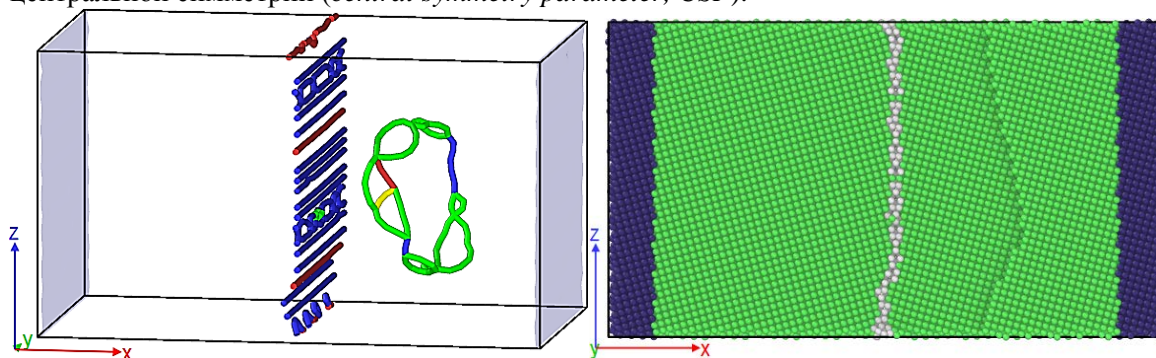


Рисунок 1 - Визуализация дислокационной структуры (слева) и атомарной структуры (справа) бикристалла меди до процесса деформирования

В процессе исследования проведены численные эксперименты по моделированию процесса деформации бикристалла с разными параметрами (скорость деформации, размер бикристалла, разориентировка границы, размер решеточной дислокации) и для разных материалов (алюминий, золото, медь, серебро). Выявлено, что скорость деформации, разориентировка и тип границы существенно влияют на характер взаимодействия межзеренной границы и решеточной дислокации, т.к. изменяется дислокационная структура самой границы зерен. Выявлены типы дислокационных структур, формирующихся вблизи границы, а также их роль в процессе неупругой деформации. Исследован механизм неупругой деформации, связанный с выбрасыванием границей дислокационных петель, что позволяет говорить о границе как об активном источнике дислокаций.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента РФ № МК-1298.2017.1.

Список литературы

1. Daw M. S., Baskes M. I. Embedded-atom method: Derivation and application to impurities, surfaces, and other defects in metals // *Physical Review B*. – 1984. – Vol. 29, No. 12. – pp. 6443-6453.
2. Волегов П.С., Герасимов Р.М., Давлятшин Р.П. Модели молекулярной динамики: обзор ЕАМ-потенциалов. Часть 1: Потенциалы для однокомпонентных систем // *Вестник ПНИПУ. Механика*. – 2017. – № 4. – С. 214–237. DOI: 10.15593/perm.mech/2017.4.14
3. Mishin Y., Asta M., Li Ju Atomistic modeling of interfaces and their impact on microstructure and properties // *Acta Materialia*. – 2010. – Vol. 58, No. 4. – pp. 1117-1151.
4. Орлов А.Н., Перевезенцев В.Н., Рыбин В.В. Границы зерен в металлах/под ред. Бернштейна М.Л., Новикова И.И. – Москва: Металлургия, 1980. – 153 с.
5. Volegov P.S., Gerasimov R.M. Modeling the formation of grain boundaries as a result of two-sided crystallization using molecular dynamics // *Key Engineering Materials*. – 2017. – V. 743. – pp. 181-186.
6. Келли А., Гровс Г. Кристаллография и дефекты в кристаллах – М.: Мир, 1974. – 504 с.

ОРИЕНТАЦИОННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ДВУСТОРОННЕГО ЭФФЕКТА ПАМЯТИ ФОРМЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ФЕРРОМАГНИТНОГО СПЛАВА $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$

А.С. ЕФТИФЕЕВА, Е.Ю. ПАНЧЕНКО, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: anna_eftifeeva@rambler.ru

Односторонний эффект памяти формы (ЭПФ) является неотъемлемым свойством для материалов с термоупругими мартенситными превращениями (МП). Двусторонний эффект памяти формы (ДЭПФ) таковым не является и индуцируется за счет термомеханических обработок и тренировок [1]. Материал, демонстрирующий ДЭПФ, «запоминает» свою форму как в области низких температур (в мартенсите), так и в области высоких температур (в аустените). Таким образом, при проявлении ДЭПФ реализуется обратимая деформация в циклах охлаждения/нагрев без внешних напряжений.

Среди многих типов ферромагнитных сплавов с ЭПФ сплав CoNiAl привлек большое внимание исследователей благодаря возможности наведения высокотемпературной сверхэластичности и магнитного ЭПФ [2]. Сплав CoNiAl может применяться в качестве исполнительных механизмов (актуаторы, датчики, сенсоры), поскольку он испытывает изменение линейных размеров при одностадийном термоупругом B2-L1_0 МП под нагрузкой. Актуаторы с односторонним ЭПФ требуют дополнительной внешней силы, для приведения в действие устройство, в то время как использование актуаторов с ДЭПФ более эффективно и не требует внешнего воздействия. Создание материала на основе сплава CoNiAl с ДЭПФ, позволит использовать его в качестве рабочего тела актуатора. Цель работы – выяснить ориентационную зависимость ДЭПФ в монокристаллах сплава $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$, состаренных под нагрузкой в мартенситном состоянии.

Монокристаллы выращивали методом Бриджмена. Образцы имели форму прямоугольных параллелепипедов с высотой 6 мм и площадью поперечного сечения 9 мм^2 . При этом нормали к плоскостям огранки образца ориентированы вдоль $[001]_{\text{B2}}$, $[110]_{\text{B2}}$ и $[\bar{1}10]_{\text{B2}}$ -направлений, рисунок 1. Образцы гомогенизировали 8,5 ч при 1613 К и затем закаливали в воду комнатной температуры. Далее проводили старение при 423 К в течение 1 ч под сжимающей нагрузкой 500 МПа, приложенной вдоль $[110]_{\text{B2}}$ -направления, в мартенситном состоянии. Таковую термомеханическую обработку проводили специально, для того, чтобы стабилизировать один раздвойникованный вариант L1_0 -мартенсита.

Экспериментально установлено, что после закалки от 1613 К в монокристаллах ДЭПФ не наблюдается. При охлаждении без нагрузки имеет место образование самоаккомодирующей структуры L1_0 -мартенсита и изменение размеров образца не происходит [1]. Старение в мартенсите под нагрузкой приводит к стабилизации ориентированного L1_0 -мартенсита. Микроструктурные механизмы стабилизации мартенсита могут включать атомную переориентацию ближнего порядка, перераспределение точечных дефектов в соответствии с симметрией мартенсита, изменение структуры антифазных границ и антифазных доменов, образовавшихся при закалке в аустените, и закрепление дефектами двойниковых границ в мартенсите [3]. Выделение каких-либо частиц вторичных фаз в состаренных кристаллах не обнаружено. На рисунке 1 представлены результаты исследования ДЭПФ в состаренных в мартенсите монокристаллах – кривые деформации от температуры $\epsilon(T)$ при охлаждении/нагреве в свободном состоянии.

Экспериментально показано, что после старения в мартенсите в циклах охлаждения/нагрев в свободном состоянии наблюдается обратимая деформация образца, т. е. создаются условия для проявления ДЭПФ за счет ориентированного роста мартенсита охлаждения. При этом образец во время охлаждения испытывает растягивающую деформацию вдоль $[001]_{\text{B2}}$ -направления и сжимающую вдоль двух других $[110]_{\text{B2}}$ и $[\bar{1}10]_{\text{B2}}$ -направлений. Таким образом, вдоль $[001]_{\text{B2}}$ -направления, перпендикулярного направлению старения, возникает растягивающий ДЭПФ с величиной обратимой деформации равной

$\varepsilon_{\text{ДЭПФ}}^{[001]} = +7,3\%$, близкой к теоретически рассчитанной деформации В2-L1₀ МП при растяжении $\varepsilon_{\text{tr}} = +9,0\%$ для [001]_{B2}-ориентации. Большая объемная доля мартенсита образуется «взрывом» при температуре $M_s = 280\text{ K}$ и ей соответствует деформация при прямом МП $+4,9\%$. Далее превращение развивается в широком температурном интервале $\Delta_1 = M_s - M_f = 93\text{ K}$. Обратное превращение также характеризуется широким $\Delta_2 = A_f - A_s = 80\text{ K}$ и «взрывным» переходом. В результате, как при охлаждении, так и при нагреве образец массой 0,2 г совершает прыжок, отрываясь от твердой поверхности с начальной скоростью около 1,1 м/с, т.е. преобразуя тепловую энергию в механическую работу. Состаренные в мартенситах монокристаллы обеспечивают максимальную работу, совершенную при МП $W_{\text{TWSME}} = \sigma_{\text{app}} \cdot \varepsilon_{\text{tr}} / \rho = 0,19\text{ Дж} \cdot \text{г}^{-1}$, где σ_{app} – внешние сжимающие напряжения, ε_{tr} – деформация, наблюдаемая при σ_{app} и ρ – плотность [4]. Полученная величина W_{TWSME} для сплава $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$ в 1,5 раз больше, чем для сплава $\text{Ti}_{50,5}\text{Ni}_{24,5}\text{Pd}_{25}$ [4]. Температурный гистерезис, характеризующий рассеяние энергии при МП, составляет $\Delta T = 50\text{ K}$.

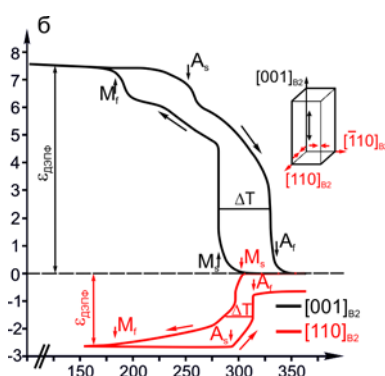


Рисунок 1 – Кривые $\varepsilon(T)$ для кристаллов, состаренных под нагрузкой в мартенситах

Вдоль двух направлений типа $\langle 110 \rangle_{B2}$, соответствующих направлению старения, индуцируется сжимающий ДЭПФ $\varepsilon_{\text{ДЭПФ}}^{[110]} = -2,6\%$ и $\varepsilon_{\text{ДЭПФ}}^{[\bar{1}10]} = -1,7\%$, в 2,8-4,3 раза меньший по сравнению с деформацией вдоль высокопрочного направления. На рисунке 1 для примера приведена кривая $\varepsilon(T)$ для [110]_{B2}-направления. Прямое МП начинается при $M_s = 302\text{ K}$ и развивается в интервале $\Delta_1 = 115\text{ K}$, обратное превращение происходит в более узком интервале $\Delta_2 = 20\text{ K}$. Превращение также как и вдоль [001]_{B2}-направления происходит «взрывом» и дальнейшим постепенным изменением деформации с температурой.

Экспериментально показано, что старение под нагрузкой в мартенситном состоянии монокристаллов сплава $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$ приводит к наведению ДЭПФ с максимальной величиной обратимой деформации $\varepsilon_{\text{ДЭПФ}}^{[001]} = +7,3\%$ вдоль [001]_{B2}-направления и совершенной работой $W_{\text{TWSME}} = 0,19\text{ Дж} \cdot \text{г}^{-1}$, что значительно превышает известные аналоги.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-08-00179.

Список литературы

1. Otsuka K., Wayman C.M. Shape memory material. – Cambridge University PRESS, 1998. – 284 p.
2. Dadda J., Maier H.J., Karaman I., Chumlyakov Y.I. Cyclic deformation and austenite stabilization in $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$ single crystalline high-temperature shape memory alloys // Acta Mater. – 2009. – V. 57. – P. 6123–6134.
3. Otsuka K., Ren X. Mechanism of martensite aging effects and new aspects // Mater. Sci. Eng., A. – 2001. – V. 312. – P. 207–218.
4. Atli K.C., Karaman I., Noebe R.D. Work output of the two-way shape memory effect in $\text{Ti}_{50,5}\text{Ni}_{24,5}\text{Pd}_{25}$ high-temperature shape memory alloy // Scr. Mater. – 2011. – V. 65. – P. 903–906.

ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОЛИМЕРНЫХ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТРИЦ, ПОЛУЧЕННЫХ ПО АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ, В ТЕРАГЕРЦОВОМ ДИАПАЗОНЕ ЧАСТОТ

С.Н. ЖАКУПОВ, А.В. БАДЬИН, К.В. ДОРОЖКИН

Томский государственный университет

E-mail: Zhak.sn@yandex.ru

Создание материалов с заданными электрофизическими свойствами является актуальной задачей во всех сферах жизнедеятельности человека, в которых используется электромагнитное излучение. Стремительное развитие аддитивной технологии приводит к появлению новых материалов, которые открывают перспективы разработки композитов на основе полимерных матриц [1-3]. Представляет интерес применение мультиэкструдерных систем послойного наплавления для создания композитов, взаимодействующих с терагерцовым (ТГц) излучением на основе электропроводящего пластика и полимерных диэлектрических матриц. В данной работе представлен результат анализа электромагнитных свойств полимерных диэлектрических матриц, созданных по аддитивной технологии в ТГц диапазоне частот. Для исследования были выбраны ряд полимерные материалы, широко применимые в промышленных и бытовых 3D принтерах.

Плоскопараллельные образцы матриц (рисунок 1) с поперечными размерами 25x25 мм были изготовлены по аддитивной технологии методом послойного наплавления FDM (fused deposition modeling). Диаметр сопла при изготовлении матриц составлял 300 мкм.

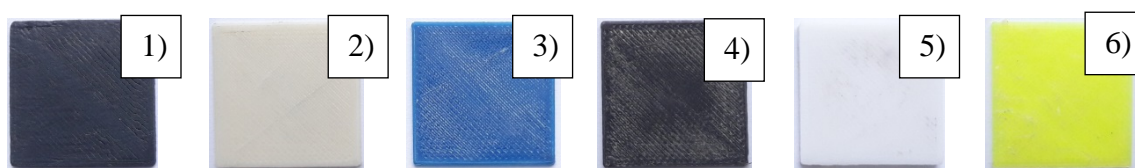


Рисунок 1 - Оптические фотографии поверхности диэлектрических пластинок, с нанесенной периодической структурой

Описание и толщины изготовленных образцов матриц приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Описание образцов исследуемых диэлектрических матриц

№	Название	Толщина, мм	Описание
1	HIPS	1,135	Полистирол
2	ASA	0,800	Акрилонитрилстиролакрилат
3	PETAG	0,815	Полиэтилентерефталат-гликоль
4	Flex	0,890	Термоэластопласт
5	ABS	1,970	Акрилонитрилбутадиенстирол (АБС)
6	Neylon	0,740	Нейлон

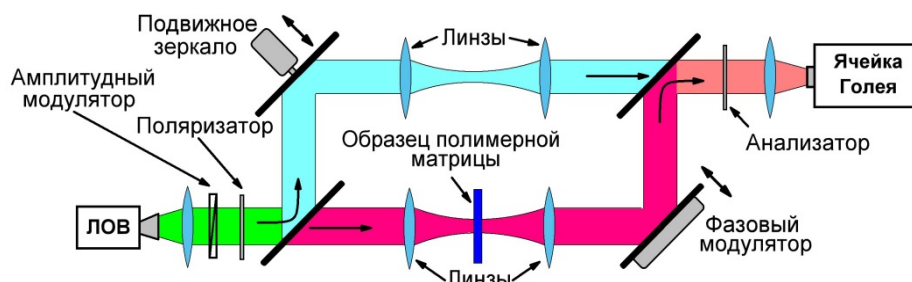


Рисунок 2 – Схема экспериментальной установки для исследования электрофизических свойств полимерных диэлектрических матриц, полученных по аддитивной технологии

Для исследования электромагнитных свойств полимерных диэлектрических матриц в ТГц диапазоне частот использовался квазиоптический спектрометр СТД-21 (рисунок 2), основу которого составляет интерферометр Маха – Цандера. В качестве источника ТГц излучения служит лампа обратной волны типа М, с диапазоном рабочих частот 200-380 ГГц. Детектирование амплитудно-модулированного ТГц сигнала производилось акустооптическим преобразователем (ячейкой Голея).

В ходе эксперимента были проведены измерения коэффициента прохождения и сдвига фазы электромагнитной волны через образец. Из полученных спектров была рассчитана комплексная диэлектрическая проницаемость образцов полимерных матриц (рисунок 3).

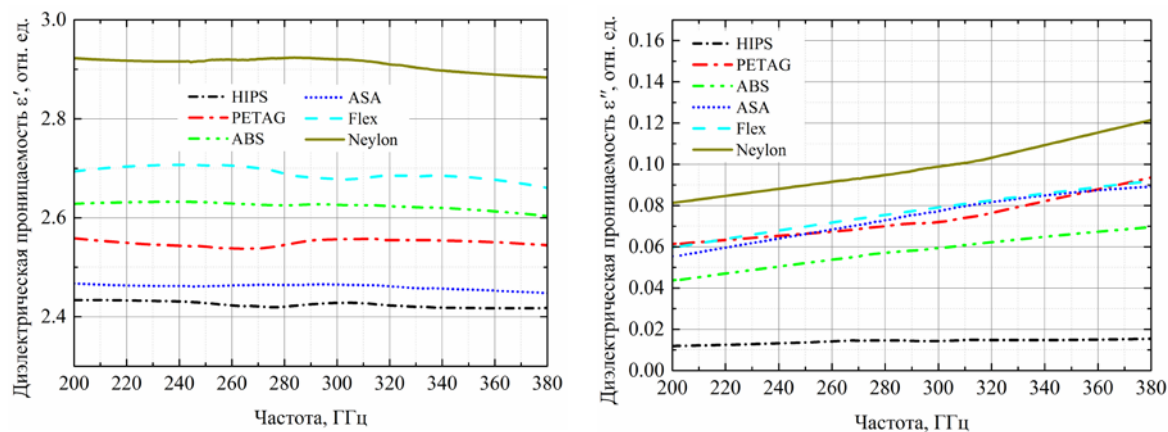


Рисунок 3 – Частотные зависимости действительной (слева) и мнимой (справа) части диэлектрической проницаемости полимерных матриц, полученных по аддитивной технологии

Как видно из графиков, значения действительной части диэлектрической проницаемости находится в интервале 2,45-2,9. Максимально значение диэлектрической проницаемости наблюдается у нейлона, минимальное у полистирола. Полученные результаты могут быть использованы при моделировании электромагнитного отклика композитных материалов и объектов в ТГц области частот [4]. На основе исследованных полимерных матриц и проводящих структур могут изготавливаться анизотропные материалы для крайневысокочастотного диапазона [5].

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00810.

Список литературы:

1. Bandyopadhyay A., Heer B. Additive manufacturing of multi-material structures // Materials Science and Engineering: R: Reports. – 2018. – Т. 129. – С. 1-16.
2. Prakash K.S., Nancharaih T., Rao V.V.S. Additive manufacturing techniques in manufacturing - an overview // Mater. today proc. – 2018. – Т. 5. – № 2. – С. 3873-3882.
3. Eyers D. R., Potter A. T. Industrial additive manufacturing: a manufacturing systems perspective // Computers in Industry. – 2017. – Т. 92. – С. 208-218.
4. Bad'in A. V., Dunaevskii G. E. Special features for determining anisotropy direction of a multicomponent inhomogeneous medium by radio wave method // Russian Physics Journal. – 2015. – Т. 57. – №. 11. – С. 1609-1611.
5. Berdugin, A. I., Vigovskiy, V. U., Badin, A. V., Kuleshov, G. E. Anisotropic materials based on magnetic microwires in EHF range // Key engineering materials. – 2017. – № 743, С. 81-85.

**ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ АРАМИДНЫХ ТКАНЕЙ ДЛЯ
КОНСТРУКЦИОННЫХ И ЗАЩИТНЫХ ОРГАНОПЛАСТИКОВ,
МОДИФИЦИРОВАННЫХ В СВЧ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОМ ПОЛЕ**

И.В. ЗЛОБИНА, Н.В. БЕКРЕНЕВ, Г.К. МУЛДАШЕВА

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Саратовский государственный технический университет
имени Гагарина Ю.А.»
E-mail: irinka_7_@mail.ru

Высокие прочностные и термостойкие характеристики тканей на основе арамидных нитей определяют их применение в качестве не только конструкционных материалов в авиастроении, но и так называемых «баллистических» материалов

Композиты на основе арамидных волокон сходны с конструкционными стекло- и углепластиками, в отношении которых к настоящему времени проведена серия экспериментов, в части принципа структурирования – полимерная матрица и разнонаправленные армирующие волокна. В связи с этим представляется возможным применить для их модифицирования разрабатываемый нами метод СВЧ воздействия на окончательное изделие без вмешательства в базовый технологический процесс [1, 2]. Однако данное предположение нуждается в экспериментальной проверке и теоретическом обосновании. Нами проведены эксперименты по исследованию влияния СВЧ электромагнитного поля на разрывную прочность арамидных нитей [3], в ходе которых установлено, что СВЧ обработка при среднем значении удельной мощности повышает осевую разрывную нагрузку на нить ТСВМ-ДЖ практически в 2 раза.

Целью исследований явилось изучение особенностей структуры ткани ТСВМ-ДЖ и многослойного композита на ее основе для выявления возможного механизма описанного выше эффекта.

Было проведено изучение микроструктуры монослойной ткани ТСВМ-ДЖ, артикул 56319А в исходном состоянии (контрольные образцы) и после модифицирования в СВЧ электромагнитном поле. Эксперименты проводили на микроволновой установке «Жук-2-02» (ООО «АгроЭкоТех», г. Обнинск Калужской обл.), позволяющей регулировать интенсивность воздействия СВЧ электромагнитного поля частотой 2450 МГц путем изменения дистанции до объекта. Модифицирование проводили при среднем уровне мощности и времени воздействия 4 минуты. Ранее на данных режимах были получены лучшие результаты по повышению прочности арамидных нитей и тканей.

Внешний вид поверхности образцов ткани изучали при помощи электронного микроскопа MIRA II LMU (Tescan Egsay Holding, Чехия) в Лаборатории материалов специального назначения Саратовского государственного университета имени Н. Г. Чернышевского.

При увеличении в поле зрения 33,17-33,07 мкм, рисунок 1, были заметны различия в строении нитей и волокон ткани.

На поверхности нитей контрольного образца явно видны отделившиеся волокна и нитевидные микрофибриллы, лишь в отдельных точках связывающие нити между собой. Также отмечают микроагломераты органических структур, возможно, загрязнения внешней среды, размещенные на поверхности отдельных волокон и не связанные одновременно с несколькими волокнами. Таким образом, можно отметить только макромеханическую связь нитей между собой в процессе плетения ткани, что определяет прочность и другие эксплуатационные параметры контрольного образца. Поверхность нитей обработанного образца ткани покрыта достаточно плотным слоем агломератов, связанных одновременно с несколькими нитями, которые также сближены между собой, находясь в тесном контакте. Наличие связывающих нити агломератов вероятно определяет дополнительные точки контакта между нитями и возникновения достаточно прочных связей, что способствует увеличению областей взаимодействия нитей на межмолекулярном

уровне и повышению прочности ткани, дополняя механический контакт, сформированный плетением.

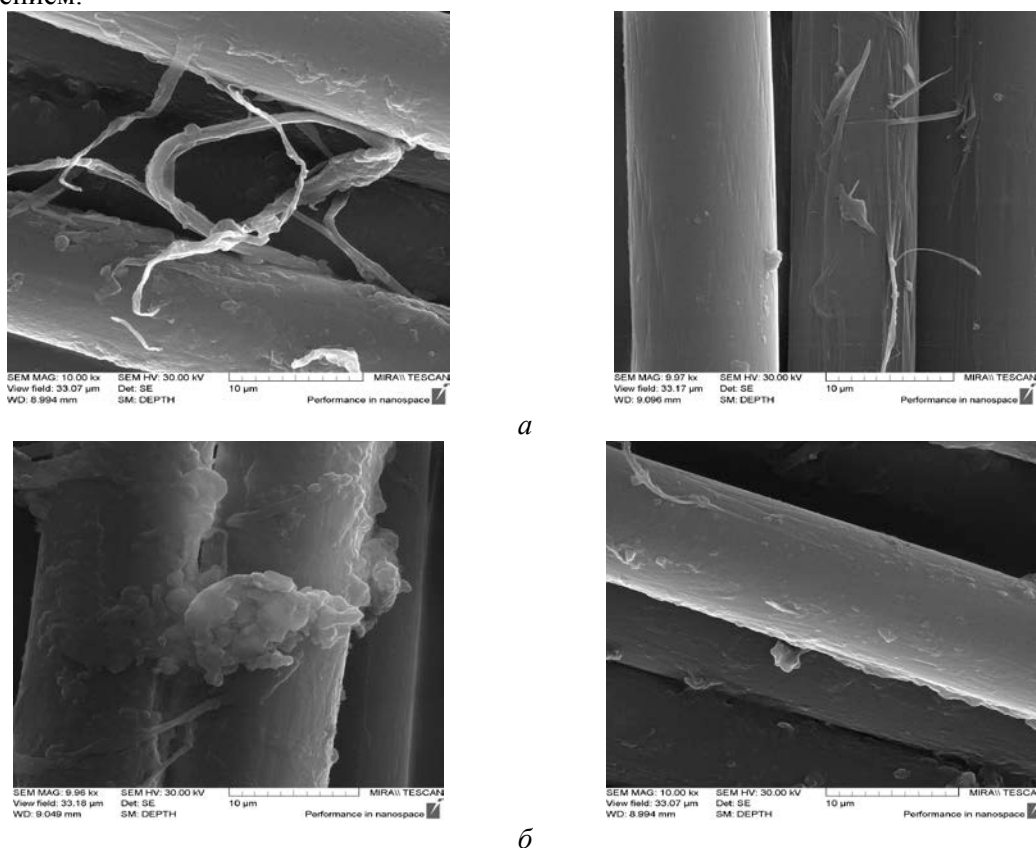


Рисунок 1 - Поверхность арамидных нитей в поле зрения 33,17-33,07 мкм.
Контрольный образец (а), обработанный образец (б)

Таким образом, обработка в СВЧ электромагнитном поле вызывает определенную перестройку структуры композита на основе арамидной ткани, которую можно назвать своего рода «квазиструктурированием». Это изменение структуры, позволяет создать условия для повышения сопротивляемости внешним воздействиям, в частности, путем повышения прочности на разрыв отдельных нитей и прочности на прокол тканой структуры.

Исследования выполнены при поддержке гранта РФФИ № 17-03-00720 «Методология оптимизационного микроконструирования композиционных материалов для объектов сложной формы повышенной динамической прочности, послойно формируемых электротехнологическими методами».

Список литературы

1. I.V. Zlobina, N.V. Bekrenev, The Influence of Electromagnetic Field Microwave on Physical and Mechanical Characteristics of CFRP (Carbon Fiber Reinforced Polymer) Structural / Solid State Phenomena, Materials Science Forum, Vol. 870, pp. 101-106, 2016.
2. Zlobina I.V., Bekrenev N.V. The Influence of Microwave Electromagnetic Field in Mechanical Properties of Composite Materials // Научные технологии. 2016. Т. 17. № 2. С. 25-30.
3. Злобина И.В. Влияние воздействия СВЧ электромагнитного поля на прочность и микроструктуру баллистических неметаллических материалов / И.В. Злобина, Н.В. Бекренев // Вопросы электротехнологии. - № 1(14), 2017 г. – С. 40-47.

**СМЕШАННО-КАТИОННЫЕ ПОЛИФОСФАТЫ КАК МИНЕРАЛЬНАЯ ОСНОВА
ДЛЯ СОЗДАНИЯ БИОКОМПОЗИТОВ**

Д.М. ЗУЕВ¹, Е.С. КЛИМАШИНА¹, М. КИКУЧИ², В.И. ПУТЛЯЕВ¹

¹ Московский государственный университет имени М.В.Ломоносова

² Национальный институт наук о материалах

E-mail: zuev.dmitri@gmail.com

Современная регенеративная медицина требует создания резорбируемых биологически активных материалов для костных имплантатов. Резорбироваться с достаточной для образования костной ткани скоростью могут фосфаты кальция с соотношением $Ca/P \leq 1.5$ [1]. Улучшение механических и остеокондуктивных свойств перспективных 3D-биоматериалов достигается за счёт синергии наполнителя и термопластического связующего [2]. Модификация имплантируемых биокомпози́тов наполнителями, такими как смешанно-катионные (Ca^{2+}/Na^{+} , Ca^{2+}/Mg^{2+}) полифосфаты $(PO_3)_n$, может значительно повысить скорость образования костной ткани *in vivo* [3].

Существуют проблемы получения различных возможных фаз смешанно-катионных полифосфатов (скПолиФ), последующего изучения структуры полимерных цепей, определения влияния на клеточную среду. Решение проблемы связано с детальным изучением фазовых диаграмм в системах $CaO-P_2O_5-Na_2O$ и $CaO-P_2O_5-MgO$, определением параметров синтеза, фазового состава, степени полимеризации и цитотоксичности скПолиФ, что необходимо для оптимизации их биоактивных и остеоиндуктивных свойств.

Цель работы: создание биологически активных макропористых компози́тов на основе биополимеров и скПолиФ. На начальной стадии необходимо выполнение следующих задач работы: синтез и физико-химические исследования скПолиФ ($Ca(PO_3)_2$, $NaPO_3$, $NaCa(PO_3)_3$, $Na_4Ca(PO_3)_6$, $Mg(PO_3)_2$, $CaMg(PO_3)_4$), а также определение возможности образования промежуточной новой фазы для соединений $xCa(PO_3)_2 \cdot yMg(PO_3)_2$, $x, y = 0 \dots 1$ с шагом 0,1. Было проведено исследование состава, структуры, свойств и морфологии полученных образцов, а также цитотоксичности с использованием клеточной культуры MG-63, поверхностного рельефа рекристаллизованных наночастиц, экспериментальной растворимости, а также теоретической растворимости различных полифосфатов Ca^{2+}/Na^{+} , определённой по модели Глассера-Дженкинса [4].

Изменение стандартной свободной энергии Гиббса растворимости, ΔG_{sol}^{298} , для индивидуальных фаз в деионизированной воде может быть найдено как $\Delta G_{sol}^{298} = \Delta H_{sol}^{298} - 298 \times \Delta S_{sol}^{298}$. Вклад энтальпии и энтропии мы определили, как сумму двух последовательных процессов – разрушения кристаллической решетки на газообразные ионы и последующей их гидратации.

Изменение стандартной энтропии растворимости соответствует следующей формуле,

$$\Delta S_{sol}^{298} = \Delta S_{lat}^{298} + \sum \Delta S_{hyd,ion}^{298}.$$

Изменение стандартной энтропии кристаллической решетки было рассчитано как разница между суммой абсолютных значений стандартной энтропии газообразных ионов (после разрушения кристаллической решетки) и значением абсолютной стандартной энтропии индивидуальных фаз,

$$\Delta S_{lat}^{298} = \sum S_{g,ion}^{298} - S_{phase}^{298}.$$

Глассер и Дженкинс приложили использовать следующее уравнение для оценки стандартной абсолютной молярной энтропии фазы,

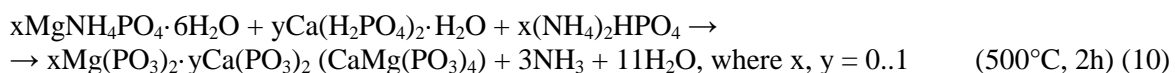
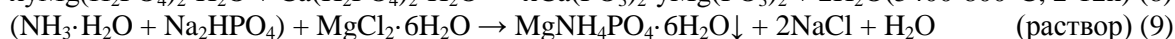
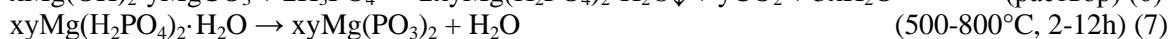
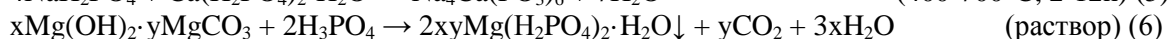
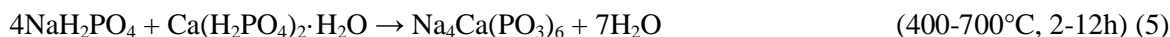
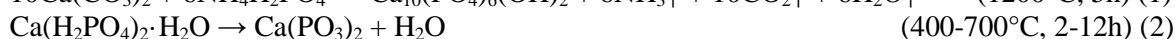
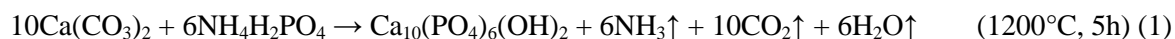
$$S_{phase}^{298}, J/mol \times K = k \times V_m + c,$$

где $k = 1262$ на элементарную ячейку, $c = 13$ для минеральной фазы,

где V_m - это молярный объём (объём на одну элементарную ячейку в nm^3/mol).

Таким образом, $\Delta S_{sol}^{298} = \sum S_{g,ion}^{298} - S_{phase}^{298} + \sum \Delta S_{hyd,ion}^{298}$.

Представлены твердофазные реакции получения смешаннокатионных полифосфатов в системах CaO-P₂O₅-Na₂O и CaO-P₂O₅-MgO (1 - 10). Все твердофазные реакции требуют тщательной гомогенизации перед отжигом. Для расчета теоретической растворимости был использован пикнометр. Синтезированные соединения полифосфатов являются полимерами, а представленные формулы являются стехиометрическими.



Твердофазным синтезом получены скПолиФ. Большинство материалов имеют низкую растворимость - от 0,5% (Ca(PO₃)₂, Mg(PO₃)₂) до 40% (Na₄Ca(PO₃)₆) и 100% (растворимая фаза NaPO₃) по данным ИСП-МС. Установлено, что длинноцепочечные полимерные соединения снижают pH до 3,5 ± 0,5. Жидкостной ЯМР скПолиФ (растворимой фракции) позволяет рассчитывать степень полимеризации путем интегрирования областей пиков, принадлежащих к внешним и внутренним группам скПолиФ. Она равна 3 для CaMg(PO₃)₄, изменяется в диапазоне от 10 до 30 для NaCa(PO₃)₃, от 30 до 180 для Na₄Ca(PO₃)₆ в водном растворе и имеет значение 0 (нерастворимое) или 1000 для полиморфов NaPO₃. Твердотельный ЯМР позволяет определить структуру нерастворимой фракции NaCa(PO₃)₃ и CaMg(PO₃)₄. Эксперимент по определению цитотоксичности на клеточной культуре MG-63 в основном продемонстрировал биосовместимость перспективных биоматериалов (скПолиФ), за исключением состава Na₄Ca(PO₃)₆. Установлено, что с увеличением длины цепи полифосфата, соединения имеют тенденцию к увеличению цитотоксичности.

Работа выполнена при поддержке проектов №18-08-01473, 16-38-60203, 18-33-00789, 18-53-00034 Российского Фонда Фундаментальных Исследований и совместной исследовательской программы Национального института наук о материалах и Московского государственного университета имени М.В.Ломоносова. Результаты, использованные в работе, получены на оборудовании, приобретенном за счет средств Программы развития Московского государственного университета имени М.В.Ломоносова до 2020 г.

Список литературы

1. Piconi, C., 5 - Ceramics for joint replacement: Design and application of commercial bearings A2 // Woodhead Publishing, 2017. p. 129-179.
2. Neufurth, M., et al., 3D printing of hybrid biomaterials for bone tissue engineering: Calcium-polyphosphate microparticles encapsulated by polycaprolactone // Acta Biomaterialia, 2017. 64: p. 377-388.
3. Müller, W.E.G., et al., A new polyphosphate calcium material with morphogenetic activity // Materials Letters, 2015. 148: p. 163-166.
4. Glasser, L. and H.D.B. Jenkins, Volume-Based Thermodynamics: A Prescription for Its Application and Usage in Approximation and Prediction of Thermodynamic Data // Journal of Chemical & Engineering Data, 2011. 56(4): p. 874-880.

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ, ВСПУЧИВАЮЩИХСЯ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ТЕПЛОВЫХ ПОТОКОВ

Т.С. ИСТОМИНА, С.А. АСТАФЬЕВА, Т.Г. ТИУНОВА, Р.М. ЯКУШЕВ

«Институт технической химии Уральского отделения Российской академии наук» - филиал
Федерального государственного бюджетного учреждения науки Пермского федерального
исследовательского центра Уральского отделения Российской академии наук
E-mail: Tatiana.itch@yandex.ru

Вспучивающимися (или интумесцентными) называют материалы, применяемые для тепловой защиты различных поверхностей [1]. Их защитное действие основано на способности образовывать пенококс под воздействием высокотемпературных тепловых потоков и/или открытого пламени. Пенококс служит физическим барьером между тепловым потоком и защищаемой поверхностью. Интумесцентные материалы на полимерной основе – композиты, наполненные коксо- и порообразующими компонентами, а так же антипиренами, пластификаторами, упрочняющими добавками и пр.

В данной работе были исследованы свойства, ранее созданных интумесцентных материалов [2], на основе каучук-эпоксидной матрицы и высокотемпературного каменноугольного пека (ВТП),

Исследование процессов термической и термоокислительной деструкции полимерных материалов в присутствии замедлителей горения показало, что наибольший огнезащитный эффект дают вещества, замедляющие массо-теплопередачу за счет разложения с эндо-термическим эффектом [3]. Вместе с тем, каменноугольные пеки хоть и образуют большой КО остаток, способствуя затуханию горения и усилению тепловой защиты, разлагаются с выделением большого количества тепла [2]. Для понижения величины теплового эффекта разложения наполненного материала был введен цианурат меламина, а так же смесь цианурата меламина с ВТП. Испытания проводились как в изотермическом режиме (при температуре 600 °С, в течение 5 минут), так и в динамическом режиме.

Анализ данных, полученных в ходе исследования в динамическом режиме (Таблица 1), показал, что ввод цианурата меламина как самого по себе, так и в смеси с пеком, снижает термоокислительную стабильность материала. При этом, с увеличением концентрации вводимого цианурата меламина термоокислительная стабильность материалов снижается, но, увеличивается выход коксового остатка, улучшая тепловую защиту. Вместе с тем, испытания материалов, наполненных циануратом меламина в изотермическом режиме, показали, что образующийся кокс «выплескивается» из тигля (Рисунок 1), оставляя на дне лишь следовые количества коксового остатка, что связано с высоким газообразованием при разложении цианурата меламина.

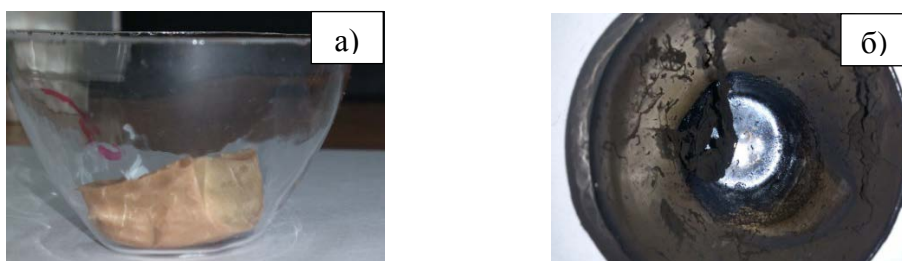


Рисунок 1 – Фото материала, наполненного 5% цианурата меламина свыше 100% полимерной матрицы до испытания (а) и после (б)

Таблица 1 – Термические свойства полимерных композиционных материалов на основе каучук-эпоксидной матрицы

Вводимые наполнители	Содержание наполнителей мас. ч. на 100 мас.ч. полимера	Температура, оС			Коксовый остаток, % при температуре		
		5% потери массы	10 % потери массы	50% потери массы	По ТГ-кривой 500оС	По ТГ-кривой 600оС	В изорежиме, 600°
-	–	398	419	462	13	1	1,3
Цианурат меламина	5	399	418	468	18	6	3,3
Цианурат меламина	10	358	389	429	12	4	4,6
Цианурат меламина	15	320	394	466	15	5	.*
Цианурат меламина	20	367	398	463	17	6	.*
Цианурат меламина и ВТП (соотношение 1:1)	20 (10+10)	392	406	474	29	20	.*
ВТП	20	388	414	464	24	13	.*

*Определение невозможно из-за «выплескивания» КО при разложении

Таким образом, установлено, что ввод цианурата меламина способствует образованию вспененного кокса. Однако, коксы, полученные в ходе испытаний имеют неоднородную структура, легко разрушается при препарировании. Дополнительный ввод высокотемпературного каменноугольного пека позволяет получить более прочный кокс с более упорядоченной структурой, что в свою очередь позволит улучшить тепловую защиту материала, поскольку именно от свойств пенококса (величина коксового остатка, характеристики его микроструктуры: размер пор и толщины стенок) зависят теплозащитные свойства материала в целом.

Список литературы

1. Qing Zhang, Yinghong Chen. Synergistic effects of ammonium polyphosphate/melamine intumescent system with macromolecular char former in flame-retarding polyoxymethylene// Journal of Polymer Research. – 2011. - № 18. – P. 293–303.
2. Истомина Т.С., Тиунова Т.Г., Якушев Р.М., Москалев И.В. Модификация каучук - эпоксидной матрицы углеродным сырьем для теплозащитных материалов// Каучук и резина. – 2016. - № 2. – С. 46-49.
3. Каблов В.Ф. Исследование влияния наполнителей на теплофизические и теплозащитные свойства эластомерных композиций/В.Ф. Каблов, О.М. Новопольцева, В.Г. Кочетков, Лапин С.В., А.Г.Лапина//Известия ВолгГТУ. Сер. Химия и технология элементоорганических мономеров и полимерных материалов. – Волгоград. – 2016. - № 4 (183). – С. 100-104.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы «УМНИК» (№ 12279ГУ/2017).

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ФЕРРИТОСОДЕРЖАЩИХ ФИЛАМЕНТОВ ДЛЯ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ

А.А.КАЛУГИН, А.В. БАДЬИН, Г.Е.КУЛЕШОВ

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: kalugin.andrew2014@yandex.ru

Становление и наращивание мощности приборов СВЧ-радиоэлектроники приводит к тому, что образующееся при их работе высокочастотное электромагнитное излучение создает сильные помехи радиоэлектронной аппаратуре и спутниковой связи. В следствие этого весьма актуальна разработка новых высокоэффективных радиопоглощающих материалов и изделий для решения проблемы уменьшения помех и электромагнитной совместимости радиоэлектронных устройств [1-2]. Применение ферритов в области гипервысоких частот открывает большие перспективы для развития частотно-избирательной элементной базы вплоть до 1 ТГц [3].

Представляет интерес использование ферритосодержащих филаментов в современных технологиях 3D-печати для создания радиопоглощающих покрытий, деталей и изделий в области крайне высоких частот, что может быть использовано как в качестве маскирующих покрытий, расположенных на металлической поверхности, в качестве защитных неотражающих покрытий с малыми коэффициентами отражения и прохождения, так и в качестве материала для изготовления декоративных изделий сложной геометрической формы, которые могут намагничиваться.

Основная часть

В данном исследовании в качестве наполнителя использовался феррит структуры шпинеля Fe_3O_4 , произведенный по классической керамической технологии. В качестве связующего вещества использовался пластик на основе акрилонитрилбутадиенстирола (АБС). Получение композита на основе АБС пластика и феррита происходило по следующей технологии, блок-схема на рисунке 1.

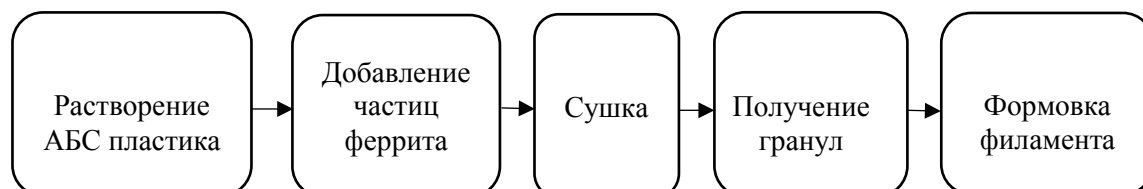


Рисунок 1 – Блок-схема технологии получения ферритосодержащего филамента

К предварительно растворённому в диметилкетоне АБС-пластику добавлялись частицы феррита в массовом соотношении 80% АБС пластика и 20% феррита. После ультразвуковой обработки диспергатором производилась сушка композита. Полимеризация смеси происходила при комнатной температуре в процессе полного испарения диметилкетона. Высохшая смесь измельчалась до мелких частиц (менее 1 мм) в механической мельнице, далее порошок просеивался через набор лабораторных сит. Далее сырье использовалось в экструдере для производства композиционного филамента со средним диаметром 1,65 мм. Полученный филамент загружался в бытовой 3D принтер с диаметром сопла 500 мкм, с помощью которого изготавливался плоскопараллельный образец композита с поперечными размерами 25x25 мм и толщиной 700 мкм. Также был изготовлен контрольный образец из чистого АБС пластика для сравнения свойств.

Расчет значений комплексной диэлектрической проницаемости и проводимости ферритосодержащего образца композита проводились из измеренных при помощи квазиоптического спектрометра СТД-21 спектров коэффициента прохождения и фазового сдвига в частотном диапазоне 115-258 ГГц.

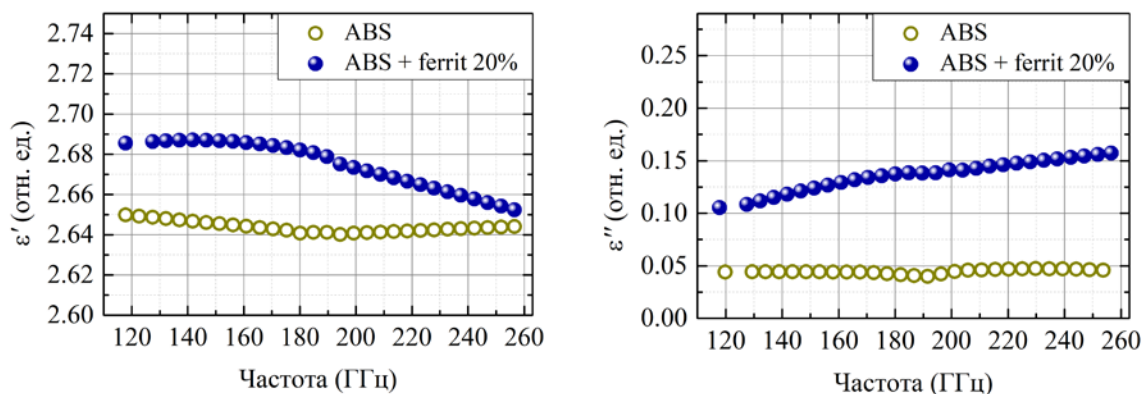


Рисунок 2 – Частотная зависимость действительной (слева) и мнимой (справа) части диэлектрической проницаемости композитного филамента на основе АБС пластика и феррита структуры шпинеля Fe_3O_4

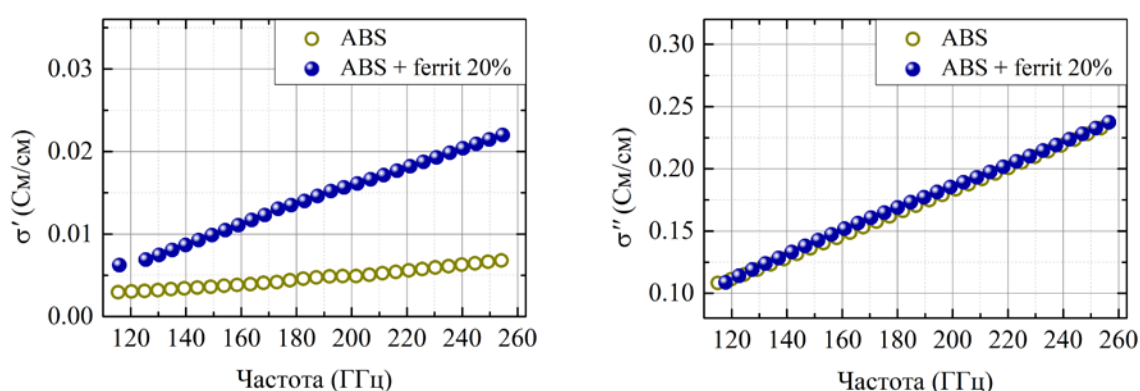


Рисунок 3 – Частотная зависимость действительной (слева) и мнимой (справа) части проводимости композитного филамента на основе АБС пластика и феррита структуры шпинеля Fe_3O_4

Из полученных данных следует, что добавление 20% феррита к АБС пластику слабо влияет на действительную часть диэлектрической проницаемости, при этом мнимая часть увеличилась в 2 раза. Действительная часть проводимости также возрастает в 2 раза, наблюдается более резкий рост проводимости с частотой по отношению к чистому АБС пластику. Напечатанный ферритосодержащим филаментом на 3D принтере образец материала хорошо взаимодействует с постоянным магнитом, способен намагничиваться.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00810.

Список литературы

1. Латыпова А.Ф., Калинин Ю.Е. Анализ перспективных радиопоглощающих материалов // Вестник ВГТУ. – 2012. – №6. – С. 70–76.
2. Журавлев В.А., Суслев В.И., Коровин Е.Ю., Доценко О.А. Радиопоглощающие свойства содержащих карбонильное железо композитов на СВЧ и КВЧ // Электронный научный журнал «Исследовано в России». – 2010. – №35. – С. 404–411.
3. Dunaevskii G.E., Suslyayev V.I., Zhuravlev V.A., Badin A.V., Dorozhkin K.V. Ferromagnetic resonance in hexagonal ferrite $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$ at the THz frequency range // 41th International conference on infrared, millimeter, and terahertz waves. – Copenhagen, 2016. – pp. 1–2.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СТЕКЛОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ПОДЛОЖКЕ Al_2O_3

Ю. В. КАИ¹, С. Н. КУЛЬКОВ²

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: yulia94k@gmail.com

Целью настоящего исследования является разработка керамического композита, сочетающего в себе биосовместимость и высокую износостойкость. Целью покрытия является изменение пористости на верхней поверхности. Достигается получение кости структуры, подобной кортикальной и трабекулярной ткани. Данный биомиметический подход с использованием имитационного материала костной структуры упоминается в работе [1, 2].

При выполнении работы использовались готовые цилиндрические образцы корундовой керамики. В работе исследован технический глинозем марки Г00 (Ачинский глинозёмный комбинат) с размером порошинок $z=3,5$ мкм, полученный традиционным методом термического разложения гидроокиси алюминия (ГОСТ 30558-98). Таблетки диаметром 23 мм формовали на гидравлическом прессе при нагрузке $P = 28,5$ кН (температура спекания 1400 °С, длительность нагрева составляла 6 часов, выдержка – 1 час).

Образцы для исследования структуры были получены методом нанесения покрытия из жидкого раствора. В качестве материала покрытия было выбрано алюмосиликатное стекло. Данная марка стекла содержит различные модификации минералов встречающихся в виде $Na[AlSiO_4]$, нефелина. В качестве технологической связки использовали клеевой раствор на основе воды и карбоксиметилцеллюлозы в соотношении (2:1). Покрытие нанесли на гладкую горизонтальную поверхность цилиндрического образцов и на шероховатую поверхность излома.

На рисунке 1 представлены микроструктуры поперечного сечения образцов. В ходе наблюдения структуры измерили толщину слоя стекла на гладкой поверхности и шершавой поверхности излома. На рисунке 1 (а) и рисунке 1 (б) наглядно представлено одинаковый характер формирования покрытия на разных поверхностях.

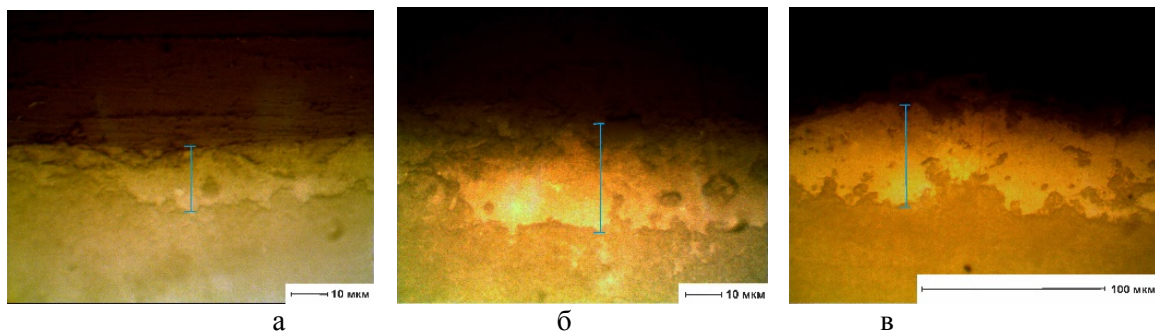


Рисунок 1 – Микроструктура образцов с n слоями стекла: а) $n=1$; б) $n=3$; в) $n=6$

Микроструктуры образцов с 1, 3, 6 слоями стекла, представленные на рисунке 1 получены на микроскопе ЛабоМет-И. Непостоянная толщина слоя представлена на рисунке 1 (а), где наблюдается неоднородность покрытия однослойного покрытия. Микроструктуру отшлифованных образцов полученных материалов исследовали с помощью растровой электронной микроскопии. На рисунке 2 (а) присутствует фазовый градиент, выраженный в распределении пористости.

Для рентгенофазового анализа (РФА) использовали дифрактометр ДРОН 3М с фильтрованным $CuK\alpha$ -излучением, для исследования микроструктуры. Для анализа подготовили шлифы образцов керамики с числом слоев $n=6$.

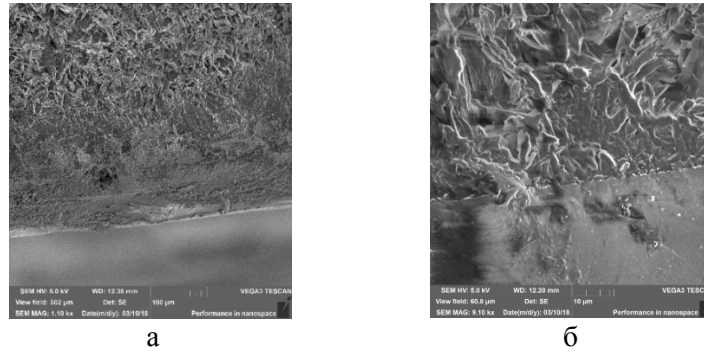


Рисунок 2 – РЭМ изображение образца АЗ, n=6

На рисунке 3 представлены рентгенограммы образцов, на которых присутствуют пики кристаллических включений. На рентгенограммах выявлено присутствие алюмосиликатов, таких как: нефелин $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, алюминат кальция CaAl_2O_4 , анортотлаз $(\text{Na,K})\text{AlSi}_3\text{O}_8$, альбит $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$, $\text{Na}_{96}\text{Al}_{96}\text{Si}_{906}\text{O}_{906}$. На рисунке 3 представлено содержание фаз алюмосиликатов для образцов с шестислойным стеклокристаллическим покрытием.

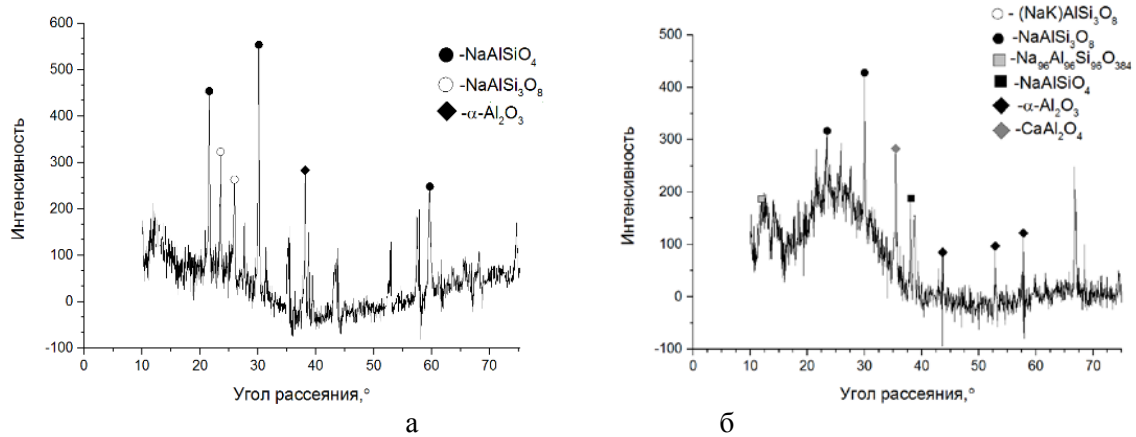


Рисунок 3 – Рентгенограммы: а) число слоев n=6, б) образца число слоев n=6

Исходя из данных, представленных на рисунке 3 (а), заметно значительное содержание формы алюмосиликатов, нефелина $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$. На рисунке 3 (б) кроме нефелина выделяются рефлексы, отображающие содержание альбита $\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$.

Методы оптической и электронной микроскопии показали, что полученные образцы слоистого материала обладают многоуровневой структурой. Была исследована структура образцов и переходный слой, возникающий на границе «керамика-стекло».

Для детального изучения состава стеклокристаллического слоя был проведен рентгенофазовый анализ. В результате было установлено содержание химических соединений на основе алюминатов и алюмосиликатных модификаций.

Список литературы

1. Baino F., Minguella J., Kirk N., Montealegre M.A., Fiaschi C., Korkusuz F., Orlygsson G., Vitale-Brovarone C., Novel Full-Ceramic Monoblock Acetabular Cup with a Bioactive Trabecular Coating: Design, Fabrication and Characterization, *Ceram Int* 2016, 42, 6833-6845.
2. Медков М.А., Грищенко Д.Н. Получение биоактивных материалов медицинского назначения// Труды Кольского научного центра РАН.– 2015.– С. 409-413.
3. Кульков С. Н., Бужкова С. П. Современные методы структурного анализа в материаловедении: учебное пособие//Национальный исследовательский Томский политехнический университет (ТПУ). – Томск: Изд-во ТПУ, 2011. – 84 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ СВАРОЧНЫХ СВОЙСТВ ПЛАВЛЕНОГО СВАРОЧНОГО ФЛЮСА, ПОЛУЧЕННОГО ЭЛЕКТРОДУГОВЫМ ГРАНУЛИРОВАНИЕМ

М.Ф. КАРТАШЕВ¹, С.В. НАУМОВ¹, А.Н. ЮРЧЕНКО¹, М.А. ШЕКШЕЕВ²

¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет

²Магнитогорский государственный технический университет имени Г. И. Носова

E-mail: goncharsk@mail.ru

Рынок современных сварочных материалов для дуговой сварки предлагает большую номенклатуру и разнообразие для сварки и наплавки различных металлов и сплавов. Основными направлениями по повышению конкурентоспособности и качества сварочных материалов являются разработка новых компонентных составов и усовершенствование технологии производства [1, 2].

В настоящее время авторами статьи разработана принципиально новая технология по производству плавящихся сварочных флюсов с помощью электродугового гранулирования [3]. Однако сварочные свойства полученного по разработанной технологии флюса еще не изучены, что не позволяет в полной мере позиционировать его в качестве сварочного материала.

В связи с этим, целью работы является изучение сварочных свойств плавящегося сварочного флюса, полученного методом электродугового гранулирования, а именно механических свойств, результатов визуального контроля, химического состава валиков, наплавленных под гранулированным флюсом.

Для решения поставленной цели проведена контрольная сравнительная наплавка под слоем гранулированного флюса, произведенного по разрабатываемой технологии, и под слоем флюса АН-348 (распространенный украинский сварочный плавящийся флюс, широко используемый машиностроительными предприятиями и ОПК России). Гранулированный флюс изготовлен из горнблендита Первоуральского месторождения уральского региона, шлаковая основа которого показала хорошую эффективность при сварке под флюсом [4].

При визуальном контроле наплавленных валиков установлено, что флюс АН-348 и гранулированный флюс, произведенный по разрабатываемой технологии, имеют одинаково удовлетворительные свойства формирования валика, отделимости шлаковой корки после наплавки, отсутствие наружных пор и трещин, в тоже время валики, наплавленные под слоем гранулированного флюса, обладают меньшей чешуйчатостью.

При сравнении шлаковых корок флюса АН-348 и гранулированного флюса, произведенного по разрабатываемой технологии, видно, что они имеют схожую плотность, но корка гранулированного флюса обладает большей пористостью, что может свидетельствовать о лучшем прохождении газов из металла шва в шлак и способствует лучшей отделимости шлаковой корки [5].

С помощью фотоэлектрического спектрального анализа валиков, наплавленных под гранулированным флюсом, а также под флюсом АН-348 были получены данные по химическому составу металла. У металла, наплавленного под АН-348, наблюдается снижение С и увеличение Мп, тогда как у металла, наплавленного под гранулированным флюсом, наблюдается увеличение Si, незначительное увеличение Cr и Cu. Особых изменений других элементов не наблюдается. Увеличение Мп или Si обусловлено влиянием типов флюсов. Видно, что из-за повышенного содержания оксида марганца в составе флюса АН-348 (тип MS) увеличилось содержание и в наплавленном металле. Аналогично и у гранулированного флюса на силикатной основе, наплавленный металл под этим флюсом с увеличенным содержанием Si. Выявлено, что результаты химического анализа металла, наплавленного под гранулированным флюсом, по содержанию вредных примесей показывают низкое содержание S (<0,003 мас.%) и P (<0,005 мас.%). Это соответствует результатам, полученным под распространенным аналогом- плавящимся сварочным флюсом АН-348, что говорит о чистоте наплавленного металла.

При измерении твердости валиков, наплавленных под гранулированным флюсом, а также под флюсом АН-348 методом Бринелля были получены данные твердости металла наплавленных валиков, указанные в таблице 1. Результаты измерений геометрических характеристик образцов приведены в таблице 2.

Таблица 1 - Результаты измерения твердости наплавленных валиков

Исследуемый металл, сварочный ток	НВ ₁	НВ ₂	НВ ₃	НВ _{средн}
Основной металл	143	156	143	147,3
Металл валика (Образец 112)	187	196	196	193
Металл валика (Образец 212)	163	170	163	165,3
Металл валика (Образец 122)	187	179	170	178,6
Металл валика (Образец 222)	143	156	146	148,3

Таблица 2 - Геометрические параметры наплавленных валиков

Место замера	Образец 111	Образец 211	Образец 121	Образец 221
Площадь [мм ²]	57,96	59,81	103,62	98,15
Глубина проплавления [мм]	4,24	4,41	7,20	5,95
Ширина валика [мм]	13,33	13,58	16,44	17,19
ЗТВ [мм]	1,60	1,24	3,12	2,46

По сварочно-технологическим характеристикам, по химическому составу и твердости валики, наплавленные под гранулированным флюсом, не уступают по качеству наплавленным под распространенным плавным сварочным флюсом, широко используемым машиностроительными предприятиями и ОПК России. Однако наблюдается существенное снижение сварочных свойств гранулированного флюса при использовании его на сравнительно малых режимах по току. Следовательно, требуется произвести поиск оптимальных режимов сварки под гранулированным флюсом, позволяющих получать качественные наплавки и сварные соединения.

Список литературы

1. Kryukov R.E. et al., Manufacturing of New Welding Fluxes Using Silicomanganese Slag, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Volume 253, Issue 1, 2017.
2. Kartsev D.S., Zernin E.A., Use of Refractory Nanoparticles as a Component of Welding Materials in Welding and Surfacing with Coated Electrodes and Flux Cored Wires, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Volume 142, Issue 1, 2016.
3. Naumov S.V., Ignatov M.N., Sheksheev M.A., Technology of mineral raw materials granulation by electric arc for manufacturing of welding fused flux. Solid State Phenomena, № 265, 2017, 290-295.
4. Игнатова А.М., Наумов С.В., Игнатов М.Н., Пушкин С.А., Оценка пригодности и доступности базальтоидных и габброидных комплексов западного Урала (Пермский край) для производства сварочных материалов, Вестник ПГТУ, №4, 2010, 104-116.
5. Карташев М.Ф., Наумов С.В., Газы и сера в расплавах сварочных флюсов из петругического сырья Урала, Сварка. Реновация. Триботехника. Тезисы докладов VIII Уральской научно-практической конференции, Нижний Тагил, 2017, 49-54.

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИИ СПЕКАНИЯ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ КЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА

А.В. ФЕЛЛОФЬЯНОВА., Е.Д. ЗЫКОВА, В.И. КВАШНИН, З.А. КАРПОВИЧ

Новосибирский государственный технический университет,

E-mail: slava.kvashnin@mail.ru

Благодаря высокой жаропрочности и низкому коэффициенту трения керамические композиты на основе оксида алюминия и карбида титана нашли широкое применение в качестве материала для изготовления режущих пластин для металлообработки сталей. В то же время данная система обладает рядом технологических особенностей. Для системы характерно протекание химической реакции при повышенных температурах, в частности при спекании. Данная реакция является газогенерирующей и способствует образованию пористости в материале, вследствие чего понижаются его механические характеристики [1, 2]:



Свободное спекание является традиционным методом спекания керамических материалов на основе оксида алюминия. Оно позволяет с высокой производительностью получать материал с достаточно высоким уровнем физико-механических свойств. Процесс спекания в таком методе сопровождается малыми скоростями нагрева, высокой температурой и длительными выдержками. Такие режимы, с одной стороны, способствуют лучшему уплотнению материала, а, с другой стороны, снижению механических свойств за счет роста зерна, а для исследуемой системы могут привести к протеканию химической реакции. Для предотвращения реакции свободное спекание осуществляют в вакууме или с продувкой инертным газом. Используют и другие технологические приемы – порошковые присыпки, высокие скорости нагрева и охлаждения, использование субмикронных и наноразмерных добавок [1-4].

Одним из способов подавления реакции (1) является применение технологии горячего прессования. Высокие скорости нагрева и охлаждения, короткие времена выдержки и меньшие температуры спекания являются неоспоримыми достоинствами данной технологии и препятствуют протеканию реакции (1). В данной работе произведена оценка влияния технологии спекания на плотность и микротвердость композиционного керамического материала системы $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$.

В качестве исходного сырья для изготовления композиционного материала были использованы порошок коммерческого оксида алюминия (Almatis CT3000 SG) и карбида титана. В водную суспензию добавляли дезагломерирующее вещество Dolapix CE64. Диспергирование проводили при помощи ультразвука, суспензии смешивали в массовом соотношении оксида алюминия к карбиду титана 70:30. Для осуществления технологии свободного спекания был подготовлен пресс-порошок с использованием ПЭГ 6000 в качестве технологического связующего. Образцы были подготовлены по технологии осевого прессования при давлении 100 МПа.

Горячее прессование проводили в атмосфере аргона на лабораторном горячем прессе. Скорость нагрева и охлаждения составляла 50 °С/мин, время выдержки – 15 мин. Давление прессования составляло 30 МПа.

Свободное спекание проводили в лабораторной вакуумной печи с уровнем вакуума 10^{-5} Па, который поддерживался в течение всего процесса. Скорость нагрева и охлаждения составила 5 °С/мин, время выдержки – 1 час. Температура спекания для обеих технологий составляла 1650 °С.

Плотность спеченных образцов определяли методом Архимеда в соответствии с ГОСТ 2409-95. Теоретическая плотность композиционного материала рассчитывали исходя из теоретических плотностей каждого из компонентов, и она составила 4,23 г/см³.

Микротвердость измеряли методом Виккерса с нагрузкой 500 г на установке 402MVD (WolpertGroup) в соответствии с рекомендациями ГОСТ 2999-75.

В таблице 1 представлены характеристики спеченных материалов. На основании полученных результатов видно, что давление, прикладываемое в процессе спекания, оказывает значительное влияние на плотность образцов из композиционного материала. Использование технологии горячего прессования позволило повысить плотность более чем на 10 %. Однако, в сравнение с литературными данными, твердость композиционного материала оставалась достаточно низкой [5].

Таблица 1 – Свойства спеченных материалов

Вид спекания	Микротвердость, HV	Относительная плотность, % от теор.
Горячее прессование	1660 ± 30	95 ± 1
Свободное спекание	890 ± 120	82 ± 1

На рисунке 1 представлены изображения микроструктуры образцов. В случае горячего прессования поры мелкие и сферические, в то время как структура после свободного спекания характеризуется наличием больших пор неправильной формы. Присутствие в структуре дефектов и пор так же сказывается на показателях микротвердости экспериментальных серий.

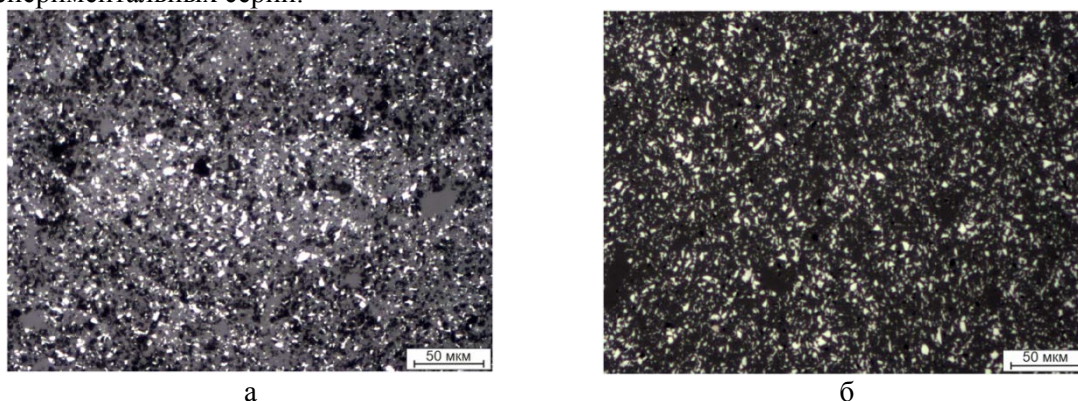


Рисунок 1 - Микроструктура образцов, полученных: а – свободным спеканием, б – горячим прессованием

В результате проведенных исследований было выявлено, что технология горячего прессования является перспективной для изготовления керамического композиционного материала системы Al_2O_3 -TiC. В результате проведенных исследований был получен материал с плотность 95 % от теор. и микротвердостью 17 ГПа. В качестве дальнейшей работы планируется подбор параметров горячего прессования, для повышения характеристик экспериментальных образцов.

Исследования выполнены в ЦКП ССМ НГТУ.

Список литературы

1. Kitiwan M. Preparation of Al_2O_3 -TiC Composites and Their Cutting Performance / M. Kitiwan, D. Atond // Journal of Solid Mecanivns and Materials Engineering. – 2007. – Vol. 1. – N 7. – P. 938-946;
2. Kim Y.W. Pressureless Sintering of Alumina-Titanium Carbide Composites / Y.W. Kim, J.G. Lee // J. Am. Ceram. Soc. – 1989. – Vol. 72, - N 8. – P. 1333-1337;
3. Ayas E. Pressureless Sintering of Al_2O_3 -TiCN Composites / E. Ayas, A. Kara // Key Engineering Materials. – 2004. – Vols 264-268. – P. 849-852;
4. Yin Z. High temperature mechanical properties of Al_2O_3 /TiC micro-nano-composite ceramic tool materials / Z. Yin et al. // Ceramic International. – 2013. – N 39. – P. 8877-8883;
5. Zhou Y. Mechanical Properties and Microstructure of Al_2O_3 /(W,Ti)C Nanocomposite / Y. Zhou et al. // Key Engineering Materials. – 2008. - Vols 368-372. – P. 717-720.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ZrW_2O_8 НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ

А.И. КОНДРАТЕНКО¹, А.С. НАРУЦКАЯ¹, А.В. МИРОНОВА¹, Е.С. ДЕДОВА^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: kondratenkoanthon@yandex.ru

Перспективность использования керамических материалов обусловлена высокими механическими характеристиками и способностью работать в агрессивных средах. Однако под действием температуры керамика склонна к изменению линейных размеров, что приводит к уменьшению срока эксплуатации изделий. Уменьшение и контроль теплового расширения керамики возможно путем комбинирования керамики с материалами, имеющими меньшее значение коэффициента термического расширения. Использование вольфрамата циркония в качестве компенсатора теплового расширения является перспективным, так как ZrW_2O_8 имеет отрицательное значение КТР ($\alpha = -8.6 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) [1].

Существует проблема сохранения ZrW_2O_8 в составе композиций. Вольфрамат циркония является стабильным от -273 до 770 $^\circ\text{C}$, однако под действием температуры и давления претерпевает фазовые превращения. Известны работы, в которых вольфрамат циркония сохраняет свою структуру, а также где он распадается на составляющие оксиды с последующим синтезом до ZrW_2O_8 .

Композиционный материал $Al_2O_3-ZrW_2O_8$ был получен при использовании следующих компонентов: нанокристаллический порошок оксида алюминия, наноразмерный прекурсор вольфрамата циркония $ZrW_2O_7(OH)_2 \cdot 2H_2O$, полученный гидротермальным методом [2]. Доля вольфрамата циркония в композиционном материале составляла 20, 30, 40, 50 мас. %.

Исходные компоненты перемешивали в планетарной мельнице АГО-2 в течение 1 минуты. Для получения керамических композитов смеси порошков подвергались горячему прессованию при температурах 1000, 1150, 1200 $^\circ\text{C}$, время выдержки варьировалось от 10 до 30 минут при давлении 35 МПа в защитной атмосфере аргона. Морфологические исследования материалов проводилось на растровом электронном микроскопе (РЭМ) SEM Philips-515, просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100. Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометрах типа ДРОН с $CuK\alpha$ излучением.

Исходный порошок оксида алюминия был представлен плотными частицами нерегулярной формы, средний размер равен 3,5 мкм. Морфология порошка $ZrW_2O_7(OH)_2 \cdot 2H_2O$ представлена единичными ($\langle d \rangle = 0,7$ мкм) и сросшимися ($\langle d \rangle = 13$ мкм) частицами.

На рисунке 1 (а) приведены рентгенограммы керамических композитов $Al_2O_3 - 30$ мас % $ZrW_2O_7(OH)_2 \cdot 2H_2O$, полученных при различной температуре с изотермической выдержкой 10 минут. Фазовый состав керамик был преимущественно корундом, ZrO_2 и разными модификациями оксида вольфрама. Кроме этого, на дифрактограмме композиционного материала, спеченного при 1100 $^\circ\text{C}$, присутствуют максимумы, соответствующие $Al_2(WO_4)_3$. Увеличение температуры спекания выше 1150 $^\circ\text{C}$ приводит к исчезновению рефлексов, принадлежащих алюмовольфрамовым соединениям.

На рисунке 1 (б) представлены рентгенограммы композитов, спеченных при 1150 $^\circ\text{C}$ с различной выдержкой. Увеличение продолжительности изотермической выдержки с 10 до 30 минут способствовало изменению фазового состава композитов. Как видно из рисунка 1 (б) наряду с фазовый состав композита, полученного с изотермической выдержкой 30 минут, был представлен $\alpha - Al_2O_3$, ZrO_2 , WO_3 и $AlWO_4$.

Варьирование массовой доли $ZrW_2O_7(OH)_2 \cdot 2H_2O$ в исходной порошковой шихте не привело к качественному изменению фазового состава.

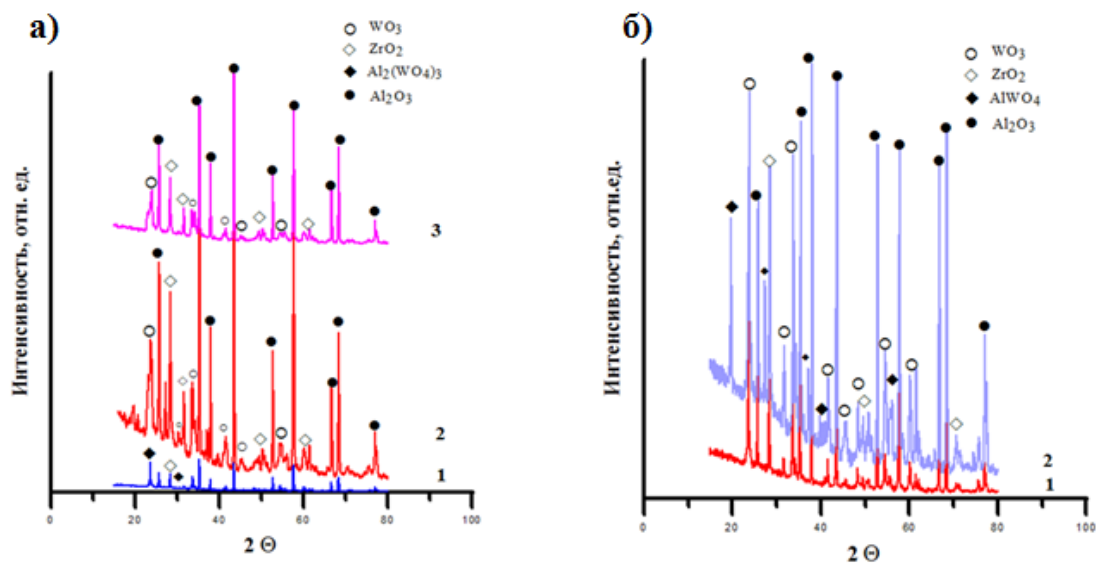


Рисунок 1 - Рентгенограммы композитов Al_2O_3 - 30 мас % $\text{ZrW}_2\text{O}_7(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, полученных а) при (1) 1100, (2) 1150 и (3) 1200 °С с изотермической выдержкой 10 минут; б) полученных при температуре 1150 °С с изотермической выдержкой (1) 10 и (2) 30 минут

Известно, что соединение $\text{Al}_2(\text{WO}_4)_3$ синтезируется путем твердофазной реакцией между Al_2O_3 и WO_3 и обладает отрицательным значением КТР ($\alpha = -1.5 \cdot 10^{-6} \text{ C}^{-1}$) в интервале температур 25 – 850 °С. $\text{Al}_2(\text{WO}_4)_3$ под действием давления и температуры разлагается на AlWO_4 и WO_{3-x} с частичной потерей кислорода. Согласно диаграмме состояния Al_2O_3 и WO_3 , температуры плавления алюмовольфраматов в зависимости от стехиометрического соотношения составляют 1225 ± 25 °С. Композиты на основе оксида алюминия, полученные при 1200 °С, не имели в составе алюмовольфраматов, что, вероятно, обусловлено их плавлением.

В ходе выполнения работы методом горячего прессования были получены композиты $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrW}_2\text{O}_7(\text{OH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Установлен фазовый состав композитов, который преимущественно был представлен: α - Al_2O_3 , моноклинным ZrO_2 , разными модификациями оксидов вольфрама, также присутствовали алюмовольфраматы $\text{Al}_x(\text{WO}_y)_z$.

Определено влияние ZrW_2O_8 на структурно-фазовое состояние керамических композитов на основе Al_2O_3 . Показано, что введение вольфрамата циркония приводит к изменению фазового состава композиции.

Определено влияние технологических параметров горячего прессования на фазовый состав керамических композитов. Увеличение температуры спекания привело к изменению фазового состава керамических композитов. В частности, в композитах, полученных при 1100 °С, присутствовали алюмовольфраматы $\text{Al}_2(\text{WO}_4)_3$ наряду с указанными выше фазами. При дальнейшем увеличении температуры спекания алюмовольфраматы не формируются. Установлено, что продолжительность изотермической выдержки влияет на фазовый состав керамических композитов. В частности, в композитах, полученных при 1150 °С, увеличение выдержки с 10 до 30 минут способствует формированию AlWO_4 , наряду с оксидом алюминия, оксидом циркония и оксидами вольфрама.

Список литературы

1. Evans J. S. O.; Mary T.A.; Sleight A.W. Negative thermal expansion materials // *Physica B: Condensed Matter*. - 1997, 241 – 243, 311 – 316.
2. Gubanov, A.I.; Dedova, E.S.; Plyusnin, P. E.; Filatov, E.Y.; Kardash, T.Y.; Korenev, S.V.; Kulkov, S.N. Some peculiarities of zirconium tungstate synthesis by thermal decomposition of hydrothermal precursors // *Thermochimica Acta*. - 2014, - V. 597. – p. 19 –26.

**ОСОБЕННОСТИ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ
В ОБЛАСТИ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВАХ
CoCrFeMnNi**

А.В. КОРЧУГАНОВ, И.С. ЛУЦЕНКО

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: avkor@ispms.ru

Изучение структуры и поведения высокоэнтропийных сплавов (ВЭС) при термических и механических воздействиях является одной из самых актуальных тем современного материаловедения, что обусловлено их выдающимися физико-механическими свойствами по сравнению с традиционными сплавами. Наиболее часто исследуются ВЭС с эквиатомным составом, поскольку считается, что они будут более термодинамически стабильными вследствие максимальной конфигурационной энтропии. В то же время ВЭС с неэквиатомным составом также остаются стабильными и зачастую обладают лучшими свойствами. Поэтому поиск новых стехиометрических составов ВЭС является актуальной материаловедческой задачей. Ввиду многокомпонентности ВЭС очень важным является вопрос сохранения стабильной структуры сплава и изучения особенностей сегрегации химических элементов и образования новых фаз, которые могут понизить эксплуатационные характеристики материала. На сегодняшний день ВЭС CoCrFeMnNi характеризуется высокими физико-механическими свойствами и имеет большой потенциал для их улучшения. Атомные механизмы перераспределения химических элементов в нем, а также влияние на них стехиометрического состава в большой степени остаются невыясненными. Для решения этой задачи наиболее эффективным является компьютерное моделирование на основе метода молекулярной динамики (МД), который явным образом учитывает атомную структуру материала.

Целью данной работы является выяснение влияния перераспределения химических элементов на особенности зарождения пластической деформации в ВЭС CoCrFeMnNi разного стехиометрического состава в рамках МД моделирования. Температура образцов равнялась 300 К. Кристаллиты имели размеры $10 \times 10 \times 10$ нм. Вдоль двух направлений использовались периодические граничные условия, а вдоль третьего задавалась свободная поверхность (001), (110) или (111). Растяжение проводилось вдоль направления [110] со скоростью 10^9 с^{-1} . Вдоль другого направления с периодическими граничными условиями размеры образца изменялись, чтобы соответствующая компонента напряжения была равна нулю.

Расчеты проводились в пакете LAMMPS. Для описания межатомного взаимодействия в CoCrFeMnNi были использованы многочастичные потенциалы [1,2], построенные в рамках модифицированного метода погруженного атома. При релаксации образцов в расчетах совместно использовались методы МД и Монте-Карло (алгоритм Метрополиса). В рамках этого подхода случайно выбранные атомы разных типов меняются местами с вероятностью, определяемой изменением энергии системы и температурой, а релаксация структуры материала осуществляется в рамках метода МД. Рассматривались образцы как со случайным распределением элементов (без сегрегации элементов), так и после релаксации методами МД и Монте-Карло. Было выбрано два стехиометрических состава сплава, $\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}\text{Fe}_{30}\text{Mn}_{30}\text{Ni}_{20}$ и $\text{Co}_{30}\text{Cr}_{30}\text{Fe}_{10}\text{Mn}_{10}\text{Ni}_{20}$, существенно отличающихся концентрацией химических элементов.

Обнаружено, что вблизи поверхности образцов происходит перераспределение химических элементов. Независимо от состава образцов оно наиболее выражено для Mn, который выходит на свободную поверхность, рисунок 1а. Концентрация Cr немного увеличивается в приповерхностной области и существенно уменьшается на поверхности кристаллитов, рисунок 1б. Остальные элементы содержатся в меньшем количестве у поверхности. Не смотря на то, что сегрегация Mn сильнее выражена для сплава $\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}\text{Fe}_{30}\text{Mn}_{30}\text{Ni}_{20}$, концентрация Cr изменяется сильнее в $\text{Co}_{30}\text{Cr}_{30}\text{Fe}_{10}\text{Mn}_{10}\text{Ni}_{20}$.

После сегрегации химических элементов предел упругости и модуль Юнга уменьшается существенно для сплавов $\text{Co}_{30}\text{Cr}_{30}\text{Fe}_{10}\text{Mn}_{10}\text{Ni}_{20}$, чем для $\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}\text{Fe}_{30}\text{Mn}_{30}\text{Ni}_{20}$, рисунок 2. Это связано с тем, что разные элементы по-разному влияют на модуль Юнга сплава и по-разному распределяются вблизи поверхности. При этом дефекты структуры зарождаются именно вблизи поверхности образцов. Fe и Mn уменьшают модуль, а Cr, Co и Ni – увеличивают. Поэтому влияние сегрегации на механические свойства сильнее для $\text{Co}_{30}\text{Cr}_{30}\text{Fe}_{10}\text{Mn}_{10}\text{Ni}_{20}$.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 17-79-10108).

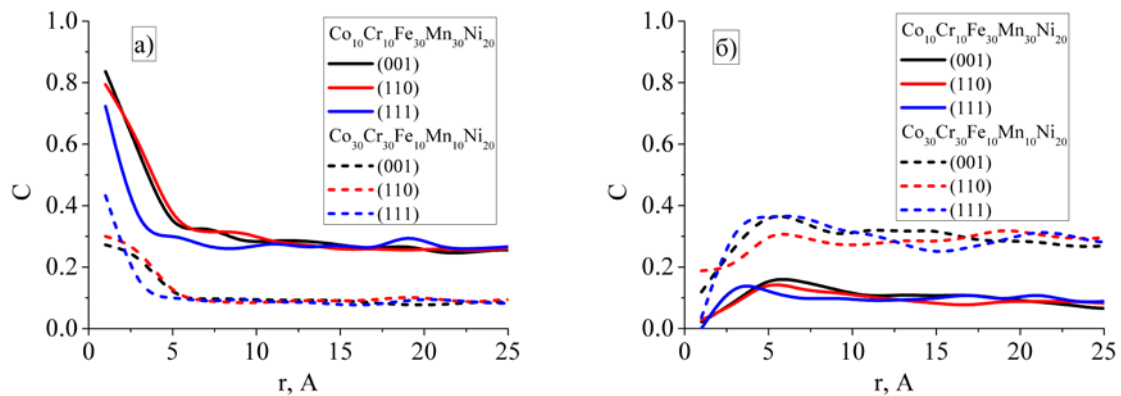


Рисунок 1 – Концентрация химических элементов в зависимости от расстояния до свободной поверхности образцов: а) Mn; б) Cr

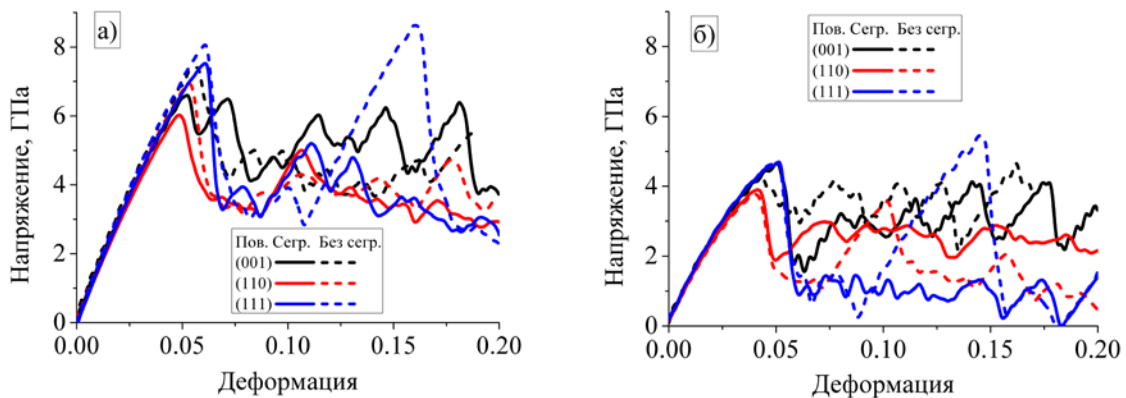


Рисунок 2 – Зависимости напряжения от деформации для образцов разного стехиометрического состава с сегрегацией химических элементов и без нее:

а) $\text{Co}_{30}\text{Cr}_{30}\text{Fe}_{10}\text{Mn}_{10}\text{Ni}_{20}$; б) $\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}\text{Fe}_{30}\text{Mn}_{30}\text{Ni}_{20}$

Список литературы

1. Choi W.-M., Kim Y., Seol D., et al. Modified embedded-atom method interatomic potentials for the Co-Cr, Co-Fe, Co-Mn, Cr-Mn and Mn-Ni binary systems // *Comput. Mater. Sci.* – 2017. – V. 130. – P. 121–129.
2. Wu C., Lee B.-J., Su X. Modified embedded-atom interatomic potential for Fe-Ni, Cr-Ni and Fe-Cr-Ni systems // *Calphad.* – 2017. – V. 57. – P. 98–106.

ВОЗМОЖНОСТИ УЛУЧШЕНИЯ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

А.В. КОЧНЕВА, С.А. ПРОНИН

Иркутский национальный исследовательский технический университет

E-mail: koch.alex061@mail.ru

Отходы промышленности нашли широкое применение в строительной индустрии и прочно заняли свое место в этой отрасли. На фоне интенсификации производств и стремительного сокращения первичных ресурсов использование вторсырья из отходов становится наилучшим способом сократить себестоимость продукции без потери качества. Однако такой подход требует дополнительных исследований свойств вторсырья для получения наилучшего соотношения характеристик строительных изделий и конструкций.

На конечные свойства строительной продукции влияют многие характеристики вторсырья, такие как крупность и форма частиц, плотность, величина удельной поверхности, химический состав и др. [1]. Кроме того, одним из ключевых параметров регулирования свойств полимерного композита является степень его наполнения. Так, например, с помощью изменения доли наполнителя можно существенно корректировать физико-механические характеристики материалов, их тепло-, электропроводность и др.

Введение дисперсных наполнителей, как правило, в меньшей степени влияют на прочностные или упругие свойства материалов, а зачастую даже ухудшают их, что связано с характером взаимодействия частиц наполнителя и полимерной матрицы, их свойствами и процессами на границе раздела фаз. Однако положительными факторами является сокращение расхода полимера и как следствие значительное удешевление продукции, уменьшение деформаций, усадки и теплового расширения [2].

В данной работе проведены исследования возможности улучшения механических свойств композиционных строительных материалов на основе поливинилхлоридной (ПВХ) матрицы и дисперсных наполнителей. Так, за основу взята разработанная авторами ранее композиция, используемая для производства материала Винизол [3-4], состоящая из ПВХ марки СИ-64 и набора аддитивов, модифицирующих свойства матрицы, повышающих ее перерабатываемость и защищающих оборудование от износа. Суммарное количество добавок составляло 11 масс. ч. на 100 масс. ч. ПВХ. Переработка композиции осуществлялась методом экструзии. Состав исследуемых материалов приведен в таблице 1.

Таблица 1 – Соотношение компонентов исследуемых материалов (на 100 масс. ч. ПВХ)

Номер состава	Наполнитель	Количество, масс. ч.
1	Вспученный вермикулит	26
2	Микродисперсные отходы добычи и переработки мрамора	40
3	Микродисперсные отходы добычи и переработки мрамора	50
4	Зола уноса ТЭЦ	65
	Наночастицы	0,0016
5	Зола уноса ТЭЦ	30
	Микросферы	48
6	Зола уноса ТЭЦ	50
	Микросферы	23
7	Микросферы	48
8	Микросферы	23

Прочностные характеристики полученных материалов исследовались на универсальной электромеханической испытательной машине INSTRON5982. При этом испытывалось разрушающая нагрузка, на основе которой были рассчитаны усредненные

значения пределов прочности на сжатие, разрыв и изгиб. Результаты испытаний приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Прочность композиционных материалов с различным наполнением

Номер состава	Предел прочности на сжатие, МПа	Предел прочности на разрыв, МПа	Предел прочности на изгиб, МПа
1	42,28 ± 0,46	21,81 ± 1,41	49,29 ± 3,04
2	45,51 ± 0,42	18,14 ± 1,57	48,21 ± 3,03
3	46,31 ± 0,3	19,61 ± 0,51	34,78 ± 1,27
4	42,34 ± 0,83	16,31 ± 0,35	27,13 ± 1,93
5	35,09 ± 0,72	11,54 ± 0,87	24,02 ± 2,5
6	40,1 ± 0,65	13,69 ± 0,48	35,78 ± 0,52
7	35,67 ± 0,39	12,55 ± 1,21	34,24 ± 0,68
8	30,88 ± 0,52	5,91 ± 0,55	15,62 ± 6,48
Винизол	-	18,9	35,93

Из таблицы 2 видно, насколько отличаются прочностные характеристики полимерных композитов с разными наполнителями. К материалам с наилучшими свойствами можно отнести составы 1-3 и 6, тогда как состав 8 показывает наименьшие значения по каждому параметру. Однако при этом состав 6 имеет малую степень наполнения, что позволяет предположить наибольшую себестоимость этого композита среди представленных. Также следует отметить более высокие значения прочностных характеристик составов 1-2 по сравнению с исходным материалом Винизол, имеющим в составе 40 % золы уноса ТЭЦ.

Таким образом, дальнейшие исследования и корректирование степени наполнения полимерных композитов вспученным вермикулитом и мелкодисперсными отходами добычи и переработки мрамора позволят получить материалы с наилучшим соотношением характеристик состав-прочность-цена и представить на рынок конкурентоспособную продукцию.

Материалы подготовлены при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ – ГЗ № 5.11496.2018/11

Список литературы

1. Трофимов Н.Н., Канович М.З. Основы создания полимерных композитов. – М.: Наука, 1999. – 540 с.
2. Функциональные наполнители для пластмасс. / Под ред. М. Ксантоса. Пер. с англ. под ред. Кулезнева В.Н. – СПб.: Научные основы и технологии, 2010. – 462 с.
3. Барахтенко В.В., Бурдонов А.Е., Зелинская Е.В. и др. Исследование свойств современных строительных материалов на основе промышленных отходов // Фундаментальные исследования. – 2013. – № 10 (12). – С. 2599–2603.
4. А.Е. Бурдонов, В.В. Барахтенко, Е.В. Зелинская, и др. Физико-механические характеристики композиционных материалов на основе отходов производства с различными рецептурами // Инженерно-строительный журнал. – 2012. – № 9 (35). – С. 14–22.

ОБЫЧНЫЙ И ДВУСТОРОННИЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В [001]- МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА CONIGA

И.В. КУКСГАУЗЕН, З.В. ПОБЕДЕННАЯ, Д.А. КУКСГАУЗЕН, В.А. КИРИЛЛОВ

Сибирский физико-технический институт Томского государственного университета
E-mail: irbas@sibmail.com

Известно, что сплавы с эффектом памяти формы (ЭПФ) могут применяться в различных приложениях, например, в качестве твердотельных приводов в автомобильной, аэрокосмической и нефтяной промышленности [1]. Недостатком сплавов с обычным ЭПФ является необходимость приложения внешних напряжений, для того чтобы прошло мартенситное превращение (МП). Наведение в сплавах с обычным ЭПФ двустороннего ЭПФ позволит инициировать МП без приложения внешних напряжений. Двусторонний ЭПФ объясняется внутренними ориентированными полями напряжений, которые возникают за счет дислокаций, стабилизированного мартенсита или ориентированного роста дисперсных частиц, генерируемых в процессе термомеханической подготовки [1, 2].

К настоящему времени в сплавах CoNiGa, которые испытывают термоупругие B2-L1₀ МП, эффект обычной и двусторонней памяти формы изучен недостаточно полно. Поэтому, целью настоящей работы являлось исследование обычного и двустороннего ЭПФ в [001]- монокристаллах сплава Co₄₉Ni₂₁Ga₃₀ (ат. %) при деформации сжатием. Выбранные для исследования [001]- кристаллы характеризуются максимальной величиной деформации решетки $|\varepsilon_0|$ при B2-L1₀ МП при сжатии, $|\varepsilon_0| = 4.5\%$ [3]. Перед испытаниями образцы отжигали при $T = 1423\text{ K}$ в течение 30 минут с последующей закалкой в воду для получения однофазной B2- структуры [4]. Для наведения двустороннего ЭПФ проводили тренировку, которая заключалась в термоциклировании через интервал температур МП под внешними сжимающими напряжениями $|\sigma_{\text{внеш}}|$ от 2.5 до 250 МПа. После каждого цикла охлаждения/нагрев под $|\sigma_{\text{внеш}}|$ проводили цикл охлаждения/нагрев без приложения нагрузки.

Экспериментальные исследования показали (рисунок 1), что до тренировки при охлаждении/нагреве без нагрузки изменение размеров образца не наблюдается, следовательно, формируется самоаккомодирующая структура L1₀- мартенсита охлаждения. При термоциклировании через интервал МП под $|\sigma_{\text{внеш}}| = 5\div 250\text{ МПа}$ размеры образца уменьшаются при охлаждении и восстанавливаются при нагреве, следовательно, наблюдается обычный ЭПФ (рис. 1, а). Величина обратимой деформации $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}|$ растет с увеличением $|\sigma_{\text{внеш}}|$ и максимального значения равного $4.4(\pm 0.2)\%$ достигает при 50 МПа, что равно $|\varepsilon_0|$ для [001]-ориентации при B2-L1₀ МП при сжатии. Далее с повышением $|\sigma_{\text{внеш}}| > 75\text{ МПа}$ величина ЭПФ уменьшается: при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 250\text{ МПа}$ $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}| = 3.0(\pm 0.2)\%$, на $\varepsilon(T)$ кривых имеет место остаточная деформация в пределах погрешности измерения и оптически наблюдается небольшая доля остаточного мартенсита. Уменьшение величины ЭПФ с ростом $|\sigma_{\text{внеш}}|$ связано с влиянием внешних напряжений на параметры решеток высокотемпературной фазы и мартенсита [4]. Температурный гистерезис превращения, который определяется как $\Delta T = A_f - M_s$ (M_s – температура начала прямого МП при охлаждении под $|\sigma_{\text{внеш}}|$, A_f – температура конца обратного МП при нагреве под $|\sigma_{\text{внеш}}|$) увеличивается с ростом уровня приложенных напряжений от $\Delta T = 12\text{ K}$ при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 30\text{ МПа}$ до $\Delta T = 31\text{ K}$ при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 175\text{ МПа}$. Видно, что рост $|\sigma_{\text{внеш}}|$ сопровождается повышением температуры M_s в соответствие с уравнением Клапейрона – Клаузиуса $d\sigma/dT = -\Delta H/T_0$ [1], где ΔH – изменение энтальпии при МП; T_0 – температура фазового равновесия, с величиной наклона кривой $\alpha = d|\sigma_{\text{внеш}}|/dT = 1.8\text{ МПа/K}$. Из рисунка 1 видно, что после термоциклирования через интервал МП под $|\sigma_{\text{внеш}}| = 30\text{ МПа}$ возникает двусторонний ЭПФ небольшой величины $|\varepsilon_{\text{дЭПФ}}| = 0.4(\pm 0.2)\%$. Следовательно, в результате тренировки через температуры МП под $|\sigma_{\text{внеш}}| = 30\text{ МПа}$ создаются внутренние ориентированные поля напряжений, которые способствуют уменьшению размеров образца при охлаждении и восстановлению его размеров при нагреве без приложения внешних напряжений. При

увеличении напряжений в ходе тренировок до 75 МПа величина двустороннего ЭПФ растет до $|\varepsilon_{\text{дЭПФ}}| = 2.8(\pm 0.2) \%$. И наконец, после тренировки при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 175 \text{ МПа}$ величина $\varepsilon_{\text{дЭПФ}}$ достигает максимума $|\varepsilon_{\text{дЭПФ}}| = 4.3(\pm 0.2) \%$. Это значение равно величине деформации решетки ε_0 для [001]- ориентации при В2-L1₀ МП. Величина температурного гистерезиса при двустороннем ЭПФ имеет малые значения $\Delta T = 12 \div 15 \text{ К}$.

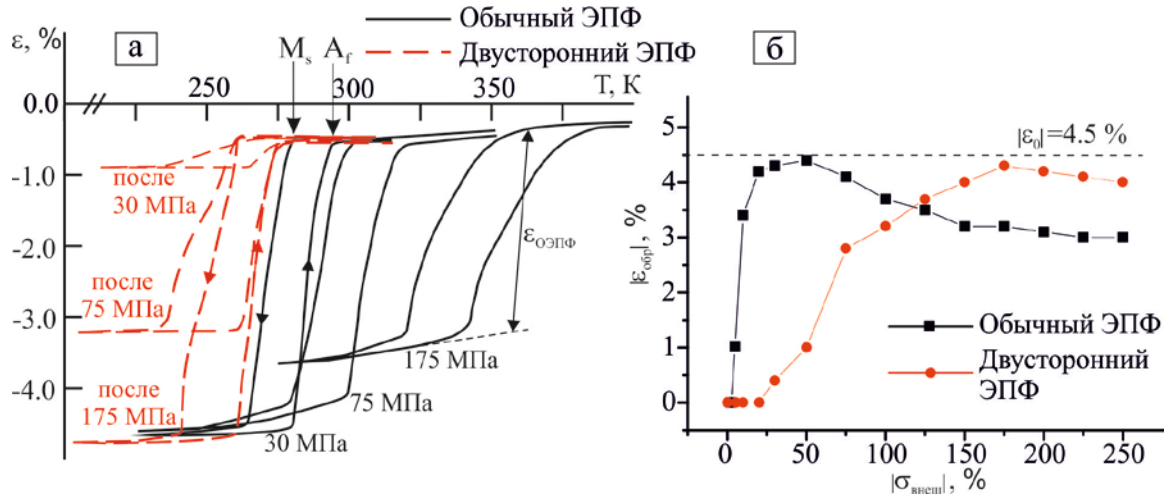


Рисунок 1 – $\varepsilon(T)$ кривые (а) и зависимость величины обратимой деформации от внешних напряжений (б) при обычном и двустороннем эффекте памяти формы в [001]- монокристаллах сплава $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$ (ат.%) при сжатии

Физическая причина наблюдения двустороннего ЭПФ связана с появлением внутренних дальнедействующих полей напряжений, благодаря возникновению остаточного мартенсита, который наблюдается оптически. В результате тренировки под нагрузкой остаточный мартенсит становится преимущественно ориентированным в соответствие с приложенными в цикле внешними напряжениями. При следующем охлаждении без нагрузки ориентированный определенным образом остаточный мартенсит генерирует рост ориентированного мартенсита, создавая условия для появления двустороннего ЭПФ.

Таким образом, в [001]- монокристаллах сплава $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$ (ат. %) путем тренировки через температуры прямого и обратного МП под действием напряжений наведен двусторонний ЭПФ, величина которого зависит от уровня приложенных напряжений в тренировочном цикле. Максимальная величина двустороннего ЭПФ $|\varepsilon_{\text{дЭПФ}}| = 4.3(\pm 0.2) \%$ наблюдается после тренировки при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 175 \text{ МПа}$ и оказывается равной величине деформации решетки для [001]- ориентации при В2-L1₀ МП.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ мол_а № 18-33-00101.

Список литературы

1. Сплавы с эффектом памяти формы / Под ред. Х. Фунакубо. – М.: Металлургия, 1990. – 222 с.
2. Otsuka K., Ren X. Physical metallurgy of Ti–Ni-based shape memory alloys // Progress in Materials Science. – 2005. – Vol. 50. – P. 511–678.
3. Dadda J., Maier H.J., Niklasch D., Karaman I., Karaca H.E., Chumlyakov Y.I. Pseudoelasticity and cyclic stability in $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$ shape-memory alloy single crystals at ambient temperature // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2008. – Vol. 39. – P. 2026–2039.
4. Kireeva I.V., Picornell C., Pons J., Kretinina I.V., Chumlyakov Yu.I., Cesari E. Effect of oriented γ' precipitates on shape memory effect and superelasticity in Co–Ni–Ga single crystals // Acta Materialia. – 2014. – Vol. 68. – P. 127–139.

ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ СОДЕРЖАЩИХ КАРБОНИЛЬНОЕ ЖЕЛЕЗО, МНОГОСТЕННЫЕ УГЛЕРОДНЫЕ НАНОТРУБКИ И ФЕРРИТЫ

Г.Е. КУЛЕШОВ¹, А.В. БАДЬИН¹, А.В. СБРОДОВ¹, К.В. БИЛИНСКИЙ¹

¹ Томский государственный университет

E-mail: grigorij-kge@sibmail.com

При разработке новых радиотехнических устройств, частотная область работы которых приходится на СВЧ диапазон, возникает ряд проблем. К таким проблемам можно отнести электромагнитную совместимость, электромагнитную безопасность (защита от перехвата информации) и экологию (влияние излучения на биологические объекты). Для снижения негативного воздействия электромагнитных волн разумно использовать радиопоглощающие покрытия. На сегодняшний день не существует однокомпонентного материала, обладающего высокой поглощающей и низкой отражающей способностями в широкой полосе частот. Поэтому активно используются композиционные соединения. В качестве наполнителей современных высокочастотных радиокомполитов наиболее часто используются различные ферро- и ферритмагнетики [1], углеродные материалы (сажа, графен, нанолмазы, нанотрубки, луковичные структуры) [2], ультрадисперсные порошки металлов (наиболее часто карбонильное железо) [3] и микропровода [4]. Наполнители используются как по отдельности, так и совместно [5]. В связи с этим разработка и исследование материалов и покрытий на основе карбонильного железа с многостенными углеродными нанотрубками (МУНТ) и ферритами представляют большой интерес.

В качестве полимерной основы композиционного материала выступала эпоксидная смола (ЭДП-20) с отвердителем полиэтиленполиамином. В качестве наполнителей использовались порошки карбонильного железа Р-100 (КЖ), порошки феррита Fe₃O₄ с размерами частиц менее 250 мкм (Феррит), а также многостенные углеродные нанотрубки со средним диаметром 9,4 нм [2]. Образцы изготавливались по следующей схеме: выбор исходных компонент; расчет их массовой доли в композите; взвешивание компонент; механическое перемешивание и обработка ультразвуковым диспергатором, для повышения однородной смеси; заливка в специальные формы, и полимеризация смеси при комнатной температуре; механическая обработка, для удаления дефектов формы образцов.

В общей сложности было изготовлено девять образцов композитов для исследования, их перечень и содержание их компонент представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Перечень изготовленных образцов

№ образца	Матрица (связующее)	Наполнитель
1	Эпоксидная смола 60 мас.%	КЖ 40мас.%
2	Эпоксидная смола 59 мас.%	КЖ 40мас.% + МУНТ 1 мас.%
3	Эпоксидная смола 58 мас.%	КЖ 40мас.% + МУНТ 2 мас.%
4	Эпоксидная смола 40 мас.%	КЖ 40мас.% + Феррит 20 мас.%
5	Эпоксидная смола 20 мас.%	КЖ 40мас.% + Феррит 40 мас.%

Изготовленные образцы представляют собой плоско-параллельные шайбы для измерения в коаксиальной ячейке. Размеры образцов: внешний диаметр $d_{\text{внеш.}} = 7$ мм, внутренний диаметр $d_{\text{внут.}} = 3$ мм, толщина $h = 2,25$ мм.

Измерения электромагнитных характеристик проводились волноводным методом на векторном анализаторе цепей Р4М-18 в коаксиальной ячейке по схемам «на прохождение» и «на отражение». В схеме «на прохождение» измерялись S-параметры с фазой. На основе полученных данных, с использованием методики Беккера – Джарвиса [6], рассчитывались спектры комплексной магнитной и диэлектрической проницаемости. Данные измерений «на отражение» позволили получить значения коэффициента отражения (R) от слоя композита на металле в диапазоне частот от 100 МГц до 18 ГГц.

На рисунке 1 представлены частотные зависимости комплексной магнитной и диэлектрической проницаемости для композиционных материалов.

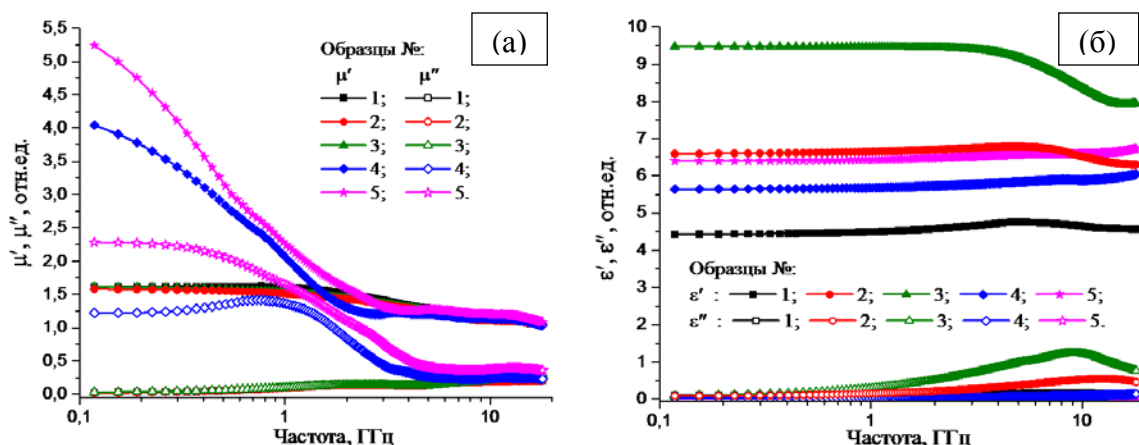


Рисунок 1 - Частотные зависимости комплексной магнитной (а) и диэлектрической (б) проницаемости для композиционных материалов

Из приведенных зависимостей видно, что добавление углеродных нанотрубок не влияет на значение магнитной проницаемости (МУНТ содержит лишь незначительного количества металлических примесей), а на зависимости диэлектрической проницаемости наблюдается более значительный рост значений действительной и мнимой частей, чем при добавлении феррита. На частотах выше 5 ГГц можно отметить заметное снижение реальной части комплексной диэлектрической проницаемости. Подробное поведение связано со значительным вкладом в ϵ проводящих свойств углеродных нанотрубок.

Произведено сравнение измеренных и рассчитанных значения коэффициента отражения от слоя композита на металле. Они показали хорошее совпадение. При этом добавление МУНТ позволило добиться уменьшения R более чем в 10 раз в диапазоне частот от 9,5 до 12 ГГц, достигая пика ослабления в -15 дБ на частоте в 10,8 ГГц. Добавление 1% или 2% МУНТ практически эквивалентно добавлению нескольких десятков массовых процентов (10% и 20%) карбонильного железа. Добавление феррита позволяет в среднем уменьшить коэффициент отражения с -0,4 дБ до -2,5 дБ на частотах от 1 до 4 ГГц.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №18-32-00810.

Список литературы

1. Kumar S., Meena R.S., Chatterjee R. Microwave absorption studies of Cr-doped Co-U type hexaferrites over 2–18 GHz frequency range // J. Magn. Magn. Mat. – 2016. – V. 418. – P. 194–199.
2. Kuleshov G.E., Zhuravlyova Y.V., Dotsenko O.A. Electromagnetic response from composite radiomaterials based on multiwall carbon nanotubes at microwave frequencies // SIBCON 2015 – Proceedings. – 7147115. – P. 1–4.
3. Журавлёв В.А., Суляев В.И. и др. Исследование радиопоглощающих свойств композиционных материалов на основе карбонильного железа на СВЧ и КВЧ // Известия ВУЗов. Физика. – 2012. – Т. 53. – №9 – 2. – С. 198 – 199.
4. Faxiang Q., Hua-Xin P. Ferromagnetic microwires enabled multifunctional composite materials // Prog. in Mat. Science. – 2013. – V. 58. – P. 183-259.
5. Ren, X., Fan, H., Cheng, Y. Microwave absorption properties of double-layer absorber based on carbonyl iron/barium hexaferrite composites // App. Phys. A: Mat. Sci. and Proc. – 2016. – V. 122. – P. 506-1–506-7.

**ИНДУЦИРОВАНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТИ В
ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $\text{Ni}_{50,3}\text{Ti}_{32,2}\text{Hf}_{17,5}$** *Н.Г. ЛАРЧЕНКОВА¹, А.И. ТАГИЛЬЦЕВ¹, Е.Ю. ПАНЧЕНКО¹, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ¹*¹ Томский государственный университет

E-mail: antontgl@gmail.com

Материалы, способные испытывать термоупругие мартенситные превращения, благодаря чему проявляются такие свойства, как эффект памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичность (СЭ), ежегодно привлекают большой интерес, поскольку их использование в современном обществе актуально и перспективно. Уже сейчас из подобных материалов строят небоскребы, самолеты, отдельные части космических аппаратов, а также различные мелкие устройства: демпферы, актюаторы, сенсоры, датчики и др. Одним из наиболее известных и используемых материалов является TiNi, а также сплавы на его основе. Легирование материала позволяет нивелировать его слабые стороны и добиться необходимых свойств конкретно для определенной области промышленности. Для широкого использования материала в промышленной индустрии необходимы высокие рабочие температуры и прочностные свойства, а также проявление функциональных свойств в широком температурном интервале. Легирование TiNi элементом Hf не только значительно повышает характеристические температуры МП, но также способствует увеличению прочности материала и приводит к появлению широкого механического гистерезиса [1], что позволит использовать материал в качестве высокоэффективных демпферов. Проявление высокотемпературных функциональных свойств в поликристаллах сплава NiTiHf в работах ранее [2] достигалось посредством интенсивной пластической деформации, которая приводила к сильному измельчению зерна. В свою очередь целью текущей работы является исследование возможности индуцирования высокотемпературных функциональных свойств и их улучшения посредством термических обработок в крупнозернистых поликристаллах сплава $\text{Ni}_{50,3}\text{Ti}_{32,2}\text{Hf}_{17,5}$ (ат. %).

Поликристаллы сплава $\text{Ni}_{50,3}\text{Ti}_{32,2}\text{Hf}_{17,5}$ получены методом дуговой плавки и имели средний размер зерна ~ 29 мкм. Образцы для деформации сжатием имели форму параллелепипеда с размерами $3 \times 3 \times 6$ мм³. Механические испытания проведены на испытательной системе Instron VHS 5969 и установке для исследования ЭПФ ИМРС-1. Поликристаллы были исследованы в трех разных состояниях: исходное после плавки (состояние 1), гомогенизационный отжиг 1323 К, 8 ч + отжиг 1173 К, 3 ч с последующей закалкой в воду (состояние 2), старение в мартенсите 423 К, 1 ч, под нагрузкой 550 МПа (состояние 3). Во всех исследованных состояниях дисперсных частиц обнаружено не было.

Результаты изобарических испытаний показали, что высокотемпературный ЭПФ проявляется во всех состояниях (рисунок 1 а). Однако исходные поликристаллы характеризуются наличием необратимой деформации до 25% от заданной деформации при любых циклах охлаждения/нагрев. Максимальная величина обратимой деформации равна 1.1% при приложенных 400 МПа. Кристаллы в состоянии 2 характеризуются отсутствием необратимости при низких приложенных напряжениях (<400 МПа). Максимальная обратимая деформация, как и в состоянии 1, не превышает 1.1% при приложенных 400 МПа. Выдержка в мартенсите (состояние 3) приводит к отсутствию необратимости, а также достижению почти максимальной деформации уже при минимальных напряжениях. Из работы [3] известно, что такая обработка, как выдержка в мартенситном состоянии под нагрузкой, должна приводить к повышению характеристических температур в материале, однако, как и в [4], повышение температур МП зафиксировать не удалось из-за слишком слабого эффекта выдержки.

Что касается изотермических циклов нагрузка/разгрузка, с помощью которых были получены результаты по СЭ (рисунок 1), то в исходных поликристаллах (состояние 1) полностью обратимой кривой СЭ не обнаружено (величина необратимой деформации составляет до 40% от заданной). В свою очередь обе термические обработки приводят к

появлению высокотемпературной СЭ в температурных интервалах от 448 К до 498 К (50 К) и от 443 К до 483 К (40 К) в состояниях 2 и 3, соответственно. Максимальная величина обратимой деформации при СЭ составляет 1.1%. Наихудшие прочностные свойства обнаружены в состоянии 1 и составляют $\sigma_{cr}(M_d) = 900$ МПа. Выдержка в мартенсите (состояние 3) увеличивает прочностные свойства на 100 МПа, а температура M_d , которая характеризует начало пластического течения высокотемпературной фазы, равна 495 К, как и в исходных кристаллах. В состоянии 2 поликристаллы обладают повышенной прочностью $\sigma_{cr}(M_d) > 1300$ МПа, а критические напряжения для образования мартенсита при одной и той же температуре испытания выше, чем в исходных поликристаллах на ~ 350 -450 МПа.

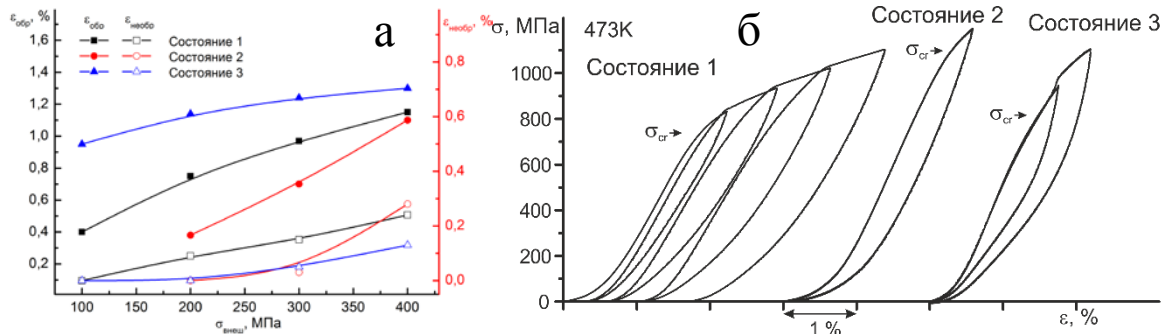


Рисунок 1 – Поликристаллы сплава $Ni_{50,3}Ti_{32,2}Hf_{17,5}$: а – зависимости обратимой и необратимой деформации при ЭПФ от величины приложенных напряжений, б – кривые «напряжение-деформация»

Таким образом, поликристаллы сплава $NiTiHf$ в исходном состоянии с размером зерна ~ 29 мкм характеризуются необратимостью как при ЭПФ (до 25%), так и при СЭ (до 40%). Поликристаллы после термических обработок (в состояниях 2 и 3) характеризуются наличием СЭ с максимальной величиной обратимой деформации до 1.1% в интервалах от 448 К до 498 К (50 К) и от 443 К до 483 К (40 К), соответственно. Проведение термических обработок приводит к повышению прочностных свойств материала на 100 МПа (в состоянии 3) и более, чем на 400 МПа (в состоянии 2), по сравнению с исходными поликристаллами. Также кристаллы в состоянии 2 обладают более высокими напряжениями образования мартенсита при той же температуре испытания, по сравнению с исходными поликристаллами на 350-450 МПа.

Исследование выполнено при поддержке гранта РФФИ № 18-38-00577.

Список литературы

1. High temperature shape memory alloys / J. Ma [et al.] // International Materials Reviews. – 2010. – V. 55. – No. 5. – P. 257–315.
2. Tensile shape memory behavior of $Ni_{50,3}Ti_{29,7}Hf_{20}$ high temperature shape memory alloys / S.M. Saghaian [et al.] // Materials and Design. – 2016. – V. 101. – P. 340–345.
3. Martensite aging – Avenue to new high temperature shape memory alloys. / T. Niendorf [et al.] // Acta Materialia. – 2015. – V. 89. – P. 298–304.
4. Martensite stabilization in $Ni_{50}Ti_{32,2}Hf_{17,7}$ / R. Santamarta [et al.] // Scripta Materialia. – 1999. – V. 41. – No. 8. – P. 867–872.

**КЕРАМИЧЕСКИЕ КОМПОЗИТЫ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ,
МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ОДНОСТЕННЫМИ УГЛЕРОДНЫМИ
НАНОТРУБКАМИ***А.А. ЛЕОНОВ, З.Г. БИКБАЕВА*

Томский политехнический университет

E-mail: laa91@tpu.ru

Одностенные углеродные нанотрубки (ОУНТ) привлекают международный научный интерес благодаря своему уникальному сочетанию механических (модуль Юнга ~ 1 ТПа и прочность на растяжение до 60 ГПа), электрических (максимальная электропроводность при 300 К $\sim 10^6$ Ом $^{-1}$ ·м $^{-1}$) и тепловых свойств (максимальная теплопроводность 6600 Вт/(м·К)), а также термической стабильности до 2000–2400 °С в атмосфере аргона или в вакууме, низкой плотности, гибкости и высокому соотношению сторон (10^3 – 10^8). ОУНТ рассматриваются как перспективный упрочняющий агент для хрупких керамических матриц, что приводит к созданию новых конструкционных керамоматричных композитов с улучшенными механическими характеристиками, а также со специфическими тепловыми и электрическими свойствами. В работе [1] было показано, что при добавлении 10 об.% ОУНТ в матрицу Al_2O_3 позволяет повысить трещиностойкость до 9,7 МПа·м $^{1/2}$, что почти в три раза выше, чем у оксида алюминия. Yamamoto и др. [2] установили, что композит на основе Al_2O_3 с 0,9 об.% многостенных УНТ обладает повышенной прочностью на изгиб (689,6 МПа) и трещиностойкостью (5,9 МПа·м $^{1/2}$), что выше на 27% и 25%, соответственно, по сравнению с керамикой Al_2O_3 . Цель работы: получение композитов Al_2O_3 /ОУНТ электроимпульсным плазменным спеканием и проанализировать влияние нанотрубок на физико-механические свойства композитов.

В настоящей работе в качестве матричной основы использовали порошок оксида алюминия с добавкой нанопорошка того же состава в количестве 6%. В качестве наполнителя использовали ОУНТ «Tuball» производства OCSiAl (Новосибирск, Россия). Смешивание исходных компонентов производили в среде этилового спирта по методике, описанной в работе [3]. Относительное содержание ОУНТ в композиционном порошке составляло 3 об.%. Керамику Al_2O_3 и композиты Al_2O_3 /ОУНТ синтезировали электроимпульсным плазменным спеканием (Spark plasma sintering) при следующих условиях: давление прессования – 40 МПа, температура спекания – 1500 °С и 1600 °С, скорость нагрева – 100 °С/мин, время изотермической выдержки – 10 мин. Такой режим спекания был выбран с учетом предыдущих исследований [4, 5]. Гидростатическим взвешиванием определялась плотность полученных образцов. Микротвердость (H_V) и трещиностойкость (K_{IC}) определялись на приборе ПМТ-3М с использованием алмазной пирамидки Виккерса (нагрузка 4,9 Н). Коэффициент K_{IC} оценивался по методу Anstis.

На рис. 1а представлено СЭМ изображение полученного композиционного порошка, из которого видно, что он состоит из частиц сферической или близкой к ней формы, также присутствуют частицы неправильной геометрической формы. Кроме того видно, что ОУНТ достаточно хорошо диспергированы и имеют гибкую структуру, что позволяет им изгибаться и опутывать частицы Al_2O_3 , образуя сетчатые каркасы. Распределение частиц по размерам исследуемого порошка имеет полимодальный вид (рис. 1б) и укладывается в диапазон от 0,1 мкм до 9 мкм. Средний объемно-весовой диаметр частиц порошка Al_2O_3 составляет 1,71 мкм. Из таблицы 1 видно, что увеличение температуры спекания керамики Al_2O_3 до 1600 °С не приводит к повышению относительной плотности, она оставалась практически одинаковой для обоих образцов и составляла $> 97\%$. У композитов относительна плотность ($\sim 96\%$) была несколько ниже, чем у Al_2O_3 . Возможно, это связано с присутствием агломератов ОУНТ в композитах, что приводит к пористости. Микротвердость композитов (16,6 ГПа) ниже, чем у керамики Al_2O_3 (~ 18 ГПа), это объясняется тем, что ОУНТ имеют более низкую твердость, чем оксид алюминия и

армирующая фаза обычно создает в кристаллах матрицы и на их границах растягивающие напряжения. Кроме того, H_V коррелируют с плотностью материала, которая у композитов была снижена. Трещиностойкость композита спеченного при 1500 °С выше, чем у керамики Al_2O_3 спеченной при 1500 °С и 1600 °С на 6% и 14%, соответственно. Повышение K_{IC} связано с тем, что ОУНТ образуют достаточно плотные сетчатые каркасы на зернах матрицы, что приводит к поглощению энергии распространяющейся трещины.

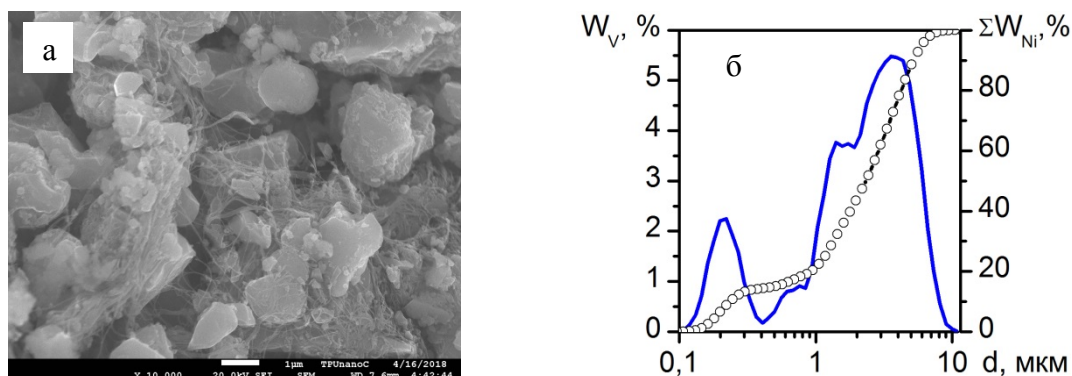


Рисунок 1 - а) СЭМ изображение композиционного порошка Al_2O_3 /ОУНТ (JSM-7500FA); б) объемное распределение частиц по размерам и кумулятивная кривая (SALD-7101)

Таблица 1 – Свойства исследуемых образцов

Образец	$\rho_{отн.}$, %	H_V , ГПа	K_{IC} , МПа·м ^{1/2}
Al_2O_3 -1500	97,43	$18,40 \pm 0,90$	$4,65 \pm 0,36$
Al_2O_3 -1600	97,20	$17,64 \pm 0,77$	$4,34 \pm 0,35$
Al_2O_3 /ОУНТ-1500	95,91	$16,58 \pm 2,44$	$4,94 \pm 0,37$
Al_2O_3 /ОУНТ-1600	96,10	$16,60 \pm 1,58$	$3,95 \pm 0,91$

Для того чтобы существенно улучшить механические свойства композитов Al_2O_3 /ОУНТ требуется более однородное распределение нанотрубок в матрице, повышение относительной плотности спеченных композитов и увеличение относительного содержания ОУНТ в композитах.

Список литературы

- Zhan G.D., et al. Single-wall carbon nanotubes as attractive toughening agents in alumina-based nanocomposites // Nature Materials. – 2003. – V.2. – P. 38–42.
- Yamamoto G., et al. A novel structure for carbon nanotube reinforced alumina composites with improved mechanical properties // Nanotechnology. – 2008. – V.19. – P. 315708.
- Леонов А.А. и др. Структура и свойства керамических композитов ZrO_2 , модифицированных различными армирующими наполнителями // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник трудов XV Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, в 7 т., г. Томск, 24-27 апреля 2018. – Томск: Изд. дом ТГУ, 2018 – Т.1. Физика. – С. 180–182.
- Leonov A.A., et al. Spark plasma sintering of ceramic matrix composite based on alumina, reinforced by carbon nanotubes // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. – 2017. – V.286. – P. 012034.
- Леонов А.А. Влияние температуры спекания на микроструктуру и свойства композита на основе корунда, модифицированного многостенными углеродными нанотрубками // Химическая технология функциональных наноматериалов: сборник материалов международной конференции со школой и мастер-классами для молодых ученых, Москва, 30 Ноября-1 Декабря 2017. – Москва: РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2017 – С. 145–147.

ВЛИЯНИЕ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССА ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПРОДУКТОВ СИСТЕМЫ W-C

П.А.МАЛОФЕЕВА, Ю.Л.ШАНЕНКОВА, И.И. ШАНЕНКОВ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»
E-mail: malofeeva_polina_a@mail.ru

Открытый в 1893г карбид вольфрама известен такими свойствами как: высокие твердость, термо- и износостойкость, а также низкий коэффициент теплового расширения. Из-за схожести строения кристаллической решетки карбида вольфрама с кристаллической решеткой платины было предположено, что карбид вольфрама может проявлять каталитическую активность подобно металлам платиновой группы [1]. Карбид вольфрама существует в трех кристаллических модификациях: гексагональные WC и W₂C и кубический WC_{1-x}. Было доказано, что кубическая фаза карбида вольфрама обладает более высокой поверхностной реакционной способностью по сравнению с другими фазами, что позволяет использовать ее в качестве катализатора для электрокаталитического получения водорода. Но очень узкий диапазон температурной стабильности делает процесс получения WC_{1-x} практически невозможным, рисунок 1а. В данной работе описывается метод получения кубической фазы карбида вольфрама плазмодинамическим методом в системе на основе коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ), рисунок 1б. С помощью которого удалось сохранить метастабильным при комнатной температуре WC_{1-x}.

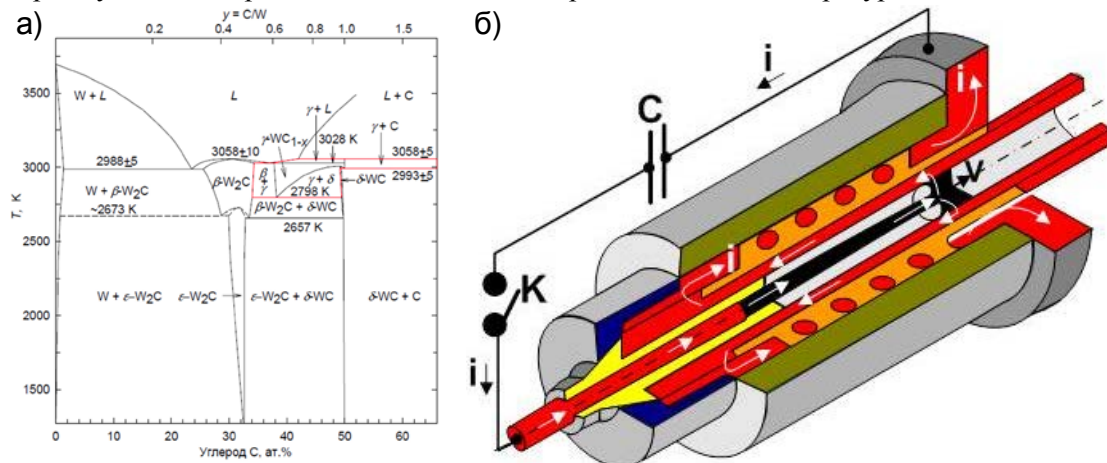


Рисунок 3 - Диаграмма состояний вольфрам-углерод (а), схематическое изображение коаксиального магнитоплазменного ускорителя (б)

Синтез продукта осуществляется прямым плазмодинамическим методом в системе КМПУ с графитовыми электродами [2]. В качестве закладываемых прекурсоров использовались порошок вольфрама W и сажа C массами по 0,5 г каждый. Параметры эксперимента были следующие: зарядное напряжение $U_{зар}=3,0$ кВ, емкость конденсаторных батарей $C=6$ мФ, зарядная энергия $W_C=27$ кДж. После замыкания ключей ток разряда конденсаторной батареи начинает протекать по КФПС, инициируется дуговой разряд, формируется плазменная структура, содержащая заложенные прекурсоры. В процессе прохождения плазменного потока по ускорительному каналу, выполненному из графита, с его стенок происходит электроэрозия материала, который вовлекается в движение плазмы. После чего плазменный поток выносится в пространство камеры реактора, синтезированный материал остывает и осаждается на стенках. Было проведено три эксперимента по получению WC_{1-x} с разными энергетическими параметрами. Полученные

материалы исследовались методом рентгеновской дифрактометрии (XRD) (дифрактометр Shimadzu XRD7000S) результаты представлены на рисунке 2.

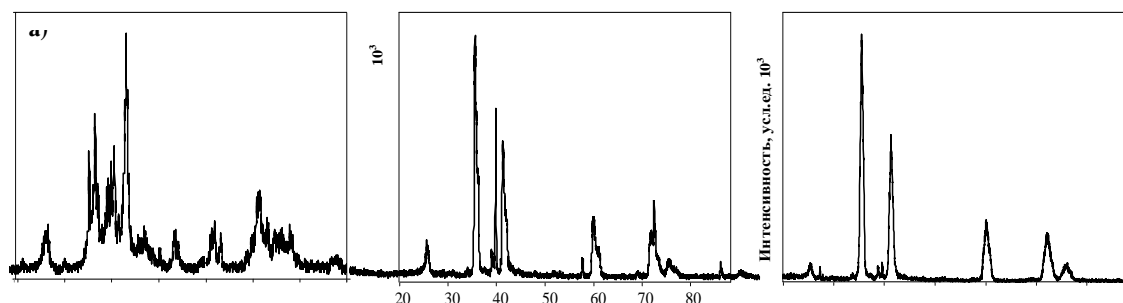


Рисунок 4 - Рентгеновская дифрактометрия продуктов синтеза: а) эксперимент №1, б) эксперимент №2, в) эксперимент №3

Значения мощности и энергии были посчитаны с помощью осциллограмм тока и напряжения, зарегистрированных в процессе проведения эксперимента, таблица 1. Для эксперимента №1 энергия плазменного потока составляла 16 кДж, выход кубической фазы оказался равен 69%, в этом случае образовалось большое количество побочных продуктов, а именно 17% гексагонального карбида вольфрама W_2C и 13,5% W. При увеличении энергии до 20 кДж (эксперимент №2) процентное содержание кубической фазы возросло до 78% и уменьшилось количество примесных фаз W_2C и W до 4,5% и 10,2% соответственно. Наиболее удачным оказался эксперимент №3, где величина подведенной энергии составила 25 кДж, а выход кубической фазы 94

Таблица 1 - Массовый состав полученных образцов

№	U _д кВ	I _м кА	P _м МВт	W _с кДж	W кДж	W/W _с %	XRD			
							WC _{1-x} ,%	W ₂ C,%	W,%	C,%
1	0,9	119	110	27	16	59	69,0	17,0	13,5	0,5
2	1,4	82	118	27	20	74	78,4	4,5	10,2	6,9
3	1,5	114	168	27	25	92	94,1	1,7	0,5	3,7

Таким образом, в данной работе доказана возможность синтеза уникальной кубической фазы карбида вольфрама WC_{1-x} плазмодинамическим методом в системе КМПУ. Установлено, что при больших значениях энергии в составе продукта увеличивается содержание кубической фазы WC_{1-x} вплоть до 94%.

Список литературы

1. S. Aravinth, Binu Sankar, M. Kamaraj, S. R. Chakravarthy, R. Sarathi. Synthesis and characterization of hexagonal nano tungsten carbide powder using multi walled carbon nanotubes// Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials.- 2012.- N 33.- P. 53-57.
2. Сивков А.А., Сайгаш А.С., Пак А.Я., Евдокимов А.А. Прямое получение нанодисперсных порошков и композиций в гиперскоростной струе электроразрядной плазмы// Нанотехника. – 2009. - N 2(18).- С. 38-44
3. Harjinder Singh, Pandey O. P. Single step synthesis of tungsten carbide (C) nanoparticles from scheelite ore// Ceramics International.- 2013.- N 39.- P. 6703-6706.
4. Kurlov A. S., Gusev A. I. Tungsten Carbides and W–C Phase Diagram // Inorganic Materials. – 2006. – V. 42. – No. 2. – P. 121–127

МИКРОСТРУКТУРНЫЙ МАГНИЕВЫЙ СПЛАВ, ПОЛУЧЕННЫЙ МЕТОДАМИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Е.Н. МОСКВИЧЕВ, В.Г. СУББОТИН, В.А. СКРИПНЯК

Национальный исследовательский Томский государственный университет (ТГУ)

E-mail: em_tsu@mail.ru

В работе представлены результаты исследования влияния интенсивной пластической деформации (ИПД), реализованной по схеме циклического прессования рифлением при повышенных температурах, на структуру и физико-механические свойства листового проката магниевого сплава системы Mg-Mn-Ce. Поскольку сплав используется в важнейших отраслях промышленности, улучшение его физико-механических свойств в результате модификации внутренней структуры дает возможности для повышения эффективности работы деталей ответственных механизмов в различных условиях эксплуатации. [1-3]

В отличие от объемных образцов, использование широко развитых методик обработки, таких как равноканальное угловое прессование и кручение под давлением, для образцов из листового проката неприемлемо в силу их формы. Альтернативой этим методам обработки могут стать новые методы, в частности, циклическое прессование рифлением с последующим выпрямлением (ПР). Суть метода заключается в том, что плоские образцы, вырезанные из листового проката, подвергаются прессованию между двух рифленых частей пресс-формы, при этом, за счет сдвига, в локальных областях образца реализуются большие степени пластических деформаций. Один цикл прессования состоит из следующих последовательностей действий: прессование рифлением; выпрямление; смещение образца; повторное прессование рифлением; выпрямление. Предполагается, что один цикл способствует равномерной обработке образца.

Для определения степени деформации при обработке листового проката методом ПР был проведен численный расчет методом конечных элементов. Основываясь на данных расчета, проведен эксперимент по получению образцов микроструктурного магниевого сплава. После получения образцов было проведено исследование микроструктуры и серия механических испытаний.

Изучение микроструктуры было проведено металлографическими методами, после механической шлифовки и полировки, образцы травились химически в 3% растворе HNO_3 в спирте.

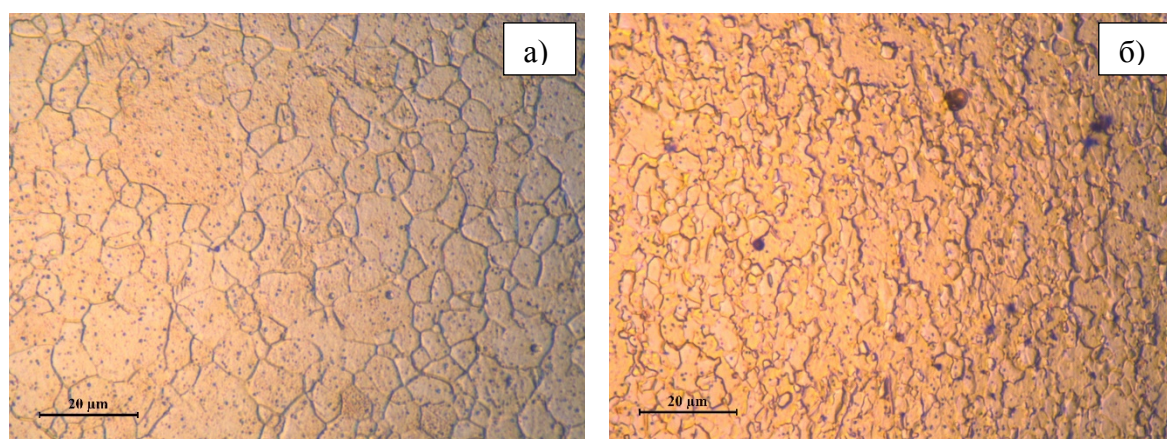


Рисунок 1 – снимки микроструктуры образцов а) до обработки б) после обработки

Микроструктура исходного материала в состоянии поставки представляет собой набор равноосных зерен, размеры которых лежат в диапазоне от 2 до 20 мкм и имеют тенденцию к нормальному распределению. Микроструктура обработанных образцов

представлена набором мелких неравноосных зерен, размерами от 0.5 до 6 мкм, с тенденцией к логнормальному распределению.

Данные микроструктурные изменения приводят к изменению механического поведения материала. В ходе проведения испытаний на осевое растяжение при скорости деформации 10 с^{-1} было выявлено изменение механических свойств материала в зависимости от структурного состояния. Так образец в исходном состоянии поставки демонстрирует прочностные свойства, соответствующие государственному стандарту. Предел текучести составил 129 МПа, предел кратковременной прочности – 267 МПа, деформация на пределе прочности 15 %, предельная деформация – 22 % (Таблица 1).

Образцы из сплава Ма8 в микроструктурном состоянии демонстрируют механическое поведение, отличное от поведения образцов в исходном состоянии. Образцы демонстрируют более упругое поведение, предел текучести возрос в 1,65 раза и составил 214 МПа, предел кратковременной прочности увеличился не столь значительно – на 9 % и составил 290 МПа, деформация на пределе прочности и предельная деформация остались примерно на том же уровне: 13 % и 21 % соответственно (Таблица 1).

Таблица 1 – результаты испытаний на растяжение

Тип образца	σ_{02} (МПа)	σ_b (МПа)	ϵ_b	ϵ_{max}
Микроструктурированный	214	290	0.13	0.21
Исходный	129	267	0.147	0.22

Полученные в ходе экспериментальных исследований в дальнейшем планируется использовать для создания и улучшения численных моделей.

Список литературы

1. Козулин А.А., Скрипняк В.А., Красновейкин В.А., Скрипняк В.В., Каравацкий А.К. Исследование физико-механических свойств ультрамелкозернистых магниевых сплавов после интенсивной пластической деформации // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57, № 9. – С. 98-104.
2. Маркушев М.В. К вопросу об эффективности некоторых методов интенсивной пластической деформации, предназначенных для получения объемных наноструктурных материалов // Письма о материалах. 2011. т.1. №1. С. 36-42.
3. Валиев Р.З. Создание наноструктурных металлов и сплавов с уникальными свойствами, используя интенсивные пластические деформации. // Российские нанотехнологии. – 2006. – Т. 1. – С. 208–216.

СИНТЕЗ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ КАРБИДА КРЕМНИЯ, ПОЛУЧЕННОГО ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ СИНТЕЗОМ

А.Р.НАСЫРБАЕВ, С.О.ПОГОРЕЛОВА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
E-mail: arn1@tpu.ru

Карбид кремния является востребованным материалов во многих производственных сферах. Высокая износостойкость и твердость, наряду с высокими рабочими температурами, дают возможность использовать карбид кремния при производстве керамических изделий для работы в агрессивных средах [1,2].

В работе рассматривается возможность синтеза керамических материалов с помощью установки искрового плазменного спекания. Основным преимуществом метода является высокая скорость спекания, что позволяет получать субмикронную и нанокерамику. Спекание производилось в установке SPS 10-4 Thermal Technology со следующими параметрами: $T=1750\text{ }^{\circ}\text{C}$, $p=60\text{ МПа}$, скорость нагрева составляла $100\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$, время выдержки 10 мин. Окружающей средой во всех экспериментах являлся вакуум.

Проводились серии экспериментов, в которых рассматривалось влияние дисперсности используемого порошка, а также влияние спекающих добавок. В работе использовались коммерческий порошок карбида кремния (F-120), а также порошок, полученный плазмодинамическим методом [3]. Спекающие порошкообразные добавки – смесь алюминия, бора и углерода. Использование спекающих добавок обусловлено улучшением процесса спекания, и, как следствие, получение керамического материала с более высокими свойствами прочности и твердости [4].

После спекания керамические образцы исследовались различными методами. Фазовый состав продуктов исследовался методом рентгеновской дифрактометрии на дифрактометре Shimadzu XRD 7000. На рисунке 1 представлены типичные дифрактограммы керамических образцов. В случае спекания из коммерческих образцов керамические образцы состоят из гексагональной $\alpha\text{-SiC}$. При спекании из порошка, полученного плазмодинамическим методом, продукт состоит из кубической фазы $\beta\text{-SiC}$. Ввиду высоких скоростей спекания процесс фазового перехода не происходит.

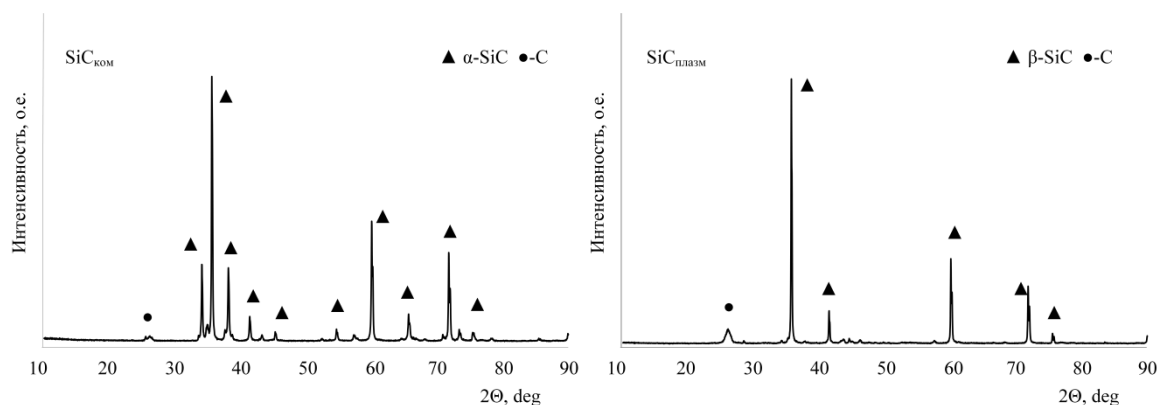


Рисунок 1 – Рентгеновские дифрактограммы полученных образцов

Были определены значения твердости и плотности для полученных образцов. Твердость по Виккерсу определялась с использованием твердометра Galileo (ISOSCAN HV2 OD). Результаты анализов твердости и плотности сведены в таблицу 1. Серии экспериментов (1-3), производившееся без спекающих добавок, показывают низкие значения твердости и плотности, что является доказательством необходимости применения добавок, которые уменьшают пористость и размер зерен. Влияние добавок заметно при исследовании микроструктуры полученных образцов, проводившейся на электронном

микроскопе Hitachi TM-3000. На рисунке 2 представлены результаты сканирующей микроскопии керамических образцов. Образец 1 (рисунок 2а) имеет большие зерна, а также высокую пористость. Наибольшие результаты по плотности и прочности показали образцы серии 6. Керамика (рисунок 2г) имеет наименьший размер зерна и низкую пористость. В результате достигаются высокие показатели твердости и плотности.

Таблица 1 – Значения плотности и твердости образцов

№	Прекурсоры	Спекающая добавка, %	ρ , % теор.*	H _{ср} , ГПа
1	SiC _{ком}	-	70,0	1,40±0,5
2	SiC _{ком} :SiC _{плазм} = 0,95:0,05	-	73,0	2,20±0,6
3	SiC _{плазм}	-	82,0	5,71±0,3
4	SiC _{ком}	Al(4%)+B(2%)+C(2%)	94,7	22,8±0,3
5	SiC _{ком} :SiC _{плазм} = 0,80:0,20	Al(4%)+B(2%)+C(2%)	95,0	23,4±0,3
6	SiC _{плазм}	Al(4%)+B(2%)+C(2%)	97,2	25,9±0,3

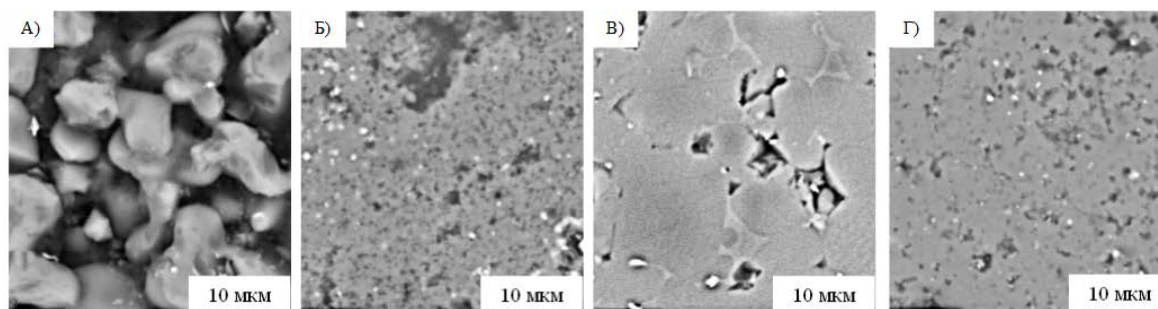


Рисунок 2 – Сканирующая электронная микроскопия образцов: а) серии 1; б) серии 3; в) серии 4; г) серии 6

Результатом работы является получение керамических образцов из карбида кремния. В ходе исследований рассмотрены возможности увеличения показателей твердости и плотности. Использование наноразмерного порошка карбида кремния, полученного плазмодинамическим синтезом, увеличивает показатели плотности и твердости. Также для улучшения процесса спекания была использована добавка из смеси порошков алюминия, бора и углерода. Внедрение добавок кратно увеличивает характеристики керамических образцов. Образец с наибольшими значениями плотности и твердости был получен в серии экспериментов с использованием порошка карбида кремния из плазмодинамического синтеза и с применением спекающих добавок Al-B-C: $\rho = 97,2\%$; H_{ср} = 25,9±0,3 ГПа.

Список литературы:

1. Harris G.L., ed. Properties of silicon carbide. – Iet, 1995. – №. 13.
2. Андриевский Р.А. Наноразмерный карбид кремния: синтез, структура, свойства //Успехи химии. – 2009. – Т. 78. – №. 9. – С. 889-900.
3. Sivkov A., Nassyrbayev A., Gukov M. Dependence of the Product's Phase Composition on the Ratio of Precursors in Plasmadynamic Synthesis of Silicon Carbide //Key Engineering Materials. – 2018. – Т. 769..
4. Skarpeid H. The effect of carbon and boron carbide additions in pressure assisted sintered silicon carbide: дис. – NTNU, 2017.

**РАЗРАБОТКА ИЗНОСОСТОЙКИХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ
ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА С ТВЕРДОСМАЗОЧНЫМИ НАПОЛНИТЕЛЯМИ**

НГУЕН ДЫК АНЬ¹, С. В. ПАНИН^{1,2}, Л. А. КОРНИЕНКО², Л. Р. ИВАНОВА²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: gau_haman@tpu.ru

Композиты на основе полимерных матриц широко применяются в качестве материалов для трибосопряжений благодаря их высокой трибологической эффективности и химической стабильности. Среди перспективных полимерных матриц полиэфирэфиркетон (ПЭЭК) позиционируется как высокоэффективный термопласт, обладающий высокой прочностью, химической и термической стойкостью, обеспечивающих его широкое применение в машиностроении и в медицине. Однако, являясь высокопрочным и термостойким в широком интервале температур (-65°C до $+260^{\circ}\text{C}$), ПЭЭК обладает низкой износостойкостью. В последнее время разрабатываются композиты на основе полиэфирэфиркетона. Тип и размер наполнителей определяются областью применения и средой использования композиций. Типы наполнителей (состав, форма, размеры) определяют механические и трибологические свойства композитов на основе полимера. Твердосмазочные частицы добавляют в ПЭЭК для уменьшения коэффициента трения и износа композитов на его основе. В научной литературе обсуждаются возможности повышения износостойкости ПЭЭК введением различных твердосмазочных наполнителей [1-3]. Показано, что низкий износ и коэффициент трения обеспечиваются за счет формирования пленки переноса на поверхности контртела.

В настоящей работе с целью функционирования наполнителя в роли твердой смазки исследованы механические и триботехнические характеристики композитов на основе ПЭЭК с различными твердосмазочными частицами (ПТФЭ, графит, MoS_2 , нитрид бора) в условиях сухого трения скольжения. Проведен сравнительный анализ эффективности твердосмазочных наполнителей в формировании триботехнических свойств полимерных композитов на основе ПЭЭК.

Использовали порошок ПЭЭК фирмы Victrex (450PF) со средним размером частиц 50 мкм. В качестве наполнителей использовали фторопласт Ф-4ПН-20 (производитель АО Галополимер, размер частиц 6-20 мкм), коллоидный графит (\varnothing 1÷4 мкм), дисульфид молибдена марки МВЧ-1 (\varnothing 1÷7 мкм) и нитрид бора НБ (марка «В», размер частиц 10 мкм). Композиты на основе ПЭЭК получали методом горячего прессования при давлении 15 МПа и температуре спекания 400°C при скорости последующего охлаждения $2^{\circ}\text{C}/\text{мин}$.

Твердость по Шору Д определяли на приборе Instron 902 в соответствии с ASTM D 2240. Испытание на растяжение проводили с помощью электромеханической испытательной машины Instron 5582 согласно ASTM D638-10.

Испытание образцов на изнашивание в режиме сухого трения проводили по схеме «шар-на-диске» при нагрузке $P=10$ Н и скорости скольжения $V=0.3$ м/с на трибометре CSEM CH-2000 в соответствии с ASTM G99. Диаметр контртела в форме шарика из стали ШХ15 составлял 6 мм. Путь трения равен 3 км, радиус траектории вращения - 10 мм. Таким образом круговая частота вращения составляла 286 об/мин.

Степень кристалличности оценивали на совмещенном анализаторе SDT Q600 (Thermo Fisher Scientific). Структурные исследования проводили на растровом электронном микроскопе LEO EVO 50 (Carl Zeiss) при ускоряющем напряжении 20 кВ по поверхностям скола, полученным механическим разрушением образцов с надрезом, предварительно выдержанных в жидком азоте.

В таблице 1 приведены механические характеристики композитов на основе ПЭЭК, наполненных 10 вес. % различных твердосмазочных наполнителей. Из таблицы следует, что твердость по Шору Д уменьшается при наполнении ПТФЭ. Добавление других

твердосмазочных частиц (MoS_2 , графит, НБ) незначительно изменяет твердость материалов. Модуль упругости уменьшается при добавлении ПТФЭ. Введение других частиц (MoS_2 , графит, НБ) позволяет повысить модуль упругости на 25%. Предел прочности и удлинение при разрыве заметно падает при наполнении ПЭЭК твердосмазочными микрочастицами.

Таблица 1 - Механические свойства композитов на основе ПЭЭК, наполненных твердосмазочными частицами

Материалы	Плотность г/см ³	Твердость по Шору Д	Модуль упругости, МПа	Предел прочности, МПа	Удлинение при разрыве, %
ПЭЭК	1,3	80,1±1,17	2840±273	106,9±4,7	21,6±7,2
10%ПТФЭ	1,32	77,3±0,24	2620±158	83,9±2,4	5,0±0,8
10% MoS_2	1,42	80,8±0,3	3412±25	96,8±4,7	4,75±1,4
10%графит	1,36	79,3±0,7	3565±33	87,1±4,9	3,7±0,8
10% ВН	1,36	79,8±0,3	3623±62	71,0±1,0	2,8±1,0

Результаты трибоиспытания показаны на рисунке 1. Видно, что добавление в ПЭЭК 10 вес. % ПТФЭ позволяет повысить износостойкость в 4 раза по сравнению с чистым ПЭЭК. Добавление 10 вес. % графита обеспечивает повышение износостойкости композитов на основе ПЭЭК в 2 раза. При этом износостойкость композитов ПЭЭК с 10 вес. % MoS_2 и НБ даже уменьшается по сравнению с чистым ПЭЭК.

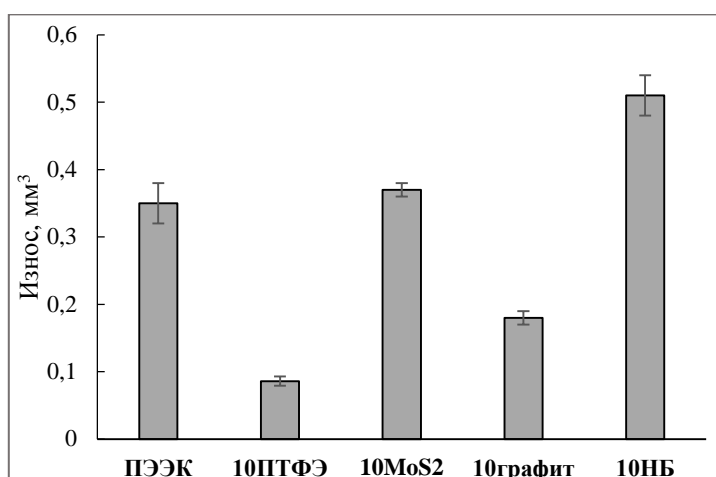


Рисунок 1 - Объемный износ ПЭЭК и его композитов с твердосмазочными наполнителями

Благодарности. Работа выполнена при поддержке проекта РФФИ 16-48-700192_p_a, а также гранта Президента РФ по государственной поддержке ведущих научных школ Российской Федерации НШ-5875.2018.8.

Список литературы

1. V.J. Briscoe, Y. Lin Heng, T.A. Stolarski, The friction and wear of polytetrafluoroethylene-polyetheretherketone composites: an initial appraisal of the optimum composition. *Wear*, 108 (1986), pp. 357-374
2. Z.P. Lu, K. Friedrich, High temperature polymer composites for applications as sliding elements. *Materials*, 28 (1997), pp. 116-123
3. M.Zalaznik, M.Kalin, S.Novak, G.Jakša, Effect of the type, size and concentration of solid lubricants on the tribological properties of the polymer PEEK. *Wear*, Vol. 364–365 (2016), pp. 31-39.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДОЗЫ ЭЛЕКТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА ДЕФОРМАЦИЮ МАЙЛАРОВЫХ ПЛЕНОК С УЧЕТОМ ПРОЦЕССОВ ДЕСТРУКЦИИ И СШИВАНИЯ

А.И. КУПЧИШИН^{1,2}, Б.Г. ТАИПОВА¹, В.М. ЛИСИЦЫН³, М.Н. НИЯЗОВ¹

¹Казахский национальный педагогический университет им. Абая

²Казахский национальный университет им. аль-Фараби,

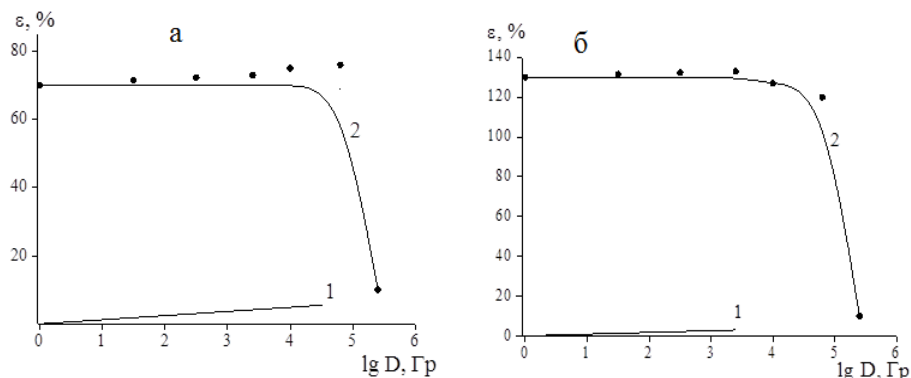
³Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: marat--90@mail.ru

Механизм влияния высокоэнергетических частиц на высокомолекулярные соединения в конденсированном состоянии характеризуется наличием физических и химических стадий. Наиболее значительные структурные изменения свойств полимеров обусловлены необратимыми процессами структурирования и деструкции. Эти процессы обычно осуществляются одновременно, а преобладание одного из них зависит от структуры материала, характера присутствующих веществ в системе и условий облучения. Становится возможным решение не только вопросов прогнозирования поведения конструкционных полимеров в полях ионизирующего излучения, но и целенаправленное создание материалов с заранее заданными свойствами [1].

Объектом исследования является промышленная полиэтилентерефталатная пленка производства США (типа *Maylar*) в виде полосок шириной 5 мм, рабочей длиной 50 мм, толщиной 100 мкм. Облучение образцов производилось на воздухе на ускорителе электронов типа ЭЛУ-6 при 20 °С с энергией 4 МэВ, плотностью тока 0,5 мкА/с, длительностью импульсов 5 мкс при частоте их повторения 200 Гц. Поглощенные дозы (D) составляли – 0 – $3 \cdot 10^5$ кГр. Одноосное растяжение осуществлялось на компьютеризированной разрывной машине типа РМУ-0,05-1 со скоростью раздвижения зажимов $36,09 \pm 0,05$ мм/мин., при температуре 20 ± 2 °С, относительной влажности воздуха (45 ± 5) %.

Получено, что с увеличением D (Рисунок 1а, б) до 10^4 Гр для температур 293 и 473 К относительное удлинение сначала медленно растет и при $D \sim 10^6$ Гр резко падает до 0. До 10^4 Гр для температур 293 и 473 К для пленки *Майлар* преобладают процессы сшивания, а дальнейшее увеличение дозы ведет к деструкции материала (кривые 1 и 2). С ростом T ε растет. Для интервала доз 0 – $2 \cdot 10^4$ Гр относительное удлинение при $T = 473$ К больше в 1,93 раза чем при $T = 293$ К.



а – 293; б – 473 К; точки – эксперимент; 1 – сшивающая составляющая; 2 – составляющая деструкции

Рисунок 1 – Зависимость деформации от дозы электронного облучения при различных температурах пленок типа *Майлар*

Зависимость ε от D представлена в виде [2]:

$$\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2, \quad \varepsilon_1 = \varepsilon_0 \exp\left(-\frac{D}{D_0}\right); \quad \varepsilon_2 = aD,$$

где ε_0 – максимальное значение деформации материала до облучения; a – коэффициент, характеризующий сшивание. Причем сшивание учитывается линейной, а деструкция – экспоненциальной функцией. (Рисунок 1а, б, кривые 1 и 2). Для пленки типа Майлар составляющая сшивания незначительна и равна $\sim 5\%$. Облучение полимеров влияет на процессы сшивания и деструкции, образуя химически ненасыщенные связи и газообразные продукты. При этом происходит разрыв химических связей C-C в основной и боковой цепи макромолекулы, а также связей C-O, C-H, C-N, C-F, C-Cl, Si-C, C-S. Майлар обладает сложным гетерогенным строением. При облучении материала поглощенная энергия вызывает одновременные разрывы в основном C-C- и C-H- связях. Для структурирующих полимеров характерна рекомбинация значительной части разорванных C-C- связей и в итоге преобладают разрывы C-H- связей. Процесс разрушения состоит из возникновения и роста трещин, в полимере причиной возникновения первичных трещин являются тепловые флуктуации, приводящие к резкому возрастанию кинетической энергии отдельных атомов, и как следствие – происходит разрыв химической связи в основной цепи полимера. Для высокоэластичных полимеров при разрушении наряду с разрывом химических связей имеет место выкалывание одной части образца из другой, сопровождающееся разрывом межмолекулярных связей [1]. Отметим, что увеличение температуры до 473 К приводит к росту деформации на 90 %, но при этом процент процессов сшивания уменьшается (Рисунок 1). При очень больших дозах остаются фрагменты установочных слабосвязанных между собой элементов усугубляемых действием температуры. Это связано со слабым боковым разветвлением полимерной цепи ПЭТФ. При этом увеличивается число проходных молекул и нарушается механизм их развертки из сшитых систем. Для деструктирующих полимеров быстрая рекомбинация разорванных концов цепи затруднена, в них радикалы за счет реакции диспропорционирования стабилизируются, образуя две устойчивые концевые группы, которые и фиксируют акт деструкции. Конкурирующие процессы структурирования и деструкции определяются в конечном счете скоростью рекомбинации разрыва связей.

Из проведенных исследований следует: 1. При воздействии температуры, облучения и статической нагрузки на пленки типа Майлар усиливаются процессы сшивания и деструкции. Преобладание процессов структурирования наблюдается до доз 10^4 Гр для температур 293 и 473 К. Дальнейший рост дозы облучения до 10^6 Гр увеличивает вероятность разрыва химических и межмолекулярных связей, связанных с выкалыванием одной части образца из другой, сопровождающееся разрывом, со слабым боковым разветвлением полимерной цепи ПЭТФ. При этом нарушается механизм развертки молекул из сшитых систем. 2. С ростом температуры облученного материала деформация сильно возрастает, но процесс сшивания уменьшается, что связано с неустойчивостью фрагментов установочных слабосвязанных между собой элементов, усугубляемых действием температуры. Тепловые флуктуации приводят к резкому возрастанию кинетической энергии отдельных атомов, и как следствие происходит разрыв химической связи в основной цепи полимера.

3. Предложена обобщенная модель зависимости деформации от дозы электронного облучения, учитывающая конкурирующие процессы сшивания и деструкции. Получено, что процесс сшивания описывается линейной функцией, а деструкции – экспоненциальной.

Список литературы

1. Зуев В.В., Успенская М.В., Олехнович А.О. Физика и химия полимеров/ Учеб. пособие. – СПб.: СПбГУ ИТМО, 2010. – 45 с.
2. Kupchishin A.I., Taipova B.G., Kupchishin A.A., Voronova N.A., Kirdyashkin V.I., Fursa T.V. Catastrophic models of materials destruction// Material Science and Engineering 110 012037. – 2016. – P. 1 – 5.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО И ГАММА ИЗЛУЧЕНИЙ НА ДОННЫЕ ОТЛОЖЕНИЯ ОЗЕРА СОРБУЛАК

А.И.КУПЧИШИН^{1,2}, М.Н. НИЯЗОВ¹, Н.Н. ХОДАРИНА¹, Н.А. ВОРОНОВА¹

¹Казахский национальный педагогический университет им. Абая,

²Казахский национальный университет им. аль-Фараби

E-mail: marat--90@mail.ru

Защита окружающей среды и сохранение устойчивого развития промышленности является важной экологической проблемой. Большое внимание уделяется изучению условий осадконакопления в озёрах, как фактора, объективно зависящего от состояния водоёма [1]. Расширение областей использования природных ресурсов, внедрение новых, модернизации имеющихся технологий и увеличение производства приводят экологической проблеме чистоты вод, донных отложений (ДО) и использованию прибрежных материалов в народном хозяйстве [2, 3]. Неочищенные воды попадают в канализацию, на городские очистные сооружения [4]. Некоторая их часть проникает в природные водоемы, куда также поступают и загрязненные ливневые стоки, что и приводит к загрязнению ДО природных водоемов [5]. Степень очистки донных отложений и биоматериалов во многом определяется скоростью их осаждаемости. Настоящая работа посвящена исследованию влияния электронного и гамма излучений на донные отложения озера Сорбулак.

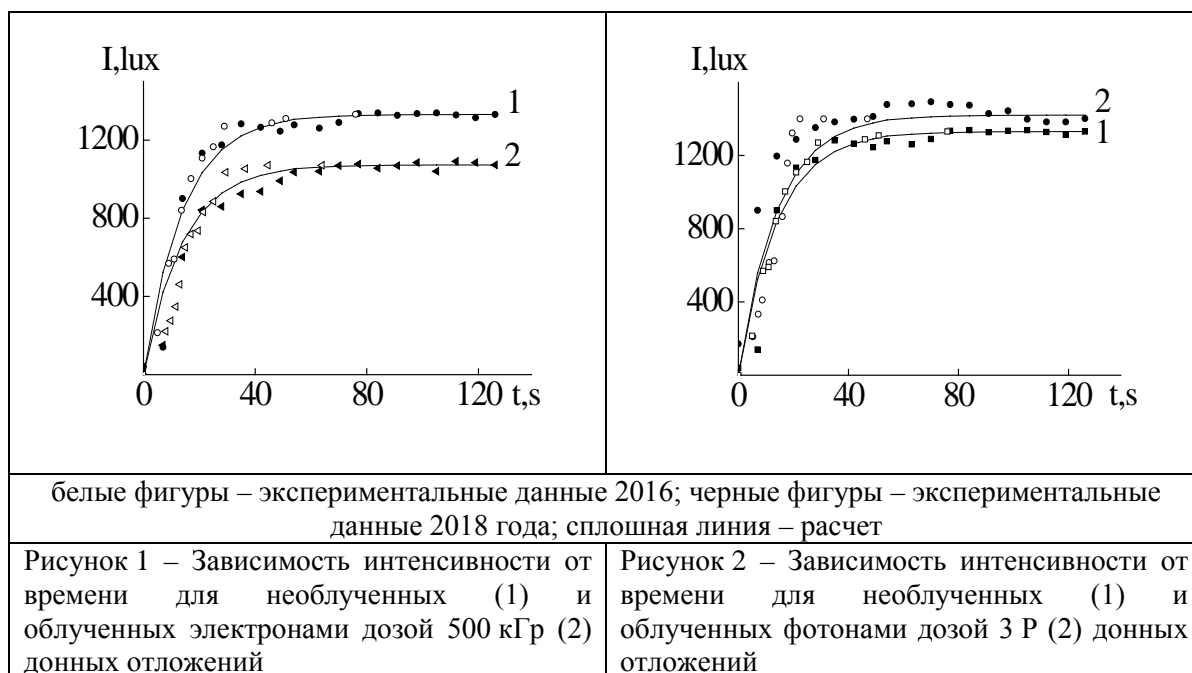
Для исследования необлученных и облученных ДО оптическим нами была разработана специальная установка, которая состоит из лазерного источника красного цвета; детектора излучения; электронного блока корейской фирмы «Science cube». Донные отложения, помещенные в колбу с водой, тщательно взбалтывались и устанавливались между лазером и детектором. Снималась зависимость интенсивности лазера от времени. Облучение образцов электронами и фотонами проводилось на линейном ускорителе ЭЛУ-6 с энергией 2 МэВ в воздушной среде. Доза облучения электронами – 500 кГр, а фотонами – 3Р. Время облучения равнялось 77 минут и 48 секунд соответственно. Также были проведены исследования необлученных и облученных образцов, полученные два года назад аналогичными дозами.

Нами проведены экспериментальные исследования по влиянию электронного и гамма излучений на донные отложения оптическим методом. Получено, что полное оседание происходит в течении ~ 2 минут. На рисунках 1 и 2 показаны временные зависимости интенсивности для разных видов облучения. Как следует из этих рисунков, величина интенсивности растет со временем, сначала в интервале времени 0 – 20 секунд – резко возрастает, а затем постепенно выходит на насыщение. Эксперименты, проведенные на облученных ДО говорят о том, что пучки частиц существенно влияют на конкретные зависимости. При этом, характер зависимости I от t после облучения не меняется. После воздействия электронами дозой 500 кГр скорость оседания увеличивается по сравнению с необлученными образцами. Из рисунка 2 (кривая 2; биоматериал, облученный фотонами 3 Р) видно, что скорость оседания уменьшается. Из этого следует вывод, что активность микроорганизмов, находящихся в донных отложениях, активизируются при облучении.

Экспериментальные данные объяснены в рамках предложенной авторами экспоненциальной (каскадно-вероятностной) модели [6]:

$$I = I_0(1 - \exp(-t/t_0))$$

где I_0 – интенсивность при полном оседании донных отложений, а t_0 – время в течение, которого величина $I/I_0 - 1$ материала уменьшается в e – раз. Для данного исследования $t_0 = 12$ секунд. Как следует из рисунка, расчетные зависимости удовлетворительно описывают полученные экспериментальные кривые.



Таким образом, в работе исследовано влияние электронного и гамма излучений на донные отложения озера Сорбулак. Из кривых зависимости интенсивности от времени получены закономерности, имеющие одинаковый характер как для необлученного так и для облученного биоматериала. Как электронное, так и гамма облучение образцов биоматериала приводит к значительному изменению оптических свойств донных отложений. Причиной этому является сокращение активности микроорганизмов. Кривые зависимости I от t удовлетворительно описываются в рамках экспоненциальной модели.

Список литературы

1. Отмахов В.И. Методика оценки экологической безопасности водного бассейна по загрязнению донных отложений// Известия Томского политехнического университета. – 2003. – № 6. – С. 39–41.
2. Voronova N.A., Kupchishin A.I., Kupchishin A.A., Kumatbayeva A.A., Shmygaleva T.A. «Computer Modeling of Depth Distribution of Vacancy Nanoclusters in Ion-Irradiated Materials»// Key Engineering Materials. – 2018. – Vol. 769. – P. 358–363. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.769.358
3. Иванов Д. В., Зиганшин И. И., Осмелкин Е. В. Региональные фоновые концентрации металлов в донных отложениях озер Республики Татарстан// Ученые записки Казанского Государственного университета. Естественные науки. – 2010. – Т. 152, кн. 1. – С. 185–191.
4. Ibragimova N. A., Esyrev O. V., Zhantuarova Z. R., and Biyasheva Z.M. Comprehensive Assessment of Waste Water Pollution Rate in Almaty City, Kazakhstan// International Journal of Environmental Science and Development. – 2016. – Vol. 7. – No. 6. – С. 420–424.
5. Voronova N.A., Kupchishin A.I., Taipova B.G. «Nanoclusters and Electron Irradiation Effect on Mechanical Properties of Polyimide-Based Composite»// Key Engineering Materials. – 2018. – Vol. 769. – P. 72–77. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.769.72
6. Voronova N.A., Kupchishin A.I., Niyazov M.N., Lisitsyn V.M. «Uniaxial Stress and Electron Irradiation Effects on Nanochains Straightening in Film Polymer Materials»// Key Engineering Materials. – 2018. – Vol. 769. – P. 78 – 83. doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.769.78

СТРУКТУРА, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

Е.С. ОРЛОВА¹, И.Н. СЕВОСТЬЯНОВА², Т.Ю. САБЛИНА²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: Orles24@mail.ru

Керамика на основе диоксида циркония, в отличие от других керамик, обладает уникальным механизмом увеличения вязкости, когда тетрагональная фаза превращается в полях внутренних напряжений в моноклинную, обуславливая сочетание высоких значений прочности и вязкости разрушения материала [1]. Литературные данные свидетельствуют о том, что наличие пористости препятствует подобному превращению [2, 3]. При получении высокопористой керамики на основе диоксида циркония, способной испытывать мартенситное превращение, основная проблема заключается в том, что, как правило, не удается получить керамику одновременно с большой пористостью и необходимым размером зерна тетрагональной фазы, при котором может реализоваться механизм мартенситного превращения под нагрузкой. Керамику в широком диапазоне размера зерна и пористости можно получить высокотемпературным спеканием с введением порообразующих добавок.

Цель настоящей работы – исследование влияния размера зерна и пористости на фазовый состав и прочностные свойства керамики на основе стабилизированного иттрием диоксида циркония.

Для получения пористых образцов использовали смеси исходного порошка $ZrO_2-5.5\text{вес.}\%Y_2O_3$ марки ЦрОИ-5.5 в состоянии поставки и органического порообразователя – картофельного крахмала с размером частиц до 50 мкм. После смешивания порошков с порообразователем проводили их прессование в виде цилиндрических образцов диаметром 9 мм и высотой 12 мм на гидравлическом прессе в стальной пресс-форме. Для получения керамики отличающейся по величине среднего размера зерна, спекание образцов на воздухе осуществляли при температурах 1500 и 1600 °С с изотермической выдержкой в течение 1, 3, 5 часов.

В зависимости от температуры и времени выдержки при спекании средний размер зерна керамики изменялся от 0,5 мкм, рисунок 1(а), (1500°С, 1 час) до 1,55 мкм, рисунок 1(б), (1600 °С, 5 часов).

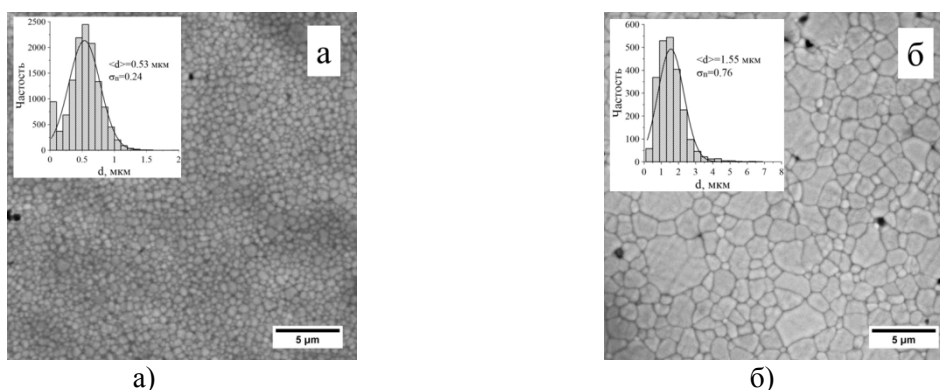


Рисунок 1 – РЭМ изображение зеренной структуры керамики: а) спекание при температуре 1500 °С, 1 час; б) спекание при температуре 1600 °С, 5 часов

Пористость образцов после спекания изменялась от 2 до 40%, в зависимости от количества введенного порообразователя, температуры и времени спекания. При этом средний размер пор увеличивался с 19 до 38.5 мкм.

На основании рентгенофазового анализа установлено, что после спекания образцы находились в двухфазном - кубическом и тетрагональном или трехфазном - кубическом, тетрагональном и моноклинном состоянии. При этом содержание кубической фазы во всех образцах составляло 18 – 20%. На рентгенограммах исходных образцов с пористостью до 13 % наблюдаются дифракционные максимумы только кубической и тетрагональной фаз. Моноклинная фаза в образцах с количеством порового пространства от 23 до 29 % появляется в образцах со средним размером зерна 1.1 мкм и выше. В образцах с пористостью 40 % моноклинная фаза появляется в образцах с размером зерна 0.89 мкм. После испытаний образцов на осевое сжатие на изломе всех исследованных образцов наблюдается появление или увеличение моноклинной фазы, свидетельствующее о мартенситном тетрагонально – моноклинном превращении под нагрузкой. При увеличении размера зерна керамики, количество моноклинной фазы на поверхности разрушения увеличивается.

При испытании плотных образцов на осевое сжатие предел прочности при сжатии увеличивается с ростом среднего размера зерна диоксида циркония. Возможной причиной увеличения предела прочности при сжатии плотных образцов может являться увеличение вязкости разрушения. С увеличением пористости предел прочности при сжатии образцов керамики снижается, при этом значение предела прочности при сжатии практически не зависит от размера зерна керамики.

Проведенный анализ кривых «напряжение – деформация» показал, что с увеличением пористости, независимо от размера зерна, меняется характер разрушения образцов. Образцы с пористостью 3 и 5 % показывают типично хрупкое разрушение из упругой области. В образцах с 13 % пористости на кривой перед разрушением наблюдается небольшой участок (зона), на котором напряжение перестает увеличиваться с ростом деформации. На данном участке происходит образование макротрещин параллельных оси сжатия. При этом формирующиеся фрагменты сохраняют способность выдерживать приложенную нагрузку. С увеличением пористости зона накопления повреждений в виде трещин, при которых не происходит катастрофического разрушения материала, увеличивается, то есть с увеличением пористости повышается способность керамики к накоплению повреждений без ухудшения прочности.

Таким образом, в результате проделанной работы были получены и исследованы образцы керамики ZrO_2 -5.5вес. Y_2O_3 , размер зерна в которых изменялся от 0.53 до 1.55 мкм, а объем порового пространства от 0 до 40%. Установлено, что при увеличении объема порового пространства более 13 % наблюдается появление моноклинной фазы. При этом с ростом размера зерна ее количество увеличивается. Показано, что в пористой керамике возможно трансформационное тетрагонально – моноклинное превращение, связанное с механическими напряжениями, которое, однако, не влияет на макропрочность материала.

Работа выполнена в рамках ПФНИ ГАН на 2013-2020 годы, направление III.23.

Список литературы

1. A. G. Evans and R. M. Cannon Toughening of brittle solids by martensitic transformations // Acta metall. 1986. Vol. 34, No. 5, pp. 761-800.
2. Asit Kumar Gain, Ho-Yeon Song, Byong-Taek Lee Microstructure and mechanical properties of porous yttria stabilized zirconia ceramic using poly methyl methacrylate powder Scripta Materialia 504 [12] (2006) 2081-2085.
3. Abdur-Rasheed Alao, Ling Yin Assessment of Elasticity, Plasticity and Resistance to Machining-induced Damage of Porous Pre-sintered Zirconia Using Nanoindentation Techniques Journal of Materials Science & Technology 32 (2016) 402–410.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ КОНСОЛИДАЦИИ ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА

В.Д. ПАЙГИН, О.С. ТОЛКАЧЁВ, Э.С. ДВИЛИС, Т.Р. АЛИШИН

Научный руководитель: профессор, д.т.н. О.Л. Хасанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: vpaygin@mail.ru

Иттрий-алюминиевый гранат ($Y_3Al_5O_{12}$, ИАГ, YAG) характеризуется высокой температурой плавления, отсутствием полиморфных превращений, повышенной радиационной стойкостью высокими электрофизическими свойствами, в том числе в полтора раза большим пробивным напряжением, чем у корунда, высокой термостойкостью, прочностью и возможностью получения в прозрачном виде [1]. Изделия из ИАГ применяются в квантовой электронике, лазерной технике, в качестве рабочего тела твердотельного лазера [2, 3], используются в люминесцентных дозиметрах и детекторах [3, 5].

В последние годы иттрий-алюминиевый гранат активированный ионами церия ($Ce^{3+}:Y_3Al_5O_{12}$, Ce:YAG) находит широкое применение в технологии производства светодиодов белого цвета в качестве люминофора [6, 7]. Обычно, их изготавливают на основе светоизлучающих диодов синего цвета, кристаллы которых заливают специальным компаундом содержащим люминофор Ce:YAG. В процессе эксплуатации таких светодиодов, из-за повышения температуры (55 - 140 °C), наблюдается деградация компаунда и изменение люминесцентных свойств. Решить данную проблему можно путем использования люминесцентных керамик, в том числе состава Ce:YAG, не подверженных деградации при таких температурах.

В настоящей работе методом дилатометрии проведено исследование динамики линейной усадки керамики из микродисперсного порошка иттрий-алюминиевого граната.

Исходный порошок Ce:YAG был изготовлен в Чунцинском университете искусств и науки (Чунцин, Китай) методом твердофазного синтеза. Гранулометрический состав порошка определен методом лазерной дифракции на установке SALD-7101, (Shimadzu, Япония). Анализ морфологии частиц порошка проведен методом просвечивающей электронной микроскопии на установке JEM-2100F (JEOL, Япония). Фазовый состав порошка определен методами рентгенофазового анализа на дифрактометре XRD-7000S (Shimadzu, Япония) и энергодисперсионного анализа (ЭДС) при помощи специальной приставки JED-2300T (JEOL, Япония) к просвечивающему электронному микроскопу.

Рентгенофазовый анализ показал, что исследуемый порошок представляет собой механическую смесь оксидов иттрия и алюминия. Кроме того обнаружено следовое одержание оксида церия. Элементный состав порошка определенный методом энергодисперсионного анализа и пересчитанный на оксиды алюминия и иттрия, показал содержание Al_2O_3 – 42 мол. %, Y_2O_3 – 58 мол. %.

Гранулометрический состав порошка определенный методом лазерной дифракции показал, что порошок состоит из частиц размерами от 0,3 до 34,4 мкм, средний размер частиц – 2,12 мкм, характер распределения частиц по размерам – бимодальный.

Исследование динамики линейной усадки выполнено при помощи высокотемпературного дилатометра DIL-402 E/7/G-Ру (NETSCH, Германия). Предварительно порошок формовали методом холодного статического одноосного прессования под давлением 250 МПа. Спекание проводили в атмосфере аргона, при температуре 1650 °C со скоростями изменения температуры 3°C/мин, 10°C/мин и 20°C/мин. Полученные зависимости корректировали с учетом термических деформаций измерительной системы.

Кривая изменений линейных размеров образцов керамики в процессе нагрева до температуры 1650 °C представлена на рисунке. Видно, что термическая усадка образца начинается при 980 °C и с высокой интенсивностью продолжается до температуры 1600 °C,

после чего интенсивность усадки замедляется, однако полностью не прекращается вплоть до температуры 1650 °С. В диапазоне температур 1355 °С – 1525 °С, линейные размеры образца практически не изменяются, что можно связать образованием фазы YAG [8]. Уменьшение скорости изменения температуры в процессе нагрева приводит к смещению температур интенсивной усадки и фазообразования в область меньших температур, а увеличение – в область больших температур. Плотность образцов полученных при разных скоростях изменения температуры существенно не различается.

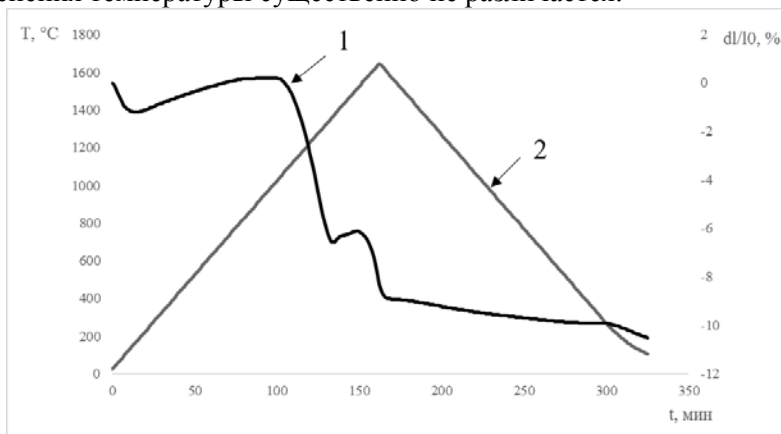


Рисунок – Динамика линейной усадки Се:YAG-керамики при нагреве до 1650 °С со скоростью изменения температуры 10 °С/мин (1 – изменение линейных размеров; 2 – изменение температуры)

В результате работы были получены образцы люминесцентной YAG-керамики, изучена динамика линейной усадки. Выполнена характеристика исходного порошка YAG. Поиск оптимальных режимов спекания YAG-керамики исследованного типа целесообразно проводить в интервале температур 1400-1650 °С при скоростях нагрева (3-10 °С/мин) в сочетании с изотермической выдержкой при максимальной температуре.

Исследование выполнено на базе «Нано-Центра» Национального исследовательского Томского политехнического университета. Эксперименты по характеристике исходного порошка (РФА, ПЭМ, ЭДС, гранулометрический анализ) выполнены при поддержке РФФИ, проект № 18-43-703014. Исследование динамики линейной усадки выполнено при частичной поддержке РФФИ, проект № 17-13-01233.

Список литературы

1. Лукин Е. С. Современная высокоплотная оксидная керамика с регулируемой микроструктурой. Часть VI. Получение оптически прозрачных оксидных материалов // Огнеупоры и техническая керамика. - 1997. - № 9. - С. 13-18.
2. Гаранин С.Г., Дмитрюк А.В., Жилин А.А. и др. Лазерная керамика. 1. Методы получения // Оптический журнал. – 2010. – Т. 77. – № 9. – С. 52–68.
3. Лукин Е.С., Попова Н.А., Глазачев В.С. и др. Технология, свойства и применения оптически прозрачной оксидной керамики: перспективы развития // Конструкции из композиционных материалов. – 2015. - № 3. – С. 24–36.
4. Osipov V.V., Ishchenko A.V., Shitov V.A. et al Fabrication optical and scintillation properties of transparent YAG:Ce ceramics // Optical Materials. – 2016. - V. 71 P. 45–49.
5. Полисадова Е.Ф., Тао Х., Олешко В.И. и др. Влияние концентрации церия на люминесцентные свойства $Y_3Al_5O_{12}:Ce$ при ультрафиолетовом возбуждении // Фундаментальные исследования. – 2017. - №12. С. 103-109.
6. Данчевская М.Н., Ивакин Ю.Д., Маряшкин А.В. и др. Ступенчатый синтез легированного церием мелкокристаллического иттрий-алюминиевого граната в водной среде в докритических и сверхкритических условиях // Сверхкритические флюиды: теория и практика. – 2010. – Т. 5. - № 4. – С. 90-105.

7. Давыдова О.В., Павленок А.В., Добродей А.О. и др. Получение и спектрально-люминесцентные характеристики композиционных материалов на основе YAG:Ce для светодиодных преобразователей // Вестник ГГТУ Им. П. О. Сухого. – 2016. – № 3. – С. 24-31.
8. Ивакин Ю.Д., Данчевская М.Н., Янечко П.А., Муравьева Г.П. Кинетика и механизм низкотемпературного синтеза иттрийалюминиевого граната // Вестник Московского Университета. Серия 2 Химия. – 2000. – Т. 41. - № 2. – С. 89-92.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МЕСТА РАСПОЛОЖЕНИЯ ПЬЕЗОАКТУАТОРОВ НА УГОЛ КРУЧЕНИЯ МОДЕЛЬНОЙ ЛОПАСТИ ВЫПОЛНЕННОЙ ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

А.Н. АНОШКИН, П.В. ПИСАРЕВ, В.А. АШИХМИН

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: pisarev85@live.ru

Во время полета воздушных судов высоконагруженные элементы конструкции, такие как крыло самолета или вертолетные лопасти создают существенные колебания и шум в силу изменения действующих на них аэродинамических нагрузок при изменении их азимутального угла. Это вызывает дискомфорт пассажиров, увеличение рабочей нагрузки летчика, уменьшение усталостного ресурса конструктивных элементов, ограничение скорости горизонтального полета и увеличение эксплуатационных расходов. По этой причине, при разработке современных самолетов или вертолетов, а также при модернизации существующих моделей, возникает необходимость в разработке новых технологий по снижению виброакустической нагруженности авиационного транспорта.

В настоящее время среди всех видов летательных аппаратов наибольшим вибрациям подвержены вертолеты. Характеристики несущего винта вертолета с увеличением скорости полета ухудшаются вследствие влияния сжимаемости воздуха, появления срыва потока на отступающих лопастях, увеличения нагрузок в системе управления лопастей и роста уровней вибрации и шума.

С появлением активных пьезо материалов, появилась возможность разработки эффективных и экономически выгодных систем по борьбе с вибрациями. Актуаторы, интегрированные в обшивку лопасти несущего винта, создают динамическое закручивание и искривленность лопасти, приспособленные в любой момент времени к условиям полета и существенно уменьшающие колебания, и шум, а также улучшающие летные характеристики [1].

Вместе с тем для успешного решения задач снижения вибрации в авиационной технике с применением пьезоактуаторов, необходимо определить конструктивные особенности элементов управления, а также места их размещения. Разработать математические модели по расчету напряженно деформированного состояния (НДС) пьезоэлектрических слоистых полимерных композитных материалов (ПКМ) оснащенных пьезоактуаторами.

В рамках настоящей работы проводится численное исследование влияния места расположения пьезоактуаторов на угол кручения модельной лопасти, выполненной из полимерных композиционных материалов.

Объектом исследования является модельная вертолетная лопасть, выполненная из текстильного равнопрочного углепластика, схема армирования (0°;90°;45°;-45°). Рассматривается пространственная задача расчета напряженно-деформированного состояния. При определении угла закручивания модельной лопасти использовалась

температурная аналогия между пьезоэлектрическими и термоиндуцированными деформациями для моделирования пьезоэлектрических эффектов. В соответствии с температурной аналогией пьезоэлектрические коэффициенты, характеризующие актуатор, были введены как коэффициенты термического расширения, а температура была эквивалентом электрического напряжения [2]. Соответствие между пьезоэлектрическими и термическими деформациями определялось по соотношению:

$$\alpha_{ij} = \frac{d_{ij}}{\Delta E_S}$$

В рамках проведенных исследований разработана методика расчета НДС и оценки статической прочности и жесткости модельной лопасти оснащенной пьезоактуатором в трехмерной постановке с учетом полной технологической схемы укладки и анизотропии свойств армирующих слоев, а также с учетом месторасположения пьезоактуаторов.

По результатам численного моделирования механического поведения лопасти получены поля напряжений и деформаций в слоях и проведена оценка прочности конструкции по критерию максимальных напряжений для напряжений в слоях. Анализ полей напряжений показал, что наиболее опасными, определяющими начало разрушения конструкции, являются нормальные отрывные напряжения. Определены предельные углы закручивания модельной лопасти, в диапазоне рабочих значений управляющих напряжений, подаваемых на пьезоактуаторы.

Исследование выполнено в Пермском национальном исследовательском политехническом университете при поддержке Министерства образования и науки Пермского края С-26/797 от 21.12.2017.

Список литературы

1. Анимича В.А., Борисов Е.А., Крицкий Б.С., Миргазов Р.М. Анализ расчетно-экспериментальных исследований по системам индивидуального управления лопастями винта вертолета // Труды МАИ. - 2016. - № 85. - С. 1-25.
2. Barkanov E., Gluhik S., Kovalov A. Optimal Design of the Active Twist for Helicopter Rotor Blades with C-Spar // Mechanics of Advanced Materials and Structures. - 2008. - vol. 15. - №. 3-4. - pp. 325-334.

ФЕРРОЭЛАСТИЧНОСТЬ В ФЕРРОМАГНИТНЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ NiMnGa

М.В. ПИЧКАЛЁВА¹, Е.Е. ТИМОФЕЕВА¹, Е.Ю. ПАНЧЕНКО¹, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ¹

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

В данной работе представлены результаты по исследованию ферроэластичности (ФЭ) в монокристаллах Ni₅₃Mn₂₅Ga₂₂ (ат. %), состаренных в мартенситном состоянии под нагрузкой (СМН).

Монокристаллы Ni₅₃Mn₂₅Ga₂₂ (ат. %) выращены методом Бриджмена в атмосфере инертного газа. Для исследования были выбраны отожженные монокристаллы при T = 1273 К в течение часа с последующим медленным охлаждением. Старение в мартенсите проводилось вдоль <011>-направления следующим способом. В условиях развития сверхэластичности (СЭ) образец нагружали при температуре T = 423 К и приложенных напряжениях $\sigma = 175$ МПа, а затем производилась выдержка в течение 2 часов, после чего нагрузка снималась и образец охлаждали до комнатной температуры T_к.

Экспериментально показано, что в состаренных монокристаллах при охлаждении в свободном состоянии наблюдается рост ориентированного мартенсита, который способствует сжатию образца вдоль направления старения <011> на - 4,5 % и растяжению

вдоль перпендикулярного $\langle 100 \rangle$ -направления на +7,3 %. Т.е. состаренные монокристаллы демонстрируют двусторонний эффект памяти формы (ДЭПФ), рисунок 1.

За счет переориентации мартенситных вариантов можно наблюдать ФЭ, который возникает в кристалле за счет приложения нагрузки в температурном интервале существования мартенсита, и вся заданная деформация является обратимой без дополнительного нагрева (в отличие от ЭПФ). ФЭ в состаренных монокристаллах получали за счет сжатия вдоль $\langle 001 \rangle$ -направления, где после наблюдается растягивающий ДЭПФ, рисунок 1.

Исследование эффекта ФЭ проведено при температуре $M_s < T = 398 \text{ K} < A_s$, которая достигалась за счет нагрева от $T_k < M_s$, поэтому исходным состоянием был ориентированный мартенсит.

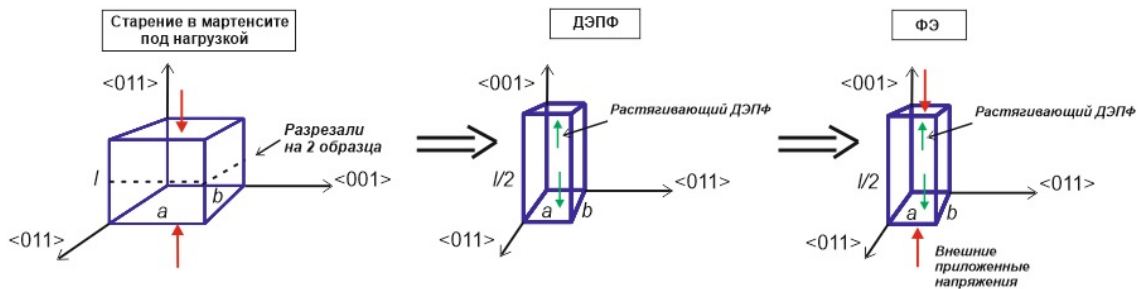


Рисунок 1 - Схема реализации ДЭПФ и ФЭ в монокристаллах $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{22}$

Приложение сжимающей нагрузки при $T = 398 \text{ K}$ вызывает переориентацию исходного мартенситного варианта ОМ1 с величиной обратимой деформации до -13,2 %. Эта деформация связана с тем, что в ходе приложения напряжений вариант мартенсита ОМ1, который способствовал растяжению образца, переориентируется в благоприятный по отношению к внешней нагрузке вариант мартенсита ОМ2, способствующий сжатию. Критические напряжения переориентации σ_c составляют 15 МПа. Для того, чтобы весь вариант ОМ1 переориентировался в вариант мартенсита ОМ2 необходимо увеличивать нагрузку до напряжений $\sigma_{fin} = 29 \text{ МПа}$. При снятии нагрузки происходит обратный процесс переориентации из ОМ2 в ОМ1, и образец полностью восстанавливает свою форму. Величина механического гистерезиса при этом составляет $\Delta\sigma = 21 \text{ МПа}$.

Таким образом, на монокристаллах $\text{Ni}_{53}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{22}$, состаренных в мартенсите под нагрузкой, при $M_s < T < A_s$ получен эффект ФЭ за счет приложения и снятия сжимающей нагрузки вдоль ориентации, демонстрирующей растягивающий ДЭПФ после старения в мартенситном состоянии под нагрузкой. Вся деформация при развитии ФЭ - 13,2 % является обратимой при разгрузке и получена при сжатии $\langle 001 \rangle$ -монокристаллов, состаренных вдоль $\langle 011 \rangle$ -направления.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-19-10250.

ВЛИЯНИЕ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОПРОЧНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛОВ СПЛАВА $\text{Ni}_{50,2}\text{Ti}_{37,3}\text{Hf}_{12,5}$

М.В. ПИЧКАЛЁВА¹, Н.Ю. СУРИКОВ¹, Е.Ю. ПАНЧЕНКО¹, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ¹

¹ Томский государственный университет

E-mail: jet_n@mail.ru

Работа посвящена исследованию закономерностей развития термоупругих В2-В19' мартенситных превращений (МП), эффекта памяти формы (ЭПФ), сверхэластичности (СЭ) и прочностных свойств высокотемпературной В2-фазы в поликристаллах сплава $\text{Ni}_{50,2}\text{Ti}_{37,3}\text{Hf}_{12,5}$ (ат. %), подвергнутых старению в мартенситном состоянии под действием постоянной сжимающей нагрузки. Согласно [1], старение в мартенсите приводит к стабилизации мартенситной фазы путем перераспределения точечных дефектов и вероятностей заполнения атомами узлов подрешеток, при этом, как правило, наблюдается рост температур МП. Например, в сплавах CoNiAl старение в мартенсите приводит к росту температур МП на ~40 К [2]. Данный вид термомеханической обработки (ТМО) эффективен при высоких температурах МП: $M_s/T_m > 0,2$, где T_m – температура плавления сплава (M_s – температура начала прямого МП) [3]. Легирование никелида титана атомами Hf способствует повышению температур M_s . Поэтому в поликристаллах сплавов NiTiHf за счет высоких температур В2-В19' МП, в отличие от TiNi , ожидается существенное влияние старения в мартенсите на функциональные и прочностные свойства и характеристические температуры МП.

Поликристаллы сплава $\text{Ni}_{50,2}\text{Ti}_{37,3}\text{Hf}_{12,5}$ (ат. %) получены методом дуговой плавки. Образцы для деформации сжатием имели форму параллелепипеда с размерами $3 \times 3 \times 6 \text{ мм}^3$. Механические испытания проведены на испытательной системе Instron VHS 5969 и установке для исследования ЭПФ ИМРС-1. Исследованы три различных состояния: исходное после плавки (состояние 1), старение в мартенсите 400 К, 1 ч, 550 МПа (состояние 2), старение 773 К, 3 ч в аустените + старение в мартенсите 400 К, 1 ч, 400 МПа (состояние 3). Различные внешние напряжения при старении в мартенсите вызваны различными температурами МП и соответствуют одной температуре старения. Средний размер зерна кристаллов составляет 31 мкм и 36 мкм до и после старения в мартенсите, соответственно, таким образом, ТМО не оказывает влияния на распределение зёрен по размеру. Также с помощью методов просвечивающей электронной микроскопии существенных различий в микроструктуре в состояниях 1 и 2 не обнаружено. В состоянии 3 после старения 773 К, 3 ч в аустените обнаружено выделение наноразмерных дисперсных частиц Н-фазы, согласно [4], упрочняющих аустенитную фазу.

Результаты исследования ЭПФ исходных кристаллов и кристаллов после ТМО в циклах охлаждение/нагрев при постоянной нагрузке представлены на рисунке 1. При одинаковых внешних приложенных напряжениях обратимая деформация, связанная с ЭПФ в состаренных в мартенсите кристаллах (состояния 2 и 3) выше, чем в исходных. Это говорит о снижении упругого сопротивления росту ориентированного мартенсита. Максимальная величина ЭПФ в состояниях 1 и 2 близка и составляет $2,7 (\pm 0,1) \%$, однако в состоянии 3 эта величина ниже и составляет 2,4 %, что объясняется композиционным эффектом, так как частицы Н-фазы не претерпевают МП. ТМО исходных кристаллов приводит к появлению двустороннего ЭПФ величиной 0,3 % в состоянии 2.

Что касается изобарических испытаний, полностью обратимой СЭ в состоянии 2 не наблюдается, также, как и в исходном состоянии 1, что объясняется низкими прочностными свойствами аустенита для появления обратимой деформации при развитии МП в циклах нагрузка/разгрузка. Старение в мартенсите гетерофазных кристаллов (состояние 3) создает условия для проявления высокотемпературной СЭ величиной до 1,2 %.

ТМО повышают прочностные свойства высокотемпературной В2-фазы исходных кристаллов, определяемые как $\sigma_{кр}(M_d)$, где M_d – температура смены механизма неупругой деформации с МП на пластическое скольжение аустенита. Так в состоянии 1 $\sigma_{кр}(M_d) \approx$

900 МПа, в состоянии 2 $\sigma_{кр}(M_d) \approx 1000$ МПа. Дисперсионное упрочнение от частиц Н-фазы в совокупности со стабилизацией мартенсита после ТМО (состояние 3) приводит к существенному упрочнению В2-аустенита до $\sigma_{кр}(M_d) \approx 1400$ МПа, что является фактором, приводящим к появлению СЭ в широком температурном интервале 403 – 513 К.

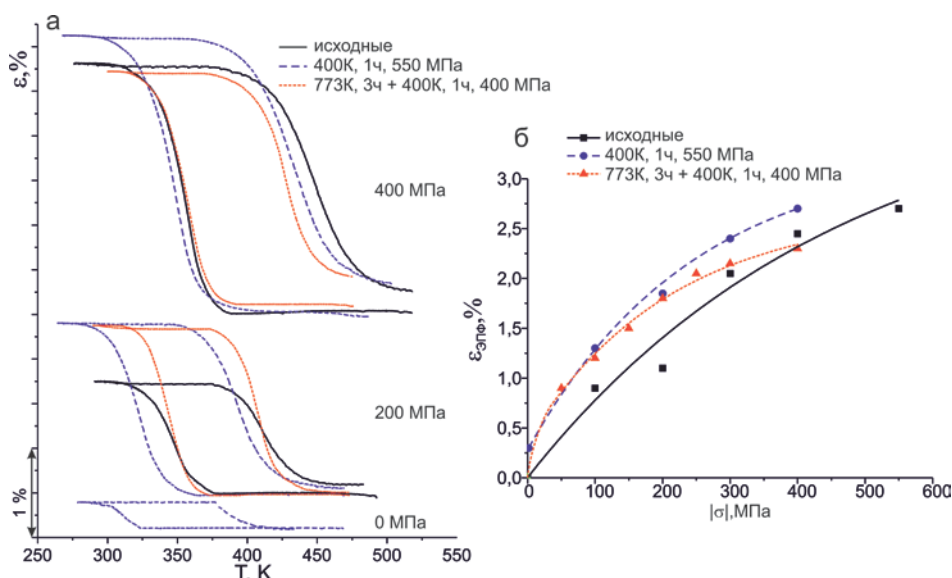


Рисунок 1 – Эффект памяти формы в поликристаллах сплава $Ni_{50,2}Ti_{37,3}Hf_{12,5}$: а – кривые «деформация – температура», б – зависимость величины ЭПФ от приложенных напряжений

Таким образом, сплавы $Ni_{50,2}Ti_{37,3}Hf_{12,5}$ в исходном и после ТМО состояниях обладают высокотемпературным ЭПФ с величиной обратимой деформации 2,4 – 2,7 % в циклах охлаждение/нагрев в температурном интервале от 300 до 470 К. Старение в мартенсите под нагрузкой исходных кристаллов приводит к появлению двустороннего ЭПФ и увеличению прочностных характеристик аустенитной фазы на ~ 100 МПа до $\sigma_{кр}(M_d) \approx 1000$ МПа. Выделение наноразмерных частиц Н-фазы за счет предварительного старения в аустените и последующая стабилизация мартенсита за счет старения в мартенсите под нагрузкой приводит к значительному упрочнению В2-фазы более чем на 400 МПа ($\sigma_{кр}(M_d) \approx 1400$ МПа), что создает условия для реализации высокотемпературной СЭ с величиной обратимой деформации 1,2% при температурах от 403 до 513 К.

Исследование выполнено при поддержке гранта РФФИ № 18-38-00577 мол_а.

Список литературы

1. Martensite aging – Avenue to new high temperature shape memory alloys. / T. Niendorf [et al.] // *Acta Materialia*. – 2015. – V. 89. – P. 298–304.
2. Two-way shape memory effect and thermal cycling stability in $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ single crystals by low-temperature martensite ageing. / E. Panchenko [et al.] // *Scripta Materialia*. – 2018. – V. 150. – P. 18–21.
3. Otsuka K. Mechanism of martensite aging effects and new aspects / K. Otsuka, X. Ren // *Materials Science and Engineering A*. – 2001. – V. 312. – P. 207–218.
4. Effects of nanoprecipitation on the shape memory and material properties of an Ni-rich NiTiHf high temperature shape memory alloy / H. E. Karaca [et al.] // *Acta Materialia*. – 2013. – V. 61. – P. 7422–7431.

ИССЛЕДОВАНИЕ ДВУСТОРОННЕГО ЭФФЕКТА ПАМЯТИ ФОРМЫ В $[\bar{1}23]$ -МОНОКРИСТАЛЛАХ ФЕРРОМАГНИТНОГО СПЛАВА CoNiGa

З.В. ПОБЕДЕННАЯ, И.В. КУКСГАУЗЕН, Д.А. КУКСГАУЗЕН

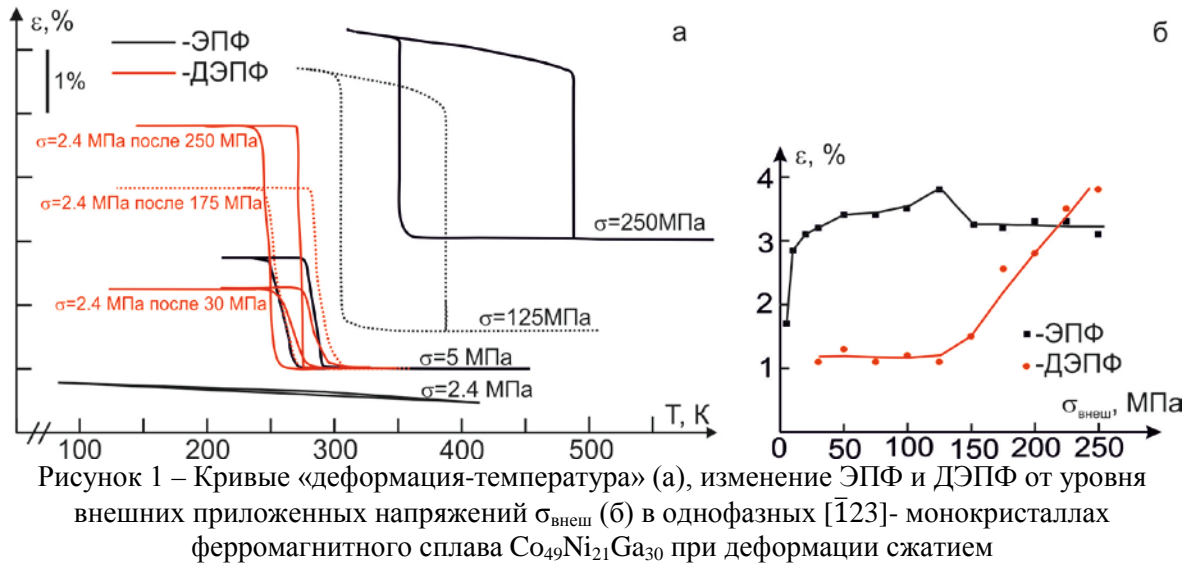
Сибирский физико-технический институт Томского государственного университета

E-mail: pobedennaya_zina@mail.ru

В последние годы сплав CoNiGa, испытывающий B2-L1₀ термоупругое мартенситное превращение (МП), является одним из перспективных ферромагнитных материалов с эффектом памяти формы (ЭПФ). Так, авторами работы [1] при изучении ЭПФ и сверхэластичности (СЭ) было установлено, что монокристаллы сплав CoNiGa с частицами γ -фазы при сжатии проявляют обратимую деформацию 4 %, а также демонстрируют хорошую циклическую стабильность. В $[001]$ -монокристаллах обнаружена СЭ при сжатии в широком температурном интервале от 262 К до 623 К [2]. Помимо ЭПФ и СЭ, в этих материалах может реализовываться двусторонний ЭПФ (ДЭПФ) – способность материала восстанавливать размеры за счет изменения температуры без приложения внешних напряжений. Для реализации ДЭПФ в материале необходимо создать внутренние дальнедействующие поля напряжений, которые приводят к ориентированному росту мартенсита охлаждения и, как следствие, к деформации образца [3]. ДЭПФ позволяет расширить область применения материала, реализовать сложные функции измерительных и исполнительных устройств, упростить конструкцию таких устройств, а также сократить количество составных частей, подверженных поломке или износу. Таким образом, целью настоящей работы является исследование одностороннего ЭПФ и выяснение условий реализации ДЭПФ в $[\bar{1}23]$ -монокристаллах ферромагнитного сплава Co₄₉Ni₂₁Ga₃₀ при деформации сжатием.

Монокристаллы были выращены методом Бриджмена в атмосфере инертного газа. Образцы для исследования в форме параллелепипеда размером (3×3×6) мм³ вырезали на электроискровом станке с ориентацией оси деформации сжатием вдоль $[\bar{1}23]$ -направления. Для получения однофазной структуры образцы отжигали при T = 1423 К, 30 мин с последующей закалкой в воду. После закалки при комнатной температуре монокристаллы имеют однофазную B2-структуру. Температуры начала и конца прямого M_s = 272 К, M_f = 261 К и обратного A_s = 276 К, A_f = 280 К МП для закаленных кристаллов определяли по зависимости электросопротивления от температуры $\rho(T)$.

На рисунке 1 (а) представлены результаты исследований ЭПФ и ДЭПФ в экспериментах по охлаждению/нагреву под нагрузкой монокристаллов сплава Co₄₉Ni₂₁Ga₃₀, ориентированных вдоль $[\bar{1}23]$ - направления, в однофазном состоянии при уровне внешних сжимающих напряжений $\sigma_{\text{внеш}}$ от 2.4 МПа до 250 МПа. Во время цикла охлаждения/нагрев при минимальных внешних сжимающих напряжениях, необходимых для закрепления образца в захватах машины $|\sigma_{\text{внеш}}| = 2.4$ МПа, размеры и форма образца не изменяются. В этом случае, формируется самоаккомодирующая структура мартенсита охлаждения и, ЭПФ и ДЭПФ не наблюдается. При термическом циклировании через температурный интервал МП под действием внешнего сжимающего напряжения от 5 МПа до 250 МПа размеры образца изменяются при охлаждении и полностью восстанавливаются при нагревании, наблюдается ЭПФ. Обратимая деформация $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ увеличивается с ростом $|\sigma_{\text{внеш}}|$. Максимальное значение обратимой деформации составляет $\varepsilon_{\text{ЭПФ}} = 3.8 (\pm 0.2)$ % при 125 МПа, которое оказывается близким к теоретически рассчитанному значению деформации решетки с учетом раздвойникования для кристаллов $[\bar{1}23]$ - ориентации при B2-L1₀ МП: $|\varepsilon_0| = |\varepsilon_{\text{CVP}}| + |\varepsilon_{\text{detw}}| = 2.4 \% + 0.8 \% = 3.2 \%$ [4]. При $|\sigma_{\text{внеш}}| > 125$ МПа величина ЭПФ уменьшается и становится равной теоретическим значениям и затем не изменяется, рисунок 1 (б). Также видно, что с увеличением $|\sigma_{\text{внеш}}|$ наблюдается рост температуры начала прямого МП при охлаждении под нагрузкой M_s^o в соответствии с уравнением Клапейрона-Клаузиуса: $d\sigma/dT = -\Delta H/T_0$ [3], где ΔH – изменение энтальпии при МП;



T_0 – температура фазового равновесия. Коэффициент наклона кривой $\sigma_{\text{внеш}}(T)$ равен $\alpha = d|\sigma_{\text{внеш}}|/dT = 3$ МПа/К. Как видно, величина температурного гистерезиса ΔT^σ , определенная на середине петли $\varepsilon(T)$, увеличивается с ростом внешних напряжений от 25 К при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 5$ МПа до 130 К при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 250$ МПа.

ДЭПФ наблюдается с малыми значениями обратимой деформации $\varepsilon_{\text{ДЭПФ}} = 1.2 (\pm 0.2)$ % после термомеханической тренировки при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 30$ МПа и не изменяется до $|\sigma_{\text{внеш}}| = 125$ МПа. При $|\sigma_{\text{внеш}}| > 125$ МПа значение $\varepsilon_{\text{ДЭПФ}}$ увеличивается с ростом приложенных напряжений и достигает максимальных значений $\varepsilon_{\text{ДЭПФ}}^{\text{max}} = 3.8 (\pm 0.2)$ % при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 250$ МПа, и равно значению $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$ при $|\sigma_{\text{внеш}}| = 125$ МПа (рис. 1 (б)).

При термоциклировании через интервал температур МП под нагрузкой с увеличением внешних приложенных напряжений происходит накопление остаточного мартенсита. В последующих термоциклах без приложения нагрузки ориентированный остаточный $L1_0$ - мартенсит может генерировать рост ориентированного мартенсита, при этом создавая условия для наблюдения ДЭПФ.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-33-00101 мол_а.

Список литературы

1. J. Dadda, D. Canadinc, H.J. Maier, I. Karaman, H.E. Karaca, Y.I. Chumlyakov. Stress-strain-temperature behavior of [001] single crystals of $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$ ferromagnetic shape memory alloy under compression // Philosophical Magazine. – 2007. – Vol. 87. – N 16. – pp. 2313-2322.
2. Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Панченко Е.Ю., Тимофеева Е.Е., Победенная З.В., Чусов С.В., Karaman I., Maier H., Cesari E., Кириллов В.А. Высокотемпературная сверхэластичность в монокристаллах CoNiGa , CoNiAl , NiFeGa , TiNi // Известия вузов. Физика. – 2008. – Т. 51. – № 10. – с. 19-37.
3. Материалы с эффектом памяти формы: Справ. Изд. / Под ред. В.А. Лихачева. – Т. 2. – СПб: Изд-во НИИХ СПбГУ, 1998. – 374 с.
4. Dadda J., Maier H.J., Niklasch D., Karaman I., Karaca H.E., Chumlyakov Y.I. Pseudoelasticity and cyclic stability in $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$ shape-memory alloy single crystals at ambient temperature // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2008. – Vol. 39. – pp. 2026-2039.

ИССЛЕДОВАНИЕ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ДИБОРИДА ТИТАНА, ПОЛУЧЕННОГО ПЛАЗМОДИНАМИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

С.О. ПОГОРЕЛОВА, А.Р. НАСЫРБАЕВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: sop2@tpu.ru

Диборид титана TiB_2 относится к тугоплавким соединениям, которые в настоящее время все больше и больше применяются во многих областях промышленности [1]. Керамика на основе диборида титана показывает высокие механические характеристики. Одним из наиболее современных и передовых методов на данный момент для получения керамики является искровое плазменное спекание. Благодаря данному методу можно получать керамику с мелкозернистой основой с высокой плотностью и достаточно быстро по сравнению с другими методами [2]. Также важную роль играет порошок, на основе которого спекают керамику. Сегодня существует множество способов синтеза нанопорошков [3] и одним из возможных является прямой динамический синтез в гиперсверхзвуковой струе электроразрядной плазмы, генерируемой с помощью коаксиального магнитоплазменного ускорителя (КМПУ).

Для получения нанопорошков была проведена серия экспериментов с различным способом инициации дугового разряда: титановыми проволочками, углеволоконками, графитизацией. По результатам экспериментов синтезированные продукты были исследованы на фазовый состав методом рентгеновской дифрактометрии. Результаты показали, что в эксперименте с Ti -проволочками выход TiB_2 составил 26,8% и средний размер частиц $d_{cp} = 47$ нм; в эксперименте с углеволоконками выход TiB_2 - 62,1% , $d_{cp} = 61$ нм; в эксперименте с графитизацией выход TiB_2 - 93,2% и $d_{cp} = 56,1$ нм.

Керамика на основе полученных порошков была получена с помощью установки искрового плазменного спекания SPS-10-4, Thermal Technology. Спеченная керамика была исследована методом рентгеновской дифрактометрии на установке Shimadzu XRD 6000, методом сканирующей электронной микроскопии на сканирующем микроскопе Hitachi TM 3000, были получены значения твердости на твердомере Galileo и теплопроводности на установке для измерения теплопроводности DLF-1200. Режимные параметры для получения керамики приведены в таблице 1, также в ней представлены результаты по измерению керамики на твердость и плотность.

Таблица 1 – Режимные параметры для спекания керамики TiB_2

N	Способ инициации дугового разряда	Параметры спекания				ρ , г/см ³	ρ , % теор	H_{cp} , ГПа
		T, °C	p, МПа	$\Delta T/\Delta t$, К/мин	$t_{\text{выд}}$, мин			
1	Ti -проводники	1800	60	100	5	3,40	75,2	24,7
2	Углеволокна	1800	60	100	5	3,88	85,8	28,3
3	Графитизация	1800	60	100	5	4,45	98,4	30,3

Полученные дифрактограммы были проанализированы в программе PowderCel. Результаты показали, что в эксперименте с Ti -проволочками выход TiB_2 увеличился до 39,3% и средний размер частиц до $d_{cp} = 70$ нм; в эксперименте с углеволоконками выход TiB_2 - 80,2% , $d_{cp} = 64$ нм; в эксперименте с графитизацией выход TiB_2 - 99,4% и $d_{cp} = 112$ нм. Таким образом, в процессе спекания керамики происходит также и синтез TiB_2 , что видно из увеличения содержания фазы TiB_2 . Результаты SEM для керамического образца с использованием Ti -проводников представлены на рисунке 1. Из них можно сделать вывод о том, что керамический образец имеет микроструктуру, размеры зерен составляют значения от долей мкм до 5 мкм. По полученным значениям твердости и плотности из таблицы 1 видно, что наилучшую твердость и плотность показал образец из эксперимента с

графитизацией, что может объясняться наибольшим выходом фазы TiB_2 , которая по сравнению с фазой TiB является более термостабильной.

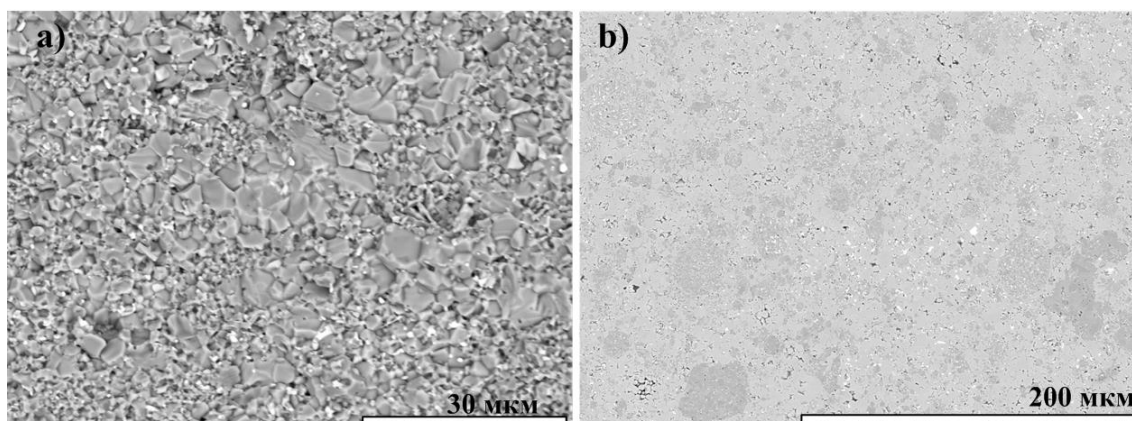


Рисунок 1 – SEM-снимки керамического образца с использованием Ti -проводников:
а) микроснимок скола; б) микроснимок шлифа

Значения теплопроводности керамических материалов составили: при $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $40,65\text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$, при $510\text{ }^{\circ}\text{C}$ – $45,64\text{ Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$. График ее изменения представлен на рисунке 2. Полученные значения теплопроводности близки к известным теоретическим значениям [4].

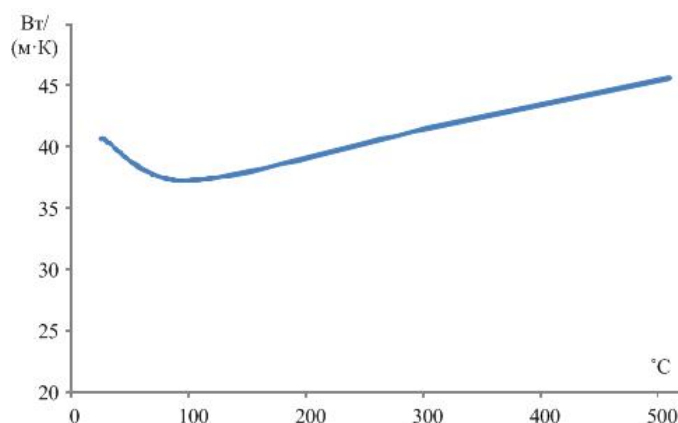


Рисунок 2 – Зависимость теплопроводности образцов от температуры

Таким образом, была исследована керамика на основе ультрадисперсного диборида титана, полученного плазмодинамическим методом. Наилучший образец керамики соответствует эксперименту с графитизацией, при этом выход TiB_2 в керамике - $99,4\%$.

Список литературы

1. Lin J. et al. Microstructure and mechanical properties of TiB_2 ceramics enhanced by SiC particles and carbon nanotubes // *Ceramics International*. – 2016. – Т. 42. – №. 3. – С. 4627-4631.
2. Ahmadi Z. et al. Densification improvement of spark plasma sintered TiB_2 -based composites with micron-, submicron-and nano-sized SiC particulates // *Ceramics International*. – 2018. – Т. 44. – №. 10. – С. 11431-11437.
3. Андриевский Р.А., Рагуля А.В. Наноструктурные материалы: Учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений. – М.: Издательский центр «Академия», 2005. – 192 с
4. Bates S. E. et al. Synthesis of titanium boride (TiB_2) nanocrystallites by solution-phase processing // *Journal of materials research*. – 1995. – Т. 10. – №. 10. – С. 2599-2612.

ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ НА СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТЬ В МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА FeMnAlNi

В.В. ПОКЛОНОВ, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ, И.В. КИРЕЕВА

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: poklonov_vyacheslav@mail.ru

Дисперсионное твердение является одним из наиболее эффективных способов упрочнения сплавов среди многих доступных методов. Выделение частиц обычно происходит при высоких температурах, однако также возможно и при комнатной температуре в материалах с низкой температурой плавления. Как правило, старение при комнатной температуре (СКТ) нежелательно, поскольку оно уменьшает пластичность и ограничивает прочность [1]. СКТ редко наблюдается в материалах с высокими температурами плавления, однако имеет место в сплавах с памятью формы системы NiTi [2]. Сплавы на основе железа, испытывающие термоупругие мартенситные превращения (МП), и обладающие эффектом памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичностью (СЭ), являются альтернативой NiTi для применения в промышленности благодаря более низкой стоимости компонентов и простоты обработки. Особый интерес представляет сплав Fe_{43,5}Mn₃₄Al₁₅Ni_{7,5} (ат.%), разработанный в 2011 году [3]. В этом сплаве наблюдается слабая температурная зависимость напряжений $\sigma_{кр}$, необходимых для начала развития МП под нагрузкой, способствующая проявлению СЭ в широком температурном интервале от 77 К до 513 К, а также необычный механизм термоупругого МП из высокотемпературного α (ОЦК) аустенита в γ' (ГЦК) мартенсит. При старении данного материала в ОЦК матрице происходит выделение упорядоченных частиц В2-фазы при низких температурах 200 °С [4]. Авторы работы [5] на олигокристаллических проволоках FeMnAlNi с диаметром 0,5 мм и средним размером зерна 4 мкм впервые наблюдали СКТ, которое сопровождалось увеличением критических напряжений $\sigma_{кр}$, необходимых для начала МП под нагрузкой. В настоящей работе ставится задача исследовать влияние СКТ на функциональные свойства при сжатии [122]-монокристаллов Fe_{43,5}Mn₃₄Al₁₅Ni_{7,5} (ат.%) в состаренном состоянии.

Монокристаллы сплава с номинальным составом Fe_{43,5}Mn₃₄Al₁₅Ni_{7,5} (ат.%) выращивали в среде инертного газа методом Бриджмена. Ориентацию кристаллов определяли на дифрактометре ДРОН-3. Образцы для сжатия с размерами 4 мм × 4 мм × 8 мм вырезали на электроискровом станке. После роста монокристаллы выдерживали в атмосфере инертного газа He при 1200 °С, 1 час с последующей закалкой в воду. Для выделения когерентных наноразмерных частиц В2-фазы проводили старение в атмосфере He при температуре 200 °С, 3 часа. В работе [4] показано, что при данном времени старения выделяются частицы NiAl размером 6-10 нм и объемной долей 34,3 %. Проводились два типа экспериментов: испытание образцов сразу после старения (0RT) и испытание образцов после выдержки при комнатной температуре в течение 60 дней (60RT). Механические свойства исследовали на испытательной машине Instron 5969 при скорости деформации $4 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ в температурном интервале от 25 °С до 150 °С.

На рисунке 1 представлены кривые напряжение–деформация для [122]-монокристаллов Fe_{43,5}Mn₃₄Al₁₅Ni_{7,5} (ат.%) при температурах от 25 °С до 150 °С при деформации сжатием. Видно, что с ростом температуры испытания происходит линейный рост $\sigma_{кр}$, который описывается соотношением Клапейрона-Клаузиуса [1]:

$$\alpha = \frac{d\sigma_{кр}}{dT} = -\frac{\Delta H}{\varepsilon_0 T_0} \quad (1)$$

Здесь ΔH – изменение энтальпии при γ - α' -МП; ε_0 – деформация превращения; T_0 – температура химического равновесия фаз. Значение величины $\alpha^{[0RT]}$, полученное для образцов 0RT, составляет 0,68 МПа/К. Для образцов 60RT величина $\alpha^{[60RT]}$ составляет 1,72 МПа/К, что в 2,5 раза превышает значения для образцов 0RT. Из рис. 1а видно, что в образцах 0RT СЭ не наблюдается. Как и в работе [5], после СКТ в течение 60 дней в

образцах 60RT МП становится обратимым и наблюдается СЭ. Такое изменение связано с тем, что в образцах 0RT под сжимающей нагрузкой происходит зарождение сдвойникового мартенсита, а при его раздвойниковании двойникоующие дислокации испытывают высокое сопротивление со стороны частиц В2-фазы, что полностью подавляет обратимые МП и стабилизирует мартенсит. В образцах 60RT происходит рост размера частиц В2-фазы, в результате чего повышается температура начала прямого МП M_s , происходит падение уровня напряжений $\sigma_{кр}$ и механический гистерезис $\Delta\sigma$ составляет 400 МПа, в то время, как в работе [5] отмечается рост $\Delta\sigma$ и $\sigma_{кр}$. Такое различие может быть связано с наличием концентраторов напряжений на поверхности проволок в работе [5], о чем косвенно свидетельствует прерывистый характер кривые напряжение–деформация.

Работа выполнена при поддержке Программы повышения конкурентоспособности ТГУ.

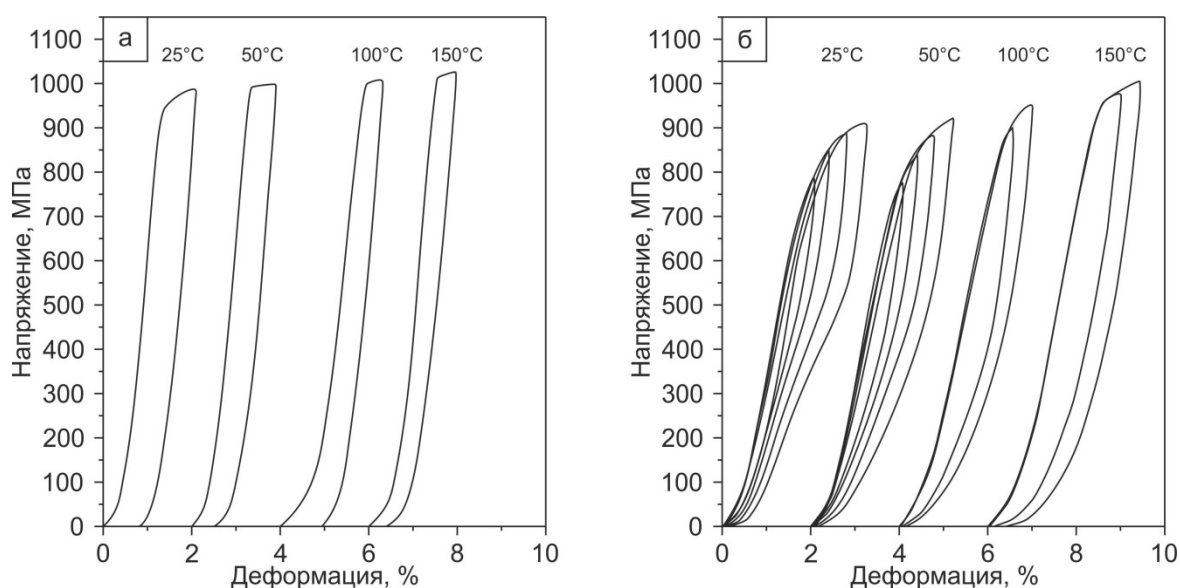


Рисунок 1 - Кривые напряжение–деформация для [122]-монокристаллов $Fe_{43.5}Mn_{34}Al_{15}Ni_{7.5}$ при различных температурах при деформации растяжением: а – 0RT; б – 60RT

Список литературы

1. New heat treatments for age-hardenable aluminum alloys / Lumley R.N. [et al.] // Heat Treating Progress. – 2005. – V. 5. – № 2. – P. 23–29.
2. High quality vacuum induction melting of small quantities of NiTi shape memory alloys in graphite crucibles / Frenzel J. [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. – 2004. – V. 385. – № 1–2. – P. 214–223.
3. Superelastic effect in polycrystalline ferrous alloys / Omori T. [et al.] // Science. – 2011. – V. 333. – P. 68–71.
4. The effect of precipitates on the superelastic response of [100] oriented FeMnAlNi single crystals under compression / Tseng L.W. [et al.] // Acta Materialia. – 2015. – V. 97. – P. 234–244.
5. Microstructural design considerations in Fe-Mn-Al-Ni shape memory alloy wires: Effects of natural aging / Ozcan. H [et al.] // Scripta Materialia. – 2018. – V. 142. – P. 153–157.

**ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ЖАРОПРОЧНЫХ 12 % Cr
ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ ЭК-181, ЧС-139 И ЭП-823
В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР ОТ -196 °С ДО 720 °С**

Н.А. ПОЛЕХИНА^{1,2}, К.В. АЛМАЕВА^{1,2}, И.Ю. ЛИТОВЧЕНКО^{1,2}

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

²Томский государственный университет

E-mail: nadejda89tsk@yandex.ru

В настоящей работе проведено сравнительное исследование особенностей пластической деформации и разрушения реакторных 12 %-ных хромистых ферритно-мартенситных сталей ЭК-181 (Fe-12Cr-2W-V-Ta-B, малоактивируемая), ЧС-139 (Fe-12Cr-Ni-Mo-W-Nb-V-B) и ЭП-823 (Fe-12Cr-Mo-W-Si-V-W-Nb) в интервале температур от -196 °С до 720 °С методами растровой и просвечивающей электронной микроскопии.

Однотипность особенностей микроструктуры и характера температурных зависимостей пределов текучести и величин относительного удлинения до разрушения сталей (рис. 1) сопровождается, как показали фрактографические исследования, качественно аналогичным характером их разрушения.

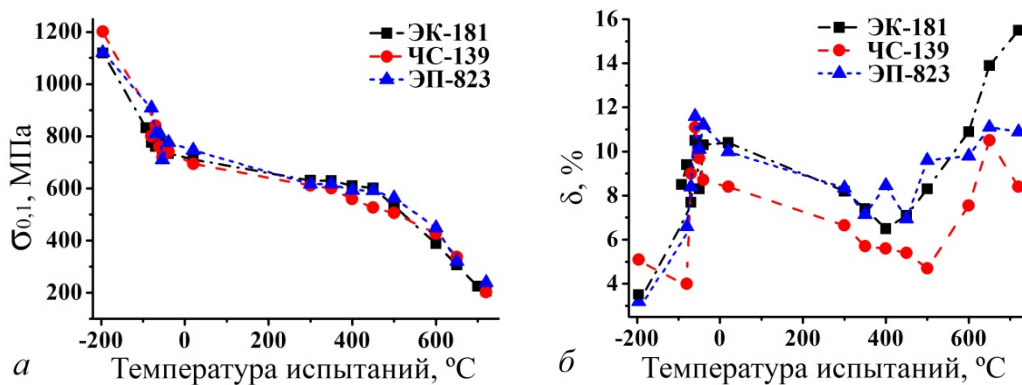


Рисунок 1 – Температурная зависимость кратковременных механических свойств сталей ЭК-181, ЧС-139 и ЭП-823 в интервале от $T = -196$ до $T = 720$ °С: *a* – предел текучести ($\sigma_{0.1}$); *б* – относительное удлинение до разрушения (δ)

При снижении температуры деформации ниже $T \approx 20$ °С происходит переход от вязкого ямочного излома к хрупкому разрушению сколом. В интервале температур от 20 °С до -60 °С наблюдается преимущественно вязкий ямочный излом с элементами скола. Хрупкий характер разрушения с многочисленными фасетками скола и значительным снижением доли вязкого ямочного излома обнаруживается уже при $T \approx -80$ °С. При $T = -196$ °С элементы вязкого излома не обнаружены. В диапазоне положительных температур в интервале слабой температурной зависимости предела текучести (20-350 °С) наблюдается преимущественно ямочный (чашечный) излом с различной долей разрушения сколом. При комнатной температуре эта доля в различных участках поверхности разрушения может достигать (10-20) %. В процессе повышения температуры деформации она постепенно уменьшается и при $T \approx (400-500)$ °С разрушения сколом не обнаружено.

В температурном интервале выше ≈ 500 °С в условиях значительного снижения характеристик прочности и повышения пластичности, рисунок 1, изменение характера разрушения заключается в увеличении размера чашек вязкого разрушения. При $T \leq 500$ °С размеры подавляющего большинства таких чашек не превышают 1-2 мкм. В достаточно узком интервале от 500 °С до 650 °С эти размеры увеличиваются на порядок, достигая значений около 10 и более микрон. В сталях ЧС-139 и ЭП-823 количество таких чашек (размерами ≥ 10 мкм) значительно меньше, по сравнению со сталью ЭК-181 (≈ 3 мкм).

Электронно-микроскопические исследования тонких фольг, вырезанных из области шейки разрушенных образцов, показали, что деформация при комнатной температуре приводит к деградации мартенситной структуры – искривлению, миграции границ мартенситных ламелей, фрагментации реек мартенсита, рисунок 2 *а, б*. Обнаруженная микроструктура типична для деформированных ферритно-мартенситных сталей. При 650 °С наблюдаются многочисленные практически равноосные зерна феррита размерами 400-600 нм, рисунок 2 *в*, являющиеся следствием протекания начальных стадий рекристаллизации (в исходном состоянии размеры зерен феррита составляют порядка нескольких мкм). При этом наблюдаются зерна с достаточно высокой плотностью дислокаций. Как при 20 °С, так и при 650 °С увеличивается, по сравнению с недеформированным состоянием, доля малоугловых границ, о чем свидетельствуют характерные азимутальные разориентировки на микродифракционных картинах, рисунок 2 *б, г*. Размеры частиц вторых фаз ($M_{23}C_6$ и $V(C, N)$) заметных изменений не претерпевают.

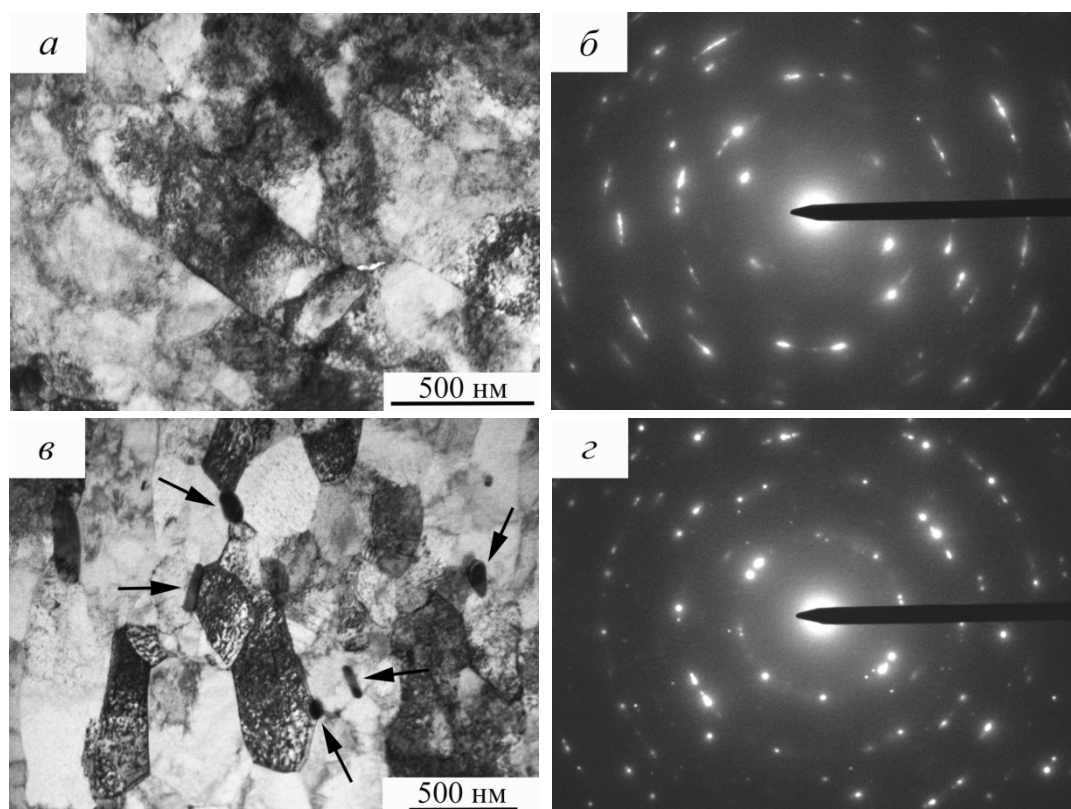


Рисунок 2 – Деформированная микроструктура стали ЭК-181 в области шейки образцов, разрушенных при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (*а, б*) и $T = 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ (*в, г*). Стрелками указаны частицы $M_{23}C_6$

Таким образом, закономерности изменения пластичности и характера разрушения исследуемых сталей связаны с особенностями температурной зависимости предела текучести. При этом выделяются два характерных температурных интервала:

1. От $\approx -50\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, где следствием значительного увеличения прочности является переход от вязкого ямочного излома со следами разрушения сколом к преимущественно хрупкому разрушению со значительным снижением пластичности. В этом температурном интервале находится вязко-хрупкий переход, определяемый из ударных испытаний стали ЭК-181.

2. От $\approx 450\text{ }^{\circ}\text{C}$ до $720\text{ }^{\circ}\text{C}$, где повышение пластичности с увеличением примерно на порядок размеров чашек вязкого разрушения обеспечивается уменьшением прочности в результате снижения величины дисперсного упрочнения наночастицами неметаллической фазы.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ МО-СU, ПОЛУЧЕННЫХ В СИСТЕМЕ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Ю.Н.ВЫМПИНА (ПОЛОВИНКИНА), Ю.Л. ШАНЕНКОВА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: xyulyashax@mail.ru

Металлические композиционные материалы на основе молибдена и меди обладают такими уникальными свойствами, как высокая теплопроводность и низкое тепловое расширение, механическая прочность, что обуславливает их возможность применения в качестве электродов, корпусов интегральных схем, СВЧ-приборах высокой мощности и т.д. [1-2]. Также молибден является более предпочтительным вольфраму ввиду своей малой плотности. Однако молибден и медь имеют очень малую растворимость в твёрдом состоянии при температуре плавления меди. Это приводит к некоторым трудностям по созданию плотного композиционного материала на основе данных компонентов.

Композиты системы Мо-Сu обычно получают путём инфильтрации жидкого металла. Предварительно порошок молибдена спекают, тем самым получая пористую заготовку, затем проводят инфильтрацию расплавленной меди [3]. Однако данный способ имеет множество недостатков, таких как низкая скорость уплотнения, большая длительность процесса. В данной работе представлены результаты по получению композиционных материалов на основе порошков меди и молибдена искровым плазменным методом, а также исследования механических свойств полученных композитов. Данный метод является безопасным, одностадийным, имеет малую продолжительность по времени, что снижает вероятность образования агломератов в конечных продуктах. Также позволяет сохранять мелкозернистую структуру у получаемого материала, что положительно сказывается на механические свойства изготавливаемого материала.

В работе использовалось 2 вида порошка: порошок молибдена – коммерческий, производства Aladdin Industrial Corporation (Китай), порошок меди получен плазмодинамическим методом, в системе коаксиального магнитоплазменного ускорителя с медными электродами [4]. Порошки молибдена и меди использовались в соотношении 70 к 30; смесь готовилась в мельнице Mixer/Mill 8000M в форме из нитрида кремния Si_3N_4 в течение 30 минут без шариков. Далее производили компактирование полученной смеси в установке искрового плазменного спекания при следующих параметрах: $P = 60$ МПа, $t = 10$ минут, окружающая среда – вакуум, температура – от 1000 °С до 1060 °С, с шагом 20 °С.

Микроструктура полученных образцов исследована методом сканирующей электронной микроскопии с использованием сканирующего электронного микроскопа Hitachi TM-3000. Выявлено, что диапазон размера зёрен составляет $3\div 35$ мкм и зависит главным образом от размера частиц исходных порошков. С повышением температуры спекания уменьшается количество пор, тем самым обеспечивается высокая плотность материала. К тому же, в образцах, полученных при температурах $1040\div 1060$ °С, частицы имеют минимальный размер, что также обеспечивает их более плотное прилегание друг к другу. Плотная структура образцов должна положительным образом сказаться на их механических свойствах.

Твердость объёмных образцов определяли с помощью тестера твердости Galileo Durometer Isoscan HV2 OD с нагрузкой образца 0,5 кгс. Измерение твердости проводили по методу Виккерса. Сущность метода заключается во вдавливании в испытуемый материал правильной четырёхгранной алмазной пирамиды с углом 136° между противоположными гранями. Результаты измерений представлены на рисунке 1. Видно, что твёрдость образцов растёт с увеличением температуры, т.к. высокая температура способствует более быстрому уплотнению материала. Наибольшее значение твёрдости было получено для образца, спечённого при $t = 1060$ °С и равно $260,2$ HV, что значительно выше твёрдости чистого молибдена, равной около 157 HV.

Трибологические характеристики композитов оценивались в условиях возвратно-поступательного скольжения. Испытания проводились с частотой колебаний 2 Гц с радиусом кривизны 2 мм. В качестве индентора использовался шарик карбида вольфрама WC диаметром 10 мм, его скорость составляла 2,5 см/с при 5000 оборотах. Нормальная нагрузка была равной 3 Н. Трибологические испытания проводились при комнатной температуре в воздухе с относительной влажностью 50%. Время проведения эксперимента составляло в среднем 40 минут. На протяжении всего теста регистрировался коэффициент трения. Результаты измерений представлены на рисунке 2. Стоит отметить, что с повышением температуры спекания коэффициент трения падает ввиду более плотной структуры спекаемых таблеток при высоких температурах. Максимальный коэффициент трения был выявлен у образца, полученного при $t = 1060$ °C, и равен 0,48 о.е. Наихудший результат достигается при минимальной температуре спекания, т.е. при 1000 °C ввиду недостаточно высокой температуры спекания.

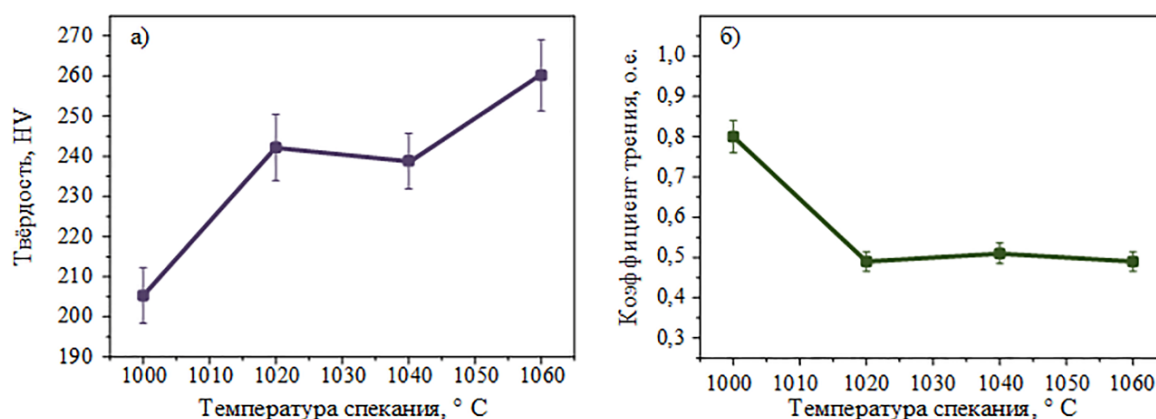


Рисунок 1 – Графики зависимостей твёрдости (а) и коэффициента трения (б) от температуры спекания

В конце стоит отметить, что в работе представлены результаты по созданию металлических композиционных материалов на основе порошков молибдена и меди искровым плазменным методом. Микроструктура образцов формируется мелкозернистой, с малым количеством пор. Выявлено, что наиболее оптимальной температурой спекания является 1060 °C. Образец, полученный при данной температуре, имеет лучшие показатели по твёрдости и коэффициенту трения.

Список литературы

1. Aguilara C., Guzman D., Rojas P.A., Ordoñez Stella, Rios R. Simple thermodynamic model of the extension of solid solution of Cu–Mo alloys processed by mechanical alloying // *Materials Chemistry and Physics*. – 2011. – Vol. 128. – P. 539–542.
2. Kumar A., Jayasankar K., Debata M., Mandal A. Mechanical alloying and properties of immiscible Cu-20 wt.% Mo alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2015. – Vol. 647. – P. 1040-1047.
3. Johnson J.L., German R. M. Role of Solid-State Skeletal Sintering during Processing of Mo-Cu Composites // *Metallurgical and Material Transactions A*. – 2001. – Vol. 32. – P. 605-613.
4. Половинкина Ю. Н., Шаненкова Ю. Л., Сайгаш А.С. Нанесение медного покрытия на алюминиевые поверхности с высокой прочностью сцепления // *Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых*. – Томск, 2016. – Т. 1: Физика. – С. 229–231.

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ЭЛЕКТРОННАЯ СТРУКТУРА АЗОТДОПИРОВАННЫХ ГРАФЕНОВЫХ ПЛЁНОК

К.М. ПОПОВ, Д.В. ГОРОДЕЦКИЙ, А.А. ЦЫГАНКОВ, А.В. ОКОТРУБ

Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия
E-mail: popovkm90@mail.ru

Актуальность развития методов получения графена и изучения его свойств обусловлена его уникальными характеристиками. Графен имеет высокую электро- и теплопроводность, прозрачность и механическую прочность, что делает его интересным материалом для многих приложений. Одним из методов синтеза графена и допированных графенов является метод CVD (химическое осаждение из газовой фазы).

Основную роль в CVD-синтезе играют свойства подложки и газодинамические параметры синтеза. Для снижения температуры разложения предшественников широко используются подложки из различных переходных металлов (например, Cu, Ni, Co). В настоящей работе графен выращивали на медной фольге. Метод химической полировки использовался для уменьшения шероховатости поверхности медной фольги. Качество полировки контролировалось методом атомно-силовой микроскопии (АСМ).

Образцы графена, легированные азотом, были синтезированы в трубчатом CVD реакторе. Подложки размером до 3 см² отжигались в атмосфере водорода для восстановления слоя оксида меди на поверхности фольги. Синтез пленок допированного графена происходил в результате термолитического разложения газопаровой смеси (метана /источника азота и водорода) при низком давлении. Пиридин, метиламин и ацетонитрил использовались в качестве источников азота. Температура роста азотдопированных графеновых плёнок составляла 970 °С. Образцы были исследованы с использованием спектроскопии КРС, СЭМ, РФЭС и АСМ.

Проведены исследования электропроводности и подвижности носителей заряда азотдопированных графеновых плёнок. В результате мы хотим представить, как структура и элементный состав графеновых пленок будут зависеть от концентрации и природы источников азота.

Работа была выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-32-00448.

ВЛИЯНИЕ КОЛИЧЕСТВА НАНОРАЗМЕРНОГО НАПОЛНИТЕЛЯ (ZrO₂) НА КОЭФФИЦИЕНТ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ

П. Г. ПЧЕЛИНЦЕВ, СУГУАНЬЮЙ, А.А. КОНДРАТЮК

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
E-mail: petro-fm.tomsk@yandex.ru

Для удовлетворения потребностей промышленности при введении в группу используемых новых прогрессивных материалов конструкционного назначения и проявления у них требуемых эксплуатационных свойств, широкое распространение получило создание композитов на полимерной основе с различным количеством и типом наполнителей. К примеру, введение дисперсных наполнителей в относительно малых количествах положительно влияет на прочностные характеристики композита и в некоторых случаях способствует появлению у него специфических свойств [1].

В данной работе исследованы теплофизические характеристики полимерных композитов на основе СВМПЭ (сверхвысокомолекулярный полиэтилен), имеющих наполнитель (модификатор) – нанодисперсный диоксид циркония (ZrO₂), полученный плазмохимическим методом.

Одной из важных характеристик материалов является теплопроводность – способность материала переносить тепло от более нагретых элементов к менее нагретым. Количественная характеристика теплопроводности – коэффициент λ , связывающий поток тепла с градиентом температуры, измеряется в Вт/(м*К).

Теплопроводность полимеров зависит от их химической структуры и физического состояния и мало меняется с ростом температуры. В таблице 1 приведены значения λ для ряда типичных полимеров.

Таблица 1 – Коэффициент теплопроводности полимерных материалов

Полимер	Вт/м*К	Полимер	Вт/м*К
ПС и его сополимеры	0,09-0,14	ПТФО	0,25
ПММА	0,17-0,19	ПФ, ПА	0,30
ПП, ПК	0,19-0,21	ПЭНП	0,32-0,36
Полиакрилаты, полиамиды	0,20-0,30	ПЭВП	0,42-0,44

СВМПЭ представляет собой полимер с высокой молекулярной массой (от 2 до 6 миллионов). Сферы применения СВМПЭ и потребность в нём непрерывно расширяются в связи с его особыми свойствами.

Диоксид циркония широко используется в качестве добавки при получении высокоогнеупорных изделий, жаростойких эмалей, тугоплавких стекол, различных видов керамики, термозащитных покрытий. В последние годы диоксид циркония стал широко применяться при производстве керамики, используемой в электронике [2].

На основе вышеупомянутых компонентов были созданы порошковые композиции, имеющие СВМПЭ в качестве матрицы и ZrO_2 в роли наполнителя с его весовым содержанием 5, 10, 15, 20, 25 %. Далее из этих составов методом горячего компрессионного формования по методике [3] изготавливались модельные композиционные заготовки, из которых методом механической обработки получены образцы для теплофизических исследований [3, 4], имевшие следующие размеры: $d = 15\text{мм}$, $h = 10\text{мм}$.

Исследования измерения λ реализованы на установке ИТЭМ-1 в диапазоне температур от +50 до +150 °С.

Измерение получаемых данных было трёхкратным для образцов каждого из 6 композитов. Затем была произведена математическая обработка и на основании этих значений построены графики, представленной на рисунке 1.

Анализ полученных данных указывает на небольшое снижение коэффициенты теплопроводности на всём участке температурных исследований, начиная с 50 и до 150 °С.

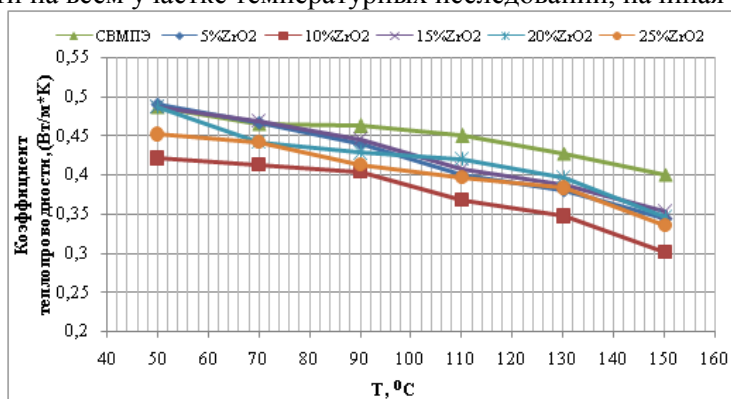


Рисунок 1 – Усреднённый график зависимости коэффициента теплопроводности композитов с ZrO_2 от температуры

На рисунке 2 представлена графическая интерпретация изменения коэффициента теплопроводности композитов на основе СВМПЭ с различным содержанием наполнителя ZrO_2 в диапазоне температур от 50 до 150 °С.

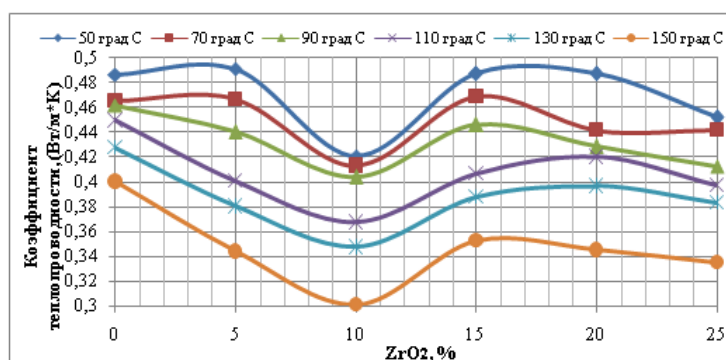


Рисунок 2 – Объединённый график зависимости коэффициента теплопроводности от концентрации ZrO_2

Полученные экспериментальные данные указывают на довольно значительное изменение в сторону уменьшения величины коэффициента теплопроводности при наличии ZrO_2 в композите в количестве 10 % (весовых).

Список литературы

1. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности/И. Н. Андреева, Е. В. Веселовская, Е. И. Наливайко и др. – Л.: Химия, 1982. – 80 с.
2. А.А. Кондратюк, А.А. Клопотов, А.Н. Муленков, А.И. Зиганшин, Е.А. Васендина Особенности изменения удельной теплоёмкости наполненных композитов // Изв. Вузов. Физика. – 2012. – № 5/2. – С. 151-155.
3. Юркова С. А., Муленков А. Н., Кондратюк А. А. Влияние концентрации и вида модификатора на теплоёмкость композиционных пластмасс //Современные техника и технологии: Сборник трудов XVI Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых учёных. В трёх томах. Т.2 – Томск, ТПУ, 10-12 апр. 2010. – Томск. Изд. ТПУ, 2010. – с.280-282.
4. Чулкова К. С., Кондратюк А. А. Исследование изменения теплоёмкости полимерных композиций на основе СВМПЭ от количества наполнителя // Новые материалы. Создание, структура, свойства – 2008: VIII Всероссийская школа-семинар с международным участием – Томск, ТПУ, 9-11 июня 2008. – Изд. ТПУ, 2008. – с. 209-211.

АЗОТИРОВАНИЕ ФЕРРОХРОМАЛЮМИНИЯ В РЕЖИМЕ ГОРЕНИЯ

А.А.РЕГЕР¹, К.А.БОЛГАРУ²

¹Томский государственный университет

²Томский научный центр СО РАН отдел структурной макрокинетики

E-mail: Antonandmakar@gmail.com

Впервые горение металлических порошков в азоте было исследовано в работах А.Г. Мержанова. Основу метода составляет инициирование сильно экзотермических реакций, которые протекают во фронте волны горения. Распространению фронта волны горения способствует передача тепла, выделившегося при протекании химической реакции, от инициированного к непрогретому слою [1]. На наш взгляд наиболее перспективными для получения металлокерамических материалов этим методом являются ферросплавы [2,3]. В

данной работе показана возможность синтеза в режиме горения железосодержащего сплава – феррохромалюминия (ФХА). Также проведены исследования закономерностей горения данного материала с целью получения продуктов с заданными свойствами.

В качестве материала для исследования был выбран сплав феррохромалюминия с содержанием алюминия 8,5 %, железа 30 % и кремния 61,5. Исходный материал измельчали до размера частиц не более 100 мкм. Удаление летучих примесных соединений и влаги для подготовки порошка к синтезу производили в вакуумном сушильном шкафу (СНВС-40/3,5 Россия) при температуре 150 °С в течение 3 часов. Фазовый состав исследовали с помощью рентгенофазового анализа на приборе Shimadzu XRD6000 (Япония), а определение общего содержания азота в полученных композитах на приборе LEKO-ONH836 (США).

Шихту, состоящую из ФХА, засыпали в цилиндрическую металлическую сетку определенного диаметра и устанавливали на подставку. Подставку помещали в установку постоянного давления и сжигали образец при давлении 1–8 МПа по методике [4]. Иницирование реакции осуществляли от порошкообразной поджигающей смеси, к которой подводили электрический импульс через вольфрамовую спираль. После прохождения волны горения образец выдерживали в атмосфере азота до полного остывания около 30 минут, вынимали и отправляли на исследования.

Были изучены зависимости процесса азотирования ФХА в условиях фильтрационного горения от таких параметров как:

1. Давление азота (P) – иницирование реакции происходит при минимальном давлении азота от 1.5 МПа. При повышении давления до 8 МПа увеличиваются значения степени азотирования (N) и скорости горения (W). Затем значения степени азотирования достигают максимума, который соответствует степени азотирования хрома, рисунок 1.

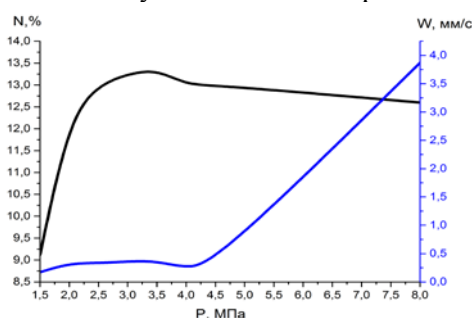


Рисунок 1 – Зависимость значений степени азотирования и скорости горения образцов от давления азота

2. Диаметр образца (d) – иницирование реакции СВС происходит при минимальном диаметре образца около 15 мм. При изменении диаметра до 60 мм изменение степени азотирования происходит в незначительной степени, а значение скорости горения уменьшается, что нетипично для данной реакции, но вероятно это связано с нестационарным режимом горения, рисунок 2.

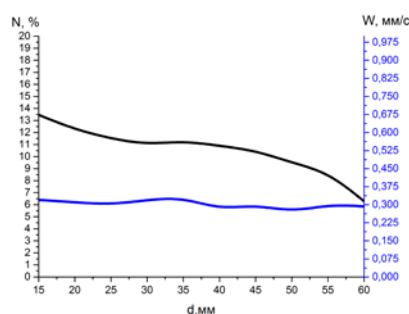


Рисунок 2 - Зависимость значений степени азотирования и скорости горения от диаметра образца

3. Дисперсность исходного порошка ФХА (r) – в отсутствии мелкой фракции наблюдается падение скорости распространения горения и значений степени поглощения азота. При уменьшении размера частиц наблюдается небольшое изменение степени азотирования и сильное увеличение скорости горения, рисунок 3.

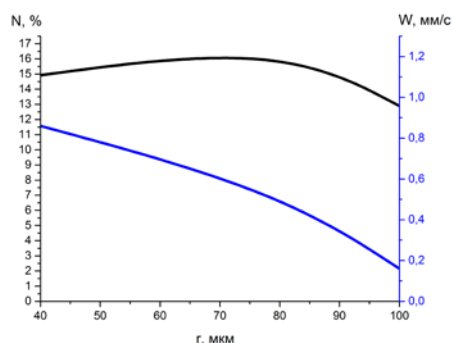


Рисунок 3 - Зависимость значений степени азотирования и скорости горения образцов от дисперсности исходной шихты

Таким образом, были исследованы основные закономерности процесса азотирования феррохромалюминия в условиях фильтрационного горения. Определены основные параметры инициации реакции и подобраны оптимальные условия получения продукта горения.

Работа выполнена при частичной поддержке РФФИ (проект № 18-33-00387 мол_а.).

Список литературы

1. Максимов Ю.М., Чухомина Л.Н., Браверман Л.Н. Самораспространяющийся синтез азотсодержащих сплавов для металлургии. - 2014. 232 с.
2. Чухломина Л.Н., Максимов Ю.М., Верещагин В.И. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез композиционных нитридосодержащих керамических материалов. – Новосибирск: Наука, 2012. – С. 34-41.
3. Мержанов А.Г., Сычев А.Е. О самовоспламеняющемся высокотемпературном синтезе. [Электронный ресурс]. Режим доступа - <http://www.ism.ac.ru/handbook/shsfr.htm>. – 01.06.2018
4. Чухломина Л.Н., Болгару К.А., Аврамчик А.Н. // Огнеупоры и техническая керамика. 2013. № 1-2. С. 15-19.

ВЛИЯНИЕ ЦИКЛИЧЕСКИХ ТЕРМОУДАРНЫХ НАГРУЖЕНИЙ НА СТРУКТУРУ КЕРАМИКИ ZrO₂

В.А. СИБИРА¹, Е.А. ДЕРКАЧ¹, С.П. БУЯКОВА^{1,2,3}, С.Н. КУЛЬКОВ^{1,2,3}

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

³Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: darling-93@mail.ru

Введение

Циркониевая керамика занимает ведущее место среди огнеупорных материалов, так как сохраняет высокие механические свойства до температур $0,8...0,97 T_{пл}$ [1]. В современной технике используется частично стабилизированный диоксид циркония, содержащий в качестве добавки оксид иттрия. Стабилизирующая добавка позволяет сохранять все три модификации диоксида циркония – кубическую, тетрагональную и моноклинную. Полиморфные превращения, происходящие при изменении температуры, можно использовать для повышения термостойкости керамики путем трансформационного упрочнения, включающим в себя мартенситный переход метастабильной тетрагональной Т-фазы в стабильную моноклинную М-фазу под воздействием приложенных напряжений [2,3]. Существенным недостатком трансформационно-упрочненной керамики является снижение высоких прочностных свойств с повышением температуры и приближением ее к области стабильности тетрагональной модификации, где из-за отсутствия термодинамического стимула прекращается рост упрочнения за счет мартенситного тетрагонально-моноклинного превращения [3].

Материалы и методики

Объектом исследования служили образцы керамики на основе ZrO₂ с добавлением частично стабилизированного Y₂O₃ в форме цилиндров, полученных компактированием исходного порошка в стальной пресс-форме методом одноосного прессования с последующим спеканием при максимальной температуре 1500°C с изотермической выдержкой 1 час. Термоударные нагрузки осуществлялись обдувом в потоке воздухе в 2 атмосферы. Структурно-фазовые исследования проводились до и после термоударных нагрузений. Анализ фазового состава осуществлялся методом рентгеновской дифракции, микроструктурный анализ проводился методом оптической микроскопии.

Результаты и обсуждение

Анализ фазового состава исследуемых образцов показал, что, термоударные нагрузки не оказывали влияния на фазовый состав керамики ZrO₂(Y₂O₃). Фазовый состав керамики ZrO₂(Y₂O₃) представлен только тетрагональной модификацией t-ZrO₂ диоксида циркония. После термических воздействий фазовый состав керамики ZrO₂(Y₂O₃) сохранялся неизменным вне зависимости от количества испытаний.

На основе данных рентгенограмм рассчитали величины областей когерентного рассеяния для исследуемых керамик и установили, что значения ОКР для всех образцов ZrO₂(Y₂O₃) оставались неизменными как до, так и после термических воздействий и составили около 65 нм вне зависимости от числа термоударных нагрузений [4].

Микроструктурный анализ керамических образцов состава ZrO₂(Y₂O₃) показал, что термоударные нагрузки приводили к формированию поверхностных термических трещин, рисунок 1, а. В сравнении с результатами в ранее опубликованных работах [5,6] можно сделать вывод, что охлаждаемая среда оказывает различное воздействие на микроструктуру керамики, так термоударные нагрузки в воду приводили к формированию блочной структуры на поверхностях образцов уже после третьего термоудара, рисунок 1, б, в то время как охлаждаемые на воздухе образцы имели только длинные микротрещины, рисунок 1, в.

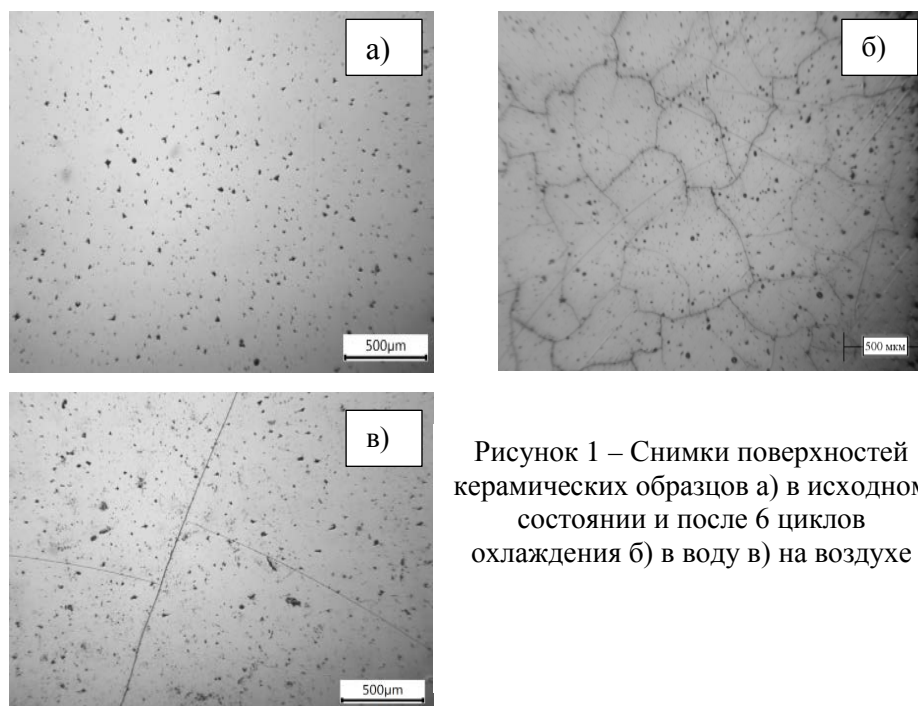


Рисунок 1 – Снимки поверхностей керамических образцов а) в исходном состоянии и после 6 циклов охлаждения б) в воду в) на воздухе

Заключение

Полученные результаты исследований свидетельствуют о том, что термоударные нагрузки не приводят к изменению фазового состава, сохранялась тетрагональная $t\text{-ZrO}_2$ модификация диоксида циркония. Для керамики состава $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ значения ОКР, микронапряжений и параметров решетки оставались неизменными. На поверхности образцов, охлаждаемых на воздухе, формирования фрагментарной структуры не наблюдалось.

Список литературы

1. Акимов Г.Я., Маринин Г.А., Каменева В.Ю. Эволюция фазового состава и физико-механических свойств керамики $\text{ZrO}_2 + 4\text{mol}\% \text{Y}_2\text{O}_3$ // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46. – № 2. – С. 250–253.
2. Кульков С.Н., Буякова С.П. Современные методы анализа в материаловедении: учебное пособие – Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2011. – 84 с.
3. Pia G., Casnedi L., Sanna U. Porosity and pore size distribution influence on thermal conductivity of yttria-stabilized zirconia: Experimental findings and model predictions // Ceramics International – 2016. V 42. – P. 5802–5809
4. Buyakova S.P., Kalatur E.S., Buyakov A.S. et al. Structure and properties of $\text{ZrO}_2\text{-MgO}$ powders // Journal of Silicate Based and Composite Materials. – 2014. – Vol. – P. 8–12.
5. Сибира В.А., Деркач Е.А., Буякова С.П., Кульков С.Н. Влияние термоударных воздействий в различных средах на структурно-фазовое состояние керамики на основе ZrO_2 // Современные технологии и материалы новых поколений: сборник трудов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи, г. Томск, 9-13 октября 2017 г.— Томск: Изд-во ТПУ, 2017
6. Деркач Е.А., Кретов Ю.Л., Буякова С.П., Кульков С.Н. Влияние термоударных воздействий на структурно-фазовое состояние керамики составов $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ И $\text{ZrO}_2(\text{MgO})$ // Высокие технологии в современной науке и технике: сборник трудов V Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, Томск, 5–7 Декабря 2016. – Томск: ТПУ, 2016 – С. 398–399.

ПРИМЕНЕНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ

М.Н. СУЛТАНГАЗИНА^{1,2}, Д.В. ИСМАИЛОВ^{1,2}, К.К. ХАМИТОВА^{1,2}, Д.С. КЕРИМБЕКОВ¹

¹Национальная нанотехнологическая лаборатория открытого типа, Казахстан

²Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Казахстан

E-mail: marjan_0309@mail.ru

В последнее десятилетие углеродные наноструктурированные материалы находят всё большее применение в различных областях науки и техники. Наноматериалы используют в энергетике, промышленности, сельском хозяйстве, создании полупроводниковых приборов, антифракционных материалов. Проводятся исследования по применению наноразмерных материалов в медицине, сельском хозяйстве, строительной индустрии и других сферах науки. Особенного внимания заслуживают применение наноматериалов на основе углерода. После открытия учеными мира новых аллотропных форм углерода, таких как фуллерены, нанотрубки, графен; наблюдается рост научных исследований в области их применения. Углеродные материалы часто используют в качестве сорбентов для широкого ряда веществ за счет высокой удельной пористой поверхности.

Целью исследования служило изучение и сравнение сорбционных свойств по отношению к ионам тяжелых металлов углеродных наноструктурированных материалов. Это позволит выбрать наиболее эффективный способ получения углеродных сорбентов для использования в процессах очистки объектов окружающей среды.

Для этого были выделены следующие задачи:

- 1) произвести в лабораторных условиях загрязнение модельных образцов почвы солями цинка и свинца известной концентрацией;
- 2) сделать сравнительный анализ сорбционной эффективности различных видов углеродных сорбентов.

Для научных экспериментов были отобраны следующие виды сорбентов, содержащие углерод: исходная шунгитовая руда (Шр) (Восточно - Казахстанская область, месторождение Бакырчик), шунгитовый концентрат после процесса флотации (Шф), готовый шунгитовый сорбент (Шс), фуллереновая сажа (Ф) и аптечный активированный уголь (АУ).

Начальный эксперимент был проведен на почвенных вытяжках, обработанных сорбентами. Для этого было осуществлено модельное загрязнение почвы соединениями тяжелых металлов. Были взяты соединения цинка и свинца ввиду их высоких концентраций в загрязненной природной среде.

На протяжении месяца 1 кг почвы загрязняли хелатом цинка и свинец уксуснокислый 3-водным в концентрации, превышающей в 30 раз предельно допустимую. Для обволакивания и равномерного распределения загрязнителей были взяты водорастворимые соли цинка и свинца, которые при растворении в 1,6 л воды вводились в почву. После интенсивного перемешивания почва была оставлена на 2 недели под вытяжкой для испарения лишней воды.

Далее загрязненная почва была разделена на несколько образцов по 130 г. В каждый образец почвы было добавлено по одному виду сорбентов: шунгитовая руда, шунгит флотоцентрированный, шунгитовый сорбент, активированный уголь в соотношении 1:10 (4 г на 40 г почвы) и фуллереновая сажа (0,25 г на 40 г сухой почвы). Через неделю 10 г каждого образца почвы смешивали с 50 мл воды, прокручивали на центрифуге и пропускали через фильтровальную бумагу. Затем проводили анализ на общее содержание солей тяжелых металлов на титраторе Mettler Toledo G20. Результаты сравнили с контрольными образцами.

По полученным результатам был получен ряд, характеризующий сорбционную эффективность углеродных материалов в почвенной среде в порядке убывания по отношению к ионам цинка: АУ - Шф - Шс – Ф –Шр; а также по сорбции ионов свинца: Шф - АУ- Ф– Шс - Шр.

После был эксперимент по использованию углеродных материалов для уменьшения токсичности почвы. Для этого был применен метод биотестирования. Принцип методики основан на оценке влияния токсичных компонентов на интенсивность прорастания семян. Тест-объекты обычно выбирают среди наиболее чувствительных к загрязняющим компонентам видов.

Семена редиса *Raphanus sativus* L были замочены в почвенных вытяжках с каждого образца на сутки. После чего были оставлены прорасти на тройном слое фильтровальной бумаги в теплом месте с небольшим количеством воды. Через неделю произвели подсчет семян, у которых появились ростки, т.е. всхожесть семян.

Почва считается токсичной, если процент всхожести семян меньше контрольного на более 20 %. Таким образом, почва стала менее токсична при воздействии флото-концентрированного шунгита, активированного угля и фуллереновой сажи.

В заключении было проведено проращивание семян редиса *Raphanus sativus* L в почвенных субстратах. На чашки Петри насыпали по 25 г почвы загрязненной тяжелыми металлами и перемешанные с исследуемыми сорбентами. Параллельно добавили образцы с загрязненной почвой свинцом и цинком и контрольный образец с чистой незагрязненной почвой. В каждый почвенный образец посадили семена в количестве 30 шт. Через две недели начали подсчет проростков и их длину. Содержание токсичных элементов в почве влияет также на длину проростков, снижая их длину в два и более раз. По результатам опыта видно, что снижение токсичности наблюдается при введении шунгитового сорбента, активированного угля и фуллереновой сажи.

Результаты показали, что углеродсодержащие сорбенты связывают значительную часть загрязнителей и снижают токсичность почвы. Данное исследование является основой для дальнейшего изучения сорбционных свойств углеродных наноматериалов и имеют практическое значение в области нанотехнологий, экологии, экотоксикологии, химической технологии неорганических веществ и др.

ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ И СВЕРХЭЛАСТИЧНОСТЬ В ВЫСОКОПРОЧНЫХ [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ Ti-50.6Ni (АТ. %)

Н.Ю. СУРИКОВ¹, Е.Е. ТИМОФЕЕВА¹, Е.Ю. ПАНЧЕНКО¹, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ¹

¹ Томский государственный университет

E-mail: katie@sibmail.com

Работа посвящена исследованию эффекта памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ) под сжимающей нагрузкой в состаренных при 573 К, 1 ч высокопрочных монокристаллах Ti-50.6Ni (ат. %). Высокопрочное состояние достигалось, во-первых, за счет выбора ориентации [001], которая характеризуется высокими факторами Шмида для скольжения и двойникования в В2-фазе и в которой отсутствуют процессы раздвойникования В19'-мартенсита [1]. Ориентация [001] позволяет наблюдать развитие СЭ в закаленных кристаллах, в отличие от низкопрочных ориентаций <111> и <112> [2]. Во-вторых, высокопрочное состояние будет сформировано за счет выделения наноразмерных частиц Ti₃Ni₄ размером менее 10 нм в ходе старения 573 К [3, 4].

Монокристаллы сплава Ti-50.6Ni (ат. %) выращены методом Бриджмена в среде инертного газа. Старение производилось на монокристаллах, предварительно закаленных после отжига при 1253 К, 1 ч. Образцы для деформации сжатием имели форму

параллелепипеда с размерами $3 \times 3 \times 6$ мм³. Температуры прямого M_s , M_f и обратного МП A_s , A_f определялись по зависимости электросопротивления от температуры $\rho(T)$. Механические испытания проведены на испытательной системе Instron VHS 5969 и установке для исследования ЭПФ ИМРС-1.

Частицы Ti_3Ni_4 вызывают значительное упрочнение высокотемпературной фазы. При температуре M_d , когда достигаются напряжения пластического течения В2-фазы, величина напряжений σ_{cr} в закаленных однофазных кристаллах составляет $\sigma_{cr}(M_d) = 760$ МПа, а после старения $\sigma_{cr}(M_d)$ увеличиваются в 2,7 раза до $\sigma_{cr}(M_d) = 2100$ МПа. Для сравнения прочностные свойства [001]-монокристаллов этого же состава Ti-50.6Ni после старения при 673 К, 1,5 ч составляют не более 1830 МПа при сжатии [2]. Следовательно, выделение более мелких частиц после старения при 573 К эффективнее в отношении увеличения прочностных свойств В2-фазы, по сравнению с частицами 25-35 нм, выделяющимися при старении 673 К, 1,5 ч [2]. Вместе с тем прочностные свойства исследуемых монокристаллов Ti-50.6Ni после старения сравнимы с прочностными свойствами сплавов TiNi с более высоким содержанием никеля до 51,5 ат. % [5, 6] и сплавов TiNi, легированных Hf [7].

Несмотря на то, что выделение частиц Ti_3Ni_4 приводит к уменьшению содержания никеля в матрице, что должно приводить к повышению температур МП, в состаренных кристаллах температуры прямого МП M_s и M_f сильно понижаются на 40-60 К, по сравнению с закаленными кристаллами. Этому способствует два фактора – сильное упрочнение высокотемпературной фазы и возрастание упругой энергии за счет упругой деформации части при развитии МП. С накоплением упругой энергии связано и увеличение температурного интервала прямого МП $\Delta_1 = M_s - M_f$ в 2 раза по сравнению с закаленными кристаллами.

Поскольку выделение наноразмерных частиц приводит к увеличению сопротивления движению межфазных границ, это вызывает увеличение рассеяния энергии при охлаждении/нагреве без нагрузки, когда образуется только самоаккомодирующая структура. Поэтому термический гистерезис в состаренных кристаллах в два раза шире, чем в закаленных, как при охлаждении/нагреве без нагрузки, так и при охлаждении/нагреве под малой нагрузкой, когда образуется самоаккомодирующая структура и ориентированный мартенсит. В состаренных кристаллах при напряжениях 50 МПа термический гистерезис составляет $\Delta T_\sigma = 72$ К, а в закаленных – $\Delta T_\sigma = 30$ К. С ростом напряжений при охлаждении/нагреве в закаленных кристаллах гистерезис практически не изменяется и составляет $\Delta T_\sigma = 33$ К при 500 МПа, а в состаренных кристаллах гистерезис уменьшается в ~2 раза до 33 К при 250 МПа, когда достигается максимальная обратимая деформация и самоаккомодирующая структура больше не образуется. При увеличении напряжений термический гистерезис слабо понижается до 20 К. Такое различие в величине гистерезиса в закаленных и состаренных кристаллах может быть связано с различной морфологией В19'-мартенсита и изменением типа двойникования. В работе [8] показано, что если в закаленных монокристаллах присутствует двойникование по типу II, то для состаренных монокристаллов характерно составное двойникование.

Максимальная величина обратимой деформации при развитии ЭПФ не зависит от состояния кристаллов и составляет $3.3 (\pm 0,1)$ %.

Упрочнение высокотемпературной фазы в состаренных кристаллах приводит к значительному увеличению интервала развития СЭ – в 2,5 по сравнению с закаленными кристаллами. Если в закаленных монокристаллах СЭ реализуется от $A_f = 251$ К до 323 К = $A_f + 72$ К, то после старения СЭ наблюдается при температурах от 253 К = $A_f + 7$ К до 423 К = $A_f + 177$ К. Высокие прочностные свойства В2-фазы обуславливают и узкий механический гистерезис при развитии СЭ в состаренных монокристаллах. При 273 К = $A_f + 27$ К в состаренных кристаллах гистерезис составляет $\Delta\sigma = 95$ МПа, при 373 К = $A_f + 127$ К $\Delta\sigma = 75$ МПа.

Таким образом, за счет старения при 573 К, 1 ч в [001]-монокристаллах Ti-50.6Ni (ат. %) сформировано высокопрочное состояние с уровнем прочностных свойств В2-фазы не менее 2100 МПа с высокотемпературной СЭ, которая наблюдается до 423 К с узким механическим гистерезисом 75 МПа.

Исследование выполнено за счёт гранта Российского научного фонда № 18-19-00298.

Список литературы

1. Sehitoglu H., Hamilton R., Canadinc D., Zhang X.Y., K., Karaman I., Chumlyakov Yu., Maier H.J. Detwinning in NiTi alloys // Metall. and mat. trans. A. – 2003. – V. 34. – N. 5. – P. 6–13.
2. Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Панченко Е.Ю., Тимофеева Е.Е. Механизмы термоупругих мартенситных превращений в высокопрочных монокристаллах сплавов на основе железа и никелида титана / под общ. Ред. Ю.И. Чумлякова. – Томск: Изд-во НТЛ, 2016. – 244 с.
3. Kim J.I., Miyazaki S. Effect of nano-scaled precipitates on shape memory behavior of Ti-50.9at.%Ni alloy // Acta Materialia. – 2005. – V. 53. – P. 4545–4554.
4. Kim J.I., Liu Y., Miyazaki S. Ageing-induced two-stage R-phase transformation in Ti-50.9at.%Ni // Acta Materialia. – 2004. – V. 52. – P. 487–499.
5. Sehitoglu H., Jun J., Zhang X., Karaman I., Chumlyakov Y., Maier H. J., Gall K. Shape memory and pseudoelastic behavior of 51.5%Ni–Ti single crystals in solutionized and overaged state // Acta Materialia. – 2001. V.49. – P. 3609–3620.
6. Kaya I., Karaca H.E., Souri M., Chumlyakov Y., Kurkcu H. Effects of orientation on the shape memory behavior of Ni51Ti49 single crystals // Materials Science & Engineering A. – 2017. –V. 686. – P. 73–81.
7. Saghaian S.M., Karaca H.E., Tobe H., Turabi A.S., Saedi S., Saghaian S.E., Chumlyakov Y.I., Noebe R.D. High strength NiTiHf shape memory alloys with tailorable properties // Acta Materialia. – 2017. – V. 134. – P. 211–220.
8. Nishida M., Wayman C.M., Chiba A. Electron microscopy studies of martensitic transformation an aged Ti-51at%Ni shape memory alloy // Metallography. – 1988. – № 21. – P. 275–291.

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В ГЕТЕРОФАЗНЫХ ПОЛИКРИСТАЛЛАХ $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$

Е.Е. ТИМОФЕЕВА¹, А.И. ТАГИЛЬЦЕВ¹, Е.Ю. ПАНЧЕНКО¹, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ¹

¹ Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: katie@sibmail.com

Каждый год материалы с термоупругими мартенситными превращениями, которые испытывают эффект памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичность (СЭ), привлекают все большее внимание. Использование подобных материалов является перспективным в аэрокосмической индустрии, автомобильной промышленности и многих других сферах деятельности. Наиболее широкое распространение получили сплавы NiTi. Несмотря на свои достоинства [1] (высокая обратимость превращения, регулируемые рабочие температуры, хорошая коррозионная стойкость) использование NiTi в промышленных масштабах ограничено недостаточно высокими рабочими температурами (до 100°C). Чтобы решить эту проблему используют различные методики, такие как легирование и термические и/или термомеханические обработки. Легирование Hf в пределах 10-20 % не изменяет последовательность В2-В19' мартенситного превращения, но очень сильно повышает рабочие температуры (20 К на 1 % легирующего элемента), значительно увеличивает прочностные свойства материала и механический гистерезис [2]. Проявление

высокотемпературных функциональных свойств в данном материале обычно достигается посредством измельчения зерна поликристалла за счет проведения интенсивной пластической деформации [3], тогда как особенностью текущей работы является использование поликристаллов сразу после плавки с размером зерна ~ 29 мкм. Целью работы является исследование влияния термомеханических обработок на эффект памяти формы (ЭПФ) в крупнозернистых поликристаллах сплава $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$ (ат. %).

Поликристаллы сплава $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$ (ат. %) выплавлены в индукционной печи с использованием «чистых» компонентов (концентрация элемента составляет не менее 99,9 %). Образцы вырезаны на электроискровом станке «АРТА-153» в форме параллелепипеда со сторонами $3 \times 3 \times 6$ мм³. Перед проведением механических испытаний образцы механически шлифовались, а затем электрохимически полировались. Механические испытания проведены на dilatометре ИМРС-1. Для исследования выбраны следующие состояния поликристаллов: исходное состояние без дополнительных обработок, после гомогенизационного отжига при 1323 К, 8 ч с медленным охлаждением и отжига при 1173 К, 3 ч с закалкой в воду (ТО); после ТО и выдержки образцов в мартенситном состоянии под постоянной сжимающей нагрузкой 550 МПа при 150°C в течение 1 часа (выдержка в мартенсите).

Высокотемпературный эффект памяти формы (выше 100°C) наблюдается во всех исследуемых состояниях поликристаллов, однако его характеристики существенно различаются в зависимости от термообработки. Минимальная обратимая величина деформации при развитии ЭПФ 0,4 % в исходных монокристаллах достигается при напряжениях 100 МПа, рисунок 1 а. После ТО величина напряжений, при которых наблюдается минимальный ЭПФ 0,4 %, увеличивается в два раза до 200 МПа. С ростом напряжений величина ЭПФ растет до 1,1 % при 400 МПа в исходных монокристаллах и после ТО. Однако при этом, если в исходном состоянии необратимая деформация наблюдается практически во всем интервале приложенных напряжений от 200 до 400 МПа, то после ТО необратимая деформация появляется только при напряжениях 400 МПа, рисунок 1 а.

Выдержка в мартенситном состоянии приводит, во-первых, к появлению двустороннего эффекта памяти формы (ДЭПФ) в высокотемпературном интервале от 350 К до 450 К (рисунок 1 б). Согласно работе [Отцука Рен], это может быть связано с изменением степени ближнего порядка в материале в процессе выдержки в мартенситном состоянии под нагрузкой. При ДЭПФ реализуется практически весь ресурс обратимой деформации 0,9 %. Во-вторых, с увеличением приложенных напряжений от 100 до 400 МПа величина ЭПФ слабо возрастает от 0,95 % до 1,3 %. В-третьих, после выдержки в мартенсите необратимая деформация появляется только при 400 МПа и не превышает 10 % от деформации превращения, рисунок 1а, тогда как после ТО необратимая деформация составляет 25 % от общей величины деформации превращения.

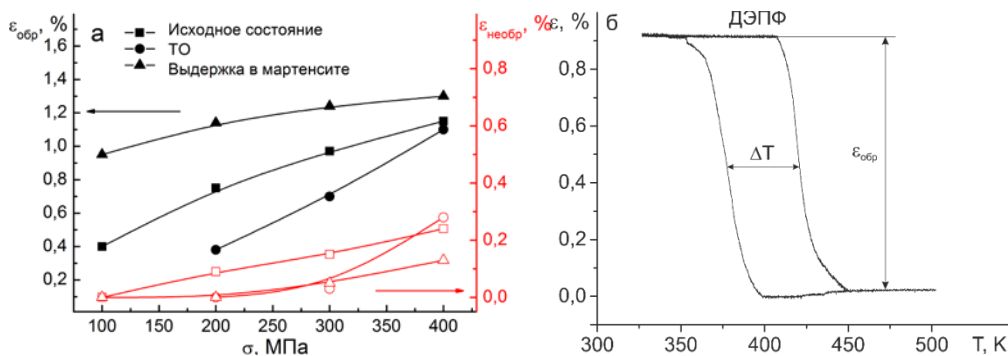


Рисунок 1 – а) Зависимость обратимой и необратимой деформаций от величины приложенных напряжений для всех исследуемых состояний поликристаллов сплава $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$; б) кривая ДЭПФ после проведения выдержки в мартенситном состоянии

Таким образом, экспериментально показано, что крупнозернистые поликристаллы сплава $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{32.2}\text{Hf}_{17.5}$ (ат. %) обладают высокотемпературным ЭПФ как в исходном состоянии, так и после термомеханических обработок. Показано, что ТО (отжиг при 1323 К, 8 ч + отжиг при 1173 К, 3 ч) приводит к уменьшению необратимой деформации при напряжениях ниже 400 МПа и к повышению минимальных напряжений для реализации ЭПФ. Выдержка в мартенситном состоянии приводит развитию ДЭПФ величиной 0,9 %, к увеличению обратимой деформации при развитии ЭПФ, а также способствует сокращению максимально величины необратимой деформации.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-38-00577.

Список литературы

1. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения / В.Э. Гюнтер [и др.]. – Томск: Изд. Томского университета, 2006. – 296 с.
2. Ma J., Karaman I., Noebe R.D. High temperature shape memory alloys // International Materials Review. – 2010. – V. 55. – № 5. – P. 257–315.
3. Saghaian S.M., Karaca H.E., Souri M. [et. al.] Tensile shape memory behavior of $\text{Ni}_{50.3}\text{Ti}_{29.7}\text{Hf}_{20}$ high temperature shape memory alloys // Materials and Design. – 2016. – V. 101. – P. 340–345.
4. Otsuka K., Ren X. Mechanism of martensite aging effects and new aspects // Materials Science and Engineering A. – 2001. – V. 312. – P. 207–218.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРИСТОГО КОМПОЗИТА $\text{ZrO}_2\text{-MgO}$

Д.А. ТКАЧЕВ², А.С. БУЯКОВ^{1,2}

¹ Томский политехнический университет

² Томский государственный университет

E-mail: d.tkachev11@gmail.com

Многообразие составов, структур и технологий керамических материалов предопределяет наличие широкого спектра их областей применения. Среди различных типов керамик, можно выделить композиты на основе диоксида циркония, варьируя состав и технологию получения которых, возможно производить изделия, обладающие высокой термостойкостью, стойкостью к химически-агрессивным средам и высокими прочностными характеристиками [1].

В настоящей работе исследуется фазовый состав, микроструктура и механические характеристики пористого керамического композита $\text{ZrO}_2\text{-MgO}$, анализируются закономерности формирования исследуемых параметров.

Кристаллическая структура материала исследована методом рентгеноструктурного анализа с фильтрованным излучением $\text{CuK}\alpha$ в угловом диапазоне 2θ от 10° до 115° . Диоксид циркония представлен преимущественно кубической фазой. Моноклинная фаза образуется при низких концентрациях MgO , до предела растворимости, и при длительной изотермической выдержке, в результате дестабилизации кубической фазы.

На основании данных рентгенограмм рассчитаны параметры кубических кристаллических решеток ZrO_2 и MgO : средние значения составили соответственно $a=5.103$ и $a=4.233$. Экспериментальные данные соотносятся со значениями, приводимыми в карточках ASTM, с незначительным отклонением в пределах 1%. Отклонения объясняются искажениями в кристаллических решетках.

Рассчитаны значения микроискажений кристаллической решетки ZrO_2 и MgO при различном времени изотермической выдержки, рисунок 1.

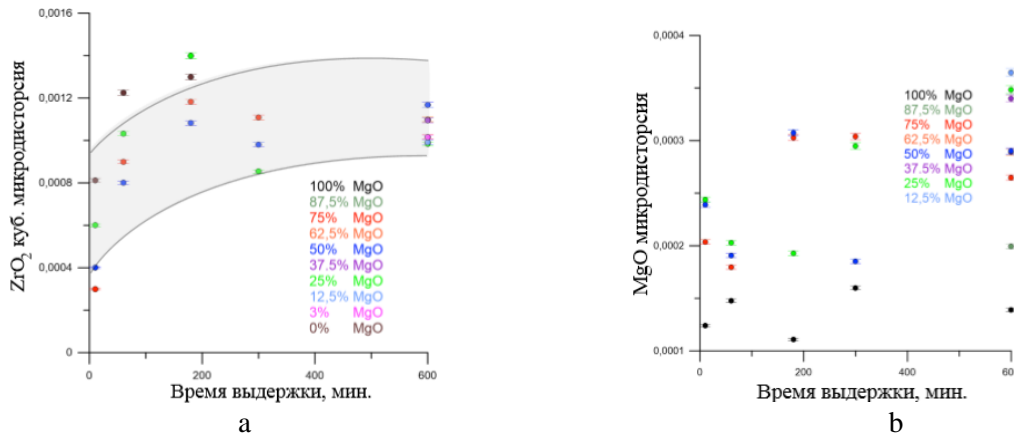


Рисунок 1 – Микродисторсия кубических кристаллических решеток ZrO_2 (a) и MgO (b)

Анализ микроструктуры на основании снимков, полученных методом растровой электронной микроскопии, показал, что поровая структура имеет бимодальное строение со средним размером макропор порядка 30 мкм. и микропор порядка 8 мкм. Крупные поры обусловлены выгоранием порообразующих частиц. Наличие микропор обуславливается пустотами, возникшими при компактировании частиц исходного порошка. Наблюдается так называемый эффект коалесценции пор, то есть роста микропор, за счет их слияния при увеличении времени высокотемпературной выдержки [2].

Исследования прочностных характеристик свидетельствуют о росте предела прочности материала при одноосном сжатии до достижения предела растворимости оксида магния в кубической решетке диоксида циркония. Максимальные значения прочности, не зависимо от длительности изотермической выдержки, достигаются при концентрации MgO равной 25%.

На рисунке 2 представлен график зависимости макронапряжений, соответствующих пределу прочности, от микронапряжений, возникающих на границах и внутри кристаллитов в структуре композита, рассчитанных как произведение микродисторсии на модуль упругости материала.

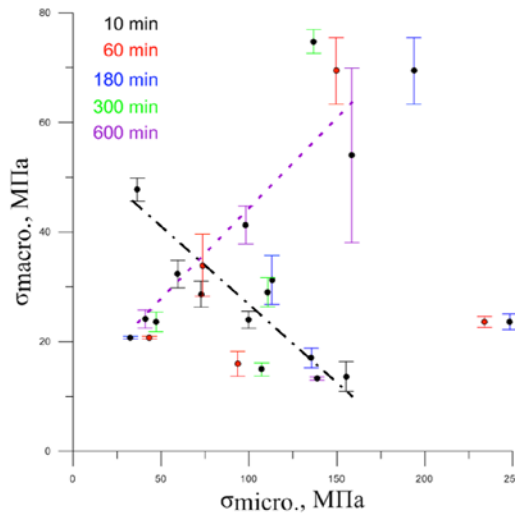


Рисунок 2 – Зависимость предела прочности композита $ZrO_2 - MgO$ от напряжений второго рода, рассчитанных по правилу смеси

При малом времени изотермической выдержки, с увеличением микронапряжений, предел прочности материала снижается, в то время как при длительной изотермической выдержке, с увеличением микронапряжений, имеется тенденция к росту прочностных

характеристик. Подобного рода зависимость можно объяснить формированием межзеренных границ с увеличением времени спекания. Так, при малом времени выдержки, возникающие по несформированным границам разделов микронапряжения, приводят к уменьшению прочности, в то время как при длительной выдержке, формируются границы разделов, и микронапряжения, возникающие в зернах, стабилизируют высокотемпературную кубическую фазу диоксида циркония, обладающую высокими прочностными характеристиками.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках Соглашения № 14.584.21.0026 (RFMEFI58417X0026).

Список литературы

1. Кульков С. Н., Буякова С. П. Фазовый состав и особенности формирования структуры на основе стабилизированного диоксида циркония //Российские нанотехнологии. – 2007. – Т. 2. – №. 1-2. – С. 119-132.
2. Кашеев И. Д., Комоликов Ю. И., Пудов В. И. Изменения пористой структуры корундоциркониевой керамики при термообработке //Новые огнеупоры. – 2016. – №. 7. – С. 41-43.

МЕХАНИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ZrO_2 С ВКЛЮЧЕНИЕМ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК И НИТРИДА БОРА

Д.А.ТКАЧЕВ², А.С.БУЯКОВ^{1,2}, ВАСИЛЬЕВА Е.О.²

¹Томский политехнический университет

²Томский государственный университет

E-mail: d.tkachev11@gmail.com

Керамики на основе диоксида циркония стабилизированного оксидом иттрия имеют широкий спектр областей применения, обусловленный стойкостью к длительному термическому воздействию и способностью сохранять эксплуатационные характеристики в химически-агрессивных средах [1,2]. Однако, актуальным остается вопрос увеличения надежности и вязкости разрушения данной керамики, что может позволить производить изделия с высокими прочностными характеристиками, эксплуатируемые в условиях длительных, циклических и динамических механических нагрузок.

Увеличение вязкости разрушения в керамике на основе диоксида циркония возможно путем реализации нескольких механизмов: эффекта трансформационного упрочнения, реализуемого за счет тетрагонально-моноклинного фазового перехода, армирование введением высокомодульных многослойных углеродных нанотрубок и реализации механизма Кука-Гордона, заключающегося в поглощении и рассеивании энергии распространяющейся трещины низко модульными включениями нитрида бора [3,4].

Целью настоящей работы является выявления вкладов различных механизмов упрочнения в механические параметры керамоматричного композита на основе диоксида циркония с включениями многослойных углеродных нанотрубок и нитрида бора.

Пористость исследуемых композитов ZrO_2 -BN, ZrO_2 -CNT, ZrO_2 -BN-CNT оценена методом гидростатического взвешивания. Предел прочности на разрыв оценен методом «Бразильской пробы» [5]. Зависимость предела прочности от состава композита представлена на рисунке 1.

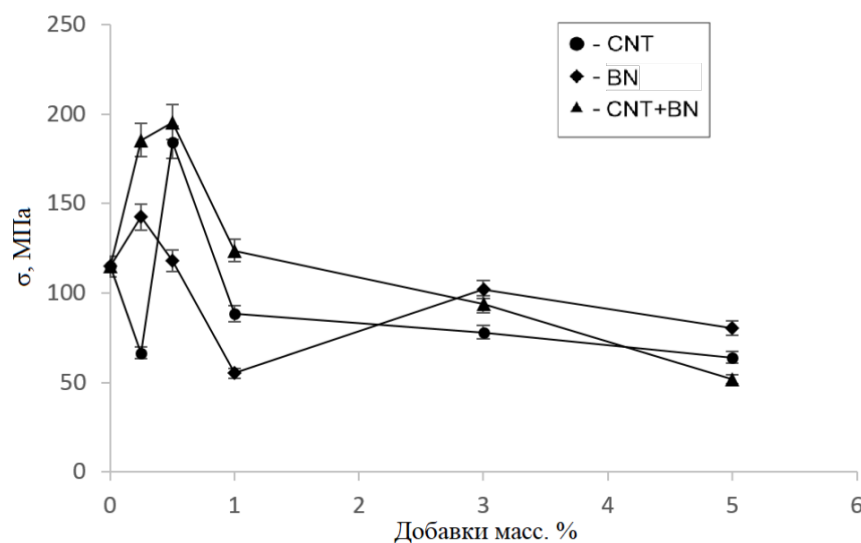


Рисунок 1 – Зависимость предела прочности ZrO_2 -BN, ZrO_2 -CNT, ZrO_2 -BN-CNT от массовой доли армирующих добавок

Видно, что наибольшие значения прочностных характеристик достигаются при одновременном введении в матрицу керамического композита многослойных углеродных нанотрубок и низко модульных включений нитрида бора, так как одновременно реализуется несколько механизмов диссипации энергии при механическом воздействии на материал.

Наиболее существенный вклад в механические характеристики за счет введения армирующих включений достигается при их содержании в количестве до 1 масс. %. При последующем увеличении концентрации BN и CNT в составе, предел прочности материала снижаются, что может быть обусловлено возрастающей пористостью композита с увеличением количества включений, таблица 1.

Таблица 1 – Значения пористости композита в зависимости от вида и количества армирующих добавок

Армирующая добавка	Доля включений, масс. %	Пористость, %
CNT	0,25	5,868
	5	18,684
½ CNT + ½ BN	0,25	3,369
	5	12,459
BN	0,25	1,578
	5	4,107

При введении нитрида бора значительного увеличения пористости, как видно из таблицы 1, не наблюдается. Однако, данный компонент обладает низким модулем упругости, по сравнению с циркониевой матрицей, что приводит к снижению прочностных характеристик всего композита.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00304.

Список литературы

1. Zhang X. et al. Microstructure, mechanical properties and thermal shock resistance of hot-pressed ZrO_2 (3Y)-BN composites //Materials Science and Engineering: A. – 2008. – Т. 497. – №. 1-2. – С. 195-199
2. Afrasiabi A., Saremi M., Kobayashi A. A comparative study on hot corrosion resistance of three types of thermal barrier coatings: YSZ, YSZ+ Al_2O_3 and YSZ/ Al_2O_3 //Materials Science and Engineering: A. – 2008. – Т. 478. – №. 1-2. – С. 264-269.

3. Hannink R. H. J., Kelly P. M., Muddle B. C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics //Journal of the American Ceramic Society. – 2000. – Т. 83. – №. 3. – С. 461-487
4. Pompidou S., Lamon J. Analysis of crack deviation in ceramic matrix composites and multilayers based on the Cook and Gordon mechanism //Composites science and technology. – 2007. – Т. 67. – №. 10. – С. 2052-2060
5. ASTM C. Splitting tensile strength of cylindrical concrete specimens. – 2003.

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ZrO_2 И НАНОВОЛОКОН Al_2O_3 ПРИ СВОБОДНОМ СПЕКАНИИ

О.С. ТОЛКАЧЁВ, А.А. ЛЕОНОВ, Т.Р. АЛИШИН, В.Д. ПАЙГИН

Томский политехнический университет

E-mail: tolkachev@tpu.ru

Керамические композитные материалы на основе диоксида циркония и оксида алюминия, сочетая в себе достоинства исходных компонентов, а именно, сопротивление воздействию высоких температур и агрессивных химических сред, высокие прочностные свойства, биологическую совместимость, находят применение в различных областях. Обычно, исходными компонентами для изготовления таких композитов являются порошки различной дисперсности. В результате формируется структура с близкими к равноосной форме зёрнами. Использование наноразмерных порошковых материалов помогает получить керамику с меньшим зёрном, что, как правило, сопровождается увеличением прочностных свойств. Также, в производстве композиционных керамических материалов применяются методы армирования матрицы различным типом волокон. Армирующие волокна диссипируют энергию приложенной нагрузки на процессы растрескивания, отслоения и вытягивания в процессе разрушения керамической матрицы, что улучшает прочность и вязкость разрушения таких композитов [1].

Целью настоящей работы является изучение формирования структуры керамических композитов на основе наноразмерных порошка ZrO_2 (Y_2O_3) и волокон Al_2O_3 .

В качестве материала керамической матрицы использовали наноразмерный порошок частично стабилизированного иттрием диоксида циркония ZrO_2+3 моль.% Y_2O_3 (TZ-3YS, Tosoh). Наполнителем являлся нановолокнистый Al_2O_3 (Fibrall, OCSiAl) полученный методом жидкофазного каталитического окисления алюминия молекулярным кислородом при температуре 820 оС.

При исследовании структуры исходных компонентов методами РФА и РСТА установлено, что порошке TZ-3YS присутствуют тетрагональная (65.8 %) и моноклинная модификации ZrO_2 (34.2 %) с размерами ОКР 50 нм и 26 нм, соответственно. Структура исследуемых волокон соответствует орторомбической [1], средний размер ОКР равен 13 нм. Диаметр волокон, по результатам ПЭМ составляет ~15 нм, а их длина превышает ~1 мкм. Отжиг волокон при 1200 °С сопровождается фазовым переходом их в α -оксид алюминия.

Для сохранения морфологии волокон, перемешивание исходных компонентов в массовом соотношении 95 TZ-3YS/ 5 Al_2O_3 проводили в этиловом спирте с использованием магнитной мешалки и диспергирования в ультразвуковой ванне.

Образцы изготавливали методом одноосного одностороннего прессования в стальной цилиндрической пресс-форме диаметром 14 мм на гидравлическом испытательном прессе при давлении 100 МПа. Прессовали исходный порошок TZ-3YS и его смесь с волокнами. Плотность после прессования в обоих случаях составляет 44 %.

Свободное спекание образцов проводили в высокотемпературной печи Nabertherm LHT 02/18 на воздухе при скорости изменения температуры 200 °С/ч. с изотермической

выдержкой 18 ч. при температуре 1350 °С. Относительная плотность образцов TZ-3YS после спекания равна 84,5 %, тогда как для исследуемой смеси плотность составляет 93 %. Интенсификация процесса спекания обусловлена более высокой активностью метастабильных волокон Al_2O_3 относительно TZ-3YS.

Спекание сопровождается увеличением относительного содержания тетрагональной фазы диоксида циркония. Изучение структуры композитов методом ПЭМ свидетельствует о формировании зерен Al_2O_3 сложной формы (рис. 1. а, б). Границы зерен, являясь дефектом кристаллической структуры, обладают более низкой прочностью чем зерно. Формирование зерен неравноосной сложной формы с структуре композиционной керамики может изменить характер разрушения, что является объектом дальнейших исследований.

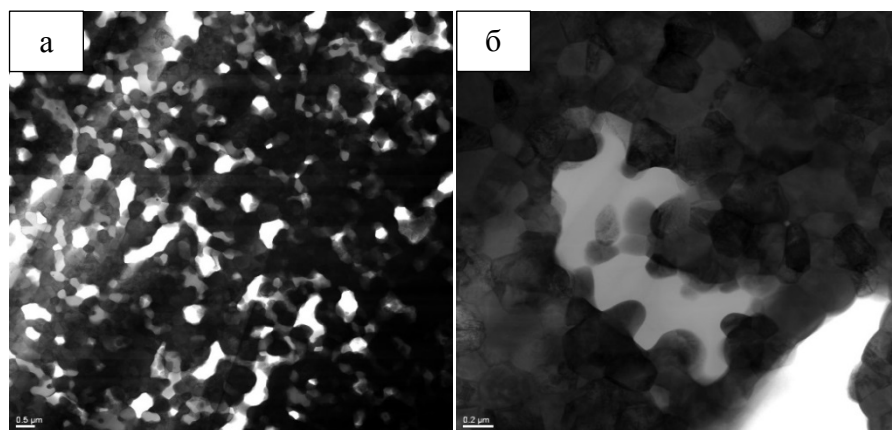


Рисунок 1 – Структура композитной керамики по данным ПЭМ. температура 1350 °С, продолжительность спекания - 18 ч., $\rho=93\%$

В местах локального скопления волокон формируются зерна Al_2O_3 равноосной формы (рисунок 2). Задачу равномерного распределения волокон в объеме исходного порошка возможно решить с применением более мощного диспергирующего воздействия в сочетании с поверхностно-активными веществами.

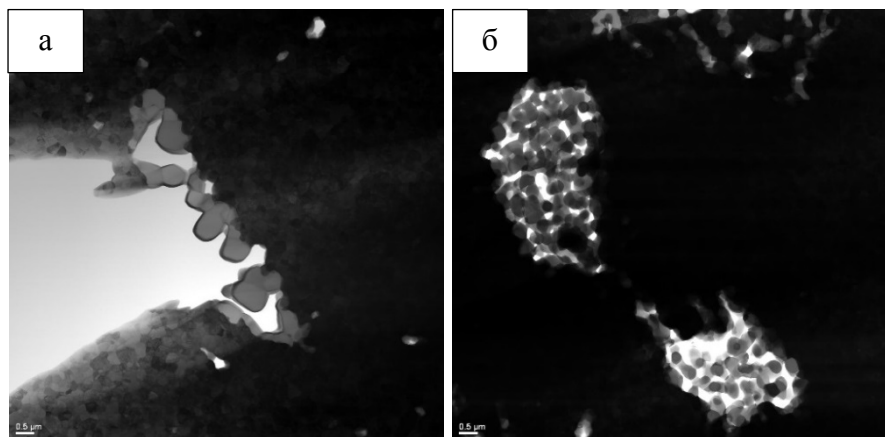


Рисунок 2 - Структура композитной керамики по данным ПЭМ. температура 1350 °С, продолжительность спекания - 18 ч., $\rho=93\%$

Работа выполнена в рамках проекта РФФИ № 18-33-00763 мол_а.

Список литературы

1. Muhammad A., Jamil A., Mazhar M. Influence of Al_2O_3 whisker concentration on flexural strength of $Al_2O_3(w)-ZrO_2$ (TZ-3Y) composite // *Ceramics International*, Vol. 38, No. 8, 2012. pp. 6517-6523.

2. Kovarik L., Bowden M., Genc , Szanyi J. J., Peden C. Structure of α -alumina: Toward the atomic level understanding of transition alumina phases // J. Phys. Chem. C, Vol. 118 (31), 2014. pp. 18051-18058.

ДВУСТОРОННИЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В [001]-МОНОКРИСТАЛЛАХ $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$, СОСТАРЕННЫХ В $L1_0$ -МАРТЕНСИТЕ ПОД НАГРУЗКОЙ

А.Б.ТОХМЕТОВА, Н.Г.ЛАРЧЕНКОВА

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: Aida-tx@mail.ru

В последние десятилетия большое внимание исследователей направлено на изучение термоупругих мартенситных превращений (МП) в ферромагнитных сплавах, и связанных с ними эффектов памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ). Ярким представителем таких материалов являются сплавы на основе NiFeGa(Co), которые благодаря способности преобразования тепловой и магнитной энергии в механическую работу могут найти широкое применение при изготовлении датчиков, актюаторов, генераторов, микропинцетов, микроклапанов и т.д. Известным аналогом сплава NiFeGa(Co) являются сплавы Ni₂MnGa, однако эти материалы являются циклически нестабильными и хрупкими, и не находят широкого применения [1]. Ферромагнитные сплавы NiFeGa(Co) являются более прочными и пластичными. Для получения магнитоиндуцируемой деформации в сплавах NiFeGa(Co) необходимо создать внутренние поля напряжений, которые способствуют возникновению благоприятно ориентированного варианта мартенсита, что сопровождается обратимой деформацией в циклах охлаждение/нагрев в свободном состоянии, т. е. наблюдается двусторонний эффект памяти формы (ДЭПФ). Создать условия для проявления ДЭПФ можно за счёт термоциклирования под нагрузкой через интервал МП, старения в аустените и в мартенсите под нагрузкой (СМН). В работах [2, 3] показана высокая эффективность СМН для наведения ДЭПФ. Однако ранее влияние СМН на ДЭПФ в сплаве Ni₄₉Fe₁₈Ga₂₇Co₆ исследовано не было. Поэтому целью данной работы является исследование ДЭПФ в исходных и закаленных монокристаллах сплава Ni₄₉Fe₁₈Ga₂₇Co₆, состаренных в L1₀-мартенсите под нагрузкой.

Монокристаллы выращены методом Бриджмена в атмосфере инертного газа. Образцы вырезаны на электроискровом станке в форме прямоугольного параллелепипеда размером 3×3×6 мм³ (a = b = 3 мм, c = 6 мм). Для исследования влияния СМН на ДЭПФ выбраны монокристаллы в двух структурных состояниях: после роста (исходные) – (L2₁ + γ)-кристаллы и закаленные от T = 1448 К, 1 ч – В2-кристаллы. СМН проводилось на установке Instron 5969. Механические испытания по исследованию ДЭПФ осуществлялись на установке ИМРС-1, погрешность измерения деформации которой не превышает 0,3 %.

Исследование методом оптической металлографии показали, что высокотемпературная фаза в монокристаллах Ni₄₉Fe₁₈Ga₂₇Co₆ после роста имеет L2₁-структуру, которая при охлаждении/нагреве может переходить в 14M–L1₀-мартенсит. Также в монокристаллах после роста наблюдаются частицы γ -фазы размером до 250 мкм. Благодаря высокотемпературному отжигу при температуре, превышающей температуру «порядок-беспорядок» (~ 975 К), высокотемпературная фаза с L2₁-структуры изменяется на В2-структуру, которая при изменении температуры и приложении нагрузки может сразу перейти в L1₀-мартенсит [4]. В В2-кристаллах частицы γ -фазы отсутствуют.

Для получения максимальной величины ДЭПФ на монокристаллах Ni₄₉Fe₁₈Ga₂₇Co₆ проведено СМН вдоль [110]-направления, рисунок 1 а. СМН приводит к стабилизации варианта L1₀-мартенсита, который вызывает уменьшение размера образца вдоль <110>-

направлений и увеличение вдоль [001]-направления. Теоретический расчёт деформации превращения при растяжении вдоль [001]-направления с учётом образования сдвойникового варианта мартенсита $\varepsilon_{CVP} = 6,5\%$ и его последующего раздвойникового $\varepsilon_{detw} = 6,0\%$ равен $\varepsilon_{tr} = \varepsilon_{CVP} + \varepsilon_{detw} = 12,5\%$. Таким образом, вдоль [001]-направления можно получить максимальную обратимую деформацию ДЭПФ до 12,5%.

При проведении СМН кривая СЭ при $T = 373\text{ К}$ сопровождается двумя стадиями уменьшения и увеличения напряжения с ростом деформации. На первой стадии образуется сдвойниковый вариант мартенсита и $\varepsilon_{CVP} = 3,2\%$, а вторая стадия сопровождается деформацией до $\varepsilon = 6-7\%$ под нагрузкой $\sigma = 300\text{ МПа}$, где происходит полное раздвойнивание кристаллов $L1_0$ -мартенсита. Таким образом, подобран режим СМН: при $T = 373\text{ К}$, 1 час под нагрузкой $\sigma = 300\text{ МПа}$.

После СМН величина ДЭПФ вдоль [001]-направления в $(L2_1 + \gamma)$ -кристаллах составляет $\varepsilon = 4,3\%$, в В2-кристаллах – $7,0\%$, рисунок 1 б, в. Термический гистерезис ΔT в В2-кристаллах равен 57 К , а в $(L2_1 + \gamma)$ -кристаллах в 3 раза меньше, что свидетельствует о легком движении межфазных границ при $L2_1$ -14М МП, в отличие от В2-L1₀ МП.

При приложении внешних напряжений в $(L2_1 + \gamma)$ -кристаллах до $|\sigma| = 7,0\text{ МПа}$, а в В2-кристаллах до $|\sigma| = 8,5\text{ МПа}$ обратимая деформация становится равной 0. Это означает, что внешние сжимающие напряжения становятся сравнимы с внутренними напряжениями монокристалла. При увеличении напряжений обратимая деформация меняет знак на противоположный. Предполагается, что благодаря таким малым напряжениям $|\sigma| = 7,0-8,5\text{ МПа}$, необходимым для переориентации стабилизированного варианта мартенсита, можно реализовать в этих материалах магнитоиндуцируемую деформацию.

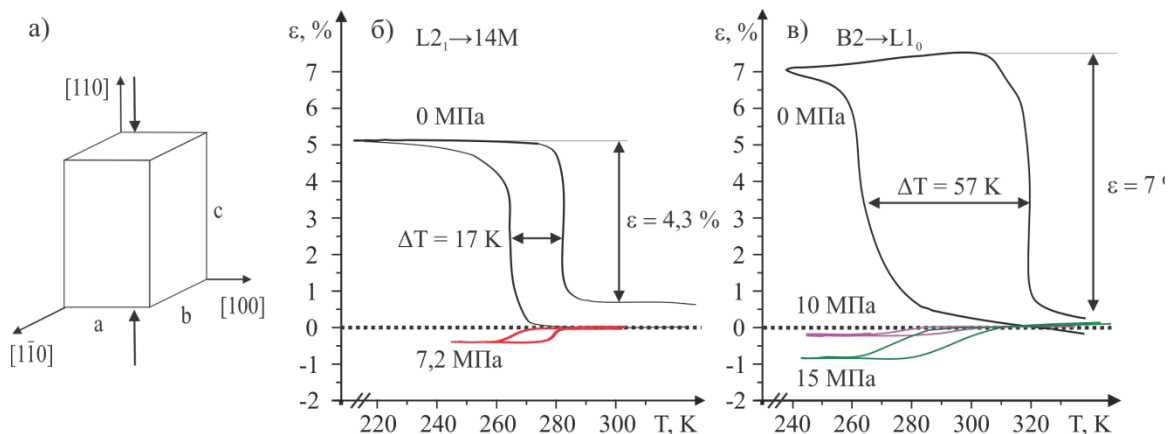


Рисунок 1 – а) схематическое изображение образца с указанием нормали к плоскостям огранки монокристаллов; б) кривые $\varepsilon(T)$ в $(L2_1 + \gamma)$ -кристаллах; в) кривые $\varepsilon(T)$ в В2-кристаллах

Таким образом, после проведения СМН в $(L2_1 + \gamma)$ -кристаллах ДЭПФ вдоль [001]-направления достигает $\varepsilon = 4,3\%$, а в В2-кристаллах – $7,0\%$. Показано, что противодействующие напряжения, необходимые для переориентации образовавшегося варианта мартенсита в $(L2_1 + \gamma)$ - и В2-кристаллах составил $|\sigma| = 7,0-8,5\text{ МПа}$, благодаря чему возможно наблюдение магнитоиндуцируемой деформации за счёт переориентации вариантов мартенсита в магнитном поле.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФ № 16-19-10250.

Список литературы

1. Sozinov A., Likhachev A. A., et al. Giant magnetic-field-induced strain in NiMnGa seven-layered martensitic phase // Appl. Phys. Lett. – 2002. – V. 80. – P. 1746–1748.

2. E. Panchenko, A. Eftifeeva, et al. Two-way shape memory effect and thermal cycling stability in $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$ single crystals by low-temperature martensite ageing // Scripta Materialia. – 2018. – V. 150. – P. 18–21.
3. Otsuka K. Mechanism of martensite aging effects and new aspects / K. Otsuka, X. Ren // Mater. Sci. Eng., A. – 2001. – V. 312. – P. 207–218.
4. Панченко Е. Ю., Тимофеева Е. Е. и др. Влияние термической обработки на закономерности термоупругих мартенситных превращений в ферромагнитных монокристаллах $\text{Ni}_{49}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}\text{Co}_6$ // Известия Вузов. Физика. – 2010. – № 11. – С. 96–98.

МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИФЕНИЛЕНСУЛЬФИДА, АРМИРОВАННЫХ РАЗЛИЧНЫМИ МИКРОВОЛОКНАМИ

ЛЕ ТХИ МИ ХИЕП¹, С. В. ПАНИН^{1,2}, Л. А. КОРНИЕНКО², В. О. АЛЕКСЕНКО^{1,2}, Л. Р. ИВАНОВА²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: myhiepru@gmail.com

Полифениленсульфид (ПФС) является перспективным высокотемпературным конструкционным термопластом, обладающим высокими показателями свойств теплостойкости, жесткости, ударопрочности, гидролизо-химической стойкости, технологичности, формостабильности, высокой адгезии к большому количеству материалов (стеклу, керамике, титану, бронзе, стали). Это определяет области его применения: машиностроение, авиационная и автомобильная, газовая и нефтяная промышленность, электротехника и т. п. Однако чистый ПФС обладает низкой износостойкостью и высоким коэффициентом трения (0,34), что ограничивает его применение в узлах трения.

Для повышения триботехнических свойств полимеров, как правило, используют различные типы наполнителей, в частности твердосмазочные микрочастицы (ПТФЭ, MoS_2 , графит), и нанонаполнители (углеродные нановолокна/нанотрубки, оксиды) [1-3]. Совместное введение твердосмазочных и армирующих наполнителей в полимерную матрицу позволяет комплексно повысить трибомеханические характеристики, расширяя тем самым номенклатуру и области применения полимерных композитов с заданными эксплуатационными свойствами в узлах трения машин и механизмов.

В настоящей работе с целью применения микроволокон в качестве одновременно армирующих и твердосмазочных наполнителей были исследованы механические и триботехнические характеристики композитов на основе ПФС, армированных различными микроволокнами (углеродными, стеклянными, базальтовыми) в условиях сухого трения скольжения.

Использовали порошок ПФС фирмы Ticona Fortron (0205B4) со средним размером частиц 20 мкм, углеродные, стеклянные и базальтовые волокна со средней длиной 200 мкм. Композиты на основе ПФС получали методом горячего прессования. Твердость по Шору Д определяли на приборе Instron 902 в соответствии с ASTM D 2240. Испытания на трехточечный изгиб проводили с помощью электромеханической испытательной машины Instron 5582 согласно ISO 178: 2010.

Испытание образцов на изнашивание в режиме сухого трения проводили по схеме «шар-на-диске» при нагрузке $P=10$ Н и скорости скольжения $V=0.3$ м/с на трибометре CSEM CH-2000 в соответствии с ASTM G99. Диаметр контртела, выполненного из стали ШХ15, составлял 6 мм. Путь испытания равен 3 км, радиус траектории вращения - 10 мм. Для исследования поверхностей испытанных образцов использовали оптический профилометр New View 6200 (Zygo). Надмолекулярную структуру композитов исследовали

с помощью растрового электронного микроскопа LEO EVO 50 (Carl Zeiss) при ускоряющем напряжении 20 кВ на поверхностях скола образцов с надрезом, механически разрушенных после выдержки в жидком азоте.

В таблице 1 приведены механические характеристики композитов на основе ПФС, наполненных 40 вес. % углеродными, стеклянными и базальтовыми волокнами. Из таблицы следует, что твердость по Шору Д сильно возрастает при введении углеродных волокон. Добавление других волокон (стеклянных и базальтовых) незначительно повышает твердость материалов. Модуль упругости при изгибе возрастает при добавлении микроволокон. При этом добавление углеродных волокон позволяет повысить модуль упругости в 3,5 раза по сравнению с чистым ПФС. Предел прочности также значительно повышается при добавлении УВ. Наполнение стеклянными и базальтовыми волокнами приводит к уменьшению предела прочности композитов. Деформация при разрыве существенно снижается при добавлении всех исследованных наполнителей.

Таблица 1 - Механические свойства композитов на основе ПФС, армированных различными микроволокнами

Материалы	Плотность г/см ³	Твердость по Шору Д	Предел прочности, МПа	Модуль упругости на изгибе, МПа	Деформация при разрыве, %
ПФС	1,33	79,5±0,5	97,8±1,6	3930±71	2,56±1,4
40% УВ	1,47	84,1±0,4	147,8±4,3	13478±894	0,99±0,1
40% СВ	1,74	80,0±0,7	69,8±2	6773±714	1,1±0,1
40% БУ	1,68	80,7±0,5	75,1±7,3	8121±522	1,04±0,07

Результаты трибоиспытаний показаны на рисунке 1. Видно, что добавление в ПФС 40 вес. % углеродных и базальтовых микроволокон позволяет повысить износостойкость композитов в 4 раза по сравнению с чистым полимером. При этом, наполнение стеклянными волокнами в количестве 40 вес. % приводит к снижению износостойкости композитов на основе ПФС (износостойкость в 2 раза ниже по сравнению с чистым ПФС).

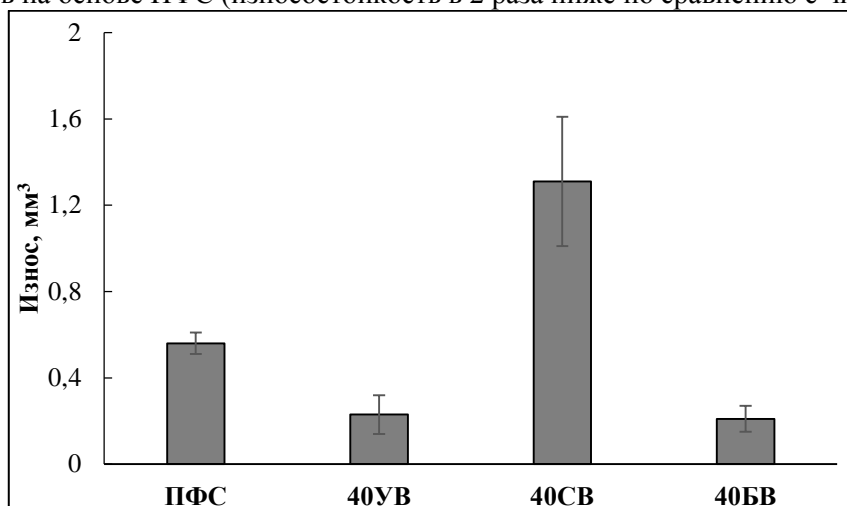


Рисунок 1 - Объемный износ ПФС и композитов на его основе с волокнами

Благодарности. Работа выполнена при поддержке проекта РФФИ 16-48-700192_p_a, а также гранта Президента РФ по государственной поддержке ведущих научных школ Российской Федерации НШ-5875.2018.8.

Список литературы

1. Laigui, W, Shengrong Yang, Weimin Liu and Qunji Xue. An investigation of the friction and wear behaviors of polyphenylene sulfide filled with solid lubricants. Polymer engineering and Science, Vol.40. No.8, (2000), pp.1825-1832.

2. M. H. Choa and S. Bahadura . A study of the thermal, dynamic mechanical, and tribological properties of polyphenylene sulfide composites reinforced with carbon nanofibers. Tribology Letters, Vol. 25, No. 3, (2006), pp. 237-245.
3. Díez-Pascual A M, Naffakh M, Marco C and Ellis G. Rheological and tribological properties of carbon nanotube/thermoplastic nanocomposites incorporating inorganic fullerene-like WS₂ nanoparticles. J Phys Chem B 2012; 116: 7959–7969.

БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ПРЕПАРАТЫ НА ОСНОВЕ КОЛЛОИДНЫХ РАСТВОРОВ СЕЛЕНА

М.А. ФЕДОТОВ, Л.В. КОВАЛЕНКО, Г.Э. ФОЛМАНИС

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

E-mail: mikle_fed@mail.ru

На основе неравновесных процессов разработаны технологии получения водных коллоидных систем не растворимых в воде химических элементов, в частности, селена.

Селен – микроэлемент с уникальными биологическими функциями, обладающий широким спектром действия на живые организмы. Он и его соединения включаются в состав ряда ферментов, принимающих участие в поддержании перекисного гомеостаза [1], играющих ключевую роль при формировании ответа организма к стрессовым факторам. Повышение биологической доступности и эффективности селенсодержащих препаратов нового поколения достигается за счет применения наноразмерных частиц селена. Литературные данные отечественных [2] и зарубежных исследователей [3] свидетельствуют о более низкой токсичности наноразмерного «нульвалентного» селена. Китайские исследователи доказали, что для наноразмерного селена средняя доза вещества, вызывающая гибель половины членов испытываемой группы мышей (ЛД₅₀) составляет 113,0 мг/кг, в то время как ЛД₅₀ селенита натрия – 15,7 мг/кг [3]. Таким образом, острая токсичность селена в наноразмерной форме в 7 раз ниже селенита натрия.

Целью данной работы является использование сильнонеравновесных процессов для разработки методов получения водного коллоидного раствора селена, пригодного для биологических исследований.

В качестве мишени в работе использовался элементарный селен марки. Средой распыления являлась бидистиллированная вода. Для приготовления коллоидных растворов селена применялся твердотельный лазер с длиной волны излучения 1064 нм, при длительности импульса 12 нс. Источниками ультразвука служили ультразвуковая ванна УЗВ-1,3 («Сапфир», Россия) с рабочей частотой 35 кГц и мощностью генератора 50 Вт, а также ультразвуковой гомогенизатор UP200S (Hielscher, Германия) с рабочей частотой 24 кГц и мощностью 200 Вт. Во втором случае использовался волновод диаметром 12 мм.

Лазерная абляция твердой мишени в жидкости – неравновесный процесс, включающий в себя локальный импульсный нагрев вещества на границе твердое тело-жидкость, образование зоны расплава материала мишени, парогазового облака продуктов абляции, их сублимацию и кристаллизацию. Этим процессом были получены водные коллоидные растворы с концентрацией селена ≈ 9 мг/л со среднечисловым размером частиц d_n около 110 нм. Раствор имеет рН = 4,92, ζ -потенциал -12,3 мВ. Коллоидный раствор окрашивается в красный цвет, что свидетельствует об образовании аморфного селена.

Ультразвуковая ванна позволяет удалить с поверхности тонкий слой материала порядка 1,5–2 мкм. Коллоидные растворы селена зависят от материала стенки сосуда, в которых они были получены [4]. Так, в кварцевом сосуде частицы имеют бимодальное распределение со среднечисловыми размерами d_n около 40 и 100 нм, а в стеклянном сосуде образуются частицы с $d_n \approx 200$ нм. Распределение частиц по размерам в стеклянном сосуде примерно соответствует распределению в системах, полученных в результате лазерной

абляции. В кварцевом сосуде $pH = 6,14$, ζ -потенциал равен $-14,5$ мВ, а в стеклянном сосуде $pH = 5,29$, ζ -потенциал равен $-1,97$ мВ. Растворы получали в течение 13 часов.

Коллоидный раствор селена при температуре приготовления $40^\circ C$ окрашивается в серый цвет, что свидетельствует о присутствии частиц селена с поликристаллической структурой.

Ультразвуковое диспергирование (УД) с использованием ультразвукового гомогенизатора также позволило получить водные коллоидные растворы селена.

Распределение частиц селена после облучения ультразвуком в течение 30, 45 и 60 минут приведено на рис. 3.

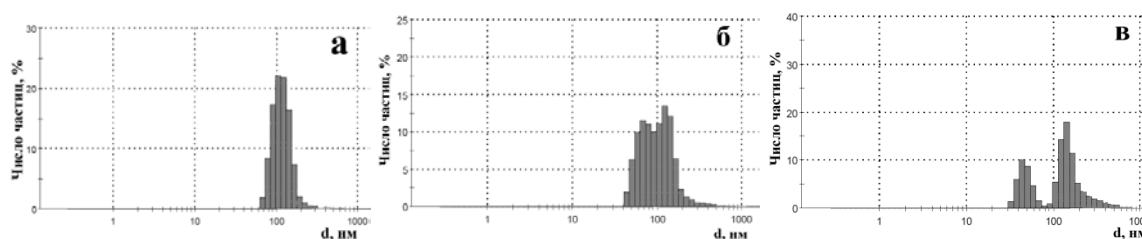


Рисунок 1 - Распределение числа частиц селена по размеру после 30 мин (а), 45 мин (б) и 60 мин (в) облучения

Первоначально возникает значительное количество частиц со средним размером ≈ 100 нм (рис. 1а). В процессе облучения коллоидного раствора частицы разрушаются. Количество частиц со средним размером ниже 100 нм увеличивается (рис. 1б). Затем появляется отдельный пик со среднечисловым размером ≈ 35 нм (рис. 1в).

Раствор имеет следующие показатели: концентрация $9,8$ мг/л, электрокинетический потенциал равен $-26,3$ мВ, pH составляет $6,47$. В процессе обработки ультразвуковым гомогенизатором раствор окрашивается в красный цвет.

Полученный лазерной абляцией красный водный коллоидный раствор селена после выдержки в течение месяца был использован для обработки семян огородных и цветочных культур. Установлено, что он обладает ростостимулирующим действием. Корма для цыплят-бройлеров также включали коллоидный селен. Растворы селена добавлялись в корм в вариантах концентрации наноразмерного селена: $0,001$ мг/л, $0,01$ мг/л и 1 мг/л. Результаты исследований показали, что оптимальная концентрация раствора наноразмерного селена составляет $0,01$ мг/л [5]. Эта концентрация соответствует содержанию селена в корме равном $0,016$ мг/т. Установленная норма ввода селена в наноразмерной форме для цыплят существенно ниже традиционной нормы для солей селена – 200 мг/т. Селен также находит широкое применение в космецевтических средствах. Установлено отсутствие токсичности субстанции наноселена в концентрациях менее $0,14$ мг/л [6].

Ультразвуковой метод диспергирования с использованием волновода более предпочтителен для приготовления коллоидных растворов селена для биологических исследований по причине более высокой концентрации и устойчивости при значениях pH близких к нейтральным.

Работа выполнялась по государственному заданию № 007-00129-18-00.

Список литературы

1. Голубкина Н.А., Папазян Т.Т. Селен в питании. Растения, животные, человек. М.: Печатный город, 2006. – 254 с.
2. Карпова Е.А., Демиденко О.К., Ильина О.П. К вопросу о токсичности препаратов на основе наноселена // Вестник КрасГАУ. – 2014. – № 4. – С. 207–210.
3. Zhang J., Wang X, Xu T. Elemental selenium at Nano Size (Nano-Se) as a potential chemopreventive Agent with reduced risk of selenium toxicity: comparison with Se-Methelselenocysteine in mice // Toxicological sciences. – 2008. – № 101 (1). – P. 22–30.

4. Фолманис Г.Э., Федотов М.А., Коваленко Л.В., Ролдугин В.И., Тананаев И.Г. Влияние стенки сосуда на диспергирование селена в ультразвуковой ванне // Физика и химия обработки материалов. – 2018. – № 1. – С. 88–92.
5. I.N. Nikonov, J.G. Folmanis, L.V. Kovalenko, G.Y. Laptev, G.E. Folmanis, I.A. Egorov, V.I. Fisinin, I.G. Tananaev. Biological Activity of Nanoscale Colloidal Selenium. Doklady Biochemistry and Biophysics, 2012, V. 447, pp. 297–299.
6. Геляхов И.М., Компанцев Д.В., Привалов И.М., Степанова Э.Ф. Создание и исследование космецевтического средства с биологически активными композициями наноселена [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://science-education.ru/ru/article/view?id=26892>.

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОПЛОТНОЙ КЕРАМИКИ И ОЦЕНКА ЕЕ ФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК

А.В. ФЕЛОФЬЯНОВА, ЗЫКОВА Е.Д., КАРПОВИЧ З.А., КВАШНИН В.И.

Новосибирский государственный технический университет

Anna.Felofyanova@mail.ru

Керамический композит, матричным материалом в котором является оксид алюминия, а упрочняющей добавкой – диоксид циркония, обладает уникальными механическими характеристиками. Сочетание этих компонентов значительно повышает трещиностойкость и прочность материала, благодаря эффекту трансформационного упрочнения, который реализуется в данной системе. Эти особенности позволяют использовать материал системы $Al_2O_3-ZrO_2$ в качестве конструкционного. Благодаря биоинертности керамических материалов исследуемый композит также нашел широкое применение в медицине [1, 2].

Несмотря на уникальные особенности конкретной композиционной системы. любой керамический материал очень чувствителен к дефектам структуры, которые значительно понижают его прочностные характеристики. В связи с этим получение высокопрочной плотной бездефектной технической керамики является актуальной задачей.

Плотность и прочность спеченного изделия на прямую зависит от плотности и дефектности компактов. Основными дефектами спеченного материала являются поры, но в зависимости от технологии изготовления изменяется их форма и количество. Технология прессования гранулированного порошка с последующим спеканием зарекомендовала себя при производстве плотных, прочных изделий простой геометрической формы. Главными дефектами, получаемыми в результате ее реализации, являются остроконечные поры в виде тройных стыков гранул. Грамотно подобранное технологическое связующее и режим прессования помогают устранить этот дефект, что благоприятно сказывается на механических характеристиках спеченного материала [3]. Целью данного исследования является получение керамических компактов с высокой плотностью путем использования смеси ПЭГ-20000 и ПВС в качестве технологического связующего.

В качестве исходных материалов использовали Al_2O_3 (Almatis CT3000 SG) чистотой 99,9 %. В качестве легирующей добавки использовали ZrO_2 (PSZ-5,5YS, Stanford Materials) чистотой 99,9 %. Экспериментальные образцы были подготовлены по технологии осевого прессования предварительно гранулированного керамического порошка. Для деагломерации исходных компонентов на первом этапе изготовления производили диспергирование [4]. Диспергирование Al_2O_3 осуществляли в бисерной мельнице в течение 30 мин. Диспергирование ZrO_2 производили в шаровой мельнице в течение 24 часов. Смешивание водных суспензий осуществляли в шаровой мельнице. В качестве деагломерирующей добавки использовали дефлокулянт Dolapix CE 64. Гранулирование проводили на распылительном сушиле Mobile Minnor. Перед этапом гранулирования в

суспензию вводили органические добавки: ПЭГ с молекулярной массой 20000 и гидролизованный ПВХ марки 16/1. Количество органических добавок составляло 1,2 % по массе керамического порошка, их процентное соотношение представлено в таблице 1. В качестве метода формования использовали осевое прессование. Плотность композиционного материала была рассчитана исходя из теоретических плотностей каждого из компонентов, и для материала составом 80 % Al_2O_3 и 20 % ZrO_2 составила $4,31 \text{ г/см}^3$. Плотность компактов определяли геометрическим методом. Фрактографические исследования проводили при помощи растрового электронного микроскопа CarlZeiss EVO 50.

В ходе исследований были подготовлены 3 серии экспериментальных образцов, с различным соотношением органических добавок. Давление осевого прессования для этих серий составляло 100 МПа. Плотность компактов представлена в таблице 1. Из результатов видно, что увеличение количества ПВХ способствует повышению плотности компактов. При малом содержании ПЭГ 20000 данная органическая добавка выступает в качестве пластификатора для поливинилового спирта. В то время как увеличение количества ПЭГ 20000, который также может использоваться в качестве самостоятельного связующего благодаря своей высокой молекулярной массе, приводит к ужесточению гранул.

Таблица 1 - Характеристики компактов

№	Органические добавки	Плотность компакта, г/см^3	Плотность компакта, % от теор
1	75 % ПЭГ 20000 + 25 % ПВХ	$2,25 \pm 0,05$	52 ± 1
2	50 % ПЭГ 20000 + 50 % ПВХ	$2,30 \pm 0,05$	53 ± 1
3	25 % ПЭГ 20000 + 75 % ПВХ	$2,35 \pm 0,05$	54 ± 1

В результате фрактографических исследований было выявлено, что образцы 1 серии имеют ярко выраженные границы гранул, как видно из рисунка 1а. Для устранения этого дефекта было произведено прессование при более высоком давлении в 150 МПа. В результате проведенных фрактографических исследований, представленных на рисунке 1б, был обнаружен дефект в виде магистральной трещины по телу компакта – «перепрессовка» [5]. Данный дефект значительно снижает прочностные характеристики изделия и снижает его плотность.

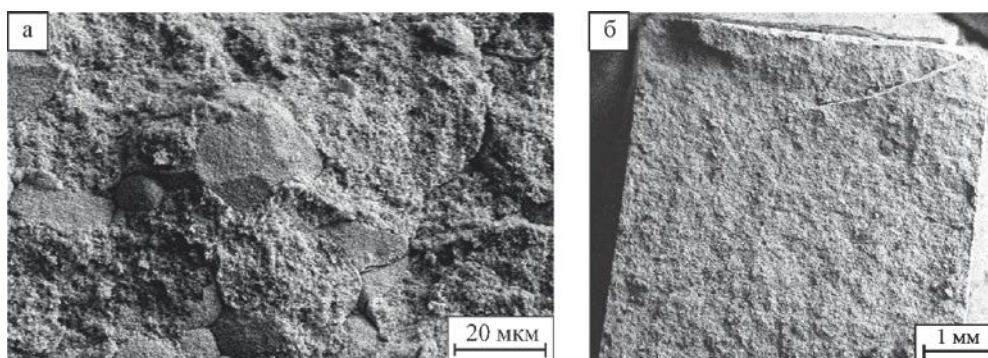


Рисунок 1 – Фрактографические исследования: а – излом компакта 1 серии спрессованного при давлении 100 МПа, б – излом компакта 1 серии, спрессованного при давлении 150 МПа

В результате проведенных исследований было установлено, что давление прессования 150 МПа является избыточным для системы ПВХ/ПЭГ 20000 и приводит к образованию магистральной трещины в теле компакта. Самое высокое значение плотности компактов 54 % было получено для образцов 3 серии, в которых в качестве связующего выступал ПВХ, а в качестве пластифицирующей добавки ПЭГ 20000.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-01239\18. Исследования выполнены в ЦКП ССМ НГТУ.

Список литературы

1. Carter C. Barry, Norton M. Grant. Ceramic materials: science and engineering. – Luxembourg:Springer, 2007. – 716 с.
2. Hannink R.H.J., Kelly P.M., Muddle B.C. Transformation toughening in Zirconiacontaining ceramics // Journal of the American Ceramic Society. – 2000. – Vol. 83. – № 3. – P. 461–487.
3. Taktak R., Baklouti S., Bouaziz J. Effect of binders on microstructural and mechanical properties of sintered alumina //Materials characterization. – 2011. – Т. 62. – №. 9. – С.912 – 916.
4. Веселов С. В., Стукачева Н.С., Кузьмин Р.И. и др. Структура и механические свойства керамических материалов системы Al_2O_3 - ZrO_2 //Научный вестник Новосибирского государственного технического университета. – 2016. – №. 4. – С. 207-217.
5. Ануфриенко Д.А., Тимаревский Р.С., Черкасова Н.Ю. Влияние параметров формования пресс-порошка на структуру и свойства спеченной керамики// Современное материаловедение: материалы и технологии новых поколений. – 2015. – № 3. – С. 208-211.

ПРОСТОЙ И НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ МЕТОД ПОЛУЧЕНИЯ НАНОЧАСТИЦ ОКСИДОВ CU, CO, FE, NI ПУТЕМ ТЕРМИЧЕСКОГО РАЗЛОЖЕНИЯ ИХ ОКСАЛАТОВ

О. А. ХАРСКАЯ, А. П. ИЛЬИН

Томский политехнический университет

E-mail: harskaya.olya@yandex.ru

Перспективными материалами для газовых сенсоров являются нанокompозиты, включающие несколько оксидов. Имеются данные о том, что системы на основе SnO_2 - Fe_2O_3 обладают высокой чувствительностью к этанолу [1], а нанокompозиты In_2O_3 - Ga_2O_3 - Fe_2O_3 позволяют детектировать даже низкие концентрации NO_2 (2 ppm и менее) [2]. Порошки оксидов меди и никеля, применяют в качестве сорбентов гетероатомных соединений из нефти.

Повышение активности порошков связано с уменьшением диаметра их частиц, но при переходе к нанопорошкам в них возрастает доля гидроксидов, карбонатов и сорбированных газов (в сумме до 10 мас. %), поэтому предлагается способ получения микронных порошков с диаметром частиц в диапазоне 1-5 нм, которые имеют высокую активность при небольшом содержании примесей.

В данной работе представлены результаты получения микронных порошков оксидов металлов (Cu, Co, Ni, Fe) термическим разложением их оксалатов при нагревании до 500 °С. Термическое разложение оксалатов проводили в кварцевой трубке с внешним нагревателем, в процессе нагрева непрерывно подавался воздух. Оксалаты синтезировали путем проведения обменной реакции из растворов сульфатов соответствующих металлов (MSO_4 , где M=Cu, Co, Ni, Fe) и оксалата аммония ($(NH_4)_2C_2O_4$). Осаждение проводили в избытке MSO_4 . В ходе реакции растворы обрабатывались ультразвуком (УЗ). В работе [3] было установлено, что применение УЗ обработки растворов для получения оксалатов металлов позволяет получить кристаллы меньшего размера. Оксалаты металлов как труднорастворимые вещества отфильтровывали, промывали дистиллированной водой и высушивали при комнатной температуре.

Идентификацию оксалатов металлов и полученных при их разложении оксидов проводили с использованием рентгенофазового анализа путем сравнения экспериментальных данных с данными картотеки PDF. Рентгенофазовый анализ проводили с помощью дифрактометра «Дифрей-401», излучение с длиной волны 1,93604. Время съемки – 300 с. Оценку размеров частиц порошков проводили с применением растрового электронного микроскопа Jeol-840 и приставки для микроанализа Link.

Согласно данным рентгенофазового анализа оксалаты представляют собой кристаллические вещества – кристаллогидраты. На рисунке 1 представлены штрих рентгенограммы полученных оксалатов и данные картотеки PDF.

Оксалат железа $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – желтые кристаллы, $T_{\text{разл}} = 378^\circ\text{C}$. Продуктом термического разложения оксалата железа на воздухе является оксид железа (III) (рис. 1*а, б*), что подтверждается путем сравнения экспериментально полученных данных с данными картотеки PDF ($d = 2,711; 2,550; 1,702$ нм). Fe_2O_3 представляет собой красные кристаллы, размер которых 1 нм.

Оксалат никеля $\text{NiC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – зелено-голубые кристаллы, $T_{\text{разл}} = 369^\circ\text{C}$. Термическое разложение оксалата никеля в атмосфере воздуха приводит к образованию оксида никеля (II) в качестве продукта реакции (рис. 2*а, б*), о чем свидетельствует рентгенограмма образца ($d = 2,132; 2,447; 1,476$ нм). NiO представляет собой серо-зеленые кристаллы размером 3 нм.

Оксалат кобальта $\text{CoC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – розовые кристаллы, $T_{\text{разл}} = 369^\circ\text{C}$. В результате термического разложения оксалата кобальта на воздухе образуется оксид кобальта (II,III), о чем свидетельствует совпадения рефлексов, соответствующих экспериментальным и табличным данным ($d = 2,466; 1,430; 2,852$ нм) (рис. 3*а, б*). Co_3O_4 представляет собой черные кристаллы, с размером зерна 5 нм.

Оксалат меди $\text{CuC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ – светло-голубые кристаллы, $T_{\text{разл}} = 276^\circ\text{C}$. Продуктом термического разложения оксалата меди на воздухе является оксид меди (II) (рис. 4*а, б*), о чем свидетельствуют данные рентгенофазового анализа ($d = 2,527; 2,323; 2,310$ нм). CuO представляет собой черные кристаллы размером 5 нм.

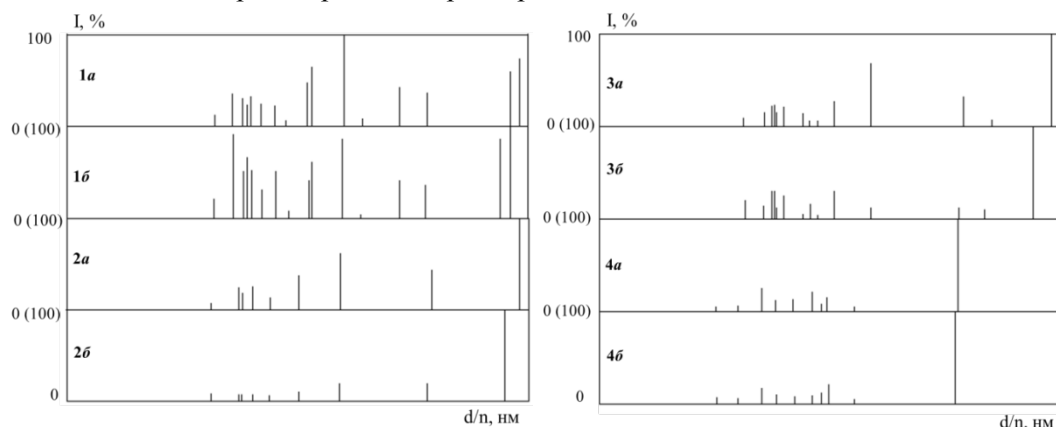


Рисунок 1 – Штрих рентгенограммы полученных оксалатов: 1*а*) $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (эксп); 1*б*) $\text{FeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (табл); 2*а*) $\text{NiC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (эксп); 2*б*) $\text{NiC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (табл); 3*а*) $\text{CoC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (эксп); 3*б*) $\text{CoC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (табл); 4*а*) $\text{CuC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (эксп); 4*б*) $\text{CuC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (табл)

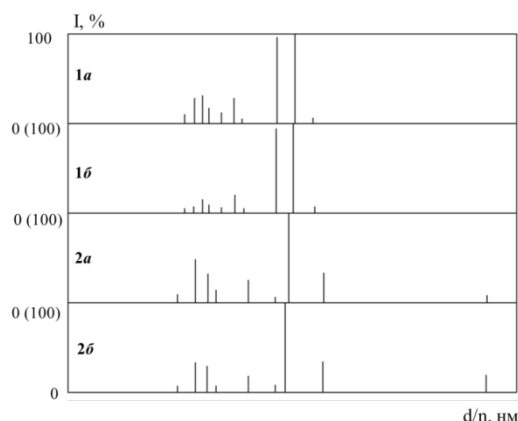


Рисунок 2 – 1а) Fe_2O_3 (эксп); 1б) Fe_2O_3 (табл); 2а) NiO (эксп); 2б) NiO (табл)

Термическое разложение оксалатов металлов в атмосфере воздуха приводит к образованию оксидов соответствующих металлов с диаметром частиц в диапазоне 1-5 нм.

Оксиды меди, кобальта, никеля и железа при нагревании легко восстанавливаются метаном и природным газом, поэтому изучаемые оксиды являются перспективными материалами для создания катализаторов дегидрирования углеводородов, сорбентов и сенсоров.

Список литературы

1. Ивановская М. И. Структура и газочувствительные свойства нанокompозита $\text{SnO}_2\text{-Fe}_2\text{O}_3$ // Перспективные материалы – 2004. – №3. – С. 234 – 241.
2. Гайдук Ю. С. Влияние добавки Fe_2O_3 на газочувствительные свойства оксидной композиции $\text{In}_2\text{O}_3\text{-Ga}_2\text{O}_3$ // Химическая технология – 2007. – №5. – С. 121-125.
3. Пивоваров Д. А. Влияние ультразвуковой обработки оксалатов меди, никеля и кобальта на их структуру и термическую устойчивость // Фундаментальные исследования – 2013. – №1. – С. 731 – 735.

ВЛИЯНИЕ ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИИ СТЕКЛОВОЛОКОН ОБРАБОТКОЙ СИЛАНСОДЕРЖАЩИМ МОДИФИКАТОРОМ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТОВ СВЕРХВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНОГО ПОЛИЭТИЛЕНА

С.В. ПАНИН^{1,2}, ХУАН ЦИТАО¹, Л.А. КОРНИЕНКО², В.О. АЛЕКСЕНКО^{1,2}, Л.Р. ИВАНОВА²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: svp@ispms.tsc.ru

Сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) обладает повышенными характеристиками ряда механических и функциональных свойств, в частности высоким сопротивлением изнашиванию, низким коэффициентом трения, устойчивостью к воздействию кислот и щелочей, ультрафиолетового и гамма-излучения и микроорганизмов [1]. Поэтому СВМПЭ широко применяется в машиностроении и медицине. Однако широкое промышленное внедрение СВМПЭ сдерживается его низкими механическими характеристиками. [2] Одним из путей решения указанной проблемы является введение волокнистых наполнителей различного класса.

Стекловолокно обладает высокой прочностью и жесткостью, хорошей теплопроводностью и широко используется в качестве наполнителя для полимерных

композиционных материалов, прежде всего для повышения механических свойств [3]. Однако в случае СВМПЭ неполярность матрицы (плохая совместимость стекловолокон и термопластичной матрицы) обуславливают низкую межфазную адгезию [4]. Обработка стекловолокон с помощью силансодержащего модификатора способна улучшать совместимость и адгезию между ними, приводя к повышению механических и триботехических свойства СВМПЭ-композитов [5].

В работе использовали порошки СВМПЭ фирмы Ticona (GUR-2122) молекулярной массой 4,0 млн, рубленые стекловолокна (PCB) длиной 2 миллиметра, силансодержащий модификатор (KH550) 3-аминопропилтриэтоксисилан (химическая форма $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$). Для удаления замасливателя с поверхности стекловолокон проводили их отжиг на воздухе при температуре 300 °С.

Для модифицирования поверхности наполнителей использовали силансодержащий реагент KH550 (ООО Дунгуань, ДинХай пластик-химическая технологическая компания, Китай). Функционализацию наполнителя осуществляли их обработкой в водно-этанольных ($pH = 4,5 \dots 5,5$) растворах модификатора KH550 при комнатной температуре при непрерывном перемешивании в течение 5 мин. Содержание реагента KH550 составляло 1 % от массы наполнителя (0,1 вес.% от общей массы). Затем суспензию, содержащую отожжённые стекловолокна, высушивали в тепловом шкафу при температуре 100 °С.

Объемные образцы композитов получали горячим прессованием на прессе МС-500 в пресс-форме, обогреваемой кольцевой разъемной печью с цифровым управлением, при давлении 10 МПа и температуре 200° С со скоростью последующего охлаждения 3-4°С/мин.

Износостойкость образцов в режиме сухого трения определяли по схеме «вал-колотка» при нагрузках на образец размером $15,8 \times 6,4 \times 10,0 \text{ мм}^3$ $P=60$ и 140 Н и скоростях скольжения $V=0,3$ и 0,5 м/с на машине трения 2070 CMT-1 (ASTM G99/DIN 50324). Диаметр контртела из стали ШХ15, составлял 35 мм. Величину износа определяли по глубине дорожки трения с помощью контактного профилометра Alpha-Step IQ (KLA-Tencor). Коэффициент трения определяли по трибометре CSEM CH 2000 (по схеме «шар-по-диску»). ИК-спектры получали на спектрометре Nicolet 5700. Структурные исследования проводили на растровом электронном микроскопе LEO EVO 50 при ускоряющем напряжении 20 кВ по поверхностям скола, полученным механическим разрушением образцов с надрезом, предварительно выдержанных в жидком азоте.

Измерение механических свойств полученных образцов, рисунок 1, таблица 1, показало, что модуль Юнга СВМПЭ с функционализированным стекловолокном повышается на 53 % по сравнению с композитом, армированным необработанным PCB. Также повышается предел текучести на 67 %. Величина объёмного износа, таблица 2, композита с 10 % функционализированных PCB уменьшается на 42% (по сравнению с введением исходного волокна), хотя коэффициент трения при этом увеличивается.

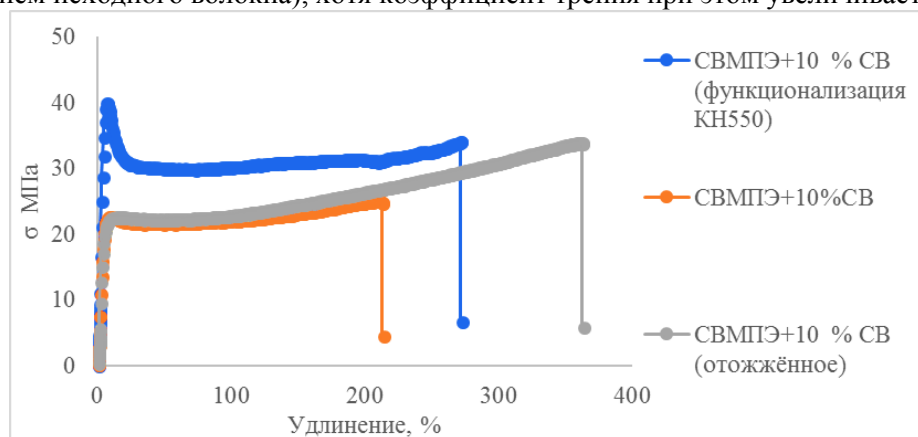


Рисунок 1 - Диаграммы растяжения композитов СВМПЭ + 10 вес.% стекловолокон

Таблица 1- Механический свойства композита «СВМПЭ+10 вес. % стекловолокон»

Содержание наполнителя, вес. %	Твердость по Шору <i>D</i>	Модуль Е, МПа	Предел текуч. $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочн. σ_B , МПа	Удлинение ϵ , %
СВМПЭ+10 % СВ	58.0±0,5	957±82	23,7±1,5	24,9±1,3	198±23
СВМПЭ+10 % СВ (отожженое)	58.8±0,5	1038±17	22,8±1,2	34,2±0,6	363±22
СВМПЭ+10 % СВ (функционализация КН550)	61,4±0,5	1463±95	40±3	33.9±3,7	263±32

Таблица 2- Триботехнические свойства композитов «СВМПЭ+10 вес. %стекловолокон»

№	композит	Коэффициент трения	Объёмный износ, мм ³
0	СВМПЭ	0,1	0,137
1	СВМПЭ+10 % СВ	0.057	0.101
2	СВМПЭ+10 % СВ (отожжѐнное)	0.066	0.121
3	СВМПЭ+10 % СВ (функционализация КН550)	0.079	0.071

Таким образом, показано, что использованный способ функционализации стекловолокон улучшает адгезию к матрице СВМПЭ. Это позволяет повышать как механические свойства, так и износостойкости полимерных композитов, армированных рубленными стекловолокнами.

Список литературы

1. D.I. Chukov, A.A. Stepashkin, M.V. Gorshenkov, V.V. Tcherdyntsev and S.D. Kaloshkin, Surface modification of carbon fibers and its effect on the fiber–matrix interaction of UHMWPE based composites, *Journal of Alloys & Compounds*, 586, S459 (2014).
2. https://ru.wikipedia.org/wiki/Сверхвысокомолекулярный_полиэтилен_высокой_плотности.
3. Mimaroglu A, Unal H, Arda T. Friction and wear performance of pure and glass fibre reinforced polyether-imide on polymer and steel counterface materials [J]. *Wear*, 2007, 262(11-12): 1 407-1 413.
4. Rowcna C, Marcella R, Marco N, *et al.* Friction, lubrication, and polymer transfer between UHMWPE and CoCrMo hip-implant materials: A fluorescence microscopy study [J]. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 2009, 89A(4): 1 011- 1 018.
5. Park S J, Jin J S. Effect of silane coupling agent on interphase and performance of glass filers/unsaturated polyester composites [J]. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2001, 242 (1): 174-179.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПРИРОДНЫХ ПОЛИМЕРОВ НА ПРИМЕРЕ СОСНЫ СИБИРСКОЙ КЕДРОВОЙ

ЦУЙ ЦЗЯН¹, Р.С. ЛАПТЕВ², Ю.С. БОРДУЛЕВ²

¹Томский политехнический университет, ²Школа базовой инженерной подготовки
E-mail: ttsyuan@mail.ru

Введение. Растения подвержены действию многих факторов. В различной степени на них влияют температура окружающей среды, дефицит влаги, повышенное содержание в атмосфере CO₂, присутствие в почве тяжелых металлов. Известно, что стресс у деревьев вызывает изменение дозы УФ радиации, дошедшей до поверхности земли и повышение концентрации токсичного тропосферного озона, особенно в промышленной зоне. Все это приводит к изменениям годичного прироста деревьев [1,2].

Позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС) является современным методом изучения структуры вещества [3,4].

Первая задача – оценить насколько возможно применение этого метода к сложному многокомпонентному по своей структуре объекту, каковы требования к форме образцов для исследования и дискретность датировки характеристик образцов.

Дальнейшие цели: выявить и датировать изменения древесины клеточных стенок в растущем дереве для твердотельной, жидкой и газовой составляющих древесины.

Материал и методы исследования. Спектрометр был реализован на основе быстро-быстрой схемы. В качестве детекторов использовались сцинтилляционные детекторы Hamamatsu H3378-50 на основе кристаллов BaF₂ цилиндрической формы, диаметром 30мм и толщиной 25 мм. Питание детекторов осуществлялось с помощью высоковольтного источника питания (ВИП, NHQ 203M). Спектрометрический комплекс включает в себя два дифференциальных дискриминатора постоянной составляющей (ДПС, FAST ComTech 7029A), блок наносекундной задержки (БНЗ, Canberra 2058), времяцифровой преобразователь (ВЦП, FAST ComTech 7072T), многопараметровый многоканальный анализатор (МПА 4) и персональный компьютер с программным обеспечением для набора спектров (ПК). Схема спектрометрического комплекса представлена на рисунке 1.

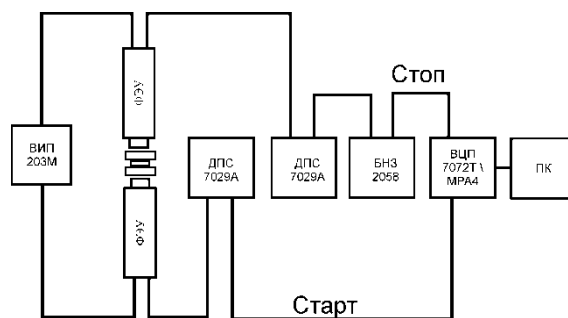


Рисунок 1 - Схема спектрометрического комплекса

Регистрация ядерного γ -кванта, с энергией 1,157 МэВ, является сигналом «старт», а регистрация аннигиляционного кванта, с энергией близкой к 0,511 кэВ, является сигналом «стоп». Время между двумя этими сигналами и является временем жизни позитрона в веществе. Импульсы с детекторов поступают на дифференциальные дискриминаторы, где осуществляется амплитудная селекция и привязка к временному фронту. Аналоговый сигнал с анода детектора «стоп» поступает на ДПС. Пороги дискриминации на нем установлены так, чтобы захватить область только аннигиляционного пика. Аналогично с сигналами «стоп». Пороги установлены таким образом, чтобы провести селекцию импульсов, соответствующих ядерным γ -квантам [5].

Результаты исследований. В процессе анализа полученных данных было выделено 3 компоненты: 1 короткоживущая и 2 долгоживущие $\tau_1=373,4\pm 0,2$ пс, $\tau_2=1494,3\pm 4,1$ пс, $\tau_3=2757,5\pm 23,8$ пс. Первую компоненту, с относительной интенсивностью $\sim 80\%$, можно однозначно связать с аннигиляцией позитронов в твердом теле (целлюлоза, лигнин и т.д.). Компонента τ_2 , в соответствии с известными литературными данными ассоциируется с орто-позитронием в жидкостях (H_2O , смолы и т.д.), заполняющими внутри- и межклеточные пространства древесины. Третья компонента разложения ассоциируется с аннигиляцией орто-позитрония в газах (CO_2 , N_2 , O_2 и т.д.), также в внутри- и межклеточных пространствах древесины. На рисунке 2 представлены интенсивности разных компонент разложения в зависимости от слоя. Компонента τ_1 , с интенсивностью 80% , вносит основной вклад, поэтому характер зависимости среднего времени жизни τ_{avg} от слоя совпадает с характером зависимости τ_1 . Уменьшение среднего времени жизни может свидетельствовать об увеличении плотности при приближении к более «старым» годовым кольцам.

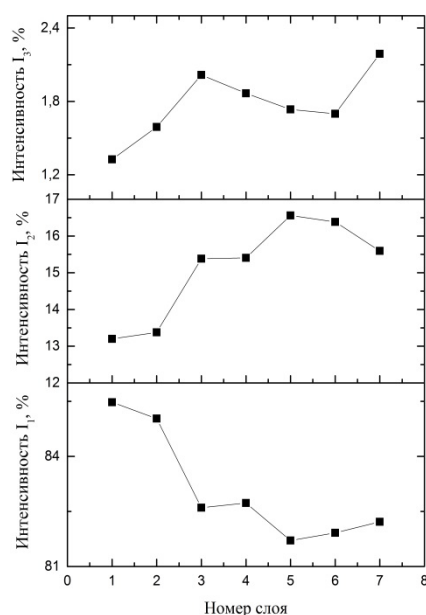


Рисунок 2 – Изменение интенсивности компонент τ_1 , τ_2 и τ_3 в зависимости от слоя

Заключение. Таким образом, ПАС является перспективным методом неразрушающего контроля структуры материалов, применяющимся в разных отраслях науки и техники.

Список литературы

1. Биоиндикация стратосферного озона // Под общей ред. В. В. Зуева; Рос. акад. наук, Сиб. отд., Институт оптики атмосферы [и др.]. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2006. – 228 с.
2. Кашулин П.А., Калачева Н.В., Артемкина Н.А., Черноус С.А. // Фотохимические процессы в растениях на Севере и окружающая среда. Вестник МГТУ, Т. 12, №1, 2009. С. 137–142.
3. Гольданский В.И. Физическая химия позитрона и позитрония. М.: Наука, 1968.
4. Графутин В.И., Прокопьев Е.П. Применение позитронной аннигиляционной спектроскопии для изучения строения вещества. Успехи физических наук, 2002, т.172, с.67– 83.
5. Лаптев Р. С. Разработка метода аннигиляции позитронов для контроля дефектной структуры в системах металл-водород: диссертация на соискание ученой степени канд. тех. наук – Томск: 2014. – 129 с.

ПРОБЛЕМЫ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СИНТЕЗА КОМПОЗИТА, СОДЕРЖАЩЕГО НИТРИД ГАЛЛИЯ

Д.Н. ЧЕРЕПАНОВА, А.П. ИЛЬИН

Томский политехнический университет

E-mail: dnc2@tpu.ru

Многие направления микроэлектроники основаны на уникальных свойствах нитрида галлия, в частности, с помощью светодиодов на его основе можно получить преобразование электрической энергии в световую с КПД до 45% [1]. В то же время, получение нитрида галлия является сложной технической проблемой, поэтому необходим поиск наиболее простых и эффективных способов получения последнего.

Нитрид галлия является полупроводником, ширина запрещенной зоны составляет от 3,25 до 3,60 эВ [2]. На порошок нитрида галлия при комнатной температуре не действуют серная и азотная кислоты, щелочи, на воздухе нитрид галлия начинает окисляться до оксида галлия при температуре 800 °С. Температура разложения нитрида галлия составляет примерно 850 °С.

Целью работы является поиск наиболее доступного метода синтеза нитрида галлия.

В настоящее время известны следующие способы получения нитрида галлия. 1) нагревание $Ga_{(м)}$ в токе NH_3 при температуре 1200°С; 2) разложение $(NH_4)_3GaF_6$ ($GaCl \cdot NH_3$) в токе NH_3 при температуре 900 °С; 3) азотирование галлия. Трудность последнего способа заключается в том, что легкоплавкий галлий образует зеркало расплава, что вызывает сокращение реакционной поверхности и уменьшение скорости реакции. Во избежание этого используются разрыхлители ($(NH_2)_2CO_3$ и др.), которые, разлагаясь, выделяют газы, перемешивающие $Ga_{(ж)}$ и облегчающие тем самым доступ агента азота; 4) восстановление оксида галлия с азотированием: $Ga_2O_3 + 2NH_3 = 2GaN + 3H_2O$ (1100 -1200°С) [3].

Известен способ синтеза нитрида галлия сжиганием смеси порошкообразного оксида галлия с нанопорошком алюминия в атмосфере воздуха[4]. Оксид галлия сначала механически смешивают с нанопорошком алюминия, после чего инициируют горение свободнонасыпанной смеси порошков. Данная смесь сгорает в самоподдерживающемся режиме в воздухе с образованием целевого продукта – нитрида галлия. Затем проводят его выделение путем химической обработки в растворах серной или соляной кислот.

Преимуществами данного способа являются: проведение синтеза при атмосферном давлении, использование азота воздуха и осуществление синтеза за счет тепловой энергии химических реакций при горении смесей нанопорошка алюминия с оксидом галлия.

Недостатками способа являются: низкий выход нитрида галлия, использование пористых структур, которые служат балластом в производстве изделий.

Для приготовления смеси металлического галлия с нанопорошком алюминия, полученным в условиях электрического взрыва алюминиевого проводника в аргоне, смесь подогревали до 30-35°С и перемешивали механически. В экспериментах использовали смесь со следующим массовым соотношением компонентов галлий - алюминий: 2:4, 3:3, 4:2, 5:1. Сжигание свободнонасыпанной смеси порошков проводили в боксе на стальной подложке в условиях свободного доступа воздуха. Процесс горения для образцов с массовым соотношением Ga – Al 2:4, 3:3 проходил в одну стадию, для образцов с массовым соотношением Ga – Al 4:2 – в две стадии, горение образца с массовым соотношением Ga – Al 5:1 протекало слабо, преимущественно точно. РФА продуктов сгорания изучаемых смесей показал, что в условиях горения в воздухе нитрид галлия не образуется, то есть эксперименты, представленные в [4] не удалось воспроизвести. Возможно, что нитрид галлия образуется в качестве промежуточного продукта при горении в воздухе, но при высокой температуре в волне горения он разлагается (нестабилен термически). Согласно термограмме, рисунок 1, при нагревании до 470 °С масса образца уменьшалась, что вероятно связано с неразложившимися веществами, которые образуются при получении Ga_2O_3 .

При 504 °С наблюдалось увеличение веса смеси порошков с относительно высокой скоростью с последующим замедлением при 650 °С. После быстрой стадии окисления (504 °С - 650 °С) наблюдалась вторая стадия окисления с меньшей скоростью. Таким образом, процесс окисления (горения) смеси НП Al с Ga₂O₃ в соотношении 4:1 (мол.) проходил в 2 стадии, как и для нанопорошка алюминия без добавок. Особенностью процесса является десорбция при начальном нагревании (3,3787 wt.%). Таким образом, воспроизвести синтез нитрида галлия согласно патенту [4] не представилось возможным. Процесс окисления смеси нанопорошка алюминия и оксида галлия (iii) проходил в 2 стадии аналогично окислению нанопорошка алюминия.

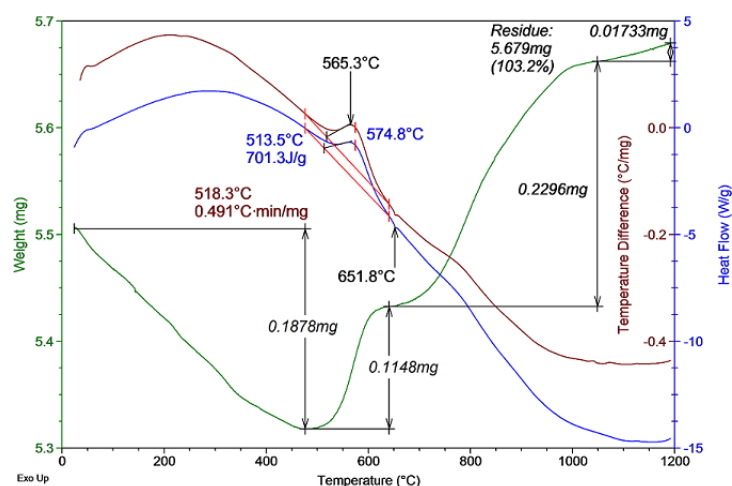


Рисунок 1 - Термограмма смеси нанопорошка алюминия с оксидом галлия (III): масса навески 5 мг, скорость нагрева 10 С/мин, атмосфера – воздух, соотношения порошков в смеси 2:2 (мол.)

Благодаря набору различных физических и химических свойств, таких как электронно – дырочная проводимость, высокая теплопроводность, стойкость в агрессивных средах и многим другим нитрид галлия является перспективным соединением для создания материалов в таких областях, как оптоэлектроника, военная и космическая промышленность, а также в биомедицинских технологиях. На данный момент времени подавляющее большинство методов синтеза нитрида галлия основано на реакции взаимодействия аммиака с галлийсодержащим компонентом, но применение таких методов в широких масштабах может быть затруднено их большой энергоемкостью и длительностью процесса. Перспективным методом синтеза может являться высокотемпературное горение смеси порошкообразного оксида галлия с нанопорошком алюминия в атмосфере воздуха. Основными преимуществами данного метода являются низкие энергозатраты и короткое время синтеза, в то же время имеется сложности в получении чистого нитрида галлия без примесей, но исследования в получении чистого нитрида галлия проводятся непрерывно, так как галлий используется в синтезе нитрида галлия и в качестве носителя гамма – излучения в ядерных реакторах.

Список литературы

1. Туркин А.Н. Полупроводниковые светодиоды: история, факты, перспективы // Полупроводниковая светотехника. – 2011. – Т. 1. – № 5. – С. 28–33.
2. Wang Y. Fabrication and Characterization of Gallium Nitride Based Diodes. PhD dissertation. Auburn University, Auburn, 2011.
3. Самсонов Г.В. Нитриды. – Киев.: Наукова думка, 1969. – 380 с.
4. Пат. 2319667 РФ. МПК51 С01G 15/00. Способ получения ультрадисперсного порошка нитрида галлия / А.А. Громов. Заявлено 26.06.2006; Оpubл. 20.03.2008, Бюл. № 8. – 4 с.

ОЦЕНКА СВОЙСТВ Al_2O_3 -КЕРАМИКИ С ДОБАВКОЙ SrAl_2O_9

Н.Ю. ЧЕРКАСОВА, Р.И. КУЗЬМИН, Е.А. ПУРИС, Р.Р. ХАБИРОВ
Новосибирский государственный технический университет
ninacherkasova60@gmail.com

Благодаря высокой твердости, износостойкости, высокой коррозионной стойкости, стойкости к высоким температурам и относительно низкой стоимости алюмооксидная керамика нашла применение в различных областях промышленности. Прочность всех керамических материалов и оксида алюминия, в частности, в первую очередь определяется технологией изготовления. Промышленная технология прессования предварительно гранулированного порошка с последующим свободным спеканием позволяет получить алюмооксидную керамику с уровнем прочности на изгиб в диапазоне от 350 до 500 МПа. По данным международного лидера по производству керамических изделий ответственного назначения немецкой компании «CeramTec» данный показатель может достигать 650 МПа при реализации различных технологических решений и за счет введения различных добавок [1]. То есть публикационная активность последних лет свидетельствует о развитии направлении по получению высокопрочной керамики на основе алюминия.

Однако низкая трещиностойкость ограничивает практическое применение разрабатываемых материалов. И значительного роста показателей критического коэффициента интенсивности напряжений не наблюдается ни в отечественной, ни в зарубежной литературе. Следовательно, необходимо детальнее изучать методы повышения трещиностойкости керамических материалов, способы получения и формирования в спеченном материале различных добавок. В частности, данная работа направлена на определение свойств Al_2O_3 - SrAl_2O_9 керамики, что является актуальным направлением исследований на сегодняшний день [2, 3].

Экспериментальные образцы в форме брусков получены по технологии изостатического прессования (на установке AIR4-16-60 CPA (США)) гранулированного порошка (был получен на распылительном сушиле MobileMinog 0,8) и последующего свободного спекания при температуре 1520 °С в течение 5 часов в печи LHT 02/17 производства Nabetherm (Германия). В работе оценена прочность материала по схеме нагружения трехточечным изгибом и трещиностойкость по методу SEVNB (четырёхточечный изгиб балки с заранее нанесенным надрезом). Для проведения испытаний использовали по 5 образцов.

В качестве основного материала применяли субмикронный порошок α - Al_2O_3 (марки СТ3000 SG, Almatis, чистота > 99,7 %, D50 < 0,6 мкм). Для синтеза добавки использовали порошок SrCO_3 (ТУ 6-09-416584), термически разлагали его до SrO при температуре 1200 °С в течение 1 часа. Достоверность полного протекания процесса разложения зафиксирована с использованием метода рентгеновской дифрактометрии на установке ARLX'TRA с применением медной рентгеновской трубки в качестве источника рентгеновского излучения (напряжение 40 кВ, ток 40 мА). Анализ образцов проводили в геометрии на отражение без монохроматизации падающего и отраженного излучения. Съемку рентгенограмм осуществляли с использованием энергодисперсионного Si(Li) детектора, в диапазоне энергий, соответствующих $\text{CuK}\alpha_1/\alpha_2$ длинам волн.

Полученный порошок измельчали в керамической ступке для устранения агломератов и далее вводили в водную алюмооксидную суспензию на стадии диспергирования в горизонтальной бисерной мельнице NETZCH MiniFeg в циркуляционном режиме. Оксид стронция вводили из расчета формирования в спеченном материале 3 вес. % SrAl_2O_9 . Используемое оборудование и технологические режимы представлены в ранних работах авторов [4, 5]. Рентгенофазовый анализ спеченного материала показал формирование необходимого соединения. Отсутствие рефлексов фаз системы $\text{SrO-Al}_2\text{O}_3$ свидетельствует о полноте протекания реакций образования гексаалюмината стронция.

Относительная плотность полученных образцов была определена методом гидростатического взвешивания и составила $\approx 98\%$ от теор., что косвенно свидетельствует о получении материала с небольшой объемной долей дефектов. Прочность образцов составила 430 ± 50 МПа, критический коэффициент интенсивности напряжений – $3,5 \pm 0,5$ МПа \cdot м^{1/2}. Полученные данные соответствуют литературным данным. При этом следует обратить внимание на полученный результат показателя трещиностойкости и метод его оценки. Существует множество различных методик, использование ряда которых позволяет получить весьма высокие значения свойств. К ним относятся, к примеру, метод индентирования или метод SENB. Первый из представленных методов характеризует локальное влияние отдельных структурных элементов на стойкость к распространению трещины. Второй метод не учитывает влияние острия вершины предварительно нанесенной трещины, диаметр которой оказывает определяющее значение на получаемые данные [6]. Применение описанных методик рационально использовать для сравнительных исследований в рамках одной работы либо нескольких работ, но выполненных одной исследовательской группой для получения статистически верных данных.

В тоже время метод SEVNB позволяет получить более точные данные о сопротивлении распространению трещины всего материала, при соблюдении требований по пробоподготовке образцов полученные значения будут характеризоваться небольшим доверительным интервалом, как и было получено в данной исследовательской работе. Полученные значения K_{IC} будут близки и для серий различного химического состава, что затрудняет оценку влияния варьируемой добавки или технологического режима получения материала.

Таким образом, в дальнейшем планируется проведение дополнительных исследований по оценке трещиностойкости серий экспериментальных материалов исследуемого состава и близких к ним другими методиками, в частности, методом индентирования для анализа локального влияния структурных элементов на характер распространения трещины. Результаты, полученные в данной работе, позволили подтвердить эффективность использования оксида стронция для формирования в спеченном материале гексаалюмината стронция. Кроме того, полученный уровень прочности на изгиб позволяет рекомендовать данный материал для промышленного использования.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-33-01239/18.

Список литературы

1. Oxide Ceramics – Aluminum Oxide (Al_2O_3) // CeramTec – The Ceramic Experts [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.ceramtec.com/ceramic-materials/aluminum-oxide> – 01.07.18
2. Vishista K., Gnanam F.D. Microstructural development of $SrAl_{12}O_{19}$ in alumina–strontia composites // Journal of the European Ceramic Society. –2009. – С. 77–83
3. Liu X.Q, Chen X.M. Effects of $Sr_2Nb_2O_7$ additive on microstructure and mechanical properties of 3Y–TZP/ Al_2O_3 ceramics // Ceramics International. – 2002. – С. 209–215
4. Веселов С.В., Стукачева Н.С., Кузьмин Р.И., Черкасова Н.Ю., Перепелкин М.Ю., Мызь А.Л. Структура и механические свойства керамических материалов системы Al_2O_3 – ZrO_2 // Научный вестник НГТУ. – 2016. – №4. – С. 207-217.
2. Ануфриенко Д.А., Тимаревский Р.С., Черкасова Н.Ю. Влияние параметров формования пресс-порошка на структуру и свойства спеченной керамики// Современное материаловедение: материалы и технологии новых поколений. – 2015. – № 3. – С. 208-211.
3. Гогоци Г.А. Изучение трещиностойкости керамики на образцах с V-образным надрезом // Проблемы прочности. – 2010. – №1. – С. 120-127.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ФЕРРИТНОЙ СТАЛИ 04X14Н,
ПОЛУЧЕННОЙ МЕТОДОМ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ**

ДАЙ ШУАЙ^{1,2}, ЧЖАН КАНЬ¹

¹Томский политехнический университет

²Шеньянский политехнический университет

Научный руководитель: к.т.н., доцент ТПУ Даренская Е.А

E-mail: shuay1@tpu.ru

Порошковая металлургия позволяет не только создавать материалы с новыми качественными и прочностными характеристиками, но и внедрять безотходные или малоотходные технологии производства материалов и изделий различного назначения. Одним из недостатков металлических изделий, полученных порошковой металлургией, является пористость. В литературе встречаются исследования полученных методами порошковой металлургии сталей, направленные на поиск способов снижения пористости [1-6]. В данной работе проведено исследование влияния способа формования на структуру и свойства ферритной стали 04X14Н, полученной методами порошковой металлургии

Исследованы образцы стали 04X14Н: I группа – полученные формованием без пластификатора (образец 1 – нагрузка при давлении прессования 255 МПа, образец 2 – 510 МПа, образец 3 – 764 МПа.) и II группа – с пластификатором, давление прессования 127 МПа (образец 4 – воск, T=50 °C; образец 5 – 70 % масс. воска и 30 % масс. полипропилена, T=100 °C.). Порошковую смесь 04X14Н, готовили из отдельных порошков металлов.

Исследования показали, что давление прессования влияет на плотность прессовок, но не оказывает значительного влияния на плотность спеченных образцов, таблица. Повышение давления прессования с 255 МПа до 764 МПа привело к увеличению плотности прессовок на 14 %, т.е. от 5,38 до 6,25 г/см³. Плотность образцов после спекания имеет близкие значения с разницей не более 3 %. Максимальное значение плотности имеет спеченный образец 3 – 7,2 г/см³. Плотности образца 5 немного выше плотности образца 4.

Таблица

	Номер образца				
	Группа I			Группа II	
	1	2	3	4	5
Плотность после прессования, г/см ³	5,379	5,936	6,249	5,328	5,559
Плотность после спекания, г/см ³	6,976	7,092	7,224	6,917	7,071
Теоретическая пористость, %	9	8	6	10	8
Пористость(SIAMS), %	8	7	6	9	7
Средний размер зерна, мкм	167	129	128	76	67
Микротвёрдость, МПа	1136	1142	1166	1067	1035

Давление прессования влияет на размер пор и остаточную пористость спеченных изделий. С ростом давления прессования с 255 МПа до 764 МПа уменьшается величина пористости спеченных образцов от 8-10 % до 6 % соответственно. Добавление пластификатора (воска и полипропилена) или увеличение давления прессования может эффективно уменьшить пористость образца.

Изучение изображений структур исследуемых образцов, показало, что они не имеют особых отличий, рисунок 1. У всех образцов структура представляет собой ферритные зерна. Средний размер зерна всех образцов без пластификаторов имеет близкие значения. Средний размер зерна феррита в исследуемых образцах с пластификатором имеет близкие

значения 76 и 67 мкм, что примерно в 2 раза меньше среднего размера зерна образцов, полученных без пластификаторов.

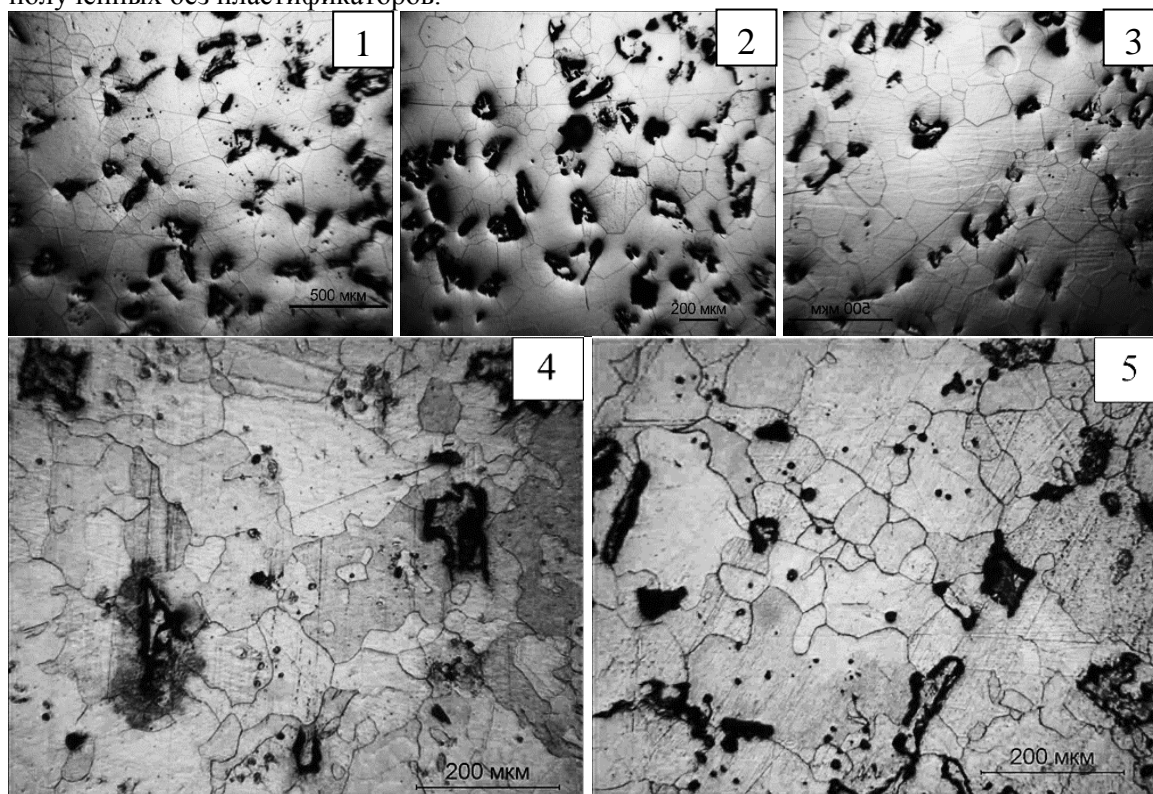


Рисунок 1 – Структура спеченных образцов:

1) – образец 1, 2) образец 2, 3) образец – 3, 4) образец 4, 5) образец 5

Способ формования не оказывает влияния на значение микротвёрдости спеченных образцов, она практически не изменяется и равна 1100 ± 70 МПа.

Таким образом, добавление пластификатора (воска и полипропилена) или увеличение давления прессования может эффективно уменьшить пористость образца; добавление пластификатора приводит к уменьшению среднего размера зерна; способ формования не оказывает влияния на значение микротвёрдости спеченных образцов

Список литературы

1. Сибилёв А.В., Мишин В.М. Влияние пористости порошковой стали на характеристики хладноломкости // *Современные наукоемкие технологии*. – 2013. – № 3. – С. 72-72.
2. Калашникова О.Ю., Гуляев И.А., Довгань Е.И. Возможность снижения пористости сталей из частично-легированного железного порошка // *Металлург*. – 2004 – № 1. – С. 53–54.
3. Мячин Ю.В. и др. Исследование структуры и свойств стали, полученной с применением технологии инжекционного формования // *Перспективные материалы*. – 2016. – № 7. – С. 73-78.
4. Фотин И.А., Даренская Е.А. Исследование структуры стали 50, полученной методом порошковой металлургии // *Современные технологии и материалы новых поколений: сборник трудов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи, г. Томск, 9-13 октября 2017 г.* – Томск: Изд-во ТПУ, 2017. – С. 250-251.
5. Vaulina O. Yu. et al. Influence of mechanical activation of steel powder on its properties // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. – 2017. – Vol. 175.

СИНТЕЗ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ НЕОРГАНИЧЕСКИХ РАДИОПОГЛОЩАЮЩИХ ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ СПЛАВА ТИТАНА ВТ1-0

А.К. ЧУБЕНКО, Т.А. БАРАНОВА, Ю.Н. ДОЛГОВА, А.И. МАМАЕВ

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: ch@qwertynet.ru

Синтез неорганических радиопоглощающих материалов является чрезвычайно актуальной и важной задачей. Особую актуальность в настоящее время приобретают работы связанные с уменьшением внутреннего переизлучения в сверхбыстрых компьютерах и различных электронных устройствах. Также радиопоглощающие покрытия применяются для решения проблем защиты биологических объектов от электромагнитного излучения, являются средством снижения радиолокационной заметности объектов военной техники.

Настоящая работа посвящена микродуговому синтезу радиопоглощающего покрытия на сплаве титана ВТ1-0. Данный метод позволяет формировать наноструктурные неметаллические неорганические тонкие пленки [1, 2], обладающие радиопоглощающими свойствами за счет присутствия в них магнитоактивных компонентов, которые синтезируются непосредственно в процессе формирования покрытия [3]. Процесс проводится в растворе электролитов. Сочетание электролитов определяет элементный состав синтезируемого покрытия. В работе [4] показана перспективность использования в составе таких растворов соединений железа и молибдена. В настоящей работе дополнительно в состав такого раствора было введено соединение кобальта в виде ацетата кобальта (II). Известно, что кобальтсодержащие шпинели обладают достаточно высокой магнитоактивностью, и их синтез в составе покрытия может привести к росту поглощающей способности последнего.

Процесс микродугового оксидирования образцов из сплава титана ВТ1-0 реализован в водном растворе, содержащем: KOH, $K_3[Fe(CN)_6]$, $(NH_4)_2MoO_4 \cdot 4H_2O$, $Na_2SiO_3 \cdot 9H_2O$, $K_4P_2O_7$ с добавкой $Co(CH_3COO)_2$. Образцы служили анодом, в качестве катода выступали пластины из нержавеющей стали. В процессе обработки осуществлялось непрерывное охлаждение электрохимической ячейки. Покрытия формировались в течении 24 минут при поляризующем напряжении 350 В. Толщина сформированных покрытий измерена вихретоковым методом – 25 мкм.

Анализ морфологии покрытия, произведенный методом растровой сканирующей электронной микроскопии, показал однородность и высокую пористость покрытия на микроуровне. Высокая пористость покрытия способствует увеличению радиопоглощающих характеристик [5].

Элементный состав полученных покрытий определен рентгенофлуоресцентным методом. Покрытие преимущественно состоит из титана, железа, кислорода и фосфора, содержание молибдена и кобальта находилось на уровне 2 % масс.

Измерение коэффициента отражения сформированного покрытия проводилось на спектрометре терагерцового диапазона СТД-21 российской фирмы ОАО «КДП». Радиоспектроскоп терагерцового диапазона – универсальный, многоцелевой инструмент для фундаментальных исследований, применимый для изучения характеристик материалов и устройств. Он позволяет прямым, бесконтактным методом быстро и точно получить спектры абсолютных значений модулей и фаз составляющих электродинамического отклика: комплексных коэффициентов отражения и прохождения от образца в режиме реального времени. В настоящий момент представленный спектрометр не имеет аналогов по точности и скорости работы.

На рисунке 1 приведена зависимость коэффициента отражения от частоты излучения.

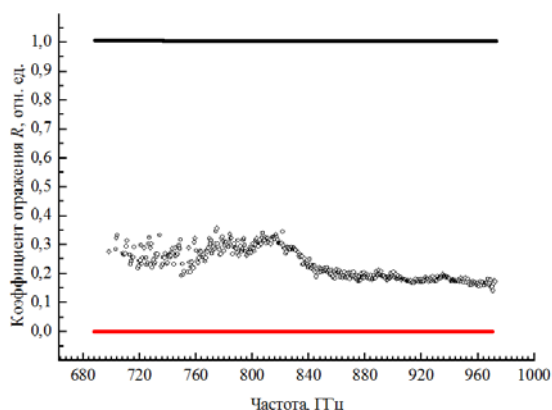


Рисунок 1 – Зависимость коэффициента отражения от частоты (ВТ1-0)

Поверхностью исследованного образца отражается только 15 – 30 % падающей мощности при нормальном падении ЭМИ.

Таким образом, показано, что методом микродугового оксидирования на сплаве титана ВТ1-0 могут быть сформированы эффективные радиопоглощающие покрытия, способные, в частности, снижать уровень переотражения в новейших электронно-вычислительных машинах, а также обеспечивать низкий уровень радиозаметности различных объектов в терагерцовом диапазоне.

Список литературы

1. Мамаев А.И., Дорофеева Т.И., Емельянова Е.Ю., Мамаева В.А., Будницкая Ю.Ю. Исследование свойств слоистых наноструктурных неметаллических неорганических покрытий, сформированных при локализации высокоэнергетических потоков на границе раздела фаз // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2012. – Т. 55. – № 7–2. – С. 107–114.
2. Емельянова Е.Ю., Дорофеева Т.И., Мамаев А.И., Мамаева В.А., Будницкая Ю.Ю. Формирование слоистых наноструктурных неметаллических неорганических покрытий // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2011. – Т. 54. – № 10 (2). – С. 131–137.
3. Baranova T.A., Chubenko A.K., Ryabikov A.E., Mamaev A.I., Mamaeva V.A. Beletskaya E.Yu. Microarc synthesis of nanostructured radiation-absorbing coatings on aluminum and titanium surfaces // IOP Conference series: materials science and engineering. – 2017. – Vol. 286. – 012037. – DOI: 10.1088/1757-899X/286/1/012037.
4. Патент 2637871 Российская Федерация, МПК C25D 11/02, Способ получения радиопоглощающего покрытия на вентильных металлах и их сплавах и покрытие, полученное данным способом / Мамаев А. И., Чубенко А. К., Суслев В. И.; заявитель и патентообладатель Мамаев Анатолий Иванович (RU). – № 2015141241; заявл. 28.09.2015, опубл. 07.12.2017, Бюлл. № 34. – 15 с.
5. Kazmina O., Dushkina M., Suslyayev V., Semukhin B. Porous material for protection from electromagnetic radiation // AIP Conference Proceedings 1623. – 214 (2014). – DOI:10.1063/1.4898927.

СИНТЕЗ НИТРИДОВ ME_2N ЭЛЕМЕНТОВ ПЯТОЙ ГРУППЫ ПОБОЧНОЙ ПОДГРУППЫ В УСЛОВИЯХ ТЕПЛОВОГО ВЗРЫВА В ВОЗДУХЕ СМЕСЕЙ НАНОПОРОШКА АЛЮМИНИЯ С ПЕНТАОКСИДАМИ

А.О. ЧУДИНОВА, А.П. ИЛЬИН

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: chudinova.1509@mail.ru

Тугоплавкие нитриды представляют большой интерес для материаловедения: изготовление режущего инструмента, получение керамики, наномерных полимеров [1]. Большинство из этих тугоплавких нитридов (V_2N , Nb_2N , Ta_2N , Si_3N_4 , AlN и др.) имеют высокие температуры плавления, который составляют около $3000\text{ }^\circ\text{C}$. Нитриды могут использоваться практически во всех технологических областях [2]: в микроэлектронике, аддитивных технологиях, оптике, медицине и т.п.

Нитриды ванадия, ниобия и тантала были получены синтезом сжигания в режиме теплового взрыва. Характерной особенностью процесса является распространение тепловой волны, которая проходит через весь образец, при этом образуя нитриды металлов [3]. Температура во фронте волны горения может достигать высоких значений ($2000\text{--}4000\text{ }^\circ\text{C}$).

Исследовано влияние состава смесей нанопорошка алюминия с V_2O_5 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 на процесс нитридообразования и состав продуктов горения в воздухе. Для расчета четырех параметров активности исходных смесей нанопорошка алюминия с V_2O_5 , Nb_2O_5 , Ta_2O_5 использовали дифференциальный термический анализ (ДТА) [4], т.е. для проверки смесей на пирофорность. Методом рентгенофазового анализа (РФА) [5], с использованием дифрактометра «Дифрей-401» был изучен фазовый состав продуктов сгорания смесей нанопорошка алюминия с пентаоксидами ванадия, ниобия и тантала.

Из полученных данных, рисунок 1, а) видно, что в образце, содержащем пентаоксид ниобия, выход нитрида составляет $Nb_2N = 42,7$ отн. %. При этом в образце присутствует кристаллическая фаза $Al_2O_3 = 31,6$ отн. % и невосстановленный $Nb_2O_5 = 45,9$ отн. %. Согласно штрих-рентгенограмме (рис. 1, б) видно, что рефлексу интенсивностью 100 % соответствует рефлекс фазы $Ta_2N = 63,1$ отн. %.

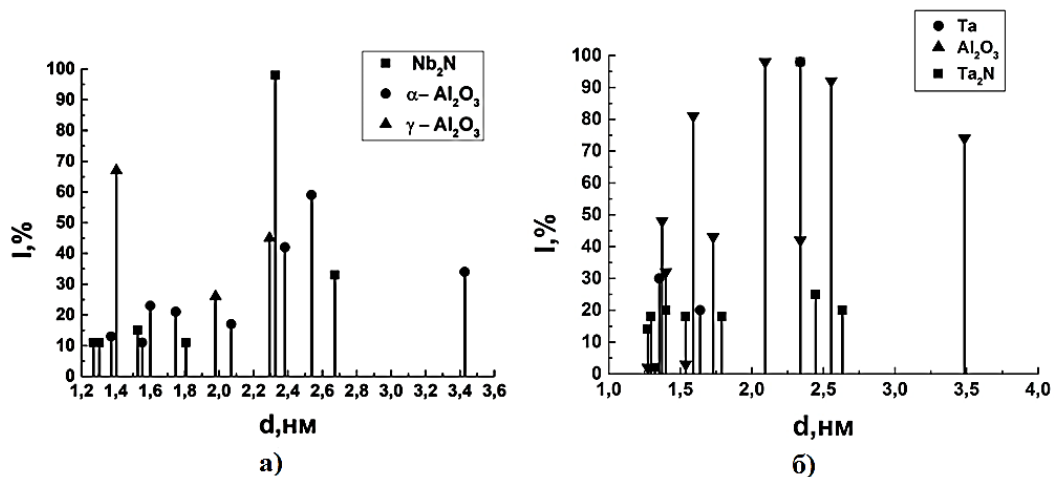


Рисунок 1 - Штрих-рентгенограммы продуктов сгорания в воздухе смесей нанопорошка алюминия: а) с пентаоксидом ниобия; б) с пентаоксидом тантала

Сжиганию подвергалась смесь нанопорошка алюминия с пентаоксидом ванадия. В отличие от предыдущих смесей навеска была представлена в виде ленты длиной $l = 25$ см. В полученном продукте сгорания была идентифицирована кристаллическая фаза нитрида

ванадия (V_2N). Выход данного нитрида V_2N в продукте сгорания смеси нанопорошка алюминия с пентаоксидом ванадия, согласно рентгенофазовому анализу, рисунок 2, достигает $V_2N = 61,0$ отн. %.

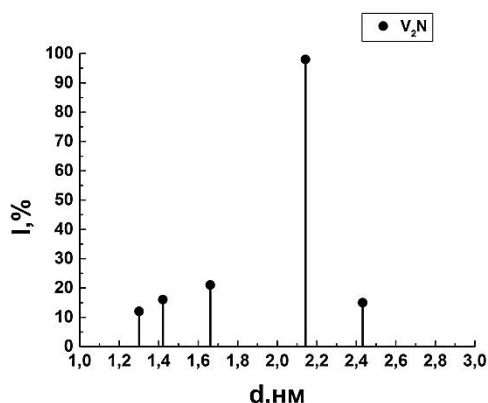


Рисунок 2 - Штрих-рентгенограмма продукта сгорания в воздухе смеси нанопорошка алюминия с пентаоксидом ванадия

Процесс горения смеси нанопорошка алюминия с пентаоксидом ванадия имел особенность по сравнению с горением образцов, содержащих оксиды ниобия и тантала. В случае конической формы навески нитриды образовались из-за резкого увеличения температуры и скорости горения. В случае навеска в форме ленты, температура и скорость горения снижалась, что послужило сохранению нитрида ванадия.

Таким образом, химическое связывание азота воздуха играет большую роль в нитридообразовании, так как определяет состав продуктов сгорания и синтеза тугоплавких нитридов металлов. Выход нитридов ниобия и тантала в продуктах сгорания смесей нанопорошка алюминия с пентаоксидами ниобия и тантала, согласно рентгенофазовому анализу, достигает $Nb_2N = 42,7$ отн. % и $Ta_2N = 63,1$ отн. %.

При горении в воздухе смеси нанопорошка алюминия с пентаоксидом ванадия в режиме теплового взрыва в составе продуктов сгорания содержится кристаллическая фаза нитрида ванадия, содержание которой достигает $V_2N = 61,0$ отн. %.

Работа выполнена при поддержке Государственного задания «Наука», проект № 11.1928.2017/4.6.

Список литературы

1. Nobuzo Terao. Structure des Nitrides de Niobium. Japanese Journal of Applied Physics. V.64, N.5. 1965. pp. 353-367.
2. Said Laassiri, Constantinos D. Zeinalipour-Yazdi, C. Richard A. Catlow, Justin S. J. Hargreaves. Nitrogen transfer properties in tantalum nitride based materials // School of Chemistry, University of Glasgow, Glasgow. Catalysis Today, Volume 286, 15 May 2017, Pages 147-154.
3. Химия синтеза сжиганием / под ред. М. Коидзуми // пер. с японск. – М.: Мир, 1998.
4. Уэндландт У. Термические методы анализа. – М.: Мир, 1978. – 218 с.
5. Ковба Л.М., Трунов В.К. Рентгенофазовый анализ. – М.: МГУ, 1976. – 232 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ФИДСТОКОВ И СПЕЧЕННЫХ ИНВАРНЫХ СПЛАВОВ

*ЦЗЯЦЗЮНЬ ЧЭНЬ*¹

Научный руководитель: д. ф-м. н., профессор С.Н. Кульков^{1,2,3}

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Национальный исследовательский Томский государственный университет

³Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: tszyatszyun1@tpu.ru

Для реализации получения деталей из инварного сплава методом инжекционного формования или аддитивной технологией необходимо как проведение исследований свойств фидстоков, так и последующего спекания заготовок. Объектами исследования в настоящей работе являются спеченные инварные сплавы Fe₆₅Ni₃₅ цилиндрической формы диаметром 9.5мм высотой 4.5мм, выполненные методом инжекционного формования из фидстока с связующими веществами низкомолекулярного парафина (PW) и высокомолекулярного полипропилена (PP). Цель настоящей работы – исследование структур спеченных материалов, выполненных с разными связующими веществами; определение фазового состава; исследование физико-механических свойств спеченных материалов.

Фидстоки изготовлены из 2-х типов шликера, содержащего разные связующие вещества. Для изготовления шликера металлический компонент и связующее вещество смешаны в объемном соотношении 6:4. В таблице 1 приведены составляющие компоненты и их содержание.

Таблица 1 – Химический состав фидстоков

№	Металлический состав, масс. %	Связующий состав, об. %
1	35%Fe+65%Ni	PW
2	35%Fe+65%Ni	50%PP + 50%PW

С помощью СЭМ определено распределение размера частиц исходных порошков, средний размер частиц - 0.9 мкм. Затем проводилась механическая активация на планетной мельнице в течение 5 мин. Дифрактограмма, полученная после механической обработки смесей, рисунок 1, показала, что присутствуют в порошке фазы Ni и α -Fe, т.е. фазовый состав сохранился и между компонентами порошковой смеси реакция не происходила. Из расчета получены параметры решетки: $a_{Ni}=3.5229\text{\AA}$; $a_{\alpha-Fe}=2.8656\text{\AA}$, значения хорошо согласуются с базой данных JCPDS №87-0712 ($a_N=3.524\text{\AA}$) и №87-0722 ($a_{\alpha-Fe}=2.866\text{\AA}$).

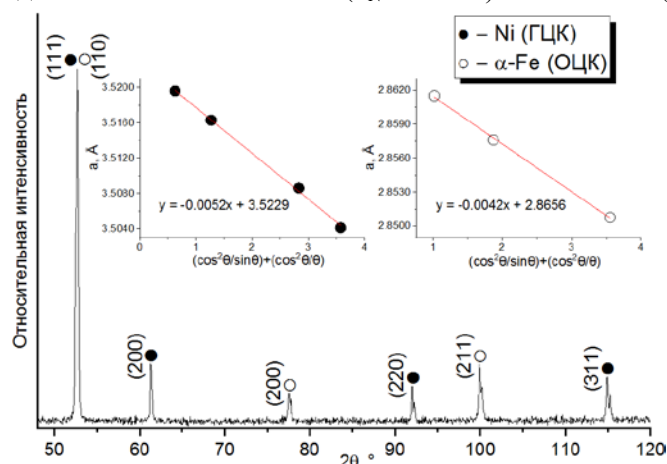


Рисунок 1 - Фрагмент дифрактограммы и экстраполяционные графики

В результате металлографического анализа спеченных образцов наблюдались следующие факты: с повышением температуры спекания пористость всех образцов снижалась, образец, спеченный при 1325°C из фидстока с связующим РР имел наименьшую пористость $P_f=2.7\%$. Полученные образцы имеют явную структуру γ -железа с характерными четкими границами и двойниками по всему объему, такая структура характерна для сплава Fe-Ni [7].

Дифрактограмма, снятая с поверхностей 4-х образцов предоставлена на рисунке 2, для сравнения на дифрактограмме размещены фрагмент дифрактограммы исходных смешанных порошков и стандартные дифракционные пики сплава $Fe_{0.64}Ni_{0.36}$. Дифрактограмма спеченных материалов соответствуют фазе γ -FeNi с ГЦК решеткой. Для определения параметра решетки построены экстраполяционные графики Нельсона-Райли, полученное значение параметра решетки $a_{\gamma-FeNi}=3.5924 \pm 0.0011 \text{ \AA}$, которое хорошо согласуется с базой данных JCPDS №47-1405 ($a=3.5922 \text{ \AA}$), соответственно, инварный сплав получен.

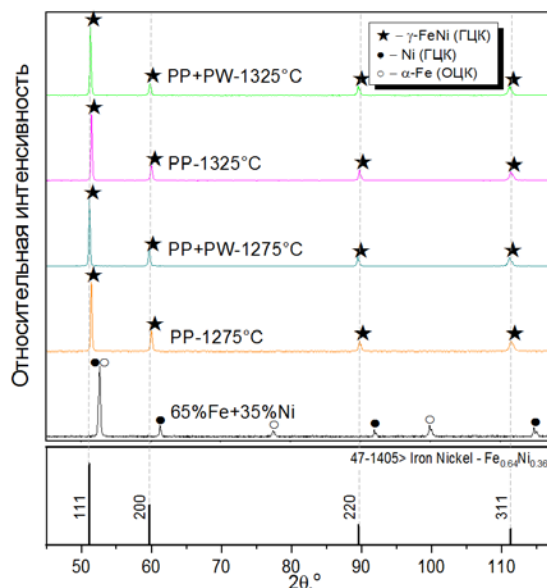


Рисунок 2 - Схема дифрактограмм с стандартными линиями сплава $Fe_{0.64}Ni_{0.36}$

Размеры ОКР и микронапряжения кристаллических решеток определены методом Вильямсона-Холла. Результаты расчета, рисунок 3, показали, что размер ОКР увеличился после спекания, скорее всего это связано с перекристаллизацией и укрупнением размеров субзерен, значения ОКР всех спеченных образцов приблизительно. Изменение микронапряжении после спекания не значительно.

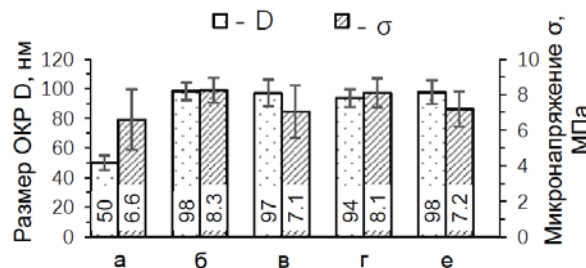


Рисунок 3 - Размеры ОКР и микронапряжения исходных порошков и спеченных материалов с разными связующими: а) исходные порошки; б) с РР+PW-1275°C; в) с РР-1275°C; г) с РР+PW-1325°C; е) с РР-1325°C

В рамках исследования получен инварный сплав методом инъекционного формования. Полученные сплавы имеют явную структуру с характерными четкими границами и двойниками по всему объему. Наименьшая пористость $P_v=2.7\%$ наблюдалась на образце, спеченном при 1325°C из фидстока с связующим РР. После спекания образцов произошло фазовое превращение из исходных фаз Ni и $\alpha\text{-Fe}$ в фазу $\gamma\text{-FeNi}$ с ГЦК $a_{\gamma\text{-FeNi}}=3.5924 \pm 0.0011 \text{ \AA}$, размеры ОКР после спекания увеличились.

Данная работа субсидирована Государственным комитетом КНР по управлению фондом обучения за границей.

Список литературы

1. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ Учеб. пособие для вузов / С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев; 4-е изд. доп. и перераб.- М.: «МИСИС», 2002., - 360 с.
2. Хуан Дж. Рентгеновская дифракция поликристаллических материалов: основы, методы и применения / Пекин.: Металлургия, 2012, 283 с.
3. Хабас Т.А. Рентгенофазовый анализ Методические указания / Томск, изд. ТПУ, 2007. -40 с.
4. Кульков С.Н. Современные методы анализа в материаловедении: учебное пособие / Томск: Изд-во ТПУ, 2011. -84 с.
5. Чэнь Чж., Современные технологии порошковой металлургии/ Пекин.: Химическая промышленность, 2013. -488 с.
6. E.A. Darenskaia, Influence of binding composition on the structure and properties of steel work-pieces obtained by injection moulding, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 175 (2017) 012-035.
7. Michler, T. (2014). Influence of gaseous hydrogen on the tensile properties of Fe–36Ni INVAR alloy. International Journal of Hydrogen Energy, 39(22), 11807–11809. doi:10.1016/j.ijhydene.2014.05.133

ВЫСОКОТЕРМОСТОЙКИЕ ФТОРСОДЕРЖАЩИЕ ПОЛИ(о-ГИДРОКСИАМИДЫ)

Ю.В. ШАГАЙКО¹, Г.К. ЛЕБЕДЕВА², Л.И. РУДАЯ¹ А.Ю. МАРФИЧЕВ²

¹Санкт-Петербургский государственный технологический институт
(технический университет)

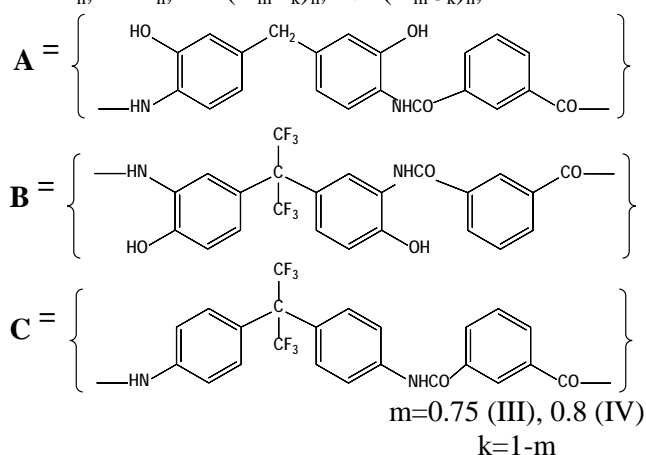
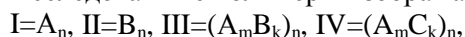
²Институт высокомолекулярных соединений РАН
E-mail: juliajuly95@mail.ru

Проблема создания полимерных связующих высокотермостойких полифункциональных материалов для микро-, наноэлектроники и электротехники решается различными путями, из которых в качестве основных можно выделить синтез новых макромолекул, а также модификацию и целенаправленное структурирование известных, уже используемых полимеров различной химической природы. В ряду широко востребованных высокотермостойких полимерных связующих видное место занимают полиимиды (ПИ) и их форполимеры - поли(амидокислоты) (ПАК) - продукты реакции поликонденсации диангидридов тетракарбонных кислот ароматического ряда и ароматических диаминов. При всех положительных характеристиках (термостойкость 400°C , высокая плазмо- и химической стойкость) ПАК являются весьма чувствительными к гидролизу, срок хранения их растворов и композиций невелик, причем хранение должно осуществляться при низких температурах, как правило, в морозильной камере.

Более стойкими к гидролизу являются поли(*o*-гидроксиамиды) (ПОА) – продукты поликонденсации ароматических бис(*o*-амино-гидрокси)производных ароматического ряда с дихлоридами ароматических дикислот. В зависимости от требований, предъявляемых к материалу, используются ПОА различной структуры. Синтезирован широкий ряд однотипных по структуре поли (*o*-гидроксиамидов) – гомо- и сополимеров с различными мостиковыми фрагментами в аминной компоненте, которые хорошо зарекомендовали себя в качестве полимерных связующих в полимерных композитах различного назначения. [1-3] При разработке материала влагочувствительного слоя в емкостных сенсорах влажности возникла необходимость синтеза термостойких покрытий с высокой гидрофобностью.

Цель работы – синтез новых ПОА с фторсодержащими фрагментами (гомо- и сополимеров), исследование термостойкости, электрофизических параметров пленок полимеров и светочувствительных композиций на их основе и сравнение их характеристик с аналогичными параметрами пленок ПОА (I)

Исследованные полимеры изображаются следующими формулами:



При выборе структур полимеров одним из важнейших условий являлось наличие в макромолекуле щелочерастворимых гидроксигрупп, что позволило бы создать на их основе светочувствительные композиции – термостойкие фоторезисты.

ПОА (I) получали реакцией поликонденсации 3,3'-дигидрокси-4,4'-диаминодифенилметана и дихлорида изофталевой кислоты (ИФХ) в ДМАА, содержащем не более 0.05 % влаги. В качестве агента, связывающего хлористый водород, использовался эпихлоргидрин (ЭПХ), который добавляли после введения в реакционную массу всего количества ИФХ. Полимеры ПОА (II – IV) получали аналогично.

Для полимеров (I - IV) были исследованы термостойкость порошков, полученных путем высаживания из полимерных растворов этиловым спиртом, пленок, сформированных из реакционных растворов полимеров, и пленок фоторезистов на их основе (табл. 1).

Таблица 1 – Индекс термостойкости пленок и порошков полимеров (I-IV)

Полимер	Полимерные пленки			Порошкообразные образцы полимеров		
	Остаточная масса пленки m_0^* , % (350 °C)	τ_5 , °C	τ_{10} , °C	Остаточная масса порошка полимера m_0^* , % (350 °C)	τ_5 , °C	τ_{10} , °C
I	71.4	420	460	83.1	366	385
II	71.6	470	490	80.3	448	492
III	73.0	450	500	79.4	390	448
IV	68.7	450	500	80.1	430	440

* m_0 – остаточная масса полимера к началу деструкции (в процентах к исходной массе образца).

τ_5 , τ_{10} – температура, при которой происходит потеря 5 и 10 % массы полимера по отношению к остаточной массе полимера к началу деструкции.

Как видно, введение атомов фтора способствует повышению термостойкости, как порошков, так и пленок, причем даже сополимеры (III, IV), обладают более высокой термостойкостью, чем базовый полимер (I). Для пленок фоторезистов после полного разложения светочувствительного компонента (200 °С) потери массы пленок ПОА и фоторезистов на их основе оказались соизмеримыми.

Работа поддержана Министерством образования и науки Российской Федерации (госзадание № 10.7608.2017/8.9)

Список литературы

1. Лебедева Г.К., Баженова А.С., Рудая Л.И. и др. Высокотермостойкие поли(о-гидроксиамидные) связующие полифункциональных композитов для микроэлектроники // Журн. прикл. химии. – 2016. – Т. 89. Вып.10. – С. 1328–1336.
2. Способ получения термостойкого позитивного фоторезиста: пат. 2379731 РФ. МПК С09D / Л.И. Рудая, Н.В. Климова и др. ; заявитель и патентообладатель ИВС РАН, СПбГТИ(ТУ), заявл. 09.01.2008; опубл. 20.01.2010. – 8 с.
3. Способ получения нанокompозитного материала для термо- и хемостойких покрытий и планарных слоев с высокой диэлектрической проницаемостью: пат 2478663 РФ: МПК С09D 109/08; С09D 5/02 / Рудая Л.И., Шаманин В.В., Лебедева Г.К. и др.; заявитель и патентообладатель ИВС РАН, СПбГТИ(ТУ), СПбГЭТУ; заявл. 15.12.2011; опубл. 12.04.2013.- 9 с.

МОДЕЛИРОВАНИЕ НА ЭВМ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ СПЕКТРОВ ПВА В МАТЕРИАЛАХ, ОБЛУЧЕННЫХ ПРОТОНАМИ В РАМКАХ КВ-МЕТОДА

Т.А. ШМЫГАЛЕВА¹, А.И. КУПЧИШИН^{1,2}, А.А. КУПЧИШИН², С.А. ШАФИИ¹

¹ Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан

² Казахский национальный университет им. Абая, Алматы, Казахстан

E-mail: ShafSu@mail.ru

Моделирование радиационной повреждаемости твердых тел, облученных заряженными частицами является одной из важных задач радиационной физики твердого тела. Исследования в области действия излучения на физические свойства материалов представляют большой интерес как для изучения строения твердого тела, так и для практического использования веществ с новыми свойствами, полученными в результате облучения. При взаимодействии заряженных частиц с веществом образуются первично-выбитые атомы (ПВА), образующие далее вторично-выбитые, третично-выбитые атомы, в результате чего нарушается структура твердого тела и образуются радиационные дефекты [1-3]. При протонном облучении генерируются дефекты в виде каскадных областей вакансионного и междоузельного типов. Основной характеристикой повреждаемого материала является энергетический спектр первично-выбитых атомов на различных глубинах облучаемого вещества, знание которого дает возможность рассчитать количество образующихся дефектов, а также моделировать их распределения по глубине, размерам, т.е. можно достаточно эффективно проследить весь процесс в динамике, на любой глубине облучаемого материала.

В данной работе получены модели спектров ПВА и произведены их расчеты по глубине в материалах, облученных протонами. Проведено сравнение с ранее полученными результатами. Работа выполнена в рамках каскадно-вероятностного метода.

Для вычисления спектров первично-выбитых атомов в материалах, необходимо сначала получить аналитические выражения каскадно-вероятностных функций (КВФ). Для расчета КВФ нужно найти аппроксимационное выражение, описывающее сечение взаимодействия, входящее в рекуррентное соотношение, из которого получаются

выражения для КВФ. Для протонов зависимость аппроксимационной функции от энергии, которая в свою очередь, зависит от глубины проникновения, представляется в следующем виде [1]:

$$\sigma(h) = \sigma_0 \left(\frac{1}{a(E'_0 - kh)} + 1 \right) \quad (1)$$

где σ_0 , a , E'_0 , k – коэффициенты аппроксимации, h – глубина проникновения.

Каскадно-вероятностная функция с учетом потерь энергии для протонов записывается как:

$$\psi_n(h', h, E_0) = \frac{1}{n! \lambda_0^n} \left(\frac{E'_0 - kh'}{E'_0 - kh} \right)^{-l} \exp\left(-\frac{h-h'}{\lambda_0}\right) * \left[h - h' + \frac{\ln\left(\frac{E'_0 - kh'}{E'_0 - kh}\right)}{ak} \right]^n, \quad (2)$$

где $l = 1/(\lambda_0 ak)$, $\lambda_0 = 1/\sigma_0$, h' , h – глубины генерации и регистрации протона соответственно, n – число взаимодействий, E_0 – первоначальная энергия протона.

Спектр первично-выбитых атомов, определяется формулой:

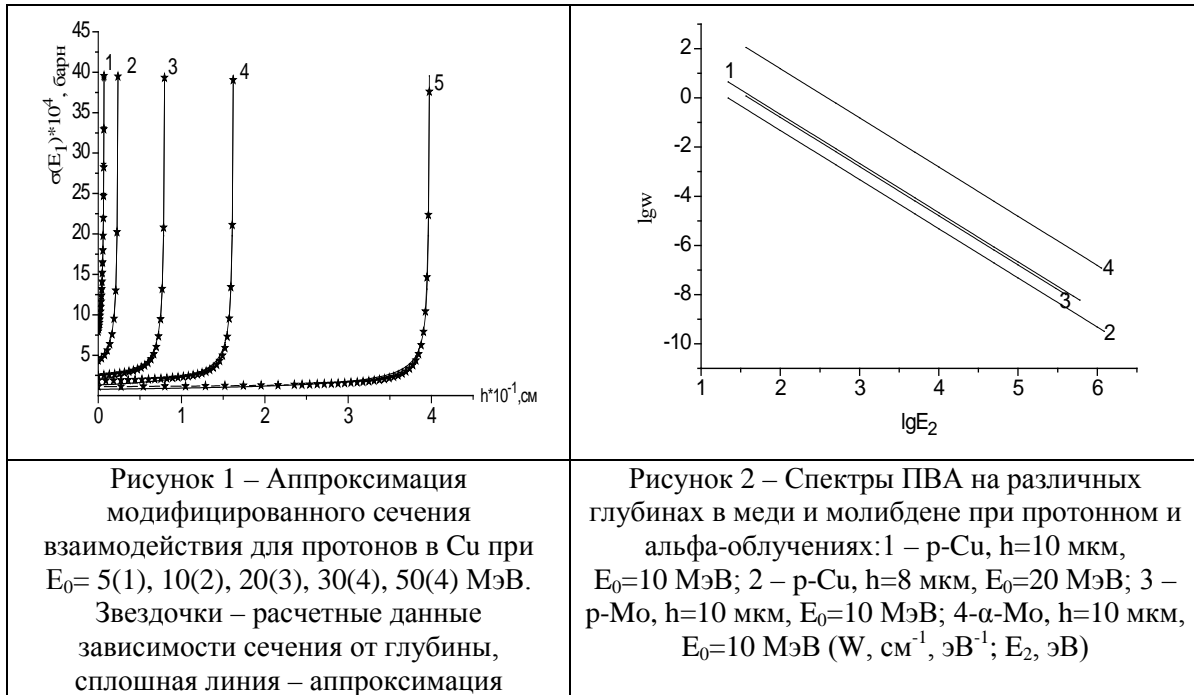
$$W(E_0, E_2, h) = \frac{E_d E_{2\max}}{E_2^2 (E_{2\max} - E_d)} \sum_{n=0}^{n_1} \int_{h-k\lambda_2}^h \exp(-\ln n! - n \ln \lambda_0 - \frac{1}{\lambda_0 ak} \ln\left(\frac{E'_0}{E'_0 - kh'}\right) - \frac{h'}{\lambda_0} + n \ln\left(h' + \frac{\ln\left(\frac{E'_0}{E'_0 - kh'}\right)}{ak}\right) - \frac{h-h'}{\lambda_2} - \ln \lambda_1(h') - \ln \lambda_2) dh''', \quad (3)$$

где E_d – пороговая энергия смещения, $E_{2\max}$ – максимально возможная энергия, приобретенная атомом, $\lambda_1(h')$ и λ_2 – пробеги смещения протон- и атом-атомных смещений, n_1 – максимальное число соударений при протонном облучении, k – число, определяющее область образования и прохождения ПВА.

Расчет КВФ с учетом потерь энергии для протонов проводился по формуле (2). Далее было рассчитано интегральное сечение взаимодействия по формуле Резерфорда [1], получены глубины проникновения из таблиц пробегов и тормозных способностей для легких ионов [3]. Для рассчитанного сечения взаимодействия в зависимости от глубины наблюдения был произведен подбор аппроксимационного выражения по формуле (1) и найдены параметры аппроксимации, входящие в выражение для КВФ и спектров ПВА. Результаты подбора аппроксимации приведены на рисунке 1.

Теоретическое корреляционное отношение для всех элементов и энергий в диапазоне от 5 до 50 МэВ колеблется в интервале от 0,99 до 0,999, что свидетельствует о весьма хорошем подборе аппроксимаций. Расчет спектров ПВА выполнялся по формуле (3). Результаты расчетов приведены на рисунке 2.

Проведено сравнение результатов спектров ПВА, рассчитанных по формуле (3) с результатами, полученными ранее и представленными в [1]. Видно неплохое согласие результатов. Небольшое различие расчетов связано с тем, что в работе [1] для вычисления спектра ПВА было взято усредненное значение по глубине длины свободного пробега на образование ПВА, а в данной работе использовался пробег, учитывающий потери энергии на ионизацию и возбуждение в процессе генерации ПВА.



Список литературы

1. Боос Э.Г., Купчишин А.А., Купчишин А.И., Шмыгалев Е.В., Шмыгалева Т.А. Каскадно-вероятностный метод, решение радиационно-физических задач, уравнений Больцмана. Связь с цепями Маркова. Монография. Алматы.: КазНПУ им. Абая, НИИ НХТиМ КазНУ им. аль-Фараби, 2015. – 388 с.
2. Kupchishin A.I., Shmygalev E.V., Shmygaleva T.A., Jorabayev A.B. Relationship between Markov Chains and Radiation Defect Formation Processes by Ion Irradiation// Modern Applied Science. – 2015. – Vol. 9. – № 3. – P. 59 – 70.
3. Немец О.Ф., Гофман Ю.В. Справочник по ядерной физике. – Киев: Наукова думка, 1975. – 416 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ВИДА НАНОМОДИФИКАТОРОВ НА ТРИБОТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ

А. А. ЯХИН¹, Н. З. МАДАМИНОВ¹, А. А. КОНДРАТЮК¹

¹Томский политехнический университет

E-mail: albertodebertto@mail.ru

Развитие современного машиностроения невозможно без создания перспективных материалов с уникальными свойствами. Одним из путей решения этой задачи является получение полимерных композиционных материалов (ПКМ). Постоянно возрастающие требования к свойствам ПКМ в плане повышения их надежности, долговечности, экономической эффективности и конкурентоспособности обуславливают повышенный интерес к разработке новых типов композиционных материалов (КМ). В настоящее время особое внимание уделяется к наноструктурам и нанотехнологиям. Нанодобавки для создания КМ с улучшенными свойствами уже используются в некоторых технических областях. В данной статье представлены результаты, которые показывают, что в случае добавления наноразмерных компонентов в ПКМ возможно получение перспективных материалов конструкционного назначения [1, 2, 3].

Одним из перспективных материалов в качестве матрицы полимерного композита является сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ). Данный материал обладает высокой молекулярной массой, которая определяет его уникальные физико-механические свойства, резко отличающие его от других марок полиэтилена. СВМПЭ обладает высокой устойчивостью к коррозионно-активным химическим соединениям, имеется низкое влагопоглощение и морозостойкость (диапазон рабочих температур от $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ и до $+120\text{ }^{\circ}\text{C}$). Следует отметить его устойчивость к воздействию радиации и вакуума, а также износостойкость, низкий коэффициент трения и не токсичность [4].

Изготовление композитов проводилось на установке и по оптимальным режимам, разработанные авторами [5].

В качестве нанонаполнителя для композитов на основе СВМПЭ использовался порошок углеродных нанотрубок (УНТ). Выбор УНТ в качестве наполнителя обусловлен увеличением износостойкости.

Для исследования триботехнических характеристик были проведены испытания на износостойкость в парах трения полимер-металл на трибометре «Tribotechnic pin/ball on disc tribotester». Результаты представлены на рисунках 1 и 2.

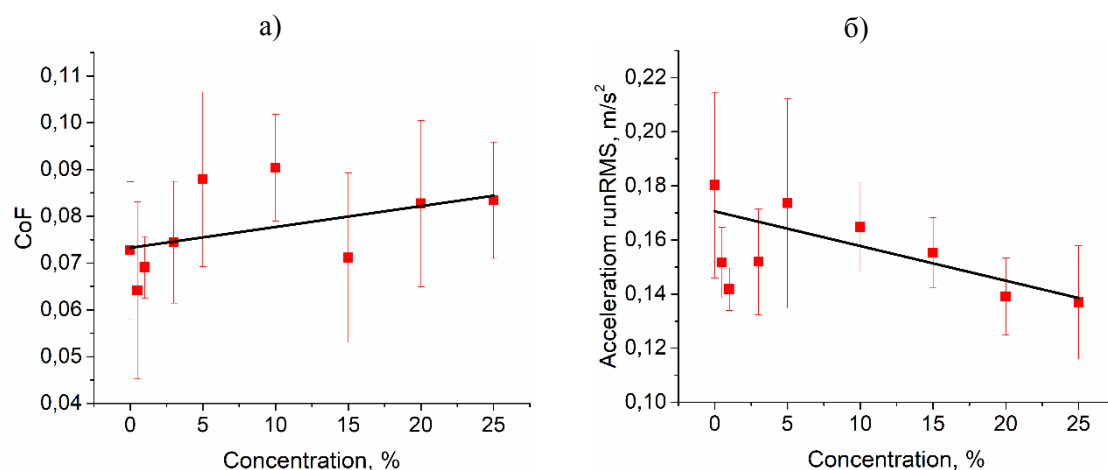


Рисунок 1 - Динамика изменения коэффициента трения (а) и амплитуды вибраций (б) – средние значения

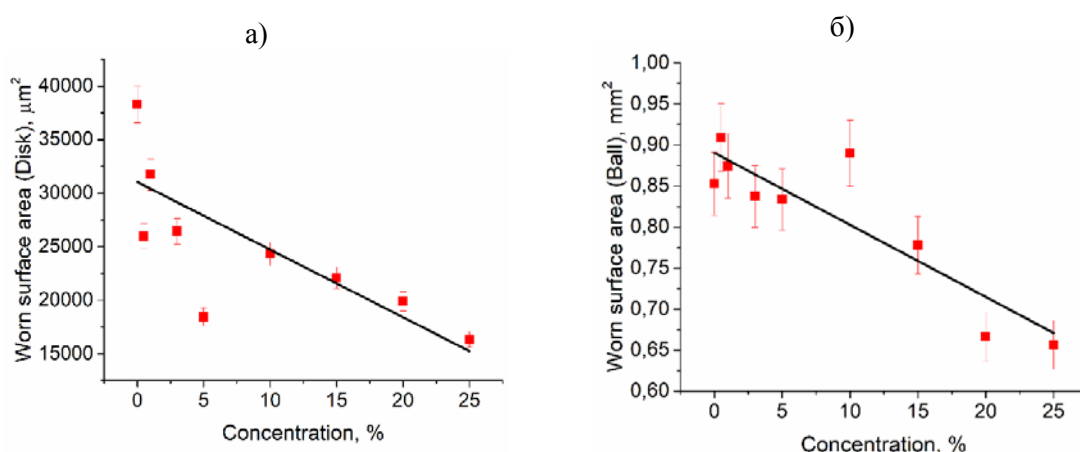


Рисунок 2 - Площадь дорожки износа на диске (а) и площадь поверхности износа на шарике (б)

Анализируя полученные данные по коэффициенту трения композитов на основе УНТ заметна тенденция к росту с увеличением концентрации. В случае исследования вибраций наблюдается обратная ситуация относительно коэффициента трения – амплитуда снижается с увеличением концентрации.

Проведенные исследования поверхности после износа говорят о том, что площадь дорожки износа на диске и площадь поверхности износа на шарике уменьшаются с повышением концентрации.

Экспериментально показано, что, изменяя количество нанонаполнителя в композитах на основе СВМПЭ можно повлиять на триботехнические характеристики.

Список литературы

1. Андреева И. Н., Веселовская Е. В., Наливайко Е. И. и др. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности //Л.: Химия. – 1982. – 80 с., ил.
2. Крыжановский В. К., Бурлов В. В., Панيماتченко А. Д., Крыжановская Ю. В. Технические свойства полимерных материалов: Уч.-справ. пос. // СПб., Изд-во «Профессия». – 2003. – 240 с.
3. Кербер М.Л., Виноградов В.М., Головкин Г.С. и др.; под ред. А.А. Берлина. Полимерные композиционные материалы: структура, свойства, технология: учеб. Пособие // СПб.: ЦОП «Профессия». – 2011. – 560 с., ил.
4. Баженов С. Л., Берлин А. А., Кульков А. А., Ошмян В. Г. Полимерные композиционные материалы: Научное издание // Долгопрудный: Издательский Дом «Интеллект». – 2010. – 352 с.
5. Кондратюк А. А., Клопотов А. А., Муленков А. Н., Зиганшин А. И., Васендина Е. А. // Изв. вузов Физика. – 2012. - № 5/2. – С. 151-155.

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА СВЯЗУЮЩЕГО И РЕЖИМА ПРЕССОВАНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЕЧЕННОЙ МАЛОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ

Т.В. БЫКОВА, Е.А. ДАРЕНСКАЯ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Порошковая металлургия – технология получения металлических порошков и изготовления изделий из них. На сегодняшний день широкое развитие наряду с традиционными методами получения заготовок получили такие технологии, как инжекционное и шликерное формование металлических порошков [1].

В работе исследовано шесть стальных образцов, полученных из шликера (94 % масс. металлического порошка карбонильного железа и 6 % масс. связующего). В качестве связующих для получения шликеров использованы смеси воска и полипропилена, отличающихся количеством полипропилена (5, 10, 15, 20, 25, 35 % масс.).

Прессование проводили на машине Р-20 при давлении прессования 250 и 127 МПа и температуре 50, 90 и 110 °С. Для шликеров с 5, 10, 15 % масс. полипропилена в связующем оптимальное давление прессования составило 250 МПа и температура – 50 °С, т.к. при данных параметрах получили прессовки без видимых дефектов. Для шликеров с 20, 25, 35 % масс. полипропилена в связующем оптимальное давление прессования - 127 МПа, а температура - 110 °С. При температуре 90 °С на образце из шликера с 25 % масс. полипропилена в связующем была обнаружена трещина, на двух других трещин при этой температуре не обнаружено.

Спекание образцов проводили в вакуумной электропечи типа СВНЗ при температуре 1300 °С. Пористость спеченных образцов зависит от содержания полипропилена в шликере. Самая низкая пористость (11 %) наблюдается в образце,

полученном из шликера с 35 % масс. при формовании с давлением прессования 127 МПа и температурой 110 °С.

Металлографическое исследование укажет, что все образцы имеют ферритную структуру, рисунок 1. Крупные зерна и тонкие границы зерен свидетельствуют о том, что в образце отсутствуют примеси.

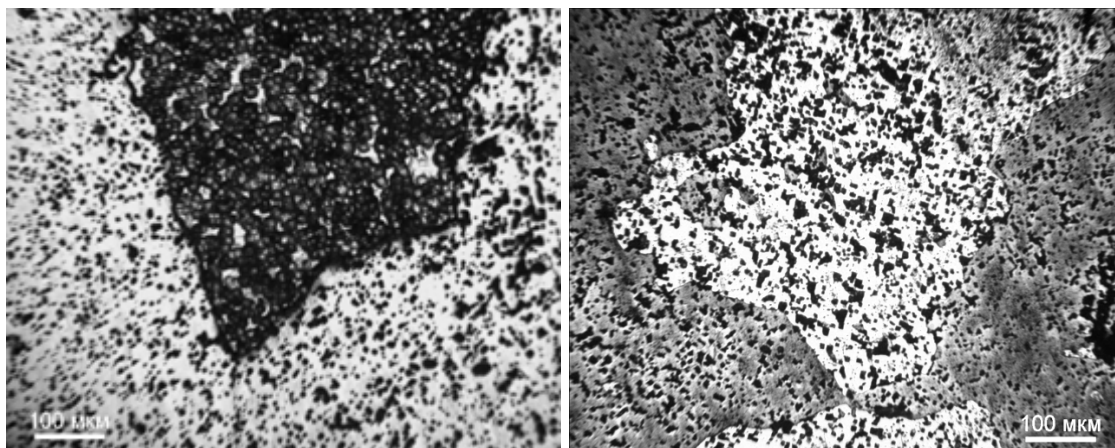


Рисунок 1 – Микроструктуры спеченных образцов, полученных при формовании с давлением прессования 127 МПа и температурой 110 °С из шликеров: а) с содержанием полипропилена 35 % масс., б) с содержанием полипропилена 25 % масс.

Микротвердость исследуемых образцов находится в пределах 435 ± 65 МПа. Так как структура всех образцов одинаковая – феррит, то изменение микротвердости связано с пористостью образцов. Вероятно, при измерениях индентор попадал на участки с подповерхностными порами.

В ходе исследования установлено, что состав двухкомпонентного связующего «воск-полипропилен» влияет на формуемость смеси (фидстока) и свойства спеченной малоуглеродистой стали. Повышение температуры формования и содержания полипропилена в связующем приводят к уменьшению пористости.

Влияния состава связующего на структуру и микротвердость исследуемых образцов не установлено.

Список литературы

1. Сосновская А.А., Воробьев А.О., Даренская Е.А. Исследование влияния состава связующего «парафиновый воск-полипропилен» на структуру и свойства спеченных изделий // Современные технологии и материалы новых поколений: сборник трудов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи, г. Томск, 9-13 октября 2017 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2017. – С. 246-247.
2. Darenskaya E.A. et al. Influence of binding composition on the structure and properties of steel work-pieces obtained by injection moulding // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2017. – Vol. 175.
3. Myachin Yu.V. et al. Structure and properties of steel produced by metal injection molding // Inorganic Materials: Applied Research. – 2017. – Vol. 8, iss. 2. – P. 331–334.
4. Сосновская А.А., Воробьев А.О., Даренская Е.А. Исследование смачивающей способности связующего для изготовления фидстоков // Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении: сборник трудов Международной конференции, г. Томск, 9-11 июня 2016 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2016. – С. 93-96.

СЕКЦИЯ 3

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПОКРЫТИЯ

**МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ
ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ ПРИ НАНЕСЕНИИ ПЛАЗМЕННЫХ ПОКРЫТИЙ***В.И. БОГДАНОВИЧ¹, М.Г. ГИОРБЕЛИДЗЕ¹*

¹ Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва
E-mail: bogdanovich@ssau.ru

Остаточные напряжения являются одной из основных причин разрушения плазменных газотермических покрытий. В связи с этим данному вопросу посвящено достаточное количество публикаций, среди которых следует выделить [1-18]. Природа возникновения остаточных напряжений наряду с рядом причин, вызывающих их, представляет собой сложности при моделировании этих процессов.

В процессе формирования плазменных покрытий нагретые до температуры плавления и ускоренные потоком частицы порошкового материала ударяются о поверхность детали и деформируются на ней. После кристаллизации расплавленных частиц на поверхности возникают остаточные напряжения второго рода, уравновешенные в микрообъеме всего материала частицы. Опыт показывает [1-3], что адгезионная и когезионная прочность определяется не прочностью материала частицы, а прочностью связей между соседними частицами. С учетом того, что покрытие может состоять из разных слоев с различными материалами наибольший интерес представляют остаточные напряжения первого рода. Они уравновешены в объеме, существенно большем отдельной частицы и соизмеримым с толщиной всего покрытия или отдельных наращиваемых слоев. Это позволяет заменить моделирование процесса возникновения остаточных напряжений второго рода на моделирование процесса остаточных напряжений первого рода и рассматривать их в процессе наращивания слоев покрытия. Управление напряженным состоянием в покрытиях в рамках такого подхода позволит определить оптимальную толщину, рисунок 1, которая не приведет к дальнейшему скалыванию покрытия с поверхности детали.

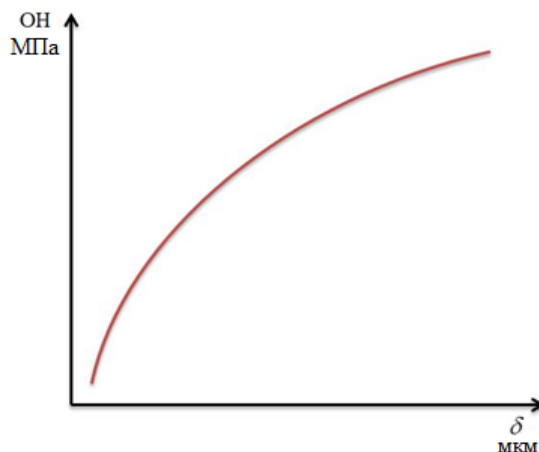


Рисунок 1 – Качественная зависимость остаточных напряжений от толщины покрытия

В работе проведено математическое моделирование процесса формирования остаточных напряжений. Рассмотрены два основных этапа: этап нагружения тела, при котором в нем образуется необратимая неоднородная деформация, и этап разгрузки, при котором снимается все внешние воздействия на материал и материал переходит в конечное состояние.

Это конечное состояние получается, как разность двух напряженно-деформированных состояний – состояния упругопластического тела при простом его нагружении максимальными по величине внешними воздействиями и состояния упругого тела при тех же максимальных нагружениях внешними воздействиями, при условии, что при его разгрузке не возникает новых необратимых деформаций.

Список литературы

1. Барвинок В.А. Плазма в технологии, надежность, ресурс. – М.: Наука и технологии, 2005. – 456 с.
2. Барвинок В.А. Управление напряженным состоянием и свойства плазменных покрытий. – М.: Машиностроение, 1990. – 384 с.
3. Бобров Г.В., Ильин А.А., Спектор В.С. Теория и технология формирования неорганических покрытий. – М.: Альфа-М, 2014. - 925 с.
4. Кудинов В.В., Бобров Г.В. Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование. – М.: Металлургия, 1992. – 432 с.
5. Ильюшенко А.Ф., Шевцов А.И., Оковитый В.А. Процессы формирования газотермических покрытий и их моделирование. – Минск: Беларус. Навука, 2011. – 357 с.
6. Пузряков А.Ф. Теоретические основы технологии плазменного напыления. – М.: Издательство МГТУ, 2003. – 458 с.
7. Кудинов В.В., Пекшев П.Ю., Белащенко В.Е. и др. Нанесение покрытий плазмой. – М.: Наука, 1990. – 408 с.
8. Кравченко И.Н., Пузряков А.Ф., Гладков В.Ю., Панкратова Е.В., Глинский М.А. Метод управления остаточными напряжениями в плазменных покрытиях // Ремонт. Восстановление. Модернизация. – 2011. – № 10. – С. 6-11.
9. Бондарева Г.И. Обоснование перераспределения остаточных напряжений в плазменно-напыленных покрытиях // Вестник машиностроения. – 2011. – № 9. – С. 32-35.
10. Карцев С.В., Ширшов В.С. Исследование остаточных напряжений в покрытиях, нанесенных плазменным методом // Технология машиностроения. – 2012. – № 5. – С. 37-38.
11. Кравченко И.Н., Москаль О.Я., Панкратова Е.В., Шиян А.В. Формирование остаточных напряжений в системе деталь-покрытие с использованием методов численного анализа // Ремонт. Восстановление. Модернизация. – 2012. – № 10. – С. 44-50.
12. Панкратова Е.В., Кравченко И.Н., Москаль О.Я. Ремонт. Теплофизическая модель определения остаточных напряжений в плазменных покрытиях // Восстановление. Модернизация. – 2012. – № 11. – С. 34-40.
13. Kravchenko I.N., Kolomeychenko A.V., Pupavtsev I.E., Puzryakov A.A., Solovov R.Y. A Model for determination of residual stresses in plasma coatings // Welding International. – 2017. – Vol.31(10). – P.809-813.
14. Mutter M., Mauer G., Mücke R., Guillon O., Vaßen R. Correlation of splat morphologies with porosity and residual stress in plasma-sprayed YSZ coatings // Surface and Coatings Technology. – 2017. – Vol.318. – P.157-169.
15. Nayebpashae N., Seyedein S.H., Aboutalebi M.R., Sarpoolaky H., Hadavi S.M.M. Finite element simulation of residual stress and failure mechanism in plasma sprayed thermal barrier coatings using actual microstructure as the representative volume // Surface and Coatings Technology. – 2016. – Vol.291. – P.103-114.
16. Croom B.P., Bumgardner C., Li X. Unveiling residual stresses in air plasma spray coatings by digital image correlation // Extreme Mechanics Letters. – 2016. – Vol.7. – P. 126-135
17. Capek J., Pala Z., Kovarik O. Residual stresses determination in textured substrates for plasma sprayed coatings // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2015. – Vol.82(1). – article number 012112.
18. Yang L., Yang F., Long Y., Zhao X., Xiao P. Evolution of residual stress in air plasma sprayed yttria stabilised zirconia thermal barrier coatings after isothermal treatment // Surface and Coatings Technology. – 2014. – Vol.251. – P.98-105.

ВЛИЯНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ НА СКОРОСТЬ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЧАСТИЦЫ НА ПОДЛОЖКЕ

М.П.ВАСИЛЬЕВА, Б.С.ЗЕНИН

Томский политехнический университет

E-mail: msmarianna@icloud.com

В технологии газотермического напыления получаемое покрытие формируется последовательной укладкой расплавленных частиц и последующим их затвердеванием. В [1] показано, что для описания поведения отдельной частицы необходимо учитывать ударную деформацию и растекание частицы (гидродинамические условия), затвердевание и охлаждение образовавшегося сплета (температурные условия). В [2] рассмотрены особенности процесса кристаллизации в объеме напыленной частицы. В общем случае процесс затвердевания (кристаллизации) напыленной частицы можно рассматривать с двух позиций: скорость охлаждения материала в заданной координате или скорость охлаждения на разных расстояниях от контактной границы частица-подложка; скорость движения фронта кристаллизации от контактной границы до внешней поверхности сплета. В первом случае скорость охлаждения при затвердевании определяет структурное состояние материала частицы в области с заданной координатой [3], во втором случае скорость движения фронта кристаллизации определяет толщину сплета при заданных условиях напыления (скорость частицы) с учетом теплофизических характеристик материалов (частицы и подложки).

В данной работе для проведения численного моделирования в качестве исследуемых материалов были выбраны: основа (подложка) – сталь 20 или Al_2O_3 , напыляемый материал – Ni или Al. Теплофизические свойства материалов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Теплофизические свойства используемых материалов

Материал	$T_{пл}, K$	$\rho_0, кг/м^3$	$c, Дж/кг\cdot K$	$\lambda, Вт/м\cdot K$	$L, Дж/кг$
Ст20	1358	7850	690	50,7	—
Al_2O_3	2318	3970	1247,4	9	—
Ni	1728	8100	625	78	301694
Al	933,52	2702	903,7	196,46	393

Целью работы являлось изучение влияния выбора материала подложки и напыляемого материала на процессы кристаллизации частицы при газотермическом напылении. Проводилась оценка скорости движения фронта кристаллизации при охлаждении напыленной частицы на холодной подложке.

С помощью программы Cristall был выполнен расчет при технологических параметрах: $T_0=300 K$; $D=100 \text{ мкм} = 0.0001 \text{ м}$. 1- 100 м/с и 2 – 200 м/с. На рисунке 1 в качестве примера показаны координаты фронта кристаллизации в различные моменты времени в объеме частицы Ni на Ст20 для скоростей напыления 100 и 200 м/с. На рисунке 2 и 3 представлены результаты расчетов для систем: 1) Ni/ Ст20; 2) Al/ Ст20; 3) Ni/ Al_2O_3 ; 4) Al/ Al_2O_3 . Полученные данные для скорости движения фронта кристаллизации хорошо согласуются с данными скорости охлаждения внутри объема сплета, рисунок 4.

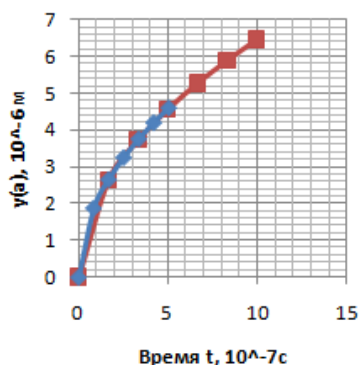


Рисунок 1 – Положение фронта кристаллизации в различные моменты времени при скоростях напыления частицы Ni на Ст20 1- 100 м/с и 2 – 200 м/с



Рисунок 2 – Толщина сплета 10^{-6} м для разных систем для двух скоростей напыления

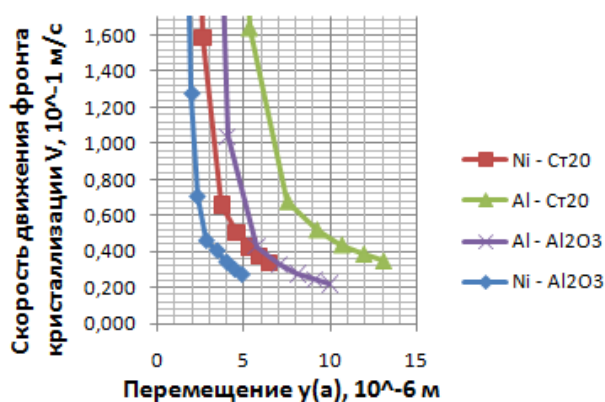


Рисунок 3 – Скорость движения фронта кристаллизации на различных участках в объеме затвердевающей частицы при скорости напыления частицы 100 м/с для разных случаев

Рисунок 4 – Скорости охлаждения в объеме частицы Al в системе Al/Al₂O₃ при разных скоростях напыления

Заключение: Согласно полученным результатам, значение скорости движения фронта кристаллизации зависит как от материала частицы, так и от материала основы. При этом показано, что при напылении на стальную основу наибольшая скорость кристаллизации наблюдается для Ni, а при напылении на основу из Al₂O₃ – для Al, что связано с теплофизическими свойствами материалов: коэффициент теплопроводности Ст20 значительно больше, чем Al₂O₃. Установлено, что вблизи границы частицы-подложка высокие скорости движения фронта кристаллизации соответствуют большим скоростям охлаждения (для частицы Al эта область лежит в пределах до 5 мкм).

Список литературы

1. Кудинов В.В. Плазменные покрытия. М.: Наука, 1977. – 184с.
2. Войчик В.Ф., Зенин Б.С. Формирование структуры покрытия при газотермическом напылении // Современные технологии и материалы новых поколений: сборник трудов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи. – Томск: Изд-во ТПУ, 2017. – 346 с.

МЕХАНИЧЕСКИЕ И ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА а-С:Н:SiO_x ПОКРЫТИЙ, НАНЕСЕННЫХ НА ТИТАНОВЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ ДИСКОВОГО КАРДИОНАСОСА

А.С. ГРЕНАДЁРОВ, А.А. СОЛОВЬЁВ, К.В. ОСКОМОВ

Институт сильноточной электроники СО РАН

E-mail: 1711Sasha@mail.ru

На сегодняшний день методы механической поддержки кровообращения для пациентов с хронической сердечной недостаточностью получают широкое применение [1]. В качестве системы поддержки кровообращения выступают насосы, способные перекачивать кровь с определенным расходом. Основными параметрами испытаний таких насосов являются оценка травмы форменных элементов крови (эритроцитов) и образование тромбов на поверхностях, контактирующих с кровью [1]. Одним из наиболее перспективных насосов считается – дисковый [2]. Принцип его действия основан на явлении пограничного слоя, который образуется на диске, вращающемся в жидкости (крови). Пограничный слой не только передает кинетическую энергию жидкости, находящейся между дисками, но и работает в качестве молекулярного буфера между поверхностью диска и элементами, находящимися в жидкости. Это защищает форменные элементы крови от повреждения. Тем не менее, нано- и микроострия, образованные на поверхности деталей насоса после механической полировки, могут приводить к травмированию эритроцитов и образованию тромбов. Для решения этой проблемы требуется обеспечить низкую шероховатость поверхности и низкий коэффициент трения деталей насоса. Кроме этого, как и любой материал, детали насосов подвержены износу, поэтому необходимо повысить их механические и износостойкие характеристики.

Данная работа посвящена исследованию влияния а-С:Н:SiO_x пленки, нанесенной на поверхность титанового сплава VT1-0 методом плазмохимического осаждения, на морфологию, механические и трибологические свойства поверхности. Методика осаждения а-С:Н:SiO_x пленки подробно описана в [3]. Выбор данной плёнки обусловлен ее уникальными свойствами, в частности отличной биосовместимостью с биологической средой человека, высокой твердостью, низким коэффициентом трения, низкой скоростью износа и т.д.

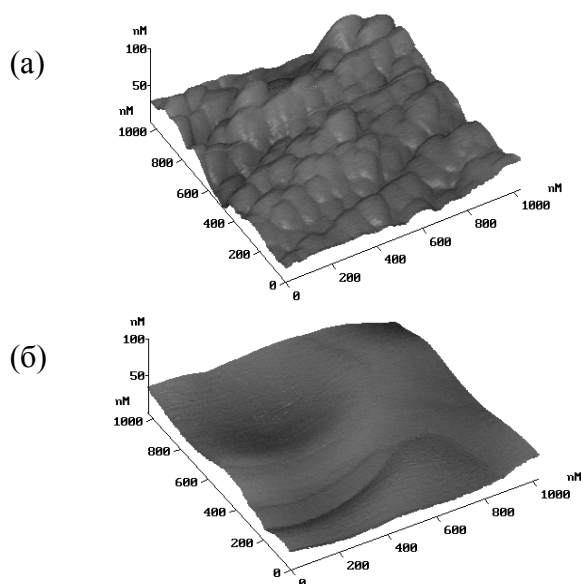


Рисунок 1 – АСМ изображения поверхности образца из титанового сплава VT1-0 (а) и образца с а-С:Н:SiO_x пленкой (б)

В настоящей работе показано, что осаждение а-С:Н:SiO_x пленки толщиной $2 \pm 0,2$ мкм на поверхность титанового сплава VT1-0 приводит к снижению среднеквадратичной шероховатости поверхности R_q с 72 до 50 нм. На рисунке 1 представлены АСМ изображения поверхности исходного образца из титанового сплава VT1-0, рисунок 1-а, и образца с а-С:Н:SiO_x пленкой, рисунок 1-б.

Кроме того, осаждение а-С:Н:SiO_x пленки позволяет повысить твердость поверхности почти в 4 раза с 3,3 до 12,4 ГПа, снизить коэффициент трения практически в 4 раза и уменьшить скорость износа в 197 раз. В таблице 1 представлены основные механические и трибологические характеристики исходной подложки из титанового сплава VT1-0 и а-С:Н:SiO_x плёнки.

Таблица 1 – Механические и трибологические свойства титанового сплава VT1-0 и a-C:H:SiO_x плёнки

Тип образца	H (ГПа)	E (ГПа)	μ	k, (мм ³ /Н·м)	W _e , (%)	R _q (нм)
Исходный VT1-0	3,3±0,1	113±0,7	0,37	1,3·10 ⁻³	19	72
a-C:H:SiO _x на VT1-0	12,4±0,2	110±0,6	0,10	6,6·10 ⁻⁶	87	50

где H – твердость, E – модуль упругости, μ – коэффициент трения, k – скорость износа, W_e – степень упругого восстановления, R_q – среднеквадратичная шероховатость поверхности на участке 15×15 мкм.

Благодаря повышению твёрдости и снижению модуля упругости образца с пленкой происходит увеличение индекса пластичности (H/E) с 0,03 до 0,11 и сопротивления пластической деформации (H³/E²) с 3 до 156 МПа. Увеличение данных характеристик свидетельствует о повышении износостойкости поверхности.

На рисунке 2 представлены нагрузочные/разгрузочные кривые для исходной подложки из сплава VT1-0 (рис. 2-б) и a-C:H:SiO_x пленки, нанесенной на ее поверхность, рисунок 2-а. Измерения проводились на нанотвердомере NanoTest 600.

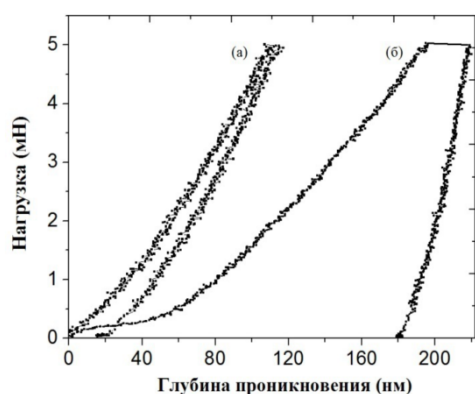


Рисунок 2 – Нагрузочные/разгрузочные кривые a-C:H:SiO_x пленки на поверхности титанового сплава VT1-0 (а) и исходного образца из титанового сплава VT1-0 (б)

Можно заметить, что образец из сплава VT1-0 с нанесенной на его поверхность a-C:H:SiO_x пленкой под нагрузкой деформируется значительно меньше, чем исходный образец. Степень упругого восстановления (W_e) a-C:H:SiO_x пленки на поверхности подложки VT1-0 при нагрузке 5 мН составляет 86%, в то время как исходной подложки всего 19%.

Таким образом, в данной работе показано, что осаждение a-C:H:SiO_x пленки на поверхность деталей дискового кардионасоса из титанового сплава VT1-0 обеспечивает повышение механических и трибологических свойств, в частности увеличение твердости, индекса пластичности, сопротивления пластической деформации, степени упругого восстановления, а также уменьшение коэффициента трения и скорости износа.

Предварительные испытания на гемолиз, проведенные в НМИЦ им. Академика Е.Н. Мешалкина показали, что при использовании дискового насоса, на детали которого была нанесена a-C:H:SiO_x пленка, уровень свободного гемоглобина плазмы составил 10 мг/л, в то время как максимальное допустимое значение – 100 мг/л. Это свидетельствует о том, что травмы форменных элементов крови не наблюдается.

Список литературы

1. Иткин Г.П., Шемакин С.Ю., Шохина Е.Г., Бурцев В.И. и др. Результаты экспериментальных исследований на телятах первого отечественного имплантируемого осевого насоса // Вестник трансплантологии и искусственных органов. – 2013. – Т. XV. – №3-2013. – С. 49–58.
2. Choon-Sik Jhun, Newswanger R., Cysyk J. и др. Tesla-based blood pump and its applications // Journal of Medical Devices. – 2013. – V. 7. – P. 040917-1 – 040917-2.
3. Grenadyorov A.S., Solovyev A.A., Oskomov K.V., Sypchenko V.S. Influence of deposition conditions on mechanical properties of a-C:H:SiO_x films prepared by plasma-assisted chemical vapor deposition method // Surface and Coatings Technology. – 2018. – V. 349. – P. 547–555.

ВЛИЯНИЕ САМОРАСПЫЛЕНИЯ НА СКОРОСТИ ОСАЖДЕНИЯ МЕДНЫХ ПОКРЫТИЙ ПРИ РАБОТЕ МАГНЕТРОНА С ИСПАРЯЮЩЕЙСЯ МИШЕНЬЮ

В.А. ГРУДИНИН, Д.В. СИДЕЛЁВ, А.С. ШАБУНИН, Г.А. БЛЕЙХЕР

Гомский политехнический университет

E-mail: vladergru@mail.ru

Магнетронные распылительные системы (МРС) с испаряющимися мишенями могут быть эффективным инструментом для высокоскоростного осаждения модифицирующих покрытий. Принципы функционирования этих устройств подробно описаны в научной литературе [1]. За счёт того, что дополнительно к потоку распылённых атомов на поверхности мишени появляется поток испарённых частиц, скорость осаждения покрытий может увеличиться на один-два порядка по сравнению с распылением твердотельных мишеней [1-2]. Одна из проблем широкого внедрения этих устройств в промышленность связана с отсутствием ясного понимания взаимного влияния механизмов эрозии при возникновении испарения мишени и функционирования разряда. Так, при высокой скорости удаления атомарных частиц с поверхности мишени эти частицы начинают участвовать в ионизационных процессах и возвращаться назад на мишень в качестве распыляющих ионов. Формируется самораспыление мишени. Из-за этого сокращается количество частиц в эрозионном потоке, которые достигают подложки и осаждаются на неё. Известно, что самораспыление заметно снижает скорость осаждения покрытий при работе мощных импульсных магнетронов. В настоящей работе получены результаты исследования этого явления на примере распыления жидкофазной медной мишени.

Изучение влияния самораспыления на скорость осаждения покрытий выполнялось посредством экспериментов и математического моделирования. В экспериментах использовалась МРС планарного типа, в которой катодный узел имел медную мишень, помещённую в кольцевой тигель из молибдена. Тигель крепился к корпусу магнетрона через тонкие вставки из графита. Подобный контакт позволил замкнуть электрическую цепь МРС и при этом существенно сократить теплопроводный сток из системы «мишень в тигле». Был использован среднечастотный источник питания магнетрона. Мощность Q , усреднённая по периоду, находилась в диапазоне от 1 до 5 кВт. Осаждение покрытий начиналось после выхода магнетрона в устойчивый режим работы. Подложка располагалась параллельно поверхности мишени на расстоянии 14 см. Измерение толщины покрытий производилось методом сферического металлографического микрошлифа.

Расчёт тепловых процессов в мишени и эрозионных потоков, формируемых на её поверхности, производился с использованием математической модели, описанной в [3]. При вычислении скорости осаждения покрытия на подложку в режиме самораспыления учитывался возврат на мишень её атомов, которые подвергаются ионизации в области разряда и формируют ионный ток. Пусть F_{ev} и F_{sput} – эрозионные потоки атомов меди с поверхности мишени за счёт испарения и распыления, F_{ion} – плотность потока ионов, которые попадают на поверхность элементарной площадки мишени с координатами (x_t, y_t) . $F_{ion}(x_t, y_t) = I_{ion}(x_t, y_t) / e$. Здесь I_{ion} – плотность ионного тока, e – заряд электрона. В расчётах $I_{ion}(x_t, y_t) = W(x_t, y_t) / U$, где W – плотность мощности ионного тока, U – напряжение, измеренное в экспериментах при соответствующей мощности Q источника питания МРС. Тогда скорость осаждения покрытия V_{dep} на поверхности подложки в области элементарной площадки с координатами (x, y) имеет следующий вид:

$$V_{dep}(x, y) = \frac{L^2}{\pi n_{nuc} S_{tag}} \iint \frac{(F_{sput}(x_t, y_t) + F_{ev}(x_t, y_t) - F_{ion}(x_t, y_t)) dx_t dy_t}{(L^2 + (x - x_t)^2 + (y - y_t)^2)^2}.$$

Здесь L – расстояние между мишенью и подложкой, n_{nuc} – ядерная плотность вещества мишени в конденсированном состоянии, S_{tag} – площадь поверхности мишени.

Для реализации режима самораспыления необходимо, чтобы коэффициент эрозии поверхности мишени Y (т.е. количество атомов, удаляемых с поверхности мишени под

действием одного иона) при бомбардировке ионами вещества мишени был больше единицы. Коэффициент распыления Y_{sput} поверхности меди ионами Cu^+ с энергиями, имеющими место при работе МРС, больше единицы. Коэффициент эрозии поверхности мишени Y_{sum} , представляющий собой сумму коэффициента распыления и составляющей коэффициента эрозии за счёт испарения (Y_{ev}), т.е. $Y_{sum}=Y_{sput}+Y_{ev}$, может значительно возрасти при появлении заметного испарения мишени.

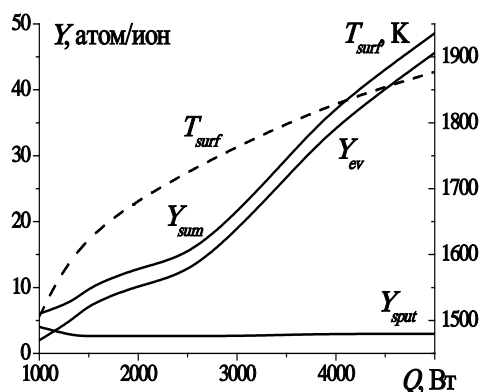


Рисунок 1 – Зависимость коэффициента эрозии Y_{sum} поверхности медной мишени и её температуры T_{surf} от мощности МРС, работающей при подаче рабочего газа аргона

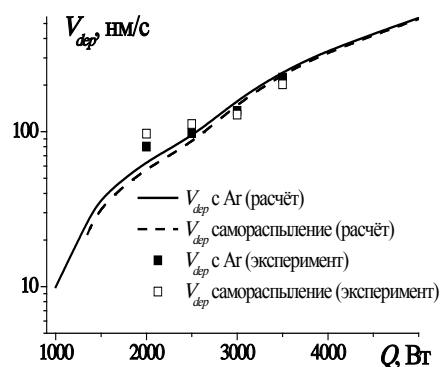


Рисунок 2 – Скорость осаждения медного покрытия (V_{dep}) на подложке, в зависимости от мощности МРС. Линии – расчёт, точки – измерения

На рисунке 1 показаны рассчитанные зависимости коэффициента эрозии поверхности медной мишени в теплоизолированном тигле от мощности МРС для случая бомбардировки мишени ионами аргона. Здесь поток ионов на мишень рассчитывался по данным о токе и напряжении, измеренных в экспериментах. На этом рисунке видно, что составляющая коэффициента эрозии за счёт испарения нелинейно увеличивается с ростом Q и существенно превышает Y_{sput} . Переход в режим самораспыления практически не сказывается на поведении Y_{sum} . В результате скорость осаждения является практически одинаковой при работе МРС как с напуском рабочего газа, так и без него. Об этом свидетельствуют зависимости скорости осаждения от мощности, показанные на рисунке 2.

Таким образом, скорость осаждения покрытий с интенсивным испарением мишени практически не уменьшается при переходе МРС в режим самораспыления.

Работа поддержана Российским фондом фундаментальных исследований, проект № 18-08-00454.

Список литературы

1. Блейхер Г.А., Кривобоков В.П. Эрозия поверхности твёрдого тела под действием мощных пучков заряженных частиц. Новосибирск: Наука, 2014. – 248 с.
2. Bleykher G.A., Borduleva A.O., and etc. Features of copper coatings growth at high-rate deposition using magnetron sputtering systems with a liquid metal target // Surface & Coating Technologies. – 2017. – Vol. 324. – P. 111–120.
3. Блейхер Г.А., Кривобоков В.П., Юрьева А.В. Магнетронное осаждение покрытий с испарением мишеней // Журнал технической физики. – 2015. - № 12. – С. 56-61.

СИЛЬНОТОЧНОЕ МАГНЕТРОННОЕ РАСПЫЛЕНИЕ АІ МИШЕНИ

В.А. ГРУДИНИН¹, Д.В. СИДЕЛЁВ¹

¹Инженерная школа ядерных технологий, Томский политехнический университет
E-mail: vladergu@mail.ru

Сильноточное импульсное магнетронное распыление (в зарубежной литературе – HiPIMS) [1,2] представляет собой инструмент, позволяющий получать тонкоплёночные покрытия, которые имеют выгодные преимущества в функциональных свойствах в сравнение с покрытиями, полученными при помощи классического распыления на постоянном токе (DC) или при средних частотах (MF). Главная особенность технологии HiPIMS заключается в формировании импульсов большой плотности мощности (10^3 – 10^4 Вт/см²) высокой скважности с частотой следования (<10 кГц). Однако эта технология обладает более низкой скоростью осаждения покрытий (на ~30...70% ниже, чем при DC [1]), что вызвано множеством факторов [2], которые в настоящее время уже достаточно хорошо изучены. Исходя из этого, перспективным направлением исследований в этой области является поиск методов повышения скорости осаждения. В настоящей работе предложено использовать комбинацию последовательных импульсов среднечастотного и сильноточного источников питания как средства для повышения скорости осаждения АІ покрытий. Выбор АІ в качестве материала мишени обусловлен его высокой теплопроводностью (236 Вт/м·К), что немаловажно ввиду высокой тепловой нагрузки на мишень, и большим спектром применений АІ плёнок в современной промышленности.

Исследования проводились на ионно-плазменной установке, оборудованной ионным источником, магнетронной распылительной системой, системой вращения образцов (скорость - 10 об/мин) и системой анализа оптического спектра плазмы (двухканальный спектрометр AvaSpec ULS-2048L2). Для проведения эксперимента был разработан комбинированный источник питания (DC+HiPIMS) на базе серийных источников APEL-M-5PDC и APEL-M-5HiPIMS. Система синхронизации обеспечивает последовательную подачу импульсов среднечастотного и сильноточного источников питания с фиксированной паузой (10...100 мкс) после сильноточного импульса.

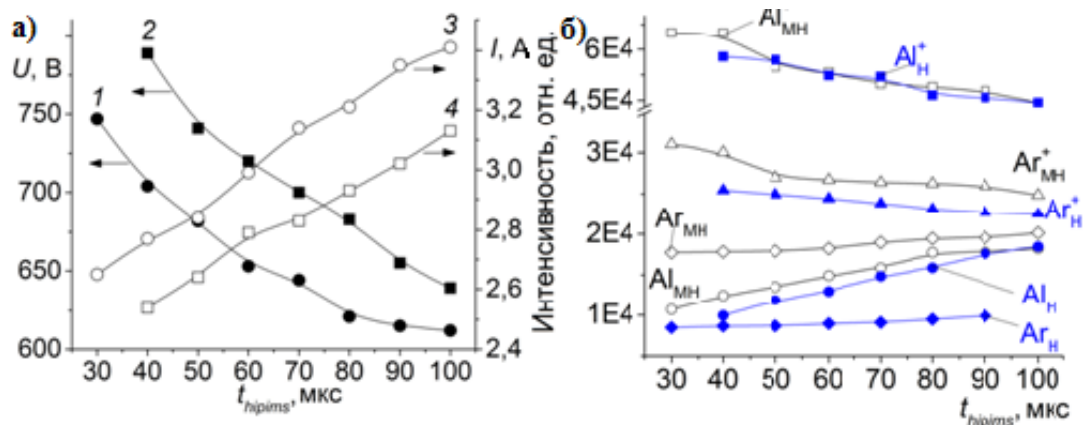


Рисунок 1 – а) эволюция напряжения (1, 2) и тока (3, 4) разряда в случае стабилизации мощности (2 кВт) при вариации длительности импульса сильноточного источника питания: 1, 3 – MF (0,6 кВт) + HiPIMS (2 кВт); 2, 4 – HiPIMS (2 кВт); б) изменение интегральной интенсивности оптического сигнала компонент плазмы от длительности импульса сильноточного источника питания. При распылении с помощью MF+HiPIMS: Al_{MH}⁺, Al_{MH} – ионы и атомы алюминия; Ar_{MH}⁺, Ar_{MH} – ионы и атомы аргона. При распылении с помощью HiPIMS: Al_H⁺, Al_H – ионы и атомы алюминия; Ar_H⁺, Ar_H – ионы и атомы аргона

Подача импульса среднечастотного источника питания перед сильноточным импульсом приводит к снижению рабочего напряжения и повышению среднего тока

разряда. В этом случае DC источник питания создаёт предварительную ионизацию диодного промежутка, что способствует более быстрому выходу работы магнетрона в высокоомощный режим [3]. Такие результаты, рисунок 1.а, были получены при изменении длительности импульса HiPIMS (частота следования импульсов – 1 кГц; усреднённая мощность HiPIMS – 2 кВт). Подача напряжения от DC источника питания обуславливает повышение оптического сигнала всех компонент плазмы, наибольший рост сигнала зафиксирован для нейтральных атомов аргона, рисунок 1.б.

На рисунке 2.а показаны скорости осаждения плёнок Al при использовании различных источников питания. Наблюдается существенный рост скорости осаждения при комбинированной подаче среднечастотных импульсов (средняя мощность 0,6 кВт). Одной из причин повышения скорости осаждения следует считать зависимость коэффициента распыления Al от энергии налетающих ионов. На рисунке 2.б показана зависимость коэффициента распыления Al ионами Ag, определённая путём расчёта в программе SRIM-2008 [4]. Согласно им, этот фактор приводит к 8-13% увеличению скорости осаждения Al покрытий. Помимо этого, относительный рост количества ионов Ag к числу ионов Al снижает интенсивность эффекта самораспыления, также оказывающего существенное влияние на скорость осаждения покрытий.

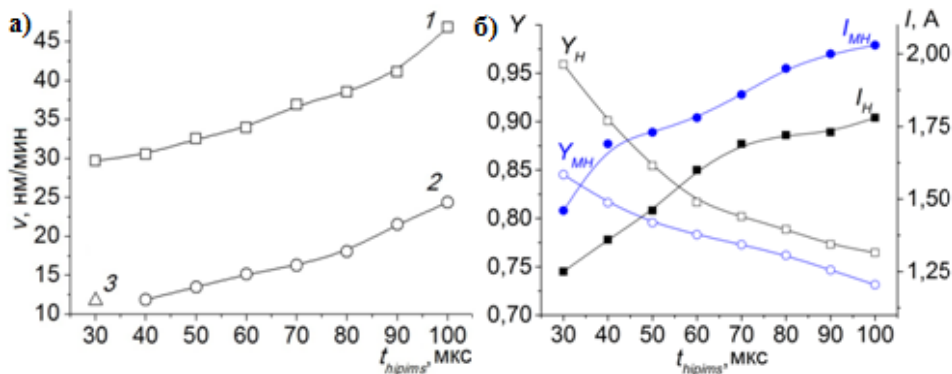


Рисунок 2 – а) скорость осаждения плёнок Al на вращающуюся подложку: 1 – распыление с помощью DC+HiPIMS (DC– 0,6 кВт; HiPIMS – 2 кВт); 2 - распыление с помощью HiPIMS (2 кВт); 3 – распыление с помощью DC (0,6 кВт); б) зависимость коэффициента распыления (Y) Al мишени и среднего тока разряда от длительности импульса сильноточного источника питания (1 кВт): Y_{MH} , I_{MH} – при распылении с помощью DC+HiPIMS; Y_H , I_H – при распылении с помощью HiPIMS

Таким образом, исследования по распылению Al мишени в плазме магнетронного разряда показали, что более высокая производительность процесса осаждения Al покрытий наблюдается при комбинации импульсов DC и сильноточного источников питания. В этом случае наблюдается более быстрый переход MPC в высокоомощный режим, зафиксировано повышение среднего тока разряда и снижение рабочего напряжения разряда.

Исследование поддержано Российским Фондом Фундаментальных Исследований (проект № 18-38-00676 мол_а.)

Список литературы

1. Sarakinos K., Alami J., Konstantinidis S. High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art // Surf. Coat. Technol. – 2010. – 204. – P.1661.
2. Anders A. Deposition rates of high power impulse magnetron sputtering: Physics and economics // J. Vac. Sci. Technol. – 2010. – №28. – P.783-790.
3. Vasina P., Mesko M., Imbert J.C. et al. Experimental study of a pre-ionized high power pulsed magnetron discharge // Plasma Sources Sci. Technol. – 2007. – 16. – P.501.
4. Ziegler J. et al. TRIM (the Transport of Ions in Matter) [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://www.srim.org>. – 12.06.18.

НЕСАМОСТОЯТЕЛЬНЫЙ ТЛЕЮЩИЙ РАЗРЯД С ПОЛЫМ КАТОДОМ БОЛЬШОГО ОБЪЕМА ДЛЯ АЗОТИРОВАНИЯ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

В.В. ДЕНИСОВ, Е.В. ОСТРОВЕРХОВ

Институт сильноточной электроники СО РАН

E-mail: volodyadenisov@yandex.ru

Азотирование относится к химико-термическим процессам, изменяющим состав структуру и свойства поверхностных слоев металлов, и является одним из основных методов упрочнения поверхности изделий из различных сталей и титановых сплавов. Наиболее распространенным в промышленности является ионно-плазменное азотирование в аномальном тлеющем разряде при давлениях (100 – 1000) Па [1]. Обработка в плазме разрядов низкого давления (≈ 1 Па) позволяет ускорить процесс насыщения поверхности азотом [2]. В несамостоятельном тлеющем разряде низкого давления с полым катодом генерируется плазма с концентрацией до 10^{18} м^{-3} при плотности ионного тока на обрабатываемую подложку более 10 mA/cm^2 [3], что позволяет модифицировать поверхность сталей и титана при относительно невысоком напряжении отрицательного смещения $\approx (100 - 200)$ В при нагреве в основном посредством ионной бомбардировки [4]. Однако в таком типе разряда при большой загрузке деталями в различных зонах вакуумной камеры возникает разница в значениях концентрации генерируемой плазмы, приводящая к неоднородности толщины азотированного слоя изделий. Причиной этого является появление в случае загрузки деталями рабочего объема областей геометрической тени для инжектируемых в тлеющий разряд электронов, в которых интенсивность процессов ионизации и, следовательно, концентрация плазмы снижаются. Если повысить долю электронного тока, получаемого за счет процессов вторичной ионно-электронной эмиссии со стенок полого катода, то можно улучшить однородность создаваемой плазмы.

В данной работе исследовалось влияние свойств поверхности полого катода из титана марки ВТ1-0, который в процессе азотирования титановых изделий мог изменять состав поверхности и шероховатость при насыщении поверхности азотом и/или кислородом, на изменение характеристик несамостоятельного тлеющего разряда в процессе работы.

Схема экспериментального стенда, приведена на рисунке 1. Тлеющий разряд зажигался между титановым полым катодом 1 площадью около $1,75 \text{ м}^2$ и плоским анодом 2 площадью 300 см^2 . Принцип генерации плазмы и установка подробно описаны в [3].

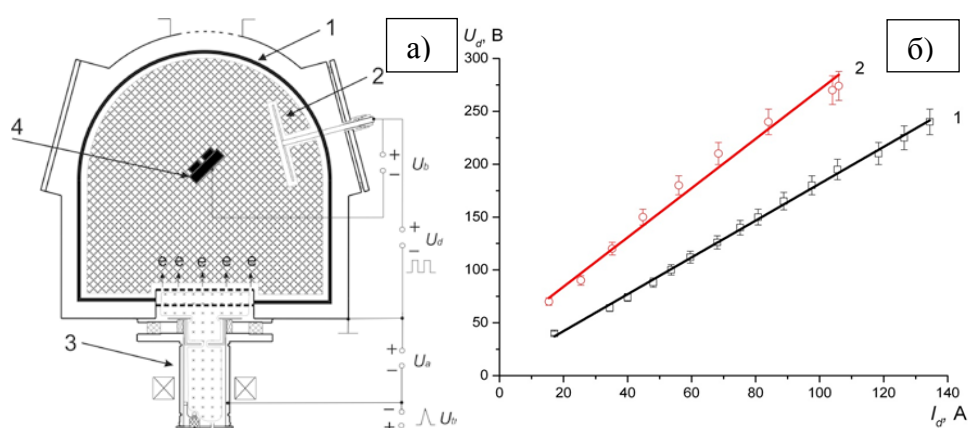


Рисунок 1 – а) Схема экспериментального стенда: 1 – титановый полый катод тлеющего разряда, 2 – анод тлеющего разряда, 3 – источник электронов, 4 – подложка с титановыми образцами; б) Вольт-амперные характеристики несамостоятельного тлеющего разряда при $I_a = 35 \text{ A}$, $p(\text{N}_2) = 1 \text{ Па}$: 1 – титановый полый катод; 2 – полый катод из нерж. стали 12X18H10T

Инжекция электронов осуществлялась через окно, перекрытое сеткой с размерами ячейки (1×1) мм из плазмы вспомогательного дугового разряда на основе источника с холодным полым катодом [5]. В ходе азотирования 5 серий титановых образцов 4 при общем времени функционирования полого катода около 10 часов поверхность титанового катода нагревалась до температуры выше 300 °С, подвергалась бомбардировке ионами азота, насыщалась кислородом при операциях загрузки/разгрузки образцов. После этого была получена вольт-амперная характеристика тлеющего разряда, рисунке 1б, которая показывает, что ток тлеющего разряда в случае катода из нержавеющей стали при тех же условиях работы (ток инжекции электронов, напряжение горения разряда) более чем в 1,5 раза ниже, чем ток разряда в системе с титановым полым катодом.

Результаты анализа элементного состава участка поверхности титанового полого катода, выполненные методом вторичной ионной масс-спектрометрии (ВИМС), показали, что в поверхности присутствует в значительном количестве оксид титана ($m/z = 64$), содержание которого постепенно уменьшается с глубиной, рисунок 2.

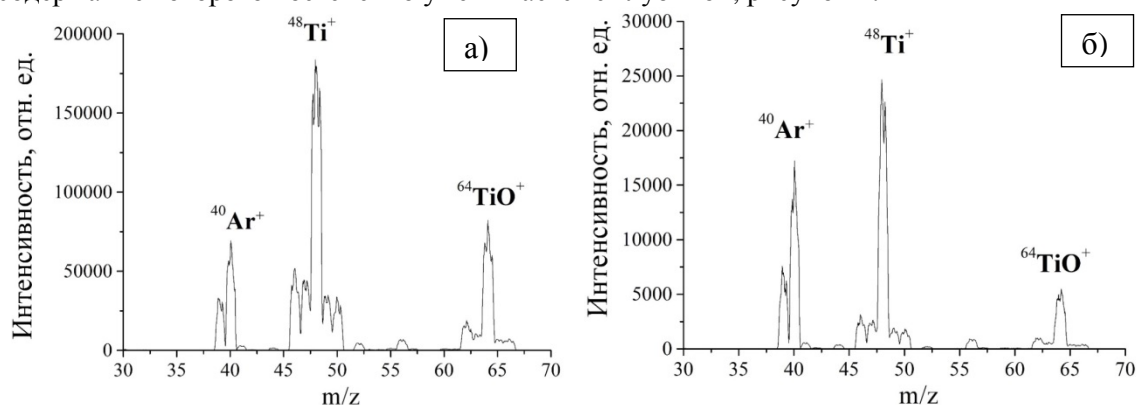


Рисунок 2 – ВИМС-спектры участка титанового полого катода: а) в начале травления Тi образца; б) после травления в течение 3,5 ч (глубина \approx 500 нм)

Наличие этой фазы влияет на коэффициент вторичной ионно-электронной эмиссии с поверхности полого катода, что в свою очередь должно приводить к росту тока тлеющего разряда.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований (№ 18-38-00836).

Список литературы

1. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Шпис Г.И., Бёмер З. М. Теория и технология азотирования. – М: Металлургия, 1991. – 320 с.
2. Щанин П.М., Коваль Н.Н., Гончаренко И.М., Григорьев С.В. Азотирование конструкционных сталей в газовых разрядах низкого давления // ФиХОМ. – 2001. – №3. – С.16–19.
3. Akhmadeev Y.N., Denisov V.V., Koval N.N., Kovalsky S.S., Lopatin I.V., Schanin P.M., Yakovlev, V.V. Generation of uniform low-temperature plasma in a pulsed non-self-sustained glow discharge with a large-area hollow cathode // Plasma Physics Reports. – 2017. – V.43(1). – P. 67-74.
4. Ostroverkhov E.V., Denisov V.V., Denisova Yu. A., Koval N.N., Lopatin I.V. Non-self-sustained low-pressure glow discharge for nitriding steels and alloys // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. – 2018. – V. 387 – p. 012056 (1-4).\
5. Щанин П.М., Коваль Н.Н., Ахмадеев Ю.Х., Григорьев С.В. Дуговой разряд с холодным полым катодом в скрещенных электрическом и магнитном полях // ЖТФ. – 2004. – Т.74. – № 5. – С. 24 – 29.

ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ Ti-Ta СПЛАВОВ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ НА TiNi ПОДЛОЖКЕ

Ф.А. ДЬЯЧЕНКО^{1, 2}, С.Н. МЕЙСНЕР¹, Е.В. ЯКОВЛЕВ³

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

²Национальный исследовательский Томский государственный университет

³Институт сильноточной электроники СО РАН

E-mail: frozenonetroll@mail.ru

На сегодняшний день в области физики упрочнения поверхности металлических материалов разработаны различные способы комбинированной обработки при помощи, в частности, электронно-пучковых и ионно-плазменных методов [1, 2]. Обработка поверхности миниатюрных изделий (*актуаторов*), применяемых в сфере микроэлектротехники, посредством осаждения легирующих компонентов и последующим их импульсным плавлением низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) позволяет формировать на поверхности изделий уникальную слоевую структуру, называемую поверхностным сплавом. Ключевыми особенностями формирования поверхностного сплава являются: 1) радикальное решение проблемы адгезии осаждаемого покрытия с подложкой; 2) формирование поверхностного сплава осуществляется с заданным химическим составом [3].

Однако модификация поверхности миниатюрных изделий не всегда положительно влияет на интегральные свойства материала. Это важно учитывать при обработке функционального сплава на основе никелида титана (TiNi), который обладает эффектом памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ). В связи с этим необходимо при улучшении прочностных характеристик поверхности миниатюрного изделия учитывать влияние обработок на такие важные функциональные свойства сплава TiNi, как ЭПФ и СЭ.

На основании этого целью данной работы являлось исследовать физико-механические свойства поверхностных Ti-Ta сплавов, синтезированных на TiNi подложке.

В данной работе использовались образцы размерами 10×10×1 мм, которые были приготовлены методом электроэрозионной резки из пластины, изготовленной из сплава на основе TiNi марки ТН1 (МАТЕК-СПФ, Россия). Сплав выплавлен методом индукционной плавки в печи с графитовым тиглем. Химический состав сплава: Ti-55.08 Ni-0.051 C-0.03 O-0.002 N (вес. %). Методика приготовления поверхности исходных образцов описана в работе [4].

Формирование поверхностных Ti-Ta сплавов на TiNi-подложке осуществляли в едином вакуумном цикле на модифицированной автоматизированной установке «РИТМ-СП» (ООО «Микросплав», Россия) [3]. Для предотвращения локального отслоения осаждаемого Ti-Ta покрытия из-за кратерообразования в процессе импульсного плавления подложки, поверхность предварительно облучали НСЭП в режиме: плотность энергии электронного пучка $E_s = 3,4 \pm 0,7$ Дж/см², число импульсов воздействия $n = 32$. После проведения предварительной НСЭП-обработки TiNi-подложку с помощью манипулятора попеременно устанавливали по оси магнетронного модуля для осаждения Ti₇₀Ta₃₀ и Ti₆₀Ta₄₀ (ат. %) покрытий толщиной 50 нм и по оси НСЭП – для импульсного плавления ($E_s = 2 \pm 0,2$ Дж/см², $n = 5$) системы «покрытие/подложка». Число циклов «осаждения + импульсное плавление» составляло $N = 20$ и $N = 30$ (для Ti₇₀Ta₃₀ и Ti₆₀Ta₄₀), так, чтобы ожидаемая толщина поверхностного сплава не превышала ~ 1 мкм и ~ 1,5 мкм, соответственно.

Экспериментальные исследования проведены на оборудовании ЦКП НИИ ЯФ ТПУ (Россия, Томск). Измерение физико-механических характеристик поверхностных слоёв образцов TiNi после формирования поверхностных Ti-Ta сплавов проведено методом динамического наноиндентирования на установке Nano Hardness Tester (CSEM NHT,

Швейцария). Анализ физико-механических свойств поверхностных слоёв проведён на зависимостях динамической микротвёрдости - H_{OP} , характеристики пластичности - δ_H и степени восстановления формы отпечатка - η от максимальной глубины погружения индентора h_{max} , рассчитанных из диаграмм нагружения-разгрузки по методикам, которые представлены в работах [5, 6, 7].

В ходе данного исследования установлено, что формирование поверхностных Ti-Ta сплавов, различных по толщине и составу осаждаемого Ti-Ta покрытия, на поверхности TiNi-подложки приводит к изменению физико-механических свойств поверхностных слоёв относительно исходных значений: $H_{OP} \approx 3000$ МПа, $\delta_H \approx 0,4$, $\eta \approx 40$ %.

Анализ данных свойств, проведённый с помощью метода динамического наноиндентирования, показал, что электронно-пучковый синтез Ti-Ta покрытий приводит к градиентному изменению физико-механических характеристик. Вблизи поверхности (на глубине $h \leq 500$ нм) наблюдается самый большой градиент изменения физико-механических параметров. На данной глубине поверхностные слои характеризуются повышенной микротвёрдостью H_{OP} , и, соответственно, низкой пластичностью δ_H ($H_{OP} \approx 8000$ МПа, $\delta_H \approx 0,45$ (Ti₇₀Ta₃₀); $H_{OP} \approx 8000$ МПа, $\delta_H \approx 0,4$ (Ti₇₀Ta₃₀)). Оценивая параметр η , который характеризует сверхэластичные свойства материала, было отмечено, что поверхностные сплавы на TiNi-подложке проявляют довольно высокую сверхэластичность ($\eta \approx 50$ % (Ti₇₀Ta₃₀), $\eta \approx 45$ % (Ti₆₀Ta₄₀)), что не всегда характерно для упрочнённых материалов.

На глубине, большей, чем ожидаемая толщина (~ 1 мкм, $\sim 1,5$ мкм) формируемых поверхностных сплавов (Ti₇₀Ta₃₀, Ti₆₀Ta₄₀ соответственно), происходит плавное понижение физико-механических характеристик до значений, характерных для исходной TiNi-подложки.

Полученные результаты показывают, что электронно-пучковый синтез Ti-Ta покрытий, различных по толщине и составу, на TiNi-подложке приводит к градиентному изменению физико-механических свойств.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РНФ №18-19-00198 от 26.04.2018).

Список литературы

1. Грибков В.А., Григорьев Ф.И., Калинин Б.А. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов. – М.: Изд-во. Дом «Круглый стол», 2001. – 527 с.
2. Данилин Б.С., Сырчин В.К. Магнетронные распылительные системы. – М.: Радио и связь, 1982. – 72 с.
3. Марков А.Б., Миков А.В., Озур Г.Е., Падей А.Г. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов // ПТЭ. – 2011. – № 6. – С. 122–126.
4. Мейснер С.Н., Дьяченко Ф.А. Исследование физико-механических свойств и структуры поверхностных слоёв никелида титана, сформированных облучением низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком // Избранные доклады IV Международной научной конференции студентов и молодых учёных. – Томск: Изд-во Том. гос. архит.-строит. ун-та. – 2017. – С. 42–47.
5. Pharr G.M., Oliver W.C. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation // MRS Bulletin. – 1992. – Vol. 17. – P. 28–33.
6. Milman Yu.P., Galanov B.A., Chugunova S.I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement // Acta Met. Mater. – 1993. – Vol. 41. – № 9. – P. 2523–2531.
7. Crone W.C., Shaw G.A., Stone D.S., Johnson A.D., Ellis A.B. Shape recovery after nanoindentation of NiTi thin films // Charlotte. NC. – 2003. – P. 1–6.

АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЯ СКОРОСТИ ПОРОШКОВЫХ ЧАСТИЦ ПРИ ОБТЕКАНИИ ПОТОКОМ НЕПОДВИЖНОЙ ПОВЕРХНОСТИ

Е.А. ЗОТОВ, К.В. НЕБОГА

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва

E-mail: west0506@rambler.ru

Плазменные газотермические покрытия благодаря универсальности метода [1, 4, 7-8, 10, 16-17] и возможности реализации необходимого изменения свойств в системе покрытие-основа [1-2, 9, 15, 17] находят все более широкое применение при производстве деталей авиационной и ракетно-космической техники. Учитывая высокие требования данных отраслей и широкую номенклатуру деталей различных форм, размеров и применяемых материалов, создание технологии нанесения покрытия на такие высокоответственные детали и конструкции с учетом специфики их эксплуатационных условий требует тщательного анализа основных физических процессов и разработку оптимальных технологических режимов на основе выявленных закономерностей.

Существенное влияние на свойства покрытий оказывает их морфология, зависящая от многих факторов, среди которых особенно выделяются плавление и перенос порошкового материала в струе плазмы [1, 3-4, 7-10, 16-18]. Исследования, приведенные в [2-3, 5-6, 15], показывают, что ускорение частиц в потоке во многом предопределяет конечные размеры и форму сплэта, образующегося на напыляемой поверхности. В связи с этим, определение скоростей отдельных частиц является важным этапом разработки для последующей разработки технологических режимов. В процессе переноса порошкового материала в ряде работ [3-4, 7-8, 10, 16] выделяют несколько отличных друг от друга участков, где параметры струи плазмы изменяют свои значения с постоянных на переменные, зависящие от координаты. Однако, для более точного анализа скоростных характеристик необходимо также рассмотреть достаточно тонкую зону пограничного слоя, образующегося при движении потока плазмы у поверхности детали. При постановке задачи определения скоростей частиц в процессе образования сплэтов покрытия на поверхности использовались уравнения динамики движения частиц, свойства среды и свойства движения потока в области пограничного слоя [11-14]. В качестве начальных условий приняты координаты и основные компоненты скорости при переходе от зоны установившегося течения к пограничному слою. Получены новые уравнения для определения скорости частиц порошкового материала и проанализированы изменения данного параметра по толщине пограничного слоя, рисунок 1. На основе полученных данных определены скорости движения частиц разных диаметров в процессе образования сплэтов покрытия на различных дистанциях напыления. Проведены корректировки технологических режимов напыления для различных порошков.

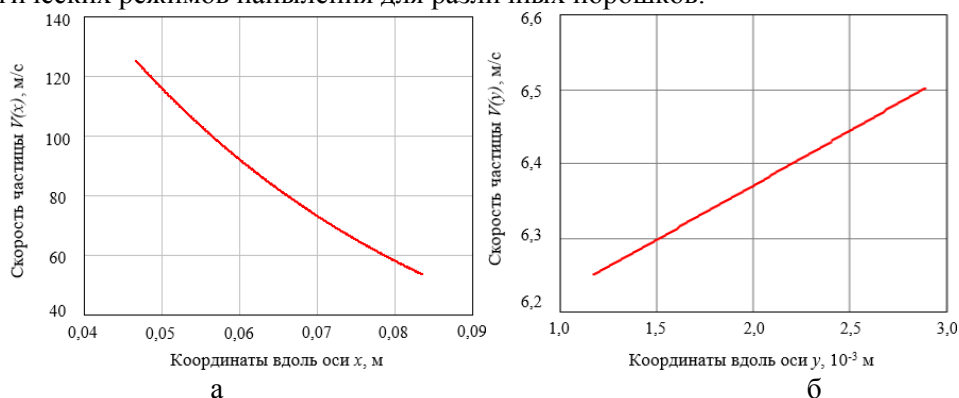


Рисунок 1 – Скорость частицы $ZrO_2 - 8\%Y_2O_3$ диаметром 70 мкм в пограничном слое при дистанции напыления 60 мм: а – скорость центра масс относительно оси x ; б – скорость центра масс относительно оси y

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-0095918

Список литературы

1. Барвинок В.А. Плазма в технологии, надежность, ресурс. – М.: Наука и технологии, 2005. – 456 с.
2. Барвинок В.А., Богданович В.И. Физическое и математическое моделирование процесса формирования мезоструктурноупорядоченных плазменных покрытий // Журнал технической физики, 2012. – Т.82, выпуск 2. – С. 105-112.
3. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Mathematical modelling of powder material motion and transportation in high-temperature flow core during plasma coatings application // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 327, Issue 1, article number 022036.
4. Бобров Г.В., Ильин А.А., Спектор В.С. Теория и технология формирования неорганических покрытий. – М.: Альфа-М, 2014. - 925 с.
5. Алхимов А.П., Клинков С.В., Косарев В.Ф., Фомин В.М. Холодное газодинамическое напыление. Теория и практика. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2010. – 536 с.
6. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Metallographic Study of Mesostructure-Ordered Plasma Ceramic Coatings // Key Engineering Materials. – 2017. – Vol. 743. – P. 118-123.
7. Бобров Г.В., Ильин А.А. Нанесение неорганических покрытий. – М.: Интермет-Инжиниринг, 2004. – 624 с.
8. Ильющенко А.Ф., Шевцов А.И., Оковитый В.А. Процессы формирования газотермических покрытий и их моделирование. – Минск: Беларус. Навука, 2011. – 357 с.
9. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Analysis of the ceramic layer microstructure influence on plasma spray thermal barrier coating performance // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 286, Issue 1, article number 012008.
10. Robert B. Heimann. Plasma spray coating. Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft mbH, 1996. – 352 p.
11. Вараксин А.Ю. Столкновение в потоках газа с твердыми частицами – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2008. – 312 с.
12. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика. Том VI. Гидродинамика. – М.: Наука, 2015. – 736 с.
13. Шлихтинг Г. Теория пограничного слоя. – М.: Наука, 1974. – 711 с.
14. Вараксин А.Ю. Турбулентные течения газа с твердыми частицами. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2003. – 192 с.
15. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Enhancing thermal barrier coatings performance through reinforcement of ceramic topcoat // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 156, Issue 1, article number 012016.
16. Пузряков А.Ф. Теоретические основы технологии плазменного напыления. – М.: Издательство МГТУ, 2003. – 458 с.
17. Докукина И.А. Повышение эксплуатационных характеристик деталей за счет нанесения плазменных газотермических покрытий кластерной структуры // Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. – 2012. – №5. – С. 49-54.
18. Tillmann W., Baumann I., Hollingsworth P., Laemmerhirt I.-A. Influence of the Spray Angle on the Properties of HVOF Sprayed WC-Co Coatings Using Fine Powders // Journal of Thermal Spray Technology, 2013. – Vol.22(2-3). – P. 272-279.

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССА РАЗРУШЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНОГО КЕРАМИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА КОМПОЗИТЕ ПО ДАННЫМ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ И КОРРЕЛЯЦИИ ЦИФРОВЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ

Е.М. ЗУБОВА, Е.М. СТРУНГАРЬ, Д.С. ЛОБАНОВ

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: cem.zubova@mail.ru

Применение теплозащитных покрытий в элементах конструкции ракетной и авиационной техники обусловлено необходимостью увеличения срока службы узлов и деталей, подверженных влиянию высоких температур. Однако, в процессе эксплуатации таких элементов, возникает ряд серьезных проблем, связанных с различным термомеханическим поведением материалов покрытия и подложки при нагружении, которые могут повлечь за собой полное разрушение защитного покрытия, следовательно, деградацию механических свойств композиционного материала [1]. Таким образом, существует необходимость в дополнительном изучении процессов инициирования и роста трещин функциональных покрытий, нанесенных на подложку из композита, что, в конечном итоге, и приводит к растрескиванию и отслоению покрытия [2-4]. Перспективным направлением экспериментальной механики является совместное использование дополнительных методов диагностики процессов повреждений [5,7].

В данной работе, в качестве дополнительных методов диагностики процессов накопления повреждений и разрушения керамического покрытия в процессе нагружения образцов, использовались метод корреляции цифровых изображений (КЦИ) и метод регистрации и обработки сигналов акустической эмиссии (АЭ). Объектом исследований являлись композиционные образцы с нанесенным на поверхность функциональным керамическим покрытием. Основной целью работы является подтверждение работоспособности покрытия при рабочих нагрузках.

Экспериментальные исследования осуществлялись на базе использования современного оборудования ЦКП Центра экспериментальной механики Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механические испытания проводились на универсальной электромеханической системе Instron 5882 при комнатной температуре. Исследование включало в себя испытания на одноосное квазистатическое растяжение и сжатие образцов из композиционного материала с покрытием. Нагружение проводилось с постоянной скоростью передвижения траверсы 2 мм/мин. при растяжении и 1 мм/мин. при сжатии. В процессе нагружения осуществлялась видеосъемка с использованием трёхмерной цифровой оптической системы Vic-3D и непрерывная регистрация сигналов АЭ с помощью системы AMSY-6. Общий вид испытания представлен на рисунке 1.

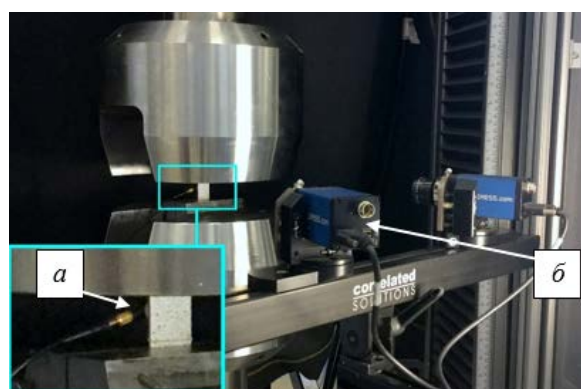


Рисунок 1 – общий вид проведения испытаний: а) датчик АЭ, прикрепленный на образец, б) цифровая оптическая система Vic-3D

В ходе испытаний определены механические характеристики материалов: предел прочности, модуль упругости, коэффициент Пуассона. Построены диаграммы деформирования, построены и проанализированы поля деформаций в разные моменты нагружений. Поля продольных деформаций образцов дают представление о характере разрушения того или иного образца, и наглядно демонстрируют место локализации дефектов.

В среднем по всем образцам первоначальное растрескивание защитного покрытия соответствовало 82 % от разрушающей нагрузки. Получены и проанализированы новые опытные данные при анализе сигналов АЭ, выявлен различный характер накопления повреждений в покрытии при испытаниях на одноосное растяжение и сжатие.

Комбинированные исследования поведения керамического покрытия в процессе нагружения методами КЦИ и регистрации сигналов АЭ дают более полное представление о процессе накопления повреждений в покрытии, нанесенном на образцы из композиционного материала. Так, поля продольных деформаций наглядно демонстрируют место локализации дефектов на поверхности керамического покрытия, а метод регистрации и анализа сигналов АЭ позволяет достаточно точно определить момент инициирования трещины.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-31-00452 мол_а.

Список литературы

1. Savino R., Criscuolo L., Di Martino G. D. et al. Aero-thermo-chemical characterization of ultra-high-temperature ceramics for aerospace applications // Journal of the European Ceramic Society. – 2018. – Vol. 38. – P. 2937-2953.
2. Wildemann V.E., Spaskova E.V., Shilova A.I. Research of the Damage and Failure Processes of Composite Materials Based on Acoustic Emission Monitoring and Method of Digital Image Correlation Problems of Deformation and Fracture in Materials and Structures // Solid State Phenomena. – 2016. – Vol. 243. – pp. 163-170.
3. Шилова А.И., Лобанов Д.С., Вильдеман В.Э. и др. Экспериментальное исследование влияния высокотемпературной обработки тканого наполнителя на прочностные свойства углеродных композитов // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2014. – № 4. – С. 221–239. doi: 10.15593/perm.mech/2014.4.09.
4. Шилова А.И., Вильдеман В.Э., Лобанов Д.С. и др. Исследования механизмов разрушения углеродных композиционных материалов на основе механических испытаний с регистрацией сигналов акустической эмиссии // Вестник ПНИПУ. Механика. – 2013. - №4. – С. 169-179.
5. Лобанов Д.С., Вильдеман В.Э., Спаскова Е.М. и др. Экспериментальное исследование влияния дефектов на прочность композитных панелей методами корреляции цифровых изображений и инфракрасной термографии // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. — 2015. — № 4. — С. 159-170
6. Панин В.Е., Панин С.В., Бяков А.В., Бурков М.В. и др. Многомасштабный метод анализа деформации металлических сплава и углерод-углеродных композиционных материалов по данным тензометрии, картирования деформации на поверхности и акустоэмиссии // Контроль. Диагностика. — 2011. — № 11. — С. 56–62.
7. Панин С.В. Анализ изображений в оптическом методе оценки деформации / С.В. Панин, П.С. Любутин, В.В. Титков; отв. Ред. А.А. Светлаков; Рос. Акад. наук, Сиб. отд-ние, Ин-т физики прочности и материаловедения. – Новосибирск: Издательство СО РАН, 2017. – 288 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ Zr-Y-O ПРИ ИМПУЛЬСНОМ МАГНЕТРОННОМ ОСАЖДЕНИИ НА ПОДЛОЖКАХ ОПТИЧЕСКОГО СТЕКЛА K208

А.В.ИВАНОВА¹, Т.И.ДОРОФЕЕВА², М.П.КАЛАШНИКОВ^{1,2}, И.А.БОЖКО^{1,2}, Ю.Ф.ХРИСТЕНКО³

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

³Научно-исследовательский институт прикладной математики и механики Национального исследовательского Томского государственного университета

E-mail: bonny.anne.iv@gmail.com

В околоземном пространстве внешние элементы космических аппаратов постоянно подвергаются ударам высокоскоростных микрометеороидов и частиц антропогенного загрязнения. В наибольшей степени страдают оптические элементы, такие как стекла иллюминаторов, зеркала, линзы, а также фотоэлектрические преобразователи солнечных батарей. В результате таких столкновений на поверхности оптических элементов образуются механические повреждения в виде кратеров и трещин. Увеличение их плотности в процессе длительной эксплуатации приводит к значительной эрозии поверхности, снижению прозрачности и деградации механических свойств оптических элементов. Модификация поверхности путем нанесения покрытий позволит значительно повысить эрозионную стойкость поверхности оптических элементов [1]. Система Zr-Y-O, обладающая уникальным комплексом свойств [2], таких как высокая прочность, износостойкость и прозрачность, является подходящим вариантом в качестве защиты оптического стекла K208.

Целью работы является исследование структурного состояния и механических свойств покрытий на основе системы Zr-Y-O, полученных методом импульсного реактивного магнетронного распыления.

Исследуемые покрытия наносили на подложки, которые представляли из себя полированные диски размером $\varnothing 15 \times 4$ мм из радиационно-стойкого стекла K208, методом импульсного магнетронного распыления на вакуумной установке УВН-05МД «КВАНТ» [3] в газовой смеси $Ag+O_2$ с использованием мишени на основе ZrY. Температура подложек в процессе нанесения покрытий была 295 К. Толщина покрытий составила 5-6 мкм.

Структурно-фазовое состояние исследовали методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-7 в Co-K α излучении (для отсекающего β -излучения использовали Fe-фильтр) [4]. Микротвердость, приведенный модуль упругости и коэффициент упругого восстановления покрытий и подложек из стекла K208 измеряли с помощью нанотвердомера NanoHardnessTester при нагрузке 20 мН.

Для определения эрозионной стойкости стекла к ударному воздействию микрочастиц рассчитывали поверхностную плотность образующихся кратеров. Для этого проводили эксперимент по бомбардировке экспериментальных образцов с помощью легкогазовой пушки МПХ23/8 в НИИ ПММ ТГУ [5]. В качестве частиц для обстрела были выбраны микрочастицы порошка железа с формой близкой к сферической средним диаметром 56 мкм. Скорости движения микрочастиц составляли 5-8 км/с. После обстрела методом РЭМ были получены серии изображений поверхности образцов. На полученных изображениях всех 8-ми образцов были исследованы распределения возникающих после обстрела кратеров и рассчитана их поверхностная плотность.

РСА показал, что покрытия Zr-Y-O, сформированные при указанных условиях осаждения, имеют многофазную структуру, состоящую из фазы ZrO_2 с решетками тетрагональной и моноклинной модификации, а также фазу Y_2O_3 с кубической модификацией.

Механические характеристики покрытий Zr-Y-O и стекла K208 без покрытия показаны в таблице 1. Как видим, по сравнению с исходным стеклом микротвердость

покрытий увеличивается более чем в 2 раза, а коэффициент упругого восстановления – в 1,3 раза.

Таблица 1 – Средние значения механических характеристик исследуемых образцов и плотность кратеров на их поверхности

Образец	H_m , ГПа	E^* , ГПа	k_v	ρ , мм ⁻²
Стекло К208	$8,40 \pm 0,15$	$93,0 \pm 0,8$	0,53	20,19
Стекло с покрытием Zr-Y-O	$18,81 \pm 0,69$	$318,6 \pm 8,8$	0,72	3,04

На рисунке 1 показаны кратеры на поверхности образцов с покрытием Zr-Y-O и исходных стеклах, образовавшиеся после обстрела. Видно, что на образце с покрытием количество кратеров значительно меньше, чем на обычном стекле. Этот факт подтверждают результаты подсчета поверхностной плотности кратеров ρ , указанные в таблице 1.

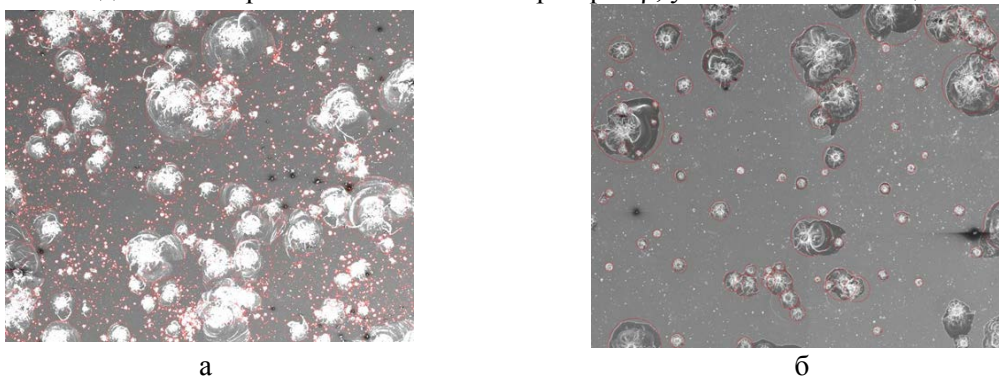


Рисунок 1 – РЭМ-изображения кратеров, сформированных на поверхности образцов в результате воздействия высокоскоростного потока микрочастиц железа: а – образец без покрытия, б – образец с покрытием Zr-Y-O (кратеры обведены красными окружностями)

Выводы. Покрытия Zr-Y-O, осажденные на стекле К208 методом импульсного магнетронного распыления, имеют кристаллическую многофазную структуру, включающую фазы ZrO_2 и Y_2O_3 . Нанесение данных покрытий позволяет значительно повысить эрозионную стойкость стекла К208, о чем свидетельствует уменьшение поверхностной плотности кратеров на поверхности образцов после воздействия потока высокоскоростных микрочастиц железа в ~ 7 раз, по сравнению с исходными. Микротвердость стекла с осажденным покрытием Zr-Y-O составила 18,8 ГПа.

Список литературы

1. V. Sergeev, S. Psakhie, P. Chubik, A. Cherniavsky, V. Soloviev, V. Solntsev, Yu. Khristenko. Magnetron Sputtering of Si-Al-N Nanocomposite Coatings on Quartz Glasses for Protection against Impacts of High Speed Microparticles // Vacuum. – 2017. – V.143.– p.454-457.
2. Панин В.Е., Сергеев В.П., Моисеенко Д.Д., Почивалов Ю.И. Научные основы формирования теплозащитных и износостойких многослойных покрытий системы Si-Al-N и Zr-Y-O// Физическая мезомеханика. – 2011. – Т. 14. – № 6. – С. 5–14.
3. Сергеев В.П., Яновский В.П., Параев Ю.Н., Сергеев О.В., Козлов Д.В., Журавлев С.А. Установка ионно-магнетронного напыления нанокристаллических покрытий (КВАНТ). Физическая мезомеханика. 2004. – Т.7. Спец.выпуск. ч.2. с. 333-336.
4. Fedorischeva M.V., Kalashnikov M.P., Sergeev V.P. Phase transformations in nanostructured coatings based on Zr-Y-O and produced by a pulse magnetron sputtering method //AIP Conference Proceedings. –2015. –V.1683. –P.020053 (1–4)
5. Gerasimov A.V., Kalashnikov M.P., Sergeev V.P., Khristenko Yu.F. Complex research on the interaction of glass with space debris //AIP Conference Proceedings. – 2015. –1683. – P.020056-1 – 020056-4

МОЛЕКУЛЯРНО-ДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ОСАЖДЕНИЯ ПАЛЛАДИЕВО-СЕРЕБРЯНЫХ НАНОПЛЕНОК

А.М.ИГОШКИН

Институт неорганической химии им. А.В. Николаева

E-mail: igoshkinam@yandex.ru

Водород как один из самых важных химических материалов активно используется в ряде областей промышленности: химической, металлургической, нефтехимической, а также в различных энергетических приложениях. Более 90% всего водорода добывается термохимическими методами (пиролиз, паровая конверсия, частичное окисление) из природных источников (природный газ, нефть, уголь). В этих способах добычи водород с помощью селективных мембран выделяется из газовой смеси. Одними из лучших материалов для таких мембран являются различные сплавы палладия. Они обладают высокой селективностью и проницаемостью по сравнению с другими материалами (керамические, полимерные, углеродные мембраны). Самыми актуальными методами для нанесения металлических покрытий водородопроницаемых мембран являются различные методики физического осаждения из газовой фазы (электротермическое напыление, магнетронное напыление). Их главные достоинства: точный контроль толщины получаемых металлических пленок и их состава. В рамках этих методик актуальной является задача отыскания условий напыления металлических мембран, при которых достигаются наилучшие показатели параметров водородопроницаемости и селективности.

В совокупном рассмотрении эта задача является чрезвычайно комплексной. Первую очередь это связано с тем, что мембраны на основе палладия и его сплавов являются многослойными конструкциями: они состоят из пористой подложки, многокомпонентного буферного слоя и нанесенной на него тонкой пленки из палладиевого сплава, с помощью которой непосредственно и происходит отделение водорода от смеси. Остальная часть мембраны предназначена для того, чтобы обеспечить механическую стабильность очень тонкого металлического слоя. В таких условиях водородопроницаемость и селективность всего устройства будет зависеть от огромного множества факторов, часть из которых не всегда возможно учесть.

Поэтому, чтобы выяснить влияние технологических условий напыления пленки из палладиевого сплава на ее непосредственные свойства, в рамках данной задачи оказывается необходимым использование атомистических расчетных методик. Метод молекулярной динамики является одним из самых мощных подходов для решения данной задачи. В частности, несмотря на свои ограничения (малые времена и нанометровые масштабы моделирования) он позволяет получать реалистичные зависимости структуры пленок от условий их напыления (температуры подложки, ее тип, энергии осаждающихся атомов). Поскольку водородопроницаемость и селективность материала определяются его составом и внутренней структурой, то они могут быть рассчитаны в рамках этого подхода. В перспективе существует возможность, на базе зависимостей свойств пленок от технологических условий их напыления, полученных методом молекулярной динамики, проводить поиск направлений для создания новых материалов водородопроницаемых мембран.

На текущем этапе работы было проведено моделирование осаждения палладиево-серебряных тонких пленок на различные подложки (палладиевую и серебряную). Исследована зависимость структуры получаемых слоев от их композиции, начальной энергии адатомов и температур подложек.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №18-32-01059 мол_а.

СВЕРХВЫСОКОЧУВСТВИТЕЛЬНОЕ ОБНАРУЖЕНИЕ МЕТОДОМ ГИГАНТСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ

А.В.ИЛЬЧУК, РАУЛЬ РОДРИГЕС, Е.С.ШЕРЕМЕТ, ДИТРИХ Р.Т. ЦАН

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: belegestel97@mail.ru

Целью данного исследования является получение плазмонных наночастиц, которые непосредственно влияют на сверхчувствительное обнаружение в спектроскопии комбинационного рассеяния (КР) на поверхности SERS подложки. Наша задача заключается в экспериментальной демонстрации, а также компьютерном моделировании самого простого, эффективного и недорогого способа получения монокристаллических наночастиц из солей серебра, которые можно использовать в качестве высокоэффективных субстратов для SERS (Surface-enhanced Raman spectroscopy).

Одним из возможных способов получения плазмонных наночастиц является использование солей серебра, которые могут восстановиться до наночастиц. В данном эксперименте использовался водный раствор AgNO_3 . Капля раствора помещалась на подложку предварительно тщательно очищенного и отшлифованного электрода. После того, как капля раствора была помещена на подложку, мы приложили отрицательный потенциал -2 В в течении 10 секунд, чтобы вызвать восстановление ионов Ag^{3+} .

В результате мы получили плазмонные наночастицы, извлеченные из водного раствора соли AgNO_3 [2]. Результаты КР спектроскопии показали, что произошло усиление сигнала более чем в 2 раза, в отличие от коммерческого субстрата «Klarite». Мы разработали сверхчувствительную SERS-подложку, которая позволяет недорогое использование сверхчувствительного обнаружения с помощью гигантской КР спектроскопии, которое особенно полезно в медицине для диагностики заболеваний [1].

Сравнивая предложенные нами подложки с коммерческими подложками SERS, можно заключить, что наша технология отличается высоким коммерческим потенциалом, так как цена наших субстратов составляет не более 1 доллара США, а технологический процесс достаточно прост.

Мы ожидаем, что наши разработки будут использоваться для создания датчиков, диагностики заболеваний, химического анализа с помощью плазмонной спектроскопии.

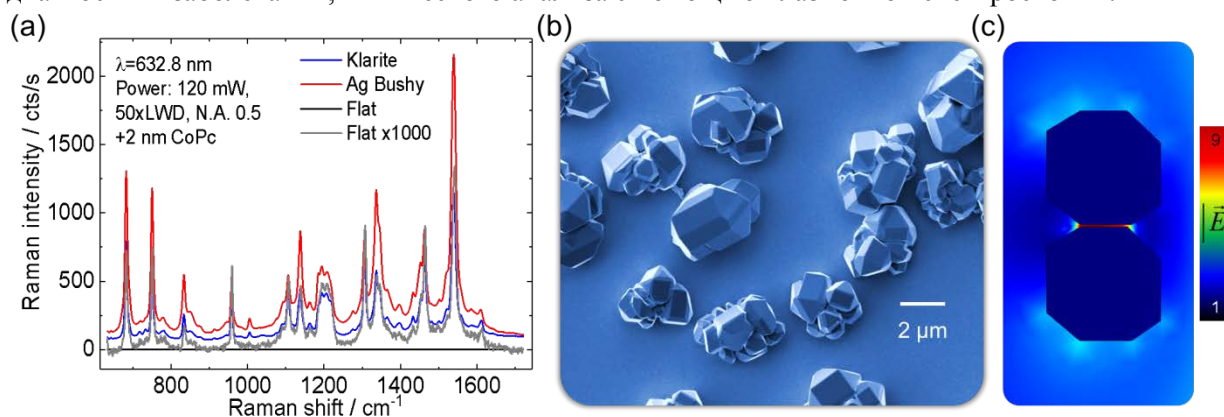


Рисунок 1 – а) Спектры комбинационного рассеяния ультратонких слоев фталоцианина кобальта, осажденного на разных материалах, б) изображение сканирующей электронной микроскопии подложки Ag, обеспечивающее наивысшее усиление, в) иллюстрация результатов моделирования метода конечных элементов для двух октаэдрических наночастиц (50 нм), моделирующих монокристаллы Ag

Список литературы

1. Kneipp, K.; Wang, Y.; Kneipp, H.; Perelman, L. T.; Itzkan, I.; Dasari, R.; Feld, M. S., Single molecule detection using surface-enhanced Raman scattering (SERS). *Phys. Rev. Lett.* 1997, 78 (9), 1667-1670.
2. Mikoliunaite, L.; Rodriguez, R. D.; Sheremet, E.; Kolchuzhin, V.; Mehner, J.; Ramanavicius, A.; Zahn, D. R., The substrate matters in the Raman spectroscopy analysis of cells. *Sci Rep* 2015, 5, 13150.

ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ Ta НА МОРФОЛОГИЮ ПОВЕРХНОСТИ, МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКРЫТИЙ TiAlN

Е.Д. КУЗЬМИНОВ^{1,2}, А.Р. ШУГУРОВ¹, А.М. КАСТЕРОВ¹, А.А. АКУЛИНКИН¹

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

²Томский политехнический университет

E-mail: evgenij_kuzminov00@mail.ru

Покрытия TiAlN получили широкое распространение в промышленности для повышения износостойкости и коррозионной стойкости деталей и механизмов благодаря высокой твердости и стойкости к окислению. Повышенная твердость покрытий TiAlN обусловлена тем, что Al частично замещает Ti в кристаллической решетке TiN, формируя метастабильную ГЦК структуру типа сфалерита (с-AlN). Это приводит к упругой дисторсии кристаллической решетки покрытий TiAlN и, как следствие, к их твердорастворному упрочнению. Однако при температурах свыше 900-950 °С происходит спинодальное разложение метастабильного твердого раствора $Ti_{1-x}Al_xN$, в процессе которого домены с-AlN трансформируются в стабильную гексагональную фазу w-AlN (вюрцит), вызывая резкое снижение твердости и износостойкости покрытий [1,2]. Дальнейшие перспективы повышения твердости и увеличения рабочих температур покрытий TiAlN связаны с их дополнительным легированием. В частности, легирование Ta позволяет не только существенно увеличить твердость и трещиностойкость покрытий TiAlN [3-5], но и повысить температуру образования в них фазы w-AlN вплоть до 1200 °С, что обеспечивает сохранение высокой твердости покрытий при повышенных температурах [6,7]. В то же время зависимость структуры и свойств покрытий TiAlTaN от содержания Ta на сегодняшний день изучены недостаточно, хотя известно, что характеристики многоэлементных покрытий существенно зависят от концентрации в них различных элементов. Поэтому целью данной работы является исследование влияния легирования Ta на морфологию поверхности, микроструктуру и механические характеристики покрытий TiAlN.

Покрытия TiAlTaN наносили на титановые подложки методом реактивного магнетронного распыления в среде из смеси газов аргона и азота. Температура подложки составляла 275 °С. Исследование морфологии поверхности и поперечного сечения покрытий проводили методами сканирующей электронной и атомно-силовой микроскопии. Для изучения структуры покрытий использовали метод рентгеновской дифракции. Механические характеристики изучали методом наноиндентирования.

Показано, что независимо от содержания Ta покрытия TiAlTaN характеризуются мелкозернистой морфологией поверхности со средним размером зерен 120-180 нм. Среднеквадратичная шероховатость поверхности составляет 6-7 нм. Исследования поперечного сечения покрытий TiAlTaN выявили, что они обладают столбчатой зеренной

структурой. При этом средний поперечный размер зерен оказывается несколько меньше, чем на поверхности покрытий и составляет 100-150 нм.

Установлено, что повышение содержания тантала в покрытиях с 13,5 до 50 ат. % приводит к росту их твердости с 30,5 до 37,5 ГПа. В то же время зависимость эффективного модуля упругости от количества Ta носит сложный характер. Последнее обуславливает нелинейное изменение отношения твердости к модулю упругости, которое определяет такие характеристики покрытий, как предельная упругая деформация, вязкость разрушения и критическая нагрузка для начала пластической деформации, и тем самым позволяет прогнозировать их износостойкость. В результате проведенных исследований определено оптимальное содержание Ta, обеспечивающее максимальное улучшение механических свойств покрытий Ti-Al-Ta-N.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант №18-19-00589).

Список литературы

1. Grossmann B. et al. High-temperature tribology and oxidation of $Ti_{1-x-y}Al_xTa_yN$ hard coatings // Surface and Coatings Technology. – 2018. – Т. 342. – С. 190-197.
2. Koller C. M. et al. Thermal stability and oxidation resistance of arc evaporated TiAlN, TaAlN, TiAlTaN, and TiAlN/TaAlN coatings // Surface and Coatings Technology. – 2014. – Т. 259. – С. 299-607.
3. Seidl W. M. et al. Improved mechanical properties, thermal stabilities, and oxidation resistance of arc evaporated Ti-Al-N coatings through alloying with Ta // Surface and Coatings Technology. – 2018. – Т. 344. – С. 244-249.
4. Sui Xudong et al. Effect of Ta content on microstructure, hardness and oxidation resistance of TiAlTaN coatings // Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials. - 2016. – Т. 58. – С. 152-156.
5. Sui Xudong et al. Improved surface quality of layered architecture TiAlTaN/Ta coatings for high precision micromachining // Surface and Coatings Technology. – 2017. – Т. 320. – С. 298-303.
6. Rachbauer R. et al. Increased thermal stability of Ti-Al-N thin films by Ta alloying // Surface and Coatings Technology. – 2012. – Т. 211. – С. 98-103.
7. Hollerweger R. et al. Origin of high temperature oxidation resistance of Ti-Al-Ta-N coatings // Surface and Coatings Technology. – 2014. – Т. 257. – С. 78-86.

СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ МАГНИЕВОГО СПЛАВА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ Sr-СОДЕРЖАЩИХ ГИДРОКСИАПАТИТА И ТРИКАЛЬЦИЙФОСФАТА

А.А.КАЗАКБАЕВА¹, М.Б.СЕДЕЛЬНИКОВА²

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: aigerim_@bk.ru

Наиболее распространенными материалами, используемыми в медицине в качестве имплантатов, являются нержавеющая сталь, титановые сплавы. Но высокие значения модуля Юнга этих материалов (100–200 ГПа), по сравнению с модулем Юнга губчатой кости (10–30 ГПа) способствуют созданию эффекта «экранирования» кости от механических нагрузок и ее деградации [1]. Кроме этого, использование этих материалов требует повторной операции по удалению отслужившего имплантата [1]. Все большее распространение приобретают биорезорбируемые материалы, использование которых позволяет избежать повторных операций [2]. Биомедицинские сплавы на магниевой основе занимают особое место, так как магний нетоксичен, биологически и механически совместим с костными и мышечными тканями [3]. Применение магниевых сплавов в качестве основы для биорезорбируемых имплантатов ограничено из-за их высокой скорости растворения в организме человека. Решением данной проблемы может быть формирование на поверхности сплава кальцийфосфатного (КФ) биопокрытия с контролируемой скоростью биорезорбции [4].

Метод микродугового оксидирования (МДО) является перспективным для получения КФ биопокрытий на металлах вентильной группы (Ti, Nb, Zr, Ta, Mg). Главное преимущество данного метода – это возможность формировать пористые покрытия толщиной до сотен микрометров, изменять структуру и фазовый состав покрытий при варьировании режимов, параметров процесса МДО, состава и концентрации электролита [5].

В данной работе рассматриваются и анализируются результаты изучения влияния напряжения процесса МДО и состава электролита на закономерности формирования Sr-содержащих КФ покрытий на поверхности магниевых сплавов. Известно, что Sr является естественным остеотропным элементом, стимулирующим процессы ремоделирования костной ткани, при воздействии на формирование и резорбцию кости [6].

В качестве материала для исследований был выбран сплав Mg-0,8Ca. Процесс МДО образцов магниевых сплавов Mg-0,8Ca осуществлялся в электролитах, содержащих Na₂HPO₄, NaOH, NaF, Sr-замещенный гидроксипатит Ca_{7,5}Sr_{2,5}(PO₄)₂(OH)₂ (Sr-ГА) или Sr-замещенного трикальцийфосфата Ca₂Sr(PO₄)₂ (Sr-ТКФ). Параметры нанесения покрытий были следующие: длительность импульсов – 100 мкс, частота импульсов – 50 Гц, время нанесения покрытий – 5 мин, рабочее напряжение МДО варьировалось от 350 до 500 В. Морфологию поверхности и элементный состав КФ покрытий исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) на электронном микроскопе Zeiss LEO EVO 50 (ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН, Томск).

С увеличением напряжения процесса МДО от 350 до 500 В толщина и шероховатость для Sr-ГА покрытий увеличивались, соответственно, от 15 до 37 мкм и от 2 до 5,5 мкм. Значения этих величин для покрытий на основе Sr-ТКФ, нанесенных в том же диапазоне напряжений увеличивается от 16 до 30 мкм и от 1,5 до 4,5, мкм.

Анализ РЭМ - изображений показал, что КФ покрытия имеют пористую структуру. На поверхности покрытий обоих типов наблюдаются частицы изометричной формы, размером 1,3–3,0 мкм, предположительно это частицы порошка Sr-ГА или Sr-ТКФ, перенесенные из электролита в покрытие. В поперечных изломах покрытий частицы не наблюдаются, рисунок 1 а, б.

Максимальное содержание стронция, равное 1,98 ат.% получено в покрытиях на основе Sr - замещенного ТКФ, нанесенных при напряжении процесса 500 В. В результате энергодисперсионного микроанализа было установлено, что стронций равномерно распределен в покрытии, рисунок 1 в, г.

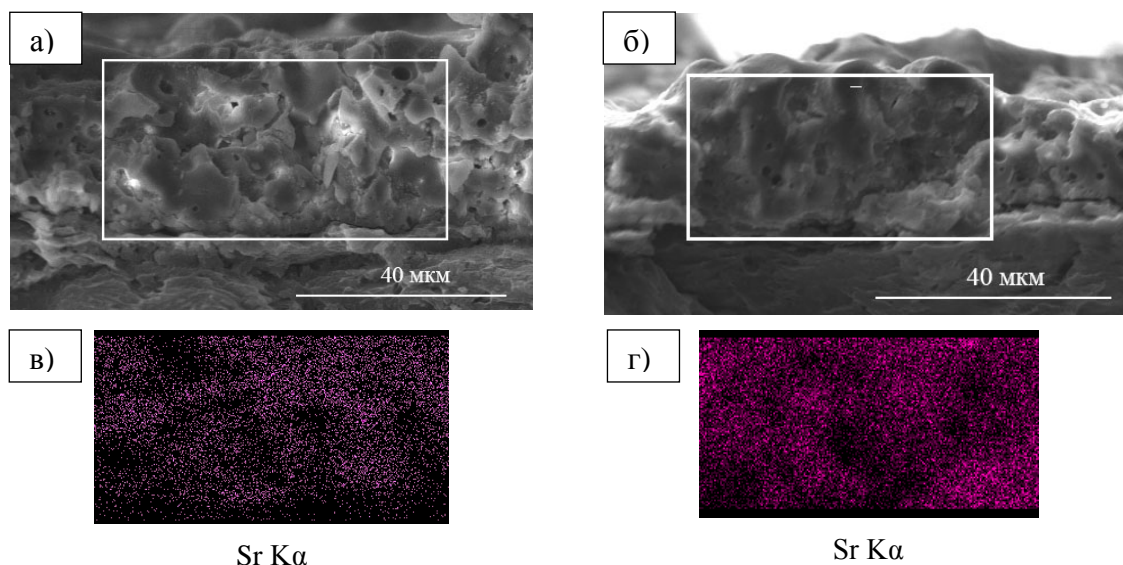


Рисунок 1 - РЭМ – изображения поперечного сечения (а, б) и карты распределения стронция (в, г) в выделенной области покрытий для Sr-ГА (а, в) и для Sr-ТКФ (б, г), нанесенных при напряжениях процесса 350 В (а, в) и 500 В (б, г)

Таким образом, с повышением напряжения процесса МДО от 350 до 500 В происходит изменение морфологии поверхности, толщины и шероховатости покрытий. При этом Sr-ГА покрытия характеризуются более высокими значениями толщины, шероховатости, что свидетельствует о более интенсивном протекании процессов МДО в электролите, содержащем ГА.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы фундаментальных исследований СО РАН, 2013–2020 гг., проект № III.23.2.5.

Список литературы

1. Кулясова О.Б., Чернейкина Я.В., Исламгалиев Р.К., Валиев Р.З. УМЗ структура и механические свойства магниевого сплава Mg-1%Ca // Вестник УГАТУ. – 2016. – Т. 20. – №3 (73). – С. 25-30.
2. Черный В. Н., Яцун Е.В., Головаха М.Л., Шаломеев В.А. Новый растворимый сплав на основе магния для применения в травматологии // Ортопедия, травматология и протезирование. – 2016. – №. 4. С. – 26-33.
3. Чигринова Н. М., Воробьева Е. И. Инновационные пути расширения спектра применения магниевых сплавов // Wschodnioeuropejskie Czasopismo Naukowe. – 2016. Т. 6. – №. 2. – С. 27-32.
4. Владимиров Б.В., Крит Б.Л., Людин В.Б., и др. Микродуговое оксидирование магниевых сплавов (обзор) // ЭОМ. – 2014. – №3.
5. Sedelnikova M.B., Komarova E.G., Sharkeev Y.P., Tolkacheva T.V., Sheikin V.V., Egorkin V.S., Mashtalyar D.V., Kazakbaeva A.A., Schmidt J. Characterization of the Micro-Arc Coatings Contained β -Tricalcium Phosphate Particles on Mg-0.8Ca Alloy // Metals. – 2018. – V. 8(4). – P. 238. doi:10.3390/met8040238
6. Han J. et al. Fabrication and evaluation of a bioactive Sr–Ca–P contained micro-arc oxidation coating on magnesium strontium alloy for bone repair application // Journal of Materials Science & Technology. – 2016. – V. 32, №. 3. – P. 233-244.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ, ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВА УДАРОПРОЧНЫХ ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ

Р.А. КАЛИЕВА¹, И.А. БОЖКО^{1,2}

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: keshrim95@gmail.com

В процессе эксплуатации космические аппараты (КА) подвергаются разрушающему воздействию различных факторов космического пространства, в том числе ударному воздействию при столкновениях с микрометеороидами. При этом ударному воздействию микрометеороидов в большей степени подвержены оптические элементы космических аппаратов, такие как окна, линзы, зеркала и т.д. [1]. Одним из перспективных способов увеличения ресурса их работы является нанесение на их поверхность защитных противоударных покрытий. В настоящей работе в качестве защиты стеклянных элементов КА от механических повреждений, возникающих при ударном воздействии высокоскоростных твердых частиц, предлагается использовать покрытия систем Al-Si-N и In-Sn-O, наносимые методом импульсного магнетронного осаждения. Однако, для прогнозирования ресурса работы указанных защитных покрытий при воздействии микрометеороидных частиц, требуется проведение ударных испытаний в лабораторных условиях, что по своей сути является новым и актуальным. В связи с этим целью данной работы являлось исследование микроструктуры, элементного и фазового состава, оптических и механических свойств композиционных покрытий системы Al-Si-N и In-Sn-O толщиной 6,5 мкм, полученных в условиях импульсного магнетронного осаждения, а также оценка их стойкости к ударному воздействию твердых микрочастиц, движущихся со скоростями 3-8 км/с.

Таблица 1 – Режимы магнетронного осаждения покрытий

Образец	Состав мишени	T_s , °C	P, кВт	ν , кГц	Атмосфера	$p_{\text{общ}}$, Па	t, мин
Al-Si-N	Al:Si	280	1,2	50	Ar:N ₂	0,25	134
In-Sn-O	InSn		0,4		Ar:O ₂	0,25	122

Осаждение покрытий систем Al-Si-N и In-Sn-O на подложку из стекла марки К-208 осуществляли методом импульсного магнетронного осаждения на вакуумной установке УВН-05МД «КВАНТ», режимы нанесения представлены в таблице 1 (где T_s – температура подложки, P – мощность магнетрона, ν – частота следования импульсов, $p_{\text{общ}}$ – общее давление газовой смеси, t – время осаждения покрытия). Полученные в данных условиях покрытия Al-Si-N и In-Sn-O имеют толщину $6,5 \pm 0,5$ мкм по данным гравиметрического метода.

По данным рентгеноструктурного анализа и метода просвечивающей электронной микроскопии установлено, что в покрытии Al-Si-N наблюдается формирование фаз с гексагональной плотноупакованной решеткой (ГПУ): w -AlN и α -Si₃N₄, при этом структура покрытия является аморфно-кристаллической с размером областей когерентного рассеяния 10 нм. Покрытие In-Sn-O имеет ярко выраженную кристаллическую структуру со

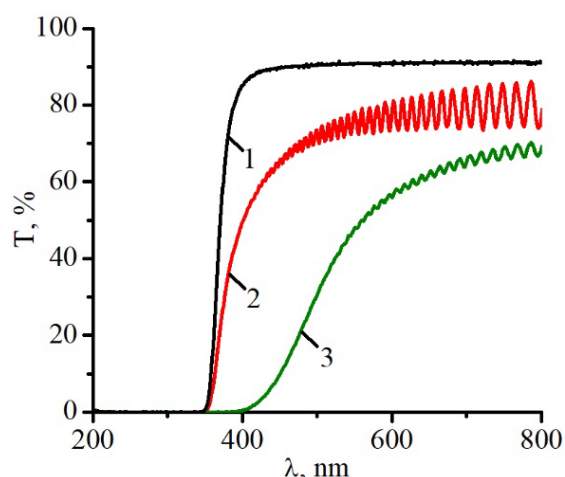


Рисунок 1 – Спектры пропускания исследуемых образцов: 1 – стекло К-208; 2 – стекло К-208 с покрытием Al-Si-N; 3 – стекло К-208 с покрытием In-Sn-O

средним размером кристаллитов 35 нм, преимущественная ориентация которых [400]. Фазовый состав покрытия In-Sn-O представлен оксидом индия в кубической модификации $c\text{-In}_2\text{O}_3$ ($a = 10,134 \text{ \AA}$).

На рисунке 1 представлены спектры пропускания исследуемых образцов с покрытиями Al-Si-N и In-Sn-O и исходного стекла К-208 в ультрафиолетовом ($\lambda = 200\text{-}380 \text{ нм}$) и видимом ($\lambda = 380\text{-}800 \text{ нм}$) диапазонах длин волн. Стекло К-208 поглощает волны длиной 200-350 нм, а в видимой и ближней инфракрасной областях спектра обладает высокой степенью светопропускания (90 %). При нанесении покрытия Al-Si-N наблюдается незначительное снижение светопропускания образца в видимом диапазоне до 75-80 %, тогда как при нанесении покрытия In-Sn-O данный показатель не превышает 70 %. Анализ распределения экстремумов в спектрах пропускания позволил оценить показатель преломления покрытий (таблица 2) по методике, описанной в [2].

Механические свойства образцов определяли методом динамического наноиндентирования при нагрузке на индентор 20 мН, результаты представлены в таблице 2 (где H – твердость, E – модуль упругости, W_e – коэффициент упругого восстановления).

Таблица 2 – Оптические и механические свойства исследуемых образцов

Образец	Показатель преломления	H , ГПа	E , ГПа	W_e
Стекло К-208	-	$8,4 \pm 0,15$	$92,5 \pm 0,82$	$0,53 \pm 0,01$
Al-Si-N	2,42	$31,1 \pm 3,12$	$278,2 \pm 16,73$	$0,69 \pm 0,04$
In-Sn-O	3,73	$5,72 \pm 0,34$	$154,1 \pm 13,79$	$0,13 \pm 0,01$

Для имитации процессов соударения микрометеороидов с поверхностью космического аппарата использовали легкогазовую пушку МПХ23/8 [3] и микрочастицы железа сферической формы со средним диаметром $56 \pm 8,2 \text{ мкм}$. Скорость бомбардирующих частиц железа при проведении эксперимента находилась в диапазоне 3-8 км/с. Результаты сканирующей электронной микроскопии показали, что на поверхности экспериментальных образцов стекла К-208 до и после нанесения защитных покрытий, подвергнутых бомбардировке потоком высокоскоростных микрочастиц железа, наблюдается формирование кратеров различного диаметра. Анализ СЭМ изображений показал, что на поверхности исходного стекла К-208 большинство сформированных кратеров имеют размер от 10 до 50 мкм. После нанесения защитных покрытий системы Al-Si-N толщиной 6 мкм на образцы стекол К-208 приводит к уменьшению поверхностной плотности кратеров в 2,8 раза по сравнению с исходными стеклами. Это происходит за счет того, что защитные покрытия системы Al-Si-N предотвращают образование на поверхности исследуемых образцов кратеров с размерами менее 30 мкм, а доля кратеров с размером от 30 до 50 мкм составляет менее 1 %. В случае нанесения на образцы стекол К-208 защитных покрытий In-Sn-O толщиной 6 мкм поверхностная плотность кратеров также снижается, но уже в 3,4 раза. Причем в наибольшей степени уменьшается количество кратеров размером от 50 до 100 мкм.

Список литературы

1. Jiang D., Zhang P., Zhang Y. The Study of Space Debris and Meteoroid Impact Effects on Spacecraft Solar Array // Protection of Materials and Structures from the Space Environment. Astrophysics and Space Science Proceedings. – 2017. – № 47. – С. 337–345.
2. Комраков Б.М., Шапочкин Б.А. Измерение параметров оптических покрытий. – М.: Машиностроение, 1986. – 136 с.
3. Стенд для исследования высокоскоростного соударения мелких частиц с преградой МПК F41F1/00: патент Рос. Федерация № 2610790; заявл. 23.10.2015; опублик. 15.02.2017, Бюл. № - 5.

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ПОЛУЧЕНИЯ НА КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ

А.А. КУЛЕМИНА, С.С. МИЧИЙ

Тюменский индустриальный университет

E-mail: kuleminaaa@tyuiu.ru

Современные гальванические покрытия обладают широким спектром свойств и активно используются в качестве защитных, в том числе и для защиты нефтепромыслового оборудования, работающего в сложных природно-климатических условиях. Традиционные способы получения покрытий позволяют получать различные типы структур после электроосаждения, что безусловно сказывается и на их свойствах. Однако понятие получение покрытий можно рассматривать шире и после электроосаждения ещё проводить термическую обработку, что также позволяет изменять полученную структуру.

В качестве объекта исследования были взяты покрытия, традиционно используемые в качестве защитных, это никель, цинк, кадмий и хром. Покрытия были получены в заводских условиях в промышленных ваннах и из традиционных электролитов. Состав электролитов и параметры электроосаждения приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Состав электролитов и режимы электроосаждения исследуемых покрытий

Материал покрытия	Состав электролита, г/л	Режимы осаждения
Cd	CdO – 20-40 NaCN – 80-130 NaOH – 20-30 (C ₆ H ₁₀ O ₅) _n – 1-2	Температура – 15-30 °С Катодная плотность тока – 0,5-2 А /дм ² +хроматирование
Zn	ZnO – 20-45 NaCN – 40-70 NaOH – 50-100 Na ₂ S – 0,5-5 C ₃ H ₅ (OH) ₃ – 3-5	Температура – 15-40 °С Катодная плотность тока – 0,5-3 А /дм ² +хроматирование
Cr	CrO ₃ – 220-250 H ₂ SO ₄ – 2-2,5	Температура – 40 – 60 °С Катодная плотность тока – 20-70 А /дм ²
Ni	NiSO ₄ – 200-220 H ₃ BO ₃ – 25-30 NaCl – 8-10	Температура – 50-60 °С Катодная плотность тока – 1,2-2,5 А /дм ²

Структура получаемых покрытий после электроосаждения существенно различается, так например при электроосаждении относительно тугоплавких металлов, таких как хром и никель, при высоком перенапряжении на катоде получается ячеистая структура, при уменьшении плотности тока она может формироваться субзеренной или даже моноблочной.

При получении покрытий из относительно легкоплавких металлов (цинк и кадмий) происходит формирование только субзеренной и моноблочной структуры, ячеистая не образуется.

После проведения термической обработки, которая проводилась в защитной среде аргона, при температурах, не превышающих рекристаллизационного отжига, идет трансформация структуры, а следовательно, и изменение свойств.

Оценку скорости коррозии проводили при гравиметрических испытаниях в средах рекомендованных ГОСТ, а также в средах, состоящих из попутнодобываемых вод различных нефтяных месторождений Западной и Восточной Сибири. Составы коррозионных сред приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Состав коррозионных сред

Среда / месторождение	pH	Содержание ионов, мг/л							Суммарная минерализация	
		Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Na + K ⁺	Fe _{общ}	мг/л	мг-экв/л
Кальчинское	8,03	5751	3416	5,6	72	7,8	4918,9 2	0,08	14171	419,1
Еты-Пуровское	7	4468	549	8	276	12	2725	0	8038	258,8
Куюмбинское	4,26	18815 0	28,06	170	42000	8640	57244, 7	1,32	29623 4	10413, 8

При проведении коррозионных испытаний были получены зависимости скорости коррозии от температуры отжига, рисунок 1.

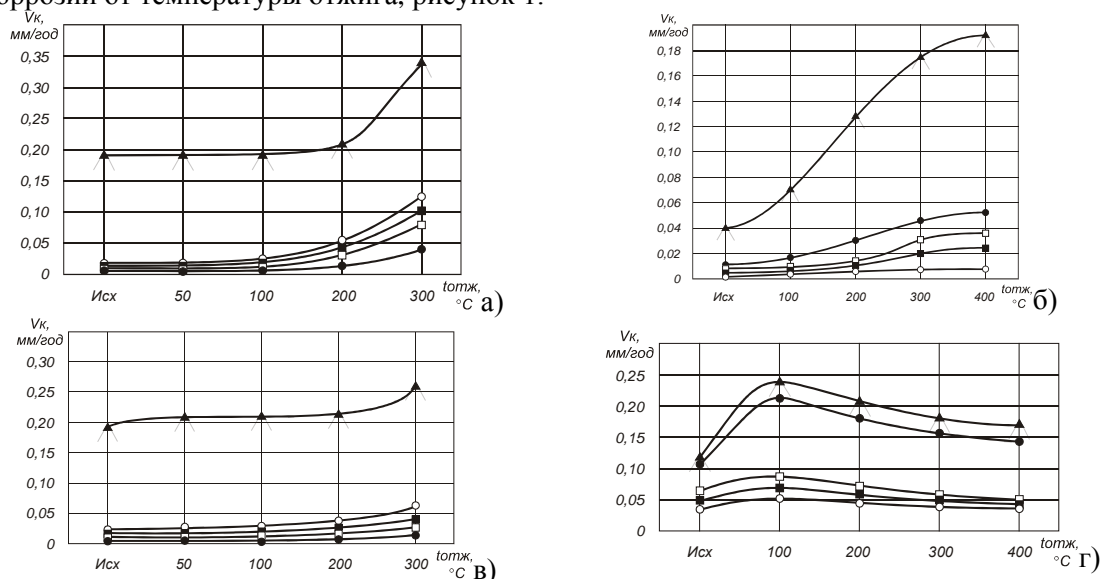


Рисунок 1 – Изменение скорости коррозии от температуры отжига:

а) цинк; б) хром; в) кадмий; г) никель. (коррозионные среды: ▲ – кислотная; ○ – 3 % NaCl; ■ – Кальчинское месторождение; □ – Еты-Пуровское месторождение; ● – Куюмбинское месторождение)

Анализируя полученные данные можно сделать вывод, что, изменяя параметры получения гальванических покрытий, можно подобрать наиболее подходящие для конкретных условий эксплуатации.

Список литературы

1. Ковенский И. М. Формирование структуры и свойств металлических покрытий, адаптированных к различным условиям эксплуатации/ И. М. Ковенский А. А. Неупокоева// Тюмень, ТюмГНГУ Известия вузов. Нефть и газ. 2012г. - №2 – с. 101-107.
2. Ковенский И. М. Влияние условий электроосаждения и отжига на структуру и свойства металлических покрытий / И.М. Ковенский, В.В. Поветкин, А.А.Кулемина //Вестник Курганской ГСХА Изд-во: Курганская государственная сельскохозяйственная академия им. Т.С. Мальцева (Лесниково) №4(16) 2015.- С.48-51
3. Кулемина А.А., Защита деталей нефтепромыслового оборудования гальваническими покрытиями кадмия и цинка / А.А. Кулемина, А.Г. дорофеева // Материалы Всеросс.с между. участ. НПК студентов, аспирантов и молодых ученых «Новые технологии – нефтегазовому региону» : Тюмень, ТюмГНГУ, 2015 г. - С. 157-160.

**ВЛИЯНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО ПОВЕРХНОСТНОГО УПРОЧНЕНИЯ
НА ЭЛЕМЕНТНЫЙ СОСТАВ И НАНОТВЕРДОСТЬ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ
01X17H13M3, С РАЗНЫМ СУБСТРУКТУРНЫМ СОСТОЯНИЕМ**

*В.А. МОСКВИНА^{1,2}, Е.Г. АСТАФУРОВА^{1,2}, Г.Г. МАЙЕР¹, К.Н. РАМАЗАНОВ³,
Е.А. ЗАГИБАЛОВА²*

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

²Томский политехнический университет

³Уфимский государственный авиационный технический университет

E-mail: valya_moskvina@mail.ru

Образцы стабильной аустенитной стали Fe-17Cr-13Ni-1.7Mn-2.7Mo-0.5Si-0.01C (мас.%) (01X17H13M3) были подвержены термомеханической обработке по двум режимам. Обработка по режиму 1 заключалась в плоской прокатке при 300 К до степени осадки 80% стальных образцов. Полученные в результате обработки по режиму 1 образцы обладали разориентированной зеренно-субзеренной структурой со средним размером элементов 220 ± 50 нм и высокой плотностью дислокаций $\rho \sim 10^{14} \text{ м}^{-2}$. Обработка по режиму 2 заключалась в прокатке до степени обжатия 40% и последующем отжиге при температуре 1050°C в течение 5 часов и позволила сформировать равновесную крупнозернистую структуру в стали. Средний размер зерна, определенный с помощью метода оптической металлографии (ОМ), составил $d = 70 \pm 18$ мкм. Аустенитная структура после обработки по режиму 2 содержала небольшую долю двойников отжига, которые были обнаружены в теле зерен при ОМ. Анализ светлопольных ПЭМ-изображений позволяет говорить о том, что величина плотности дислокаций не велика и составляет $\rho = 3,6 \times 10^9 \text{ м}^{-2}$. Независимо от проведенных термомеханических обработок сталь обладала однофазной аустенитной структурой с параметром решетки, $a = 3.6 \text{ \AA}$. Аустенитную сталь после обработки по режимам 1 и 2 подвергали ионно-плазменному поверхностному насыщению в плазме тлеющего разряда в смеси газов аргона, азота и ацетилена (Ar-70%, N₂-25%, C₂H₂-5%) в течение 12 ч, при температуре 540°C и давлении рабочего газа P=300 Па.

Анализ изображений, полученных методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), а также анализ профилей наноиндентирования для образцов с зеренно-субзеренной структурой (режим 1) позволяет говорить о том, что глубина композиционного, упрочненного слоя находится в диапазоне 16-18 мкм. Для образцов с крупнозернистой структурой (режим 2) композиционный слой немного больше - 18-23 мкм. Под композиционным слоем наблюдали формирование зоны диффузионного влияния атомов внедрения - азота и углерода (так называемая переходная зона).

На рисунке 1 представлены профили распределения атомов внедрения (углерода, азота и кислорода) (а, б) и профили распределения нанотвердости по глубине (в, г) образцов стали 01X17H13M3 после ионно-плазменного поверхностного упрочнения с зеренно-субзеренной (а, в) и крупнозернистой (б, г) структурами. Анализ профилей распределения элементов свидетельствует о том, что концентрация углерода на поверхности образцов с зеренно-субзеренной и крупнозернистой структурами практически одинакова и имеет большие значения относительно содержания азота и кислорода. Согласно, данным оже-спектроскопии поверхностный слой крупнозернистого образца (режим 2) более интенсивно насыщен углеродом и азотом, по сравнению с образцом с высокодефектной зеренно-субзеренной структурой (режим 1). Для образцов с зеренно-субзеренной и крупнозернистой структурами, композиционные слои обладают высокими значениями нанотвердости, (рисунок 1, в, г). Профили распределения нанотвердости изменяются нелинейно вдоль поперечного сечения от края боковой поверхности к центру образцов. Область I с наивысшими значениями нанотвердости соответствует поверхностным слоям с квазихрупким разрушением в обработанных по режиму 1 и 2 образцах. Для крупнозернистого образца поверхностная нанотвердость композиционного слоя составляет

≈17 ГПа, рисунок 1, в. Для образца с высокодефектной структурой максимальное значение выше и достигает ≈23 ГПа вблизи края боковой поверхности, рисунок 1, г.

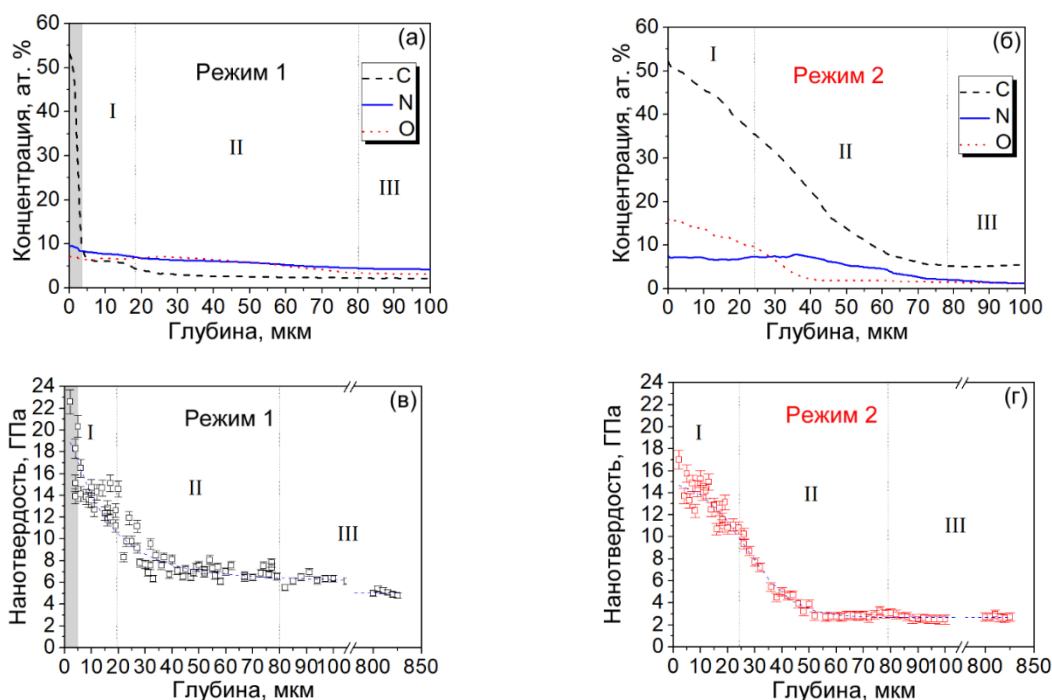


Рисунок 1 – Профили распределения C, N, O (а, б) и нанотвердости (в, г) по глубине образцов стали 01Х17Н13М3 после ионно-плазменного поверхностного упрочнения с зеренно-субзеренной (режим 1) (а, в) и крупнозернистой (режим 2) (б, г) структурами

Переходная зона, наблюдаемая на поверхности изломов при анализе СЭМ-изображений образцов стали соответствуют области II с повышенным содержанием атомов внедрения, значение нанотвердости в этой области не так велико, как в области I, но значительно превышает значения в области III. Основное различие между образцами в разных субструктурных состояниях заключается в концентрации углерода – в высокодефектных образцах диффузия углерода в объем образца подавлена относительно крупнозернистого состояния. Ввиду того, что углерод имеет самый большой атомный радиус ($r_C=0,077$ нм) между тремя анализируемыми элементами ($r_N=0,071$ нм, $r_O=0,063$ нм) вероятно, что высокая плотность субграниц, дислокаций и дислокационных кластеров эффективно поглощает атомы углерода и затрудняет их проникновение вглубь образца. Для зеренно-субзеренной структуры, содержащей высокую плотность дефектов, характерна более протяженная зона твердорастворного упрочнения атомами азота и кислорода с содержанием от 9 до 5 ат. % этих элементов вплоть до глубины ≈100-110 мкм. Данные, полученные методом оже-спектроскопии, нанотвердости и анализ СЭМ-изображений хорошо коррелируют друг с другом и косвенно подтверждают это предположение.

Таким образом, формирование высокой плотности деформационных дефектов в структуре стали – границ и субграниц, дислокаций и дислокационных скоплений, способствует более интенсивной диффузии азота и углерода в упрочняемую сталь. Предположительно, диффузия азота и углерода для зеренно-субзеренной структуры происходит преимущественно по многочисленным (суб)границам и дефектам кристаллического строения, тогда как для крупнозернистой структуры диффузия происходит преимущественно по телу зерен, но наличие высокой плотности дислокаций также служит дополнительными «ловушками» для атомов внедрения и способствует дополнительному вкладу в эффект поверхностного упрочнения стали.

ТЕПЛОВЫЕ УСЛОВИЯ КОНТАКТНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ЧАСТИЦЫ С ОСНОВОЙ ПРИ ГАЗОТЕРМИЧЕСКОМ НАПЫЛЕНИИ

ГУЙЛИНЬ МА, Б.С. ЗЕНИН

Томский политехнический университет

E-mail: maguilin1996@gmail.com

Процесс формирования газотермических покрытий имеет сложный характер, определяемый условиями образования покрытия в пятне напыления, связанными с особенностями распределения температуры и скорости частиц в пятне напыления. Обзор литературы [1] показал, что многие авторы рассматривают энергетические условия контактного взаимодействия частицы с основой при газотермическом напылении, в том числе и кинетику образования адгезионных связей, где важную роль играют параметры термического условия. В ряде работ Кудинова [1] показан сложный характер условий образования покрытия в пятне напыления, связанный с радиальными распределениями мощности теплового потока и скорости частиц в поперечном сечении высокотемпературной струи. Поэтому в данной работе мы будем исследовать тепловые условия контактного взаимодействия частицы с основой при газотермическом напылении с учетом таких условий.

Проведем анализ условия образования адгезионных связей, т.е. условия преодоления энергетического барьера E_a . Для этого рассмотрим соотношение между скоростью и температурой напыляемой частицы и проведем количественную оценку кинетической и тепловой энергии, позволяющую учитывать их относительный вклад в энергетику формирования газотермического покрытия.

$$E_p = E_T + E_V = m \left[\int_{T_{p0}}^{T_{pc}} C_p(T_p) dT_p + L \right] + 0.5V^2$$

где: E_p – общая энергия; E_T – тепловая энергия частицы; E_V – кинетическая энергия частицы; m – масса частицы; $C_p(T_p)$ – функциональная зависимость удельной теплоемкости частицы от ее температуры T_p ; L – теплота плавления материала частицы; V – скорость частицы. При температуре частиц ниже точки плавления $L=0$.

Для анализа температурных условий на границе напыленной частицы с основой рассмотрим условия контакта, определяющие адгезию напыляемого покрытия, и условия контакта, определяющие когезию внутри напыленного слоя.

В работе [2] рассматривается процесс деформации напыляемой частицы на основе и предлагается метод расчёта температурных условий на границе.

Температуру в контакте "частица - основа" можно определить как:

$$T_c(\xi, \tau) = T_c^0(\xi, \tau) + T_V(\xi, \tau)$$

где: T_c^0 – температура в контакте двух различно нагретых тел без учета скорости; T_V – температура дополнительного подогрева контакта за счет тепла, выделяемого при ударе. В первом приближении температуру контакта двух полубесконечных тел можно оценить по формуле:

$$T_K = (T_{осн} + K_q T_q) / (1 + K_q)$$

где: T_K – температура в контакте с учетом скорости частиц; ρ – плотность материала частицы (p) и основы (s), c – удельная теплоёмкости; λ – коэффициент теплопроводности; $T_{осн}$ – начальная температура основы; T_q – температура частиц; $K_q = \sqrt{(\rho_p \lambda_p c_p) / (\rho_s \lambda_s c_s)}$ – критерий тепловой активности частицы по отношению к основе.

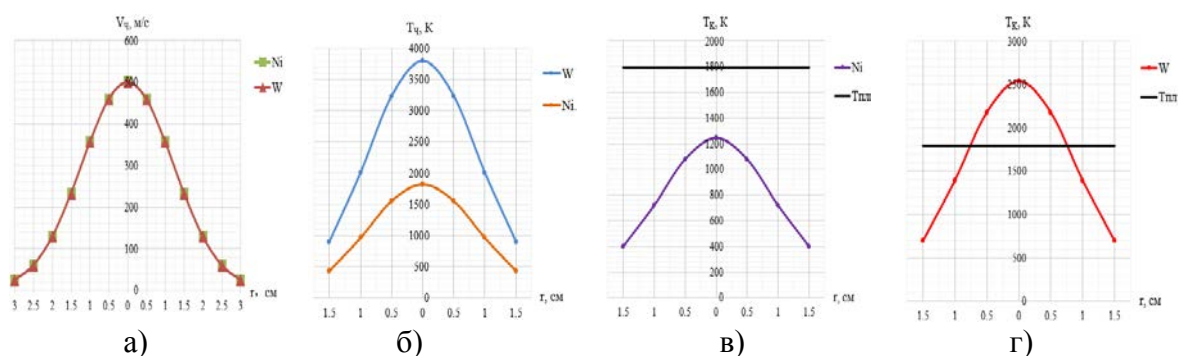


Рисунок 1 – Радиальное распределение скорости частиц а), температуры частиц $T_ч$ б) и контактной температуры $T_к$ в) и г) в пятне напыления с учета скорости ($T_{пл}$ – температура плавления Ст20)

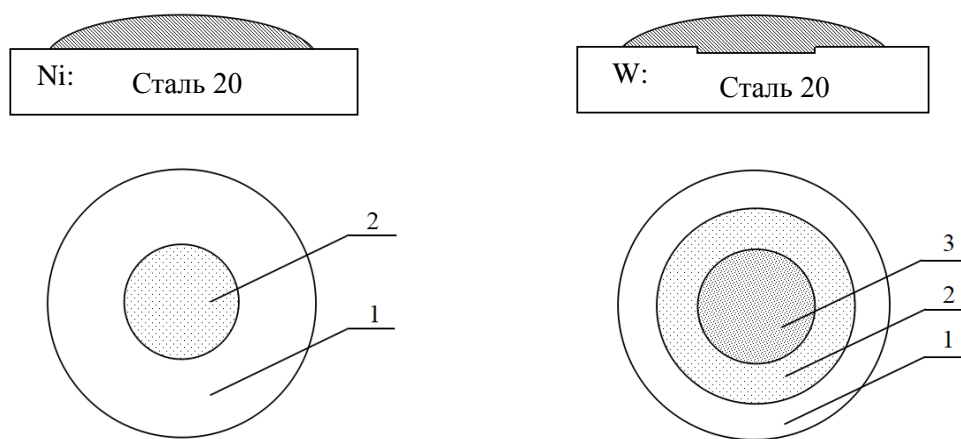


Рисунок 2 – Схема распределения контактных температур на границе покрытие - подложка в пятне напыления для покрытия из Ni и W

На рисунке 2 показаны температурные области в пятне напыления для случая, когда подложка холодная $T_{осн} = 300\text{K}$. Контактная температура между частицей и основой для Ni-Ст20 и W-Ст20 (область 1 – $T_к < 1000\text{K}$, область 2 – $1000\text{K} < T_к < 1800\text{K}$ (температура плавления стали 20) и область 3 – $T_к > 1800\text{K}$).

Список литературы

1. Кудинов В.В., Бобрлов Г.В., Нанесение покрытий напылением. Теория, технология и оборудование. Учебник для вузов. – М.: Металлургия, 1992. – 432с.
2. Алхимов А.П., Клинков С.В., Косарев В.Ф. Температура вблизи контактной границы при высокоскоростном соударении микрочастицы с поверхностью // Физическая мезомеханика 3 1 (2000) – С. 53–57.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПЕРЕНОСА ПОРОШКОВЫХ ЧАСТИЦ В ЗОНЕ ТОРМОЖЕНИЯ ГАЗОВОГО ПОТОКА ВБЛИЗИ КРИТИЧЕСКОЙ ТОЧКИ НА НЕПОДВИЖНОЙ ПОВЕРХНОСТИ

К.В. НЕБОГА¹, Е.А. ЗОТОВ¹

¹Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва
E-mail: nebogakirill@yandex.ru

Детали турбин и камер сгорания современных газотурбинных двигателей работают в сложных условиях при высоких температурах в агрессивных средах, возникающих при сгорании топлива [1-5]. С целью защиты поверхностей таких деталей широкое распространение получили плазменный газотермический и холодный газодинамический методы нанесения покрытий [6-19]. Крайне важными для данных технологий являются параметры, оказывающие влияние на скорость порошковых частиц [6-14, 16-19], так как они во многом определяют структурные особенности покрытия [6-10, 13, 15-17].

Процесс переноса частиц порошка в технологиях плазменного газотермического и холодного газодинамического метода нанесения покрытий является предметом большинства публикаций [6-8, 10-12, 14, 16, 18-19]. Несмотря на большое количество математических моделей, актуальным остается исследование процесса переноса порошковых частиц в зоне торможения газового потока вблизи критической точки на неподвижной поверхности. Учет основных факторов и особенностей переноса порошкового материала в данной зоне позволит определить размеры частиц, уносимых потоком и не образующих покрытие.

В работе представлена математическая модель процесса переноса порошковых частиц в зоне торможения газового потока вблизи критической точки на неподвижной поверхности. Получены выражения для определения осевых составляющих скорости частиц:

$$V(x) = \exp\{-4ABx(t-t_0)\} \left[V_{0,x} \exp(B(x_0-x)) + Ax \right] - Ax;$$

$$V(y) = \exp\{-4ABy(t-t_0)\} \left[V_{0,y} \exp(B(y_0-y)) - Ay \right] + Ay;$$

$$B = \frac{3C_0 \rho_{\Gamma} V^k}{4\rho D^{k+1}}.$$

где A – постоянная, имеющий размерность c^{-1} ; t_0 и x_0 – момент времени и координата, соответствующая переходу в зону торможения; $V_{0,x}$ и $V_{0,y}$ – составляющие скорости частицы, соответствующие переходу в зону торможения; C_0 и k – коэффициенты лобового сопротивления частицы; ρ_{Γ} и V – плотность и кинематическая вязкость газа в потоке; ρ и D – плотность и диаметр порошковой частицы.

На основе полученных соотношений определены размеры и углы частиц, рисунок 1, участвующие в образовании сплэтов покрытия. Расчеты проводились для разных размеров порошка на различных дистанциях от среза сопла горелки до напыляемого изделия.



Рисунок 1 – Зависимость угла падения частицы от ее диаметра; дистанция напыления 80 мм

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-0095918

Список литературы

1. Елисеев Ю.С., Бойцов А.Г., Крымов В.В. и др. Технология производства авиационных газотурбинных двигателей. – М.: Машиностроение, 2003. – 510 с.
2. Демин Ф.И., Проничев Н.Д., Шитарев И.Л. Технология изготовления основных деталей газотурбинных двигателей. – Самара: Изд-во СГАУ, 2012. – 324 с.
3. Елисеев Ю.С., В.В. Крымов, С.А. Колесников и др. Неметаллические композиционные материалы в элементах конструкций и производстве авиационных газотурбинных двигателей. – М.: МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2007. – 368 с.
4. Братухин А.Г. Современные технологии в производстве газотурбинных двигателей. – М.: Машиностроение, 1997. – 411 с.
5. Dincer I., Zamfirescu C. Advanced Power Generation Systems. – Oshawa: Advanced Power Generation Systems, 2014. – 644 p.
6. Барвинок В.А. Плазма в технологии, надежность, ресурс. – М.: Наука и технологии, 2005. – 456 с.
7. Пузряков А.Ф. Теоретические основы технологии плазменного напыления. – М.: Издательство МГТУ, 2003. – 458 с.
8. Huibin Xu, Hongbo Guo. Thermal Barrier Coatings. – Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2011 – 339 p.
9. Barvinok V.A., Bogdanovich V.I. Physical and mathematical simulation of the formation of mesostructure-ordered plasma coatings // Technical Physics. – 2012. – Vol. 57, Issue 2. – P. 262-269.
10. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Mathematical modelling of powder material motion and transportation in high-temperature flow core during plasma coatings application // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 327, Issue 1, article number 022036.
11. Бобров Г.В., Ильин А.А., Спектор В.С. Теория и технология формирования неорганических покрытий. – М.: Альфа-М, 2014. - 925 с.
12. Бобров Г.В., Ильин А.А. Нанесение неорганических покрытий. – М.: Интернет-Инжиниринг, 2004. – 624 с.
13. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Metallographic Study of Mesostructure-Ordered Plasma Ceramic Coatings // Key Engineering Materials. – 2017. – Vol. 743. – P. 118-123.
14. Ильющенко А.Ф., Шевцов А.И., Оковитый В.А. Процессы формирования газотермических покрытий и их моделирование. – Минск: Беларус. Навука, 2011. – 357 с.
15. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Analysis of the ceramic layer microstructure influence on plasma spray thermal barrier coating performance // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2018. – Vol. 286, Issue 1, article number 012008.
16. Алхимов А.П., Клинков С.В., Косарев В.Ф., Фомин В.М. Холодное газодинамическое напыление. Теория и практика. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2010. – 536 с.
17. Bogdanovich V.I., Giorbelidze M.G. Enhancing thermal barrier coatings performance through reinforcement of ceramic topcoat // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – Vol. 156, Issue 1, article number 012016.
18. Барвинок В.А., Богданович В.И., Докукина И.А. и др. Исследование процесса получения жаростойких покрытий с помощью высокоскоростной видеорегистрации // Проблемы машиностроения и автоматизации. – 2013. – № 4. – С. 17-21.
19. Докукина И.А. Исследование скорости движения дисперсных частиц в плазменном потоке // Известия Самарского научного центра РАН. – 2012. – Т.14, №6. – С. 143-149.

ГЕНЕРАЦИЯ ГАЗОМЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПЛАЗМЫ И ВЛИЯНИЕ ЕЕ СОСТАВА И ПАРАМЕТРОВ НА СИНТЕЗ И СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ НИТРИДА МОЛИБДЕНА

Н.А. ПРОКОПЕНКО, О.В. КРЫСИНА, В.В. ШУГУРОВ

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук

Е-mail: nick08_phantom@mail.ru

Разработка и создание поверхностных функциональных слоев и покрытий с требуемыми свойствами на поверхности используемых изделий является важной проблемой не только с точки зрения фундаментальной науки, но и для многих прикладных направлений, например, для инструментальной и машиностроительной промышленности (износостойкие покрытия), медицинских применений (биосовместимые покрытия) и др. [1, 2]. Стоит отметить, что для успешной разработки функциональных покрытий с высокими характеристиками требуется комплексно подойти к решению проблемы, т.е. необходимо исследовать не только структуру, состав и основные свойства покрытий, но и параметры и состав плазмы, из которой сформированы покрытия, и выявить влияние последних на первые.

В данной работе объектами исследований были газометаллическая плазма дуговых разрядов низкого давления и покрытия на основе молибдена и его нитридов, синтезированные вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом.

Цель работы – выявить влияние режимов осаждения покрытий из газометаллической плазмы дуговых разрядов на структуру, свойства и состав формируемых покрытий.

Генерация газометаллической плазмы и нанесение покрытий велось на автоматизированной ионно-плазменной установке «КВИНТА», подробная схема которой и описание приведены в [3, 4].

Для генерации газометаллической плазмы были использованы электродуговой испаритель с усиленным охлаждением катода (Ø 100 мм) [4] и оригинальный источник газоразрядной плазмы на основе несамостоятельного разряда с комбинированным накаливаемым и полым катодом [4, 5].

В качестве материала испаряемого катода использовался молибден марки МЧ. Варьируемым параметром была плотность ионного тока источника газоразрядной плазмы. Остальные основные параметры, такие как ток дугового разряда испарителя, давление азота, потенциал подложки, поддерживались постоянными. Длительность осаждения была выбрана таким образом, чтобы толщина покрытия была не менее 3 мкм. Материал подложки – твердый сплав ВК-8.

Для исследования параметров плазмы был использован цилиндрический зонд Ленгмюра и автоматизированная система измерения зондовых характеристик, для исследования состава плазмы – оптический спектрометр [6].

Свойства покрытий исследовались на следующем оборудовании: растровый электронный микроскоп (Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX ECON IV); рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD 6000; микровизор металлографический μ Vizo-MET-221; микротвердомер ПМТ-3; нанотвердомер Nano Hardness Tester NHT-S-AX-000X; трибометр Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция); трехмерный бесконтактный профилометр Micro Measure 3D Station; оптический микро-нано-профилометр МНП-1; прибор для измерения толщины пленок и покрытий Calotest CAT-S-0000, Оже-электронный спектрометр «Шхуна-2».

На рисунке 1 представлена зависимость плотности ионного тока на подложку для источника газоразрядной плазмы и электродугового испарителя с молибденовым катодом. Исходя из этих зависимостей, в экспериментах по напылению MoN покрытий варьировалось отношение j_p/j_d в пределах от 0 до 1.

В таблице 1 приведены основные механические и триботехнические свойства полученных покрытий в зависимости от j_p/j_d .

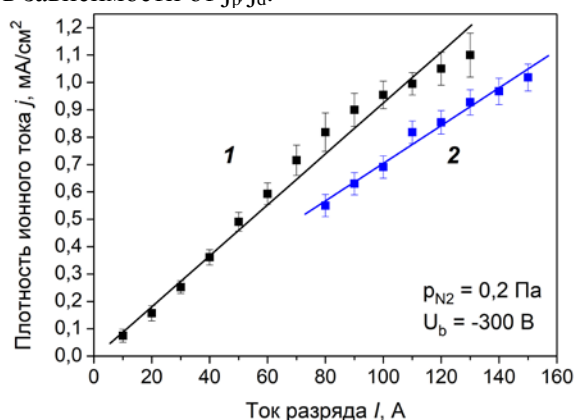


Рисунок 1 – Зависимость плотности ионного тока на подложку от тока дугового разряда: 1 – для источника газоразрядной плазмы; 2 – для электродугового испарителя с молибденовым катодом

Таблица 1 – Свойства MoN покрытий: HV – твердость по Виккерсу, E – модуль Юнга, μ – коэффициент трения; V – параметр износа, C_{N_2} – концентрация азота

j_p/j_d	C_{N_2} , отн. ед.	HV, ГПа	E, ГПа	μ	V, мкм ³ /Н·м
0	19,4	27,5	486,2	0,18	412,5
0,5	24,9	43,5	605,7	0,19	167,3
0,7	28,4	43,8	562,1	0,18	150,8
1	28,8	44,7	579,2	0,16	120,6

Из полученных результатов исследования свойств покрытий видно, что оригинальные методы увеличения концентрации азота в покрытиях MoN при использовании источника газовой плазмы с комбинированным накаливаемым и полым катодом, основанные на эффекте увеличения доли ионов азота в газометаллической плазме за счет увеличения тока несамостоятельного дугового разряда при постоянном рабочем давлении, приводят к существенному улучшению свойств покрытий нитрида молибдена: увеличивается твердость до ≈ 45 ГПа и износостойкость в $\approx 3,5$ раза, рисунок 1.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-48-700016-р_а).

Список литературы

1. Koval N.N. et al. Low energy, high current plasma immersion implantation of nitrogen ions in plasma of non-self-sustained arc discharge with thermionic and hollow cathodes // Surface and coatings technology. – 2018. – V. 340. – P. 152-158.
2. Ivanov Yu.F. et al. Superhard nanocrystalline Ti–Cu–N coatings deposited by vacuum arc evaporation of a sintered cathode // Surface and Coatings Technology. – 2012. – V. 207. – P. 430–434.
3. Kalushevich A.A. et al. Automated vacuum ion-plasma installation // Известия ВУЗов. Физика. – 2012. – Т. 55. – № 12/3. – С. 118-122.
4. Koval N.N. et al. Generation of low-temperature gas discharge plasma in large vacuum volumes for plasma chemical processes // Russian Journal of General Chemistry. – 2015. – V. 85. – № 5. – P. 1326-1338.
5. Vintizenko L.G. et al. Hollow-cathode low-pressure arc discharges and their application in plasma generators and charged particle sources // Russ. Phys. J. – 2001. – V. 44. – P. 927-934.
6. Krysinina O.V. et al. Generation of low-temperature plasma by low-pressure arcs for synthesis of nitride coatings // Journal of Physics: Conference Series. – 2016. – V. 669. – P. 012032.

**ФОРМИРОВАНИЕ ТОЛСТЫХ СЛОЕВ И ПОКРЫТИЙ
НА МЕТАЛЛИЧЕСКОЙ ПОДЛОЖКЕ
КОМБИНИРОВАННЫМ ЭЛЕКТРОННО-ИОННО-ПЛАЗМЕННЫМ МЕТОДОМ**

Н.А. ПРОКОПЕНКО, Ю.Ф. ИВАНОВ, О.В. КРЫСИНА, Ю.Х. АХМАДЕЕВ

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук

E-mail: nick08_phantom@mail.ru

Очевидно, что ресурс износостойкости у качественных толстых покрытий (~ 10-100 мкм) выше, чем у тонких (~ 0.1-1 мкм). Однако получение относительно толстых (10-30 мкм) ионно-плазменных покрытий является трудной задачей инженерии поверхности главным образом из-за того, что с ростом толщины покрытия величина сжимающих напряжений возрастает и может достичь пределов прочности [1]. Это может привести к самопроизвольному разрушению получаемых покрытий в процессе напыления или остывания изделия, а также на ранних стадиях его испытания и эксплуатации [1, 2]. Основными причинами возникновения высоких упругих напряжений в ионно-плазменных конденсатах являются ионно-атомная бомбардировка в процессе осаждения (приводит к развитию напряжений сжатия) и различие коэффициентов термического расширения материалов конденсата и подложки (термические напряжения; знак определяется разностью коэффициентов термического расширения материалов конденсата и подложки) [3]. Кроме этого, с ростом толщины покрытия число различных микродефектов в покрытии возрастает (технологическая наследственность), а также возрастает шероховатость покрытий.

Одним из путей решения перечисленных проблем является разработка комбинированного электронно-ионно-плазменного режима, где синтез относительно тонких покрытий (~ 1 мкм) будет чередоваться с импульсным электронно-пучковым воздействием на систему «покрытие-подложка» [4-5]. Это поможет провести релаксацию внутренних напряжений каждого слоя и увеличить их адгезию к подложке и остальным формируемым слоям. Такая «многослойная» система должна обладать высокими характеристиками.

Целью данной работы является синтез толстых слоев и покрытий (6-10 мкм) системы TiCuN на алюминиевой и твердосплавной подложке, исследование их свойств, структуры и состава, оптимизация режимов электронно-ионно-плазменной обработки с целью получения износостойкого покрытия с хорошей адгезией к подложке.

Все эксперименты проводились на установке электронно-ионно-плазменного инжиниринга поверхности «КОМПЛЕКС» [4], позволяющей реализовать напыление покрытий и электронно-пучковую обработку в едином вакуумном цикле. Были получены покрытия TiCuN толщиной 6 мкм вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом без дополнительной обработки и многослойные системы, где сначала наносилось покрытие TiCuN толщиной 1 мкм, затем система «покрытие-подложка» облучалась электронным пучком с плотностью энергии в пучке 5 Дж/см², такая комплексная электронно-ионно-плазменная обработка проводилась 6 циклов.

Свойства покрытий исследовались на следующем оборудовании: растровый электронный микроскоп (Philips SEM-515 с микроанализатором EDAX ECON IV); рентгеновский дифрактометр Shimadzu XRD 6000; микровизор металлографический μVizo-MET-221; микротвердомер ПМТ-3; нанотвердомер Nano Hardness Tester NHT-S-AX-000X; трибомер Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция); трехмерный бесконтактный профилометр Micro Measure 3D Station; оптический микро-нано-профилометр МНП-1; прибор для измерения толщины пленок и покрытий Calotest CAT-S-0000.

На рисунке 1 представлено растровое изображение TiCuN с дополнительной электронно-пучковой обработкой (ЭПО). В таблице 1 представлены твердость, коэффициент трения и параметр износа полученных покрытий на алюминиевой подложке, а также свойства для исходного образца алюминия.

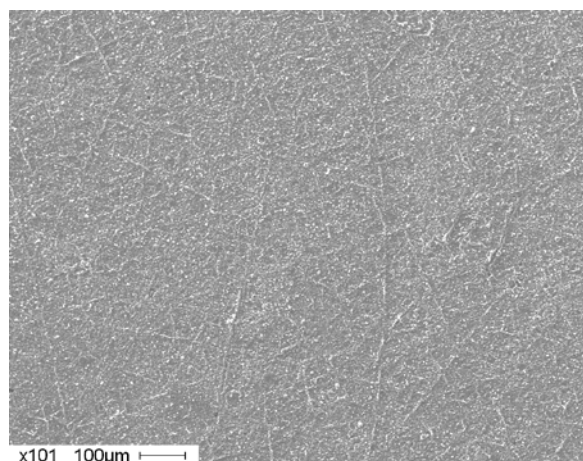


Рисунок 1 – РЭМ изображение поверхности образца из А7 после циклирования по схеме нанесения покрытия-электронно-пучковая обработка (400 мкс, 3 имп.)

Таблица 1 – Свойства алюминия с толстыми покрытиями TiCuN, осажденными без и с ЭПО

Образец	Микротвердость HV _{0,5} , ГПа	Коэффициент трения μ	Параметр износа V, $\cdot 10^{-4}$ мм ³ /Н·м
исходный А7	0,2-0,3	0,7	220
TiCuN покрытие без ЭПО (6 мкм)	4,3	0,4	2,7
TiCuN с ЭПО (100 мкс)	2,1	0,8	11,8
TiCuN с ЭПО (200 мкс)	2,0	0,4	10,3
TiCuN с ЭПО (300 мкс)	2,9	0,7	10,5
TiCuN с ЭПО (400 мкс)	1,8	0,7	4,8

На основе полученных результатов можно сделать следующее заключение, что самой высокой твердостью и износостойкостью обладает система «покрытие TiCuN-подложка А7» без дополнительной обработки. Если рассматривать покрытия, подвергнутые ЭПО, то увеличение длительности импульса приводит к формированию слоя, износостойкость которого на 2 порядка выше, чем у исходного алюминия и в ≈ 2 раза меньше, чем у алюминия с покрытием TiCuN без ЭПО. Микротвердость у всех образцов после электронно-ионно-плазменной обработки увеличилась в ≈ 10 раз.

Список литературы

1. Барвинок В.А., Богданович В.И. Теоретическое и экспериментальное исследование формирования напряженного состояния покрытий // В кн.: Температуроустойчивые покрытия. – Л.: Наука, 1985. – С. 141-145.
2. Барвинок В.А. Управление напряженным состоянием и свойства плазменных покрытий. – М.: Машиностроение, 1990. – 384 с.
3. Соболев О.В. Об управлении структурой и напряженным состоянием тонких пленок и покрытий в процессе их получения ионно-плазменными методами // Физика твердого тела. – 2011. – Т. 53. – вып. 7. – С. 1389-1398.
4. Devyatkov V.N. et al. Equipment and processes of vacuum electron-ion plasma surface engineering // Vacuum. – 2017. – V. 143. – P. 464-472.

ТЕМПЕРАТУРНЫЕ УСЛОВИЯ СОЗДАНИЯ ИЗДЕЛИЙ МЕТОДОМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ НА ПРИМЕРЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ И ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ

ЮАНЬ С., М.П.РАГУЛИНА, Б.С.ЗЕНИН
Томский политехнический университет
E-mail: 448614673@qq.com

В основе получения изделий методом аддитивной технологии лежит послойное спекание [1-3]. В общем случае при их формировании можно выделить 2 этапа: 1) формирование отдельных слоев изделия из объема порошка, который определяет характеристики получаемого материала; 2) последовательное припекание отдельных слоев, которое определяет механическую прочность изделия через образование адгезионных связей между слоями. В последнем случае важную роль играет контактная температура на границе наплаваемых слоев. В работе [4] показан пример получения полиметаллических изделий с помощью технологии селективного спекания слоев в режиме однопорошкового и многопорошкового сплавления.

В работе были рассмотрены условия формирования изделия в однопорошковых режимах Cu/Cu, Ti/Ti и Fe/Fe, а также в режиме последовательного нанесения и сплавления слоев из разных порошков, т.е. получение полиметаллического изделия. Расчеты проводили для температуры в контакте двух различно нагретых тел [5]:

$$T_k = \frac{T_s + K_p T_p}{1 + K_p}, \quad K_p = \sqrt{\frac{\lambda_p c_p \rho_p}{\lambda_s c_s \rho_s}}$$

где T_s и T_p – начальные температуры «холодного» и «горячего тела»; K_p – критерий тепловой активности горячего слоя по отношению к холодному слою; ρ_p , ρ_s , λ_p , λ_s , c_p , c_s – плотности и коэффициенты теплопроводности и теплоёмкости соответствующих материалов.

Свойства рассматриваемых материалов представлены в таблице 1, где индекс s соответствует значению характеристике материала при комнатной температуре [6], а индекс p при высокой температуре (температуры плавления) [7].

Таблица 1 - Свойства материалов

	ρ , кг/м ³	λ , Вт/(м·К)	c , Дж/(кг·град)	$T_{пл}$, К
Cu (s)	8933	393	385	
Fe (s)	7870	80	447	
Ti (s)	4500	22,3	531	
Cu (p)	8361	317	525	1357
Fe (p)	7040	35	805	1810
Ti (p)	4260	33	854	1941

Результаты расчетов контактной температуры и критерии тепловой активности на границах одноименных или разноименных слоев показаны в таблице 2.

Таблица 2 – Контактные температуры и критерии тепловой активности

Контактные слои	K_p	T_k , К
Fe/Ti	3,71	1294,6
Ti/Ti	1,5	1284,6
Cu/Ti	5,1	1183,7
Cu/Fe	2,2	1026,6
Fe/Fe	0,84	989,3
Ti/Fe	0,65	946,5
Cu/Cu	0,99	826
Fe/Cu	0,38	715,8
Ti/Cu	0,3	678,7

На рисунке 1 изображена гистограмма контактной температуры в сочетании с температурами плавления материала «горячего» слоя и критерий тепловой активности.

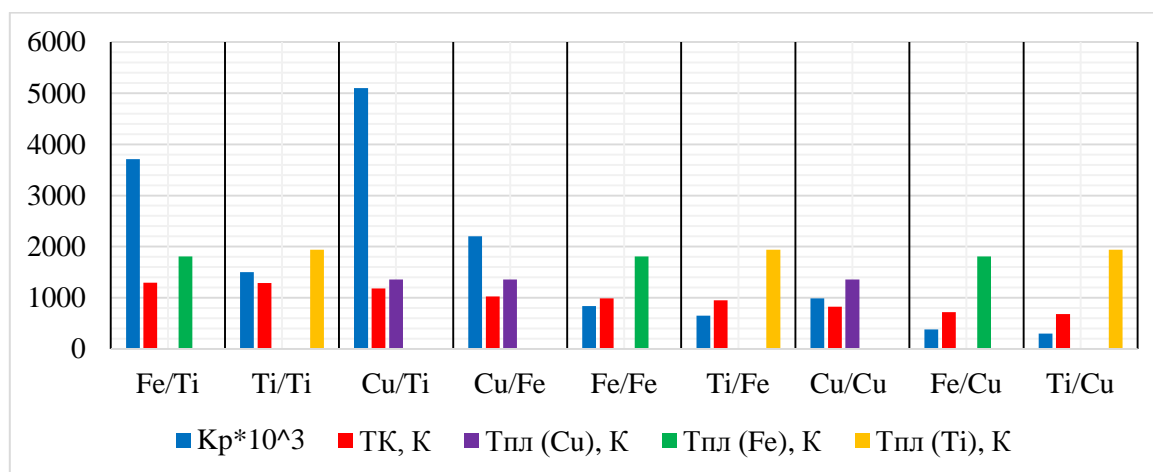


Рисунок 1 – Гистограмма с результатами расчетов

Полученные результаты показывают, что температура на границе наплавляемых слоев в общем случае не зависит от температуры «горячего» слоя, т.е. от температуры плавления материала этого слоя, а в первую очередь определяется соотношением значений теплофизических характеристик материалов взаимодействующих слоев, показателем которого является критерий тепловой активности. Случай, когда в качестве холодного слоя выступает Ti, требует дополнительного анализа. При получении полиметаллических изделий методом селективного спекания слоев в режиме многопорошкового сплавления для обеспечения механической прочности изделия через образование адгезионных связей между слоями необходимо учитывать критерий тепловой активности горячего слоя по отношению к холодному слою.

Список литературы

1. Валетов В.А. Аддитивные технологии (состояние и перспективы) [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://books.ifmo.ru/file/pdf/1832.pdf> – 22.06.18
2. Зленко. М.А., Нагайцев М.В., Довбыш В.М. Аддитивные технологии в машиностроении. – М.: ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ», 2015. – 220 с.
3. Дубиненко Г.Е., Зенин Б.С. Особенности изготовления объемных изделий из различных материалов методом аддитивных технологий // Сборник тезисов докладов V Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике». – Томск: STT, 2016.
4. Раевский Е.В. Изготовление полиметаллических деталей с помощью лазерных аддитивных технологий // Аддитивные технологии. – 2017. – №2. – С. 32–36.
5. Алхимов А.П., Клинков С.В., Косарев В.Ф. Температура вблизи контактной границы при высокоскоростном соударении микрочастицы с поверхностью // Физическая мезомеханика 3 1. – 2000. – С. 53–57.
6. Таблицы физических величин / Под ред. акад. И.К. Кикоина. – М.: Атомиздат, 1976. – 1008 с.
7. Теплофизические свойства металлов при высоких температурах: справочник / В. Е. Зиновьев. - Москва: Металлургия, 1989. – 382 с.

АДСОРБЦИЯ И ДИФФУЗИЯ АТОМОВ 2 И 13 ГРУПП НА ПОВЕРХНОСТИ ТОПОЛОГИЧЕСКИХ ИЗОЛЯТОРОВ

А. Г. РЯБИЩЕНКОВА

Томский государственный университет

E-mail: ryaange@gmail.com

Исследование топологических изоляторов является актуальной задачей современной физики твердого тела. Топологические изоляторы (ТИ) – это материалы, которые, будучи изоляторами (полупроводниками) в объеме, обладают металлическими состояниями на поверхности. Эти электронные состояния топологически защищены от обратного рассеяния на дефектах (примесях) и локальных искажениях кристаллической решетки. При этом модификация поверхности путем адсорбции немагнитных атомов позволяет управлять положением точки Дирака. Последнее, а также нечувствительность проводимости на поверхности ТИ к возмущениям, делает ТИ привлекательными для практических приложений, таких как магнитоэлектрические или спинтронные устройства с малыми потерями энергии.

В качестве адсорбатов, среди немагнитных атомов, наиболее исследованными являются атомы щелочных металлов. Как было обнаружено в текущих опубликованных работах, адсорбция атомов щелочных металлов на поверхность топологического изолятора Bi_2Se_3 вызывает возникновение двумерного электронного газа с эффектом сильного расщепления типа Рашбы. Факт наличия этого эффекта открывает перспективы применения ТИ для создания спиновых полевых транзисторов. Кроме того, при осаждении атомов щелочных металлов существенно снижается химическую активность поверхности ТИ и "обнажается" точка Дирака в фотоэмиссионных экспериментах, проводимых для *p*-допированных ТИ, что также позволяет управлять электростатическим потенциалом поверхности ТИ на атомном масштабе.

Одной из современных и наиболее адекватных методик исследования адсорбции и диффузии на поверхности ТИ в настоящее время являются расчеты из первых принципов, но, несмотря на это, систематическое первопринципное исследование указанной проблемы на данный момент отсутствует. В данной работе представлено систематическое *ab initio* исследование адсорбции и диффузии адатомов 2 и 13 групп на поверхности Bi_2Se_3 и Bi_2Te_3 . Расчеты проведены в рамках метода проекционных плоских волн, реализованного в пакете VASP. Для описания обменно-корреляционного потенциала использовалось обобщенно-градиентное приближение. Рассчитана адсорбционная энергия и геометрия систем адатом/ Bi_2Se_3 и адатом/ Bi_2Te_3 , а также зарядовый перенос в этих системах. Затем проведено исследование с помощью метода упругой ленты (NEB) возможного пути диффузии атомов по поверхности между найденными адсорбционными позициями и найдена энергия активации диффузии. Рассчитанные значения энергетических барьеров и диффузионных длин проанализированы как вдоль периодов, так и вдоль групп изученных сортов адатомов. Были сделаны выводы, полезные в качестве априорной информации для экспериментальных исследований. На основе полученных активационных энергий, проведена оценка диффузионных длин как функций температуры для рассмотренных адсорбатов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-01068 мол_а.

ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ МЕХАНО-ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И УДАРНУЮ ВЯЗКОСТЬ СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ СТАЛИ 17Г1С

*Р.В. СТАНКЕВИЧ², И.В. ВЛАСОВ¹, А.С. СМЕРНОВА^{1,2},
А.В. ЯКОВЛЕВ², Ю.И. ПОЧИВАЛОВ¹, Д.В. ВАЛУЕВ³, С.В. ПАНИН^{1,2}*

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

²Томский политехнический университет

³Юргинский технологический институт ТПУ

E-mail: roman3014@mail.ru

При строительстве и эксплуатации трубопроводов ключевыми требованиями являются обеспечение длительной и безопасной эксплуатации в течение нескольких десятков лет в непрерывно изменяющихся внешних условиях, включая перепады температуры, влажности, внутреннего давления, а также контакт с коррозионной (внешней) средой. Особенно это актуально для нефте- и газопроводных систем, которые эксплуатируются длительное время в условиях Крайнего Севера, где годовые перепады температур могут превышать 100 градусов [1].

Механические свойства трубных малолегированных сталей во многом определяются термообработкой и проведением процесса проката на финальном этапе изготовления изделия. С помощью правильно подобранной термообработки можно получить либо высокую твердость, либо наоборот, деталь, обладающую высокой вязкостью. Выбор соотношения пластичности/твердости определяется условиями эксплуатации. Все последующие воздействия на сталь, будь-то термическое влияние при формировании сварного шва или последующие термомеханические обработки, приводят к отклонению от оптимальных режимов обработки и нежелательному изменению свойств материала. Отказаться от использования сварки для соединения труб при строительстве сети магистральных трубопроводов невозможно, а наличие сварных швов требует дополнительных затрат по контролю и оценке остаточного срока службы. Кроме того, сформированный шов (зона термического влияния) может обладать пониженной прочностью, а эксплуатация при отрицательных температурах может сопровождаться снижением ударной вязкости соединения в разы [2, 3]. По этой причине одной из актуальных задач является поиск способов упрочнения и повышения ударной вязкости сварных швов и околошовных зон.

Исследования по снижению негативного влияния сварки на структуру околошовной зоны проводятся уже длительное время [4-8], однако полностью восстановить структуру и механические свойства сварного соединения по сравнению с основным материалом практически невозможно. Сварка трубопровода происходит в полевых условиях, что значительно снижает диапазон применимых методик по постсварочной обработке формируемых неразъемных соединений. Наиболее простыми и экономичными способами увеличения срока службы является последующая местная термообработка или поверхностное пластическое деформирование в виде пневмоударных, вибрационных или взрывных воздействий для частичного снятия остаточных растягивающих напряжений и их трансформации в сжимающие. Данные способы хотя и являются производительными, но не всегда малозатратны, и оказывают ограниченное влияние на структуру материала шва, особенно на удалении от обрабатываемой поверхности. По этой причине разработка новых высокоэффективных способов постсварочной обработки неразъемных соединений конструкционных сталей является актуальной научной проблемой.

Для решения поставленной задачи в ИФПМ СО РАН была разработана импульсная механо-электрофизическая обработка (ИМЭО), в основу которой легло сразу на несколько способов воздействий: высокочастотное импульсное механическое, а также электрофизическое. В качестве объекта исследования выбрана трубная сталь 17Г1С, которая применяется для изготовления широкого спектра деталей и конструкций, а также для формирования сварных соединений. Сталь также активно применяется для

изготовления труб газопроводов, что повышает актуальность увеличения срока службы неразъемных соединений. Таким образом, целью данной работы было изучение влияния импульсной механо-электрофизической обработки на структуру и ударную вязкость сварного соединения стали 17Г1С.

В результате проведенных металлографических исследований показано, что в процессе ИМЭО основное воздействие концентрируется в поверхностном слое (не более 100 мкм), где не наблюдается пластическая деформация ферритных зёрен. При измерении микротвёрдости в поперечном сечении было выявлено повышение её значения в поверхностном слое на глубине до 500 мкм, как в сварном шве, так и в зоне термического влияния, находящейся на расстоянии 17 мм от центра шва. Снижение микротвёрдости происходит плавно: от максимального значения у самой поверхности ($4\pm 0,1$ ГПа в сварном шве и $1,95\pm 0,1$ ГПа в зоне термического влияния), до значений, соответствующих исходной структуре ($3\pm 0,1$ ГПа в сварном шве и $1,5\pm 0,1$ ГПа в зоне термического влияния) в нижележащих слоях, что не сопровождается формированием выраженной неоднородности, являющейся опасными концентраторами напряжений.

Формирование прочного поверхностного слоя после импульсной механо-электрофизической обработки приводит к небольшому повышению ударной вязкости при комнатной температуре, в сравнении со стандартным швом, но при понижении температуры испытания до $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ эта разница нивелируется (рис. 1). Причиной такого изменения свойств может служить высокая хладноломкость модифицированного слоя, что будет исследовано в дальнейших работах.

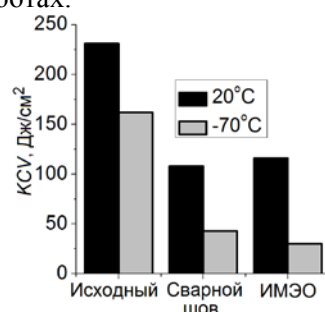


Рисунок 1 - Диаграмма ударной вязкости стали 17Г1С

Благодарность: Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00679.

Список литературы

1. Кудрявцев П.И. Остаточные сварочные напряжения и прочность соединений. – М.: Машиностроение, 1964. – 93 с.
2. Копельман Л.А. Основы теории прочности сварных конструкций. – СПб: издательство «Лань». – 2010. – 464 с.
3. Ларионов В.П. Электродуговая сварка конструкций в северном исполнении. – Новосибирск : Наука, 1986. – 256 с.
4. Андреев В. Ультразвуковая ударная обработка, как метод повышения долговечности сварных соединений // Оборудование. – 2006. – № 3. – С. 32-33.
5. Аснис А.Е. Иващенко, Г.А. Повышение прочности сварных конструкций. – Киев: Наук. Думка, 1985. – 256 с.
6. Буторов В.С. Влияние вибрационной обработки на хладостойкость сварных металлоконструкций: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Якутск, 1987. – 16 с.
7. Винокуров В.А. Отпуск сварных конструкций для снижения напряжений. – М.: Машиностроение, 1973. – 213 с.
8. Лащенко Г.И. Энергосберегающие технологии снижения остаточных напряжений в сварных конструкциях // Сварщик в России. – 2006. – №1. – С. 15-19.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА МЕТАЛЛИЗАЦИИ АЛЮМОНИТРИДНОЙ КЕРАМИКИ

Р.В. ТАРНОВСКИЙ, А.А. ДИТЦ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: tarnovskiy@tpu.ru

Введение

Одним из перспективных направлений электроники и электротехники является производство высокотеплопроводных материалов и изделий на основе нитрида алюминия. Нитрид алюминия обладает рядом уникальных свойств по сравнению с другими материалами, применяемыми в микроэлектронике [1]. Применение нитрида алюминия в качестве основы при изготовлении мощных светодиодов требует нанесение на него токопроводящих паст. Разработанные в большом количестве низкотемпературные серебряносодержащие пасты рассчитаны на оксидные материалы, и поэтому имеют низкую адгезию к нитриду. Увеличить адгезию металлизационных паст к нитриду алюминия можно за счет введения в их состав стеклосвязки [2], которая бы хорошо смачивала нитрид алюминия при низких температурах.

Цель данной работы: разработать состав стеклосвязки, смачивающий нитрид алюминия в диапазоне температур до 700-900 °С.

Эксперимент

В работе были использованы образцы в виде дисков из нитрида алюминия, спеченные до относительной плотности более 98%. Для определения угла смачивания была собрана установка, принципиальная схема которой представлена на рисунке 1.

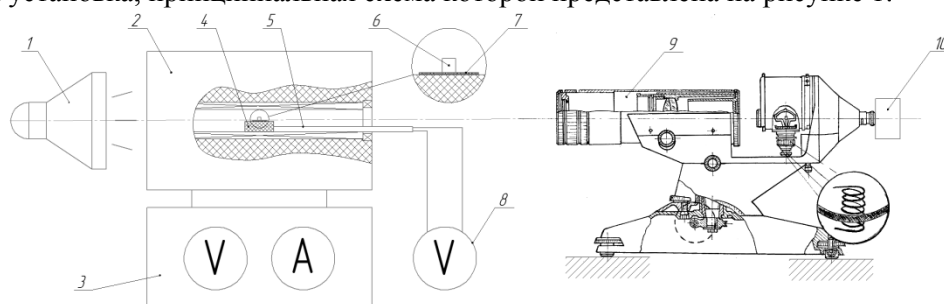


Рисунок 1 – Принципиальная схема установки

Установка состоит из: 1 осветительной системы; 2 – трубчатой печи с регулируемой скоростью нагрева; 3 – системы контроля и управления нагревом; 4 – подставки для образцов; 5, 8 – термопары для контроля температуры образца; 6 – образца стекла; 7 – подложки (диска) из AlN; 9 – оптической системы; 10 – цифровой камеры с выводом изображения на дисплей компьютера.

С помощью данной установки было исследовано несколько стёкол боросиликатного состава на адгезию к нитриду алюминия.

Для дальнейших исследований было решено выбирать составы стёкол только для металлизационных паст на основе серебра. В качестве основы для исследуемых составов стёкол был выбран боросиликатный состав вида (45%_{мол} SiO₂; 20%_{мол} B₂O₃; 5%_{мол} CaO; 20%_{мол} Na₂O (Li₂O); 10%_{мол} Me_mO_n).

В соответствии с задачами исследования, было решено разделить исследуемые составы на две группы:

- 1) Стёкла, взаимодействующие с нитридом алюминия;
- 2) Стёкла, не взаимодействующие с нитридом алюминия.

В связи с этим, в основе для стёкол, не взаимодействующих с нитридом алюминия, было решено оксид натрия Na₂O заменить на оксид лития Li₂O, поскольку Na₂O относится к оксидам, взаимодействующим с нитридом алюминия.

В качестве модификаторов для стёкол, взаимодействующих с нитридом алюминия, были выбраны оксиды K_2O , Cu_2O , CuO , PbO , NiO , CdO , CoO , FeO , ZnO , Cr_2O_3 , Sb_2O_3 , As_2O_3 , Bi_2O_3 , V_2O_5 , MoO_3 , так как значения ΔG_0 для реакций данных оксидов с нитридом алюминия в интервале температур от 0 до 1400 °С отрицательны. Следовательно, данные оксиды относятся к оксидам, взаимодействующим с нитридом алюминия.

В качестве модификаторов для стёкол, не взаимодействующих с нитридом алюминия, были выбраны не взаимодействующие с нитридом алюминия оксиды: BaO , SrO , MgO , BeO , Al_2O_3 , TiO_2 , SnO_2 .

Также были проведены расчёты свойств стёкол выбранных составов с помощью программы SciGlass. Результаты расчётов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Расчётные свойства стёкол выбранных составов

Основа	Модификатор (10%мол)	Температура размягчения T_f , °С	КТР α , K^{-1}	Диэлектрическая проницаемость ϵ , Тл	Поверхностное натяжение при T_f σ , Н/м	Плотность ρ , г/см ³
45% _{мол} SiO_2 ; 20% _{мол} B_2O_3 ; 5% _{мол} CaO ; 20% _{мол} Na_2O	Na_2O	765,6	1,31E-05	7,572	0,2285	2,548
	K_2O	785,4	1,39E-05	7,772	0,2163	2,532
	Cu_2O	755,7	9,13E-06	?	0,2185	2,742
	CuO	801,6	1,06E-05	6,732	0,2414	2,682
	PbO	795,7	1,09E-05	7,492	0,2239	3,213
	NiO	816,5	1,00E-05	7,062	0,2386	2,713
	CdO	845,7	1,08E-05	7,362	0,2436	2,895
	CoO	816,4	1,00E-05	7,012	0,2386	2,691
	FeO	816	1,10E-05	7,312	0,2376	2,688
	ZnO	830,5	1,03E-05	6,912	0,241	2,68
	Cr_2O_3	938,7	9,47E-06	?	0,2569	2,68
	Sb_2O_3	771,7	1,11E-05	7,062	0,233	3,003
	As_2O_3	772,2	1,28E-05	6,862-?	0,2234	2,605
	Bi_2O_3	749,4	1,14E-05	8,162	0,1649	3,735
	V_2O_5	1011	1,15E-05	?	0,2104	2,448
MoO_3	857,2	1,12E-05	?	0,2285	2,762	
45% _{мол} SiO_2 ; 20% _{мол} B_2O_3 ; 5% _{мол} CaO ; 20% _{мол} Li_2O	Li_2O	845,2	1,02E-05	6,582-?	0,246	845,2
	BaO	882,9	9,41E-06	7,052	0,2531	882,9
	SrO	894,5	9,29E-06	7,002	0,2547	894,5
	MgO	900,2	8,19E-06	6,422	0,2529	900,2
	BeO	900,7	8,21E-06	6,292	0,2529	900,7
	Al_2O_3	1065	7,04E-06	6,222	0,2736	1065
	TiO_2	871,2	7,02E-06	7,352	0,2404	871,2
	SnO_2	887,3	7,56E-06	?	0,2346	887,3

Выводы. Как видно из расчётных данных, представленных в таблице 1, большинство выбранных составов стёкол подходят для металлизационных паст на основе серебра.

Список литературы

1. Косолапов А.А., Дитц А.А., Ревва И.Б., В.М. Погребенков В.М. Высокотеплопроводные материалы полученные методом прессования. Томск: Изд-во Томского политехнического университета, 2015. – 5 с.
2. Макаров Н.А. Металлизация керамики: Учебное пособие. М. РХТУ им. Д.И. Менделеева. 204.-76 с.
3. Сумм Б.Д., Горюнов Ю.В. Физико-химические основы смачивания и растекания. М «Химия», 1976 232 с.
4. Шило А.Е. Стеклопокрытия для порошков сверхтвёрдых материалов. Киев: Наук. думка, 1988. – 208 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЙ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА АК₁₀М₂Н ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ

В.В. ШЛЯРОВ¹, Д.В. ЗАГУЛЯЕВ¹, Ю.Ф. ИВАНОВ², С.В. КОНОВАЛОВ³

¹ Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк, Россия

² Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск, Россия

³ Самарский национальный исследовательский университет, г. Самара, Россия

E-mail: shlyarov@mail.ru

Присутствие в отливках силуминов включений кремния и интерметаллидов различной формы, размеры которых могут достигать сотен микрометров, негативно отражается на прочностных и пластических свойствах изделий [1-2]. Как правило, устранение данных недостатков осуществляется модифицированием расплава силумина. В качестве модификаторов используются бериллий, ванадий, вольфрам, ниобий, кобальт и некоторые другие материалы, что весьма часто оказывает негативное воздействие на экологическую обстановку предприятия [3].

Целью настоящей работы является анализ структуры и прочностных свойств силумина марки АК₁₀М₂Н в литом состоянии, подвергнутого облучению интенсивным импульсным электронным пучком в режиме высокоскоростного плавления поверхностного слоя.

В качестве материала исследования был использован силумин марки АК₁₀М₂Н состава ((9.5-10.5)Si-(2.0-2.5)Cu-(0.8-1.2)Ni-(0.9-1.2)Mg-(до 0,6)Fe-(до 0,05)Mn-(до 0,05)Ti-(до 0,05)Pb-(до 0,06)Zn-(до 0,01)Sn; остальное Al, вес.%) (ГОСТ 30620-98) в литом состоянии. Образцы имели форму пластинок размерами 20x20x10 мм. Облучение поверхности пластинок осуществляли на установке «СОЛЮ» [4, 5] интенсивным импульсным электронным пучком с параметрами: энергия ускоренных электронов 17 кэВ, плотность энергии пучка электронов 25 Дж/см², длительность импульса пучка электронов 150 мкс, количество импульсов 3, частота следования импульсов 0,3 с⁻¹, давление остаточного газа (аргон) в рабочей камере установки 2*10⁻² Па.

Структура силумина АК₁₀М₂Н представлена зернами твердого раствора на основе алюминия, зернами эвтектики Al-Si, включениями первичного кремния и интерметаллидов, рисунок 1. Облучение силумина интенсивным импульсным электронным пучком приводит к высокоскоростному плавлению поверхностного слоя и последующей высокоскоростной кристаллизации. Характерное изображение поверхности облучения силумина электронным пучком, приведенное на рисунке 2, свидетельствует о растворении включений кремния и интерметаллидов. Наблюдается формирование структуры ячеистой кристаллизации с размером ячеек от 350 нм до 400 нм, рисунок 2, б. Исследования поперечных шлифов, выполненные методами сканирующей электронной микроскопии, показали, что толщина поверхностного слоя без частиц интерметаллидов изменяется в пределах от 35 мкм до 40 мкм.

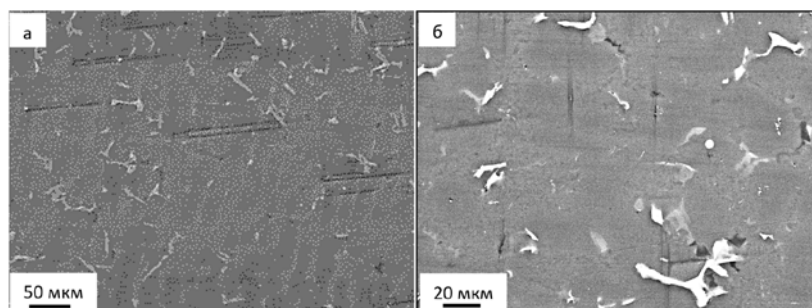


Рисунок 1 - Структура силумина марки АК10М2Н в литом состоянии. Сканирующая электронная микроскопия

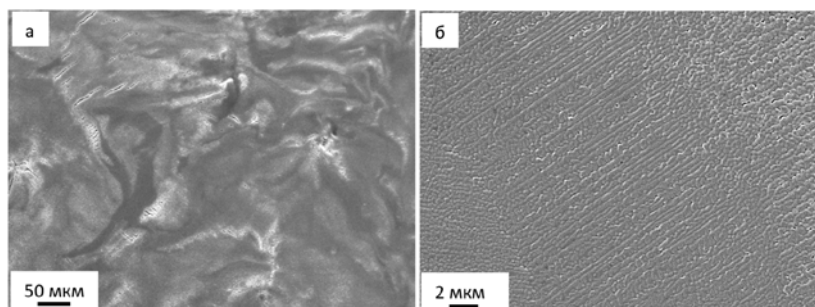


Рисунок 2 - Структура поверхности образца силумина, облученного интенсивным импульсным электронным пучком (25 Дж/см^2 ; 150 мкс; 3 имп.). Сканирующая электронная микроскопия

Твердость модифицированного слоя определяли на поперечных полированных шлифах при нагрузке на индентор 30 мН. Облучение силумина электронным пучком, несмотря на снижение уровня легирования материала, сопровождается упрочнением поверхностного слоя образца. Установлено, что твердость облученного силумина изменяется немонотонным образом, достигая максимальных значений, превышающих твердость исходного состояния в (3,8-4,2) раза, в слое, расположенном на глубине 30-50 мкм. В слое, прилегающем к поверхности облучения, т.е. расположенном на глубине ≈ 5 мкм, величина твердости превышает твердость литого силумина в $\approx 1,6$ раза, это обусловлено формированием структуры высокоскоростной ячеистой кристаллизации субмикронных размеров с расположенными по границам ячеек наноразмерными прослойками второй фазы.

В работе показано, что облучение силумина интенсивным импульсным электронным пучком (25 Дж/см^2 ; 150 мкс; 3 имп.) приводит к высокоскоростному плавлению поверхностного слоя и последующей высокоскоростной кристаллизации с формированием субмикро- нанокристаллической многофазной структуры. Растворение включений кремния и интерметаллидов наблюдается в поверхностном слое толщиной до 40 мкм. Увеличение в (3,8-4,2) раза твердости приповерхностного слоя силумина обусловлено формированием морфологически двухосновной структуры, представленной субмикронных размеров ячейками высокоскоростной кристаллизации твердого раствора на основе алюминия с расположенными по границам ячеек наноразмерными прослойками второй фазы, и субмикронными ячейками эвтектической кристаллизации силумина.

Работа выполнена при финансовой поддержке государственного задания № 3.1283.2017 / 4.6. и при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ (проект № 16-43-700659).

Список литературы

1. Мондольфо Л. Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов. – М.: Металлургия, 1979. – 640 с.
2. Белов Н. А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. – М.: МИСиС, 2010. – 511 с.
3. Курдюмов А.В. Производство отливок из сплавов цветных металлов: учебник для вузов / А.В. Курдюмов [и др.]. – М.: Металлургия, 1986. – 416 с.
4. Эволюция структуры поверхностного слоя стали, подвергнутой электронно-ионно-плазменным методам обработки / Под ред. Н.Н. Коваля, Ю.Ф. Иванова. - Томск: Издательство НТЛ, 2016. – 304 с.
5. Электронно-ионно-плазменная модификация поверхности цветных металлов и сплавов / под общ. ред. Н.Н. Коваля и Ю.Ф. Иванова. – Томск: Изд-во НТЛ, 2016 – 312 с.

СОЗДАНИЕ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ В ПУЧКЕ РЕЛЯТИВИСТСКИХ ЭЛЕКТРОНОВ

В.В.ШМАКОВ¹, М.В. ПЕРОВСКАЯ², И.М.ПОЛЕТИКА²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: vasiliyjudo2012@rambler.ru

Наплавка в пучке релятивистских электронов является одним из наиболее распространенных методов упрочнения поверхности деталей машин и механизмов. Одним из главных достоинств метода считается высокая производительность процесса, а также простота введения легирующих элементов [1].

Таким образом, целью исследования являлось создание износостойких и коррозионно-стойких покрытий наплавленных в пучке релятивистских электронов, выпущенных в атмосферу, на основе хром-углерод-бора, а также изучение свойства и структуру наплавленного слоя и нахождение оптимальных составов легирующих элементов в наплавочных смесях.

На сталь Ст3 в пучке релятивистских электронов наплавливали однослойных покрытий. Для наплавки использовали смеси порошков карбида хрома и карбида бора. Содержание В₄С в смеси изменялось в пределах от 9 до 35%.Использовались следующие параметры облучения: энергия электронов – 1,4 МэВ, ток пучка равнялся 22,5 мА, скорость перемещения образца 0,67 см/с.

На микроскопе «Neophot-32» проводили исследование структуры металла наплавки. На микротвердометре ПМТ-3 измеряли распределение микротвердости в направлении от поверхности наплавленного слоя вглубь образца, переходя через границу сплавления. В соответствие с ГОСТ 23.208-79 проводились испытания на абразивный износ. Коррозионную стойкость определяли измерением потери массы образца при длительной выдержке в концентрированной азотной кислоте.

На рисунке 1 представлена структура стали при различном содержании карбида бора.

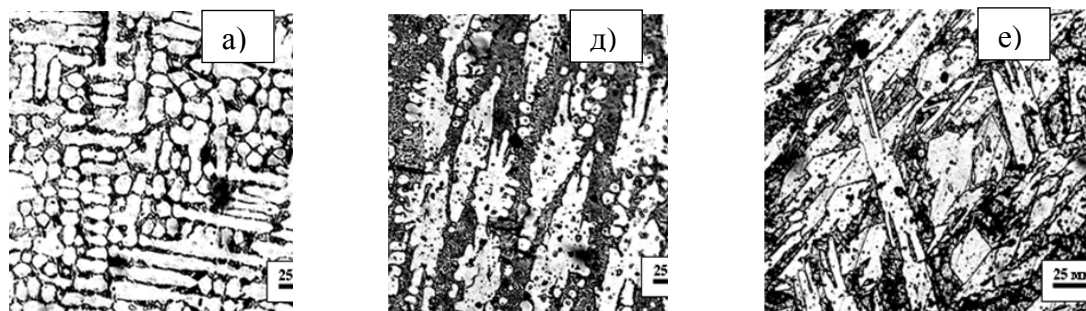


Рисунок 1 - Структура стали при содержании карбида бора 9 вес.% (а); 25-30 вес.% (б); 35 вес.% (в)

Из рисунка 1,а, видно, что при содержании 9 вес.% В₄С структура преимущественно состоит из зерен твердого раствора, а также ледебуритной эвтектики.

Рисунок 1, б, показывает, что при содержании карбида бора 25-30% в смеси уменьшается концентрация хрома, что соответствует увеличению содержания карбида бора.

При увеличении содержания В₄С до 35 вес.% происходит переход структуры из доэвтектической в заэвтектическую, а также выделяются избыточные карбидов и карборидов, как показано на рисунке 1, в. Это приводит к значительному росту коэффициента износостойкости. Это явление объясняется увеличением содержания в слое углерода и бора.

Рисунок 2 представляет собой график зависимости потери массы образцов стали Ст3, нержавеющей стали 12Х18Н10Т и образцов наплавки от времени выдержки в азотной кислоте при содержании V_4C в наплавочной смеси, полученная при выдержке в азотной кислоте.

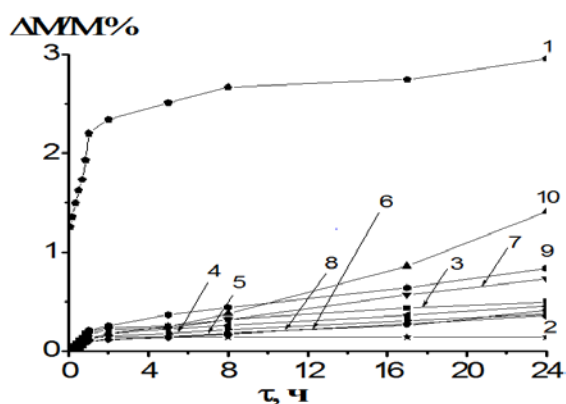


Рисунок 2 – График зависимости потери массы образцов: Ст3(1), нержавеющей стали 12Х18Н10Т(2), образцов наплавки с содержанием карбида бора 9(3);12,6(4); 16,2(5);19,8(6);22,5(7);25(8);30(9);35 вес %(10), от времени выдержки в азотной кислоте

Как видно из рисунка 2, коррозионная стойкость слоев наплавки существенно выше, чем стойкость низкоуглеродистой стали Ст3, которая уже через 20 часов выдержки в концентрированной азотной кислоте теряет 3% от первоначальной массы. Стоит отметить, что для наплавочных смесей с содержанием карбида бора до 25 вес.% после выдержки в азотной кислоте более шести часов коррозия протекает значительно медленнее, кривые выходят на насыщение. Такое поведение наплавленных слоев можно объяснить образованием на поверхности защитной пленки оксидов $(Cr,Fe)_2O_3$.

Однако при увеличении содержания в смеси карбида бора до 30 и 35 вес.%, потеря массы не замедляется и после шести часов выдержки, рисунок 2. Это можно объяснить тем, что коррозия протекает по границам раздела карбидных и карбоборидных фаз, которые выделяются в значительном количестве и являются первичными выделениями в заэвтектической структуре, как показано на рисунке 1, б. Следовательно, коррозия протекает на поверхности между фазами, уходя вглубь образца, что значительно препятствует образованию сплошной защитной пленки [3].

Выводы

1. При содержании V_4C в наплавочной смеси менее 25 вес.% коэффициент износостойкости наплавленных покрытий меняется в пределах 3,3-7, а коррозионная стойкость при испытаниях в концентрированной азотной кислоте приближается к коррозионной стойкости нержавеющей стали.

2. С увеличением содержания V_4C в наплавочной смеси до 30-35 вес.% коэффициент износостойкости возрастает до 36-89,5, а коррозионная стойкость уменьшается за счет выделения большого количества избыточных фаз и развития коррозии на их границах.

3. При содержании 30 вес.% V_4C , увеличении плотности энергии излучения и росте толщины покрытия происходит переход от заэвтектической структуры к доэвтектической, вследствие чего падают твердость и износостойкость, а коррозионная стойкость возрастает.

Список литературы

1. Шмаков В.В., Крылова Т.А., Перовская М.В. Особенности структуры и механических свойств покрытий, полученных методом электронно-лучевой наплавки на воздухе // Сборник тезисов LVIII Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», Пермь, 16-19 мая, 2017 г. – С. 181.

2. Полетика И.М., Крылова Т.А., Макаров С.А. Использование электронно-лучевой обработки для создания упрочняющих покрытий // Известия Томского политехнического университета. – 2011. – Т. 319. – № 2. – С. 94–98.
3. Полетика И.М., Голковский М.Г., Крылова Т.А., Перовская М.В. Структура и свойства хромсодержащих покрытий, полученных методом электронно-лучевой наплавки в атмосфере // МиТОМ. – 2009. – № 3. – С. 15–22.

СЕКЦИЯ 4

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ БИОМЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

**COMPARISON OF SUCTION CAST TI-BASED ALLOYS
FOR BIOMEDICAL APPLICATION**

A.THOEMMES¹, I.V. IVANOV¹, V. ANTONICELLI²

¹ Novosibirsk State Technical University

² Polytechnic University Bari

E-mail: alexander.thoemmes@outlook.de

Ti based biomaterials are the state of the art choice for mechanical implants used in human body due to their perfect corrosion resistance, high strength to weight ratio and high biocompatibility [1]. The nowadays mostly used Ti based alloy for biomaterial application is Ti-6Al-4V. Another metallic biomaterials are stainless steel and Cr-Co alloys. Within this group of alloys Ti-6Al-4V exhibit the lowest Young's modulus of 110 GPa compared to 210 GPa and 240 GPa [2]. By contrast with the Young's modulus of human bone which is in the range 4 to 40 GPa. The big difference in the Young's modulus of human bone and stainless steel and Cr-Co alloys makes Ti-6Al-4V the preferable alloy. Recently developed Ti-based biomaterials follow the trend to include a large amount of β isomorphous stabilizers like Nb, Ta or Zr. Fedotov and Belousov reported that the Young's modulus of binary Ti-Nb alloys as function of the Nb content display a W-shape curve with two minima. The minima correlate with the phase formation $\alpha' \rightarrow \alpha''$ and $\alpha'' \rightarrow \beta$ [3]. The aim of this work to compare the microstructure and mechanical properties of suction cast binary Ti-Nb alloys with Ti-6Al-4V.

The binary Ti-Nb alloy with a Nb content of 30 mass % (hereafter 'mass %' will be referred to as %) and the Ti-6Al-4V alloy were synthesized in an BUHLER vacuum arc furnace. For preparing the Ti-Nb alloy commercially pure Ti (VT1-0) and Nb (Nb-1) were used. The Ti-6Al-4V alloy was synthesized melting and casting a piece of VT-6. The starting materials were weighted and cleaned in acetone to remove surface contaminants and placed in a button shaped water-cooled cooper crucible and then melted. A titanium ingot was used as oxygen getter and was melted prior to every melting procedure. Considering the big difference in density and melting point (Ti: 4.5 g/cm³, 1941 K; Nb: 8.57 g/cm³, 2750 K) of the initial elements the alloys were remelted 16 times and flipped after every second melt. The received button shaped master alloys were cast into a water-cooled cooper crucible with a diameter of 5 mm. The weight loss of the samples was evaluated by weighting the initial materials and the samples after the casting. Microstructural analysis was performed using an optical microscope (Carl Zeiss AxioObersver Z1m) Scanning electron microscopy was conducted with a Carl Zeiss EVO 50 microscope in back scattered electron (BSE) mode. The hardness measurements were carried out using a WOLPERT Group 402 MVD Vickers hardness tester under a load of 50 g and a dwell time of 10 s. The readings were carried out on a line from the border of the sample to the centre.

The weight loss of the samples was found to be 0.23 % for the Ti-30Nb sample and 0.35 % for the Ti-6Al-4V. The small weight loss indicates that the composition of the suction cast samples was close to the nominal composition. Fig. 1 a shows the microstructure of the suction-cast Ti-30Nb alloy. A bimodal structure consisting of dendritic arms embedded in a matrix was obtained. After casting the temperature of the melt firstly crosses the β + liquid field and during further cooling the α + β phase field. The solidification starts at the water-cooled cooper mold surfaces and continues contrary to the heat flow. It is assumed that the heat flow next to the copper mold is high enough to suppress the formation of dendrites and a so called chill zone is formed. Fig. 1 b shows the microstructure of the Ti-6Al-4V sample. No dendrites can be observed, and the structure consists of sustained grains roughly orientated to the centre of the sample. Aluminium is known as a α stabilizer and the Ti-6Al-4V alloy as an α + β alloy. The presence of aluminium leads to an increase of the transformation temperature for $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation.

The microhardness in Ti-30Nb alloy increased with increasing the distance to the centre up from 268 HV0.05 directly at the border up to 342 HV0.05 after 500 μ m. Afterwards the

microhardness varies in a small range. This gradual increase in microhardness can be explained by the presence of the chill zone. It was reported in former research that the chill zone increases with increasing the Nb content [4]. This means that the Nb crystallizes firstly at the surface next to the water-cooled cooper-mold. When the distance is increased Nb-rich dendrites form embedded in a Nb-lean matrix. Because the Nb content in the chill zone is higher a metastable beta phase can form and the beta phase of Ti-Nb alloys is known to show a microhardness lower than alpha phases. The average microhardness throughout the whole sample is $308 \pm 5 \text{ HV}_{0.05}$. The absence of a chill zone in the Ti-6Al-4V alloys is also displayed in a small variation of the microhardness through the sample. The average microhardness is $313 \pm 6 \text{ HV}_{0.05}$.



Fig. 1. Micrographs of suction cast alloys a) Ti-30Nb and b) Ti-6Al-4V

Based on the obtained results the following conclusions can be drawn. After suction casting the Ti-30Nb samples exhibits a dendritic microstructure with dendrites orientated in the direction of heat flow. The Ti-6Al-4V sample show a microstructure of sustained grains orientated to the centre. The microhardness of Ti-30Nb sample increase passing through the chill zone and verify slightly in the dendritic zone. This gradual increase was not reported in the Ti-6Al-4V sample.

References

1. M. Geetha, A. K. Singh, R. Asokamani, A. K. Gogia, Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review // *Progress in Materials Science*. – 2009. – T. 54. № 3. C. 397–425.
2. Mitsuo Niinomi, Mechanical properties of biomedical titanium alloys // *Materials Science and Engineering: A*. – 1998. – T. 243. 1-2. C. 231–236.
3. S. G. Fedotov, P. K. Belousov, Elastic constants of alloys of the system titanium– niobium // *Fiz. Met. Metalloved.* – 17. – T. 1964. № 5. C. 732–736.
4. Alexander Thoemmes, Ivan V. Ivanov, Daria V. Lazurenko, Ivan A. Bataev, Metastable ω -phase in suction cast and annealed biomedical Ti-Nb alloys // *Metal Science and Heat Treatment*. – T. 2018. (accepted).

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТЖИГА НА СТРУКТУРУ ПОРОШКОВОГО НИКЕЛИДА ТИТАНА

Е.В. АБДУЛЬМЕНОВА¹, О.Ю. ВАУЛИНА¹, С.Н. КУЛЬКОВ^{1,2}

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: eva5@tpu.ru

На сегодняшний день сплав TiNi широко используется вследствие его коррозионной устойчивости, относительно небольшого удельного веса, высоких прочностных и пластических свойств [1]. Однако, получение изделий с заданными свойствами возможно лишь при строгом контроле параметров структуры и химического состава, поэтому информация о фазовом составе, кристаллической структуре и их изменения важны для правильного применения этих материалов.

Исследован промышленный порошок никелида титана марки ПН55Т45 производства АО «Полема». Отжиг порошков проводили в вакуумной печи СШВ-1.25/2500 при температурах 750 °С и 900 °С, охлаждение с печью, выдержкой 1 ч и остаточном давлении не выше 10⁻⁴ мм рт.ст. Морфология частиц и гранулометрический состав исследовался с помощью микроскопа TESCAN VEGA 3SBH и лазерного дифракционного анализатора размеров наночастиц SALD-7101 фирмы Shimadzu (Япония). Фазовый состав изучен с помощью дифрактометра с излучением CuK_α в режиме сканирования по точкам в интервале углов 10° - 130° с шагом 0.05°. Удельную поверхность порошка измеряли на приборе серии «Sorbi». Измеренная удельная поверхность позволила оценить размер частиц в предположении их сферичности.

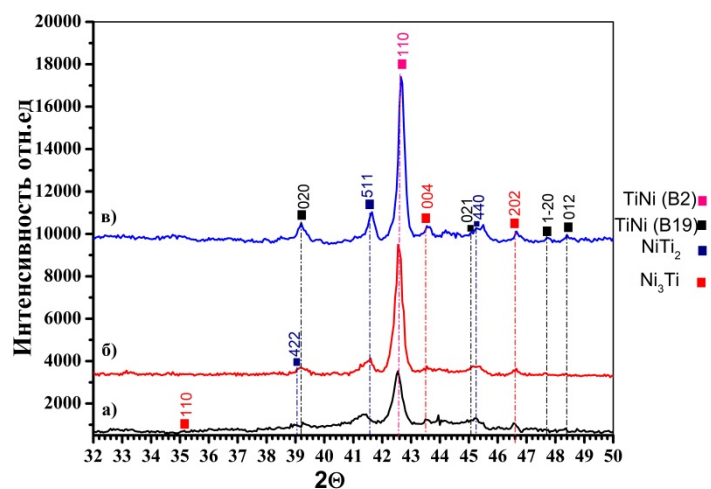


Рисунок 1 – Фрагмент рентгенограммы порошкового ПН55Т45 в исходном состоянии (а); после отжига: 750 °С (б) и 900 °С (в)

Исходная структура порошкового никелида титана состоит из TiNi (B2) и NiTi₂ (кубическая сингония); TiNi (моноклинная сингония B19') и Ni₃Ti (гексагональная сингония). Дифрактограммы порошка в исходном состоянии характеризуются широкими дифракционными профилями. Проведённый отжиг порошка в вакууме при температурах 750 °С и 900 °С в течение часа не изменил фазовый состав порошка, рисунок 1, при этом ширины линий фаз уменьшаются в среднем примерно в 2 раза (таблица 1), а их интенсивность растёт. В частности, интенсивность пика (110) TiNi B2 после отжига при температуре 750 °С, приводит к увеличению интенсивности пика на 18%, по отношению к остальным интенсивностям отражения фаз TiNi (B19' 020), Ti₂Ni (511, 440), Ni₃Ti (422; 004). В то время как отжиг при температуре 900 °С повышает интенсивность этого пика всего на

9%. Это свидетельствует об уменьшении концентрационной неоднородности порошка [2]. Параметр решетки фазы В2 уменьшается на 0,005 Å, что свидетельствует о приближении состава к эквиатомному, что видно из рисунка 2 [3].

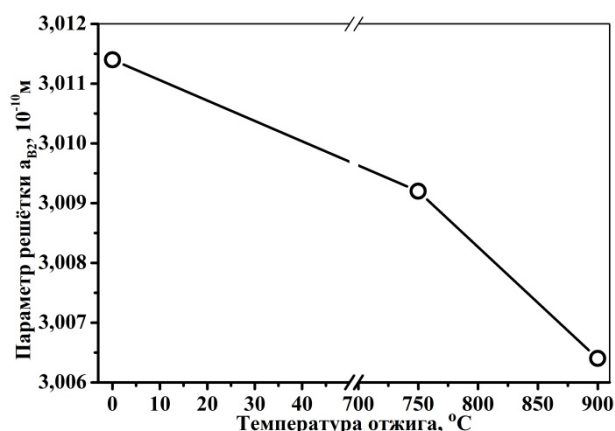


Рисунок 2 – Зависимость параметра решётки a_{B2} порошкового ПН55Т45 от температуры отжига

В таблице 1 представлены ширины линий, средний диаметр частиц порошка $\langle d \rangle$ и размер ОКР при разной температуре отжига. Из представленных данных видно, что $\langle d \rangle_{ЛД}$ в процессе отжига увеличивается с 8,0 мкм до 9,5 мкм. В то время как $\langle d \rangle_{БЭТ}$ изменяется незначительно (3,9–4,9 мкм) в отличие от $\langle d \rangle_{СЭМ}$, где значение среднего диаметра увеличивается от 11,1 мкм до 16 мкм, что обусловлено агрегированностью частиц в процессе отжига.

Таблица 1 – Ширины линий, средний диаметр ($\langle d \rangle$) и ОКР частиц порошкового ПН55Т45

	$\langle d \rangle_{СЭМ}$, мкм	$\langle d \rangle_{ЛД}$, мкм	$\langle d \rangle_{БЭТ}$, мкм	ОКР, нм	Ширины линий (FWHM), °				
					Рентген оаморф	NiTi ₂	Ni ₃ Ti	TiNi (B2)	TiNi (B19')
Исходное состояние	11,1	8,0	3,9	43,45	1,10	0,73	0,08	0,30	0,37
Отжиг 750 °C	11,3	8,8	4,2	36,17	1,11	0,49	0,47	0,22	0,78
Отжиг 900 °C	16	9,5	4,9	35,96	0,94	0,26	0,27	0,18	0,39

Таким образом, показано, что отжиги приводят к уменьшению параметра решетки фазы В2, устраняют концентрационную неоднородность порошков. Показано, что средний размер частиц порошка для порошкового TiNi лежит в диапазоне от 16 мкм до 8 мкм. Размер ОКР значительно меньше, чем средний размер, измеренный с помощью методов лазерной дифракции (ЛД) и Брунауэра, Эммета и Теллера (БЭТ), т.е. частицы TiNi состоят из нескольких кристаллитов количество которых возрастает в среднем от 5×10^4 до 10^5 при увеличении температуры отжига.

Список литературы

1. Yoneyama T., Miyazaki S. Shape memory alloys for biomedical applications. – Cambridge, UK : Woodhead Publishing, 2008.– 337 p
2. С.П. Беляев, Н.Н. Реснина, А.В. Воронков, И.Ю. Остапов. Влияние отжига на структуру, мартенситные переходы и механические свойства пористого сплава TiNi, полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза // Вестник ТГУ, т.15, вып.3, 2010, с. 1148 – 1151
3. Гришков В.Н., Лотков А.И. Мартенситные превращения в области гомогенности интерметаллида TiNi // ФММ. – 1985. – Т. 60. – Вып. 2. – С. 351–355.

**ОРГАНИЗАЦИЯ ОСТЕОПОДОБНОЙ СТРУКТУРЫ В ПОРИСТОМ
КЕРАМИЧЕСКОМ КОМПОЗИТЕ ZrO_2 - MgO**

А.С. БУЯКОВ^{1,2,3}, Е.О. ВАСИЛЬЕВА², Д.А. ТКАЧЕВ¹

¹Томский политехнический университет

²Томский государственный университет

³Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: alesbuyakov@gmail.com

Благодаря высокой твердости, стойкости к термическому, химическому и радиационному воздействию оксидные керамики находят широкое применение в медицине, ядерной и нефтегазовой промышленности. Сродство оксидных керамик с неорганическим костным матриксом по типу химической связи делает их весьма перспективным остеозамещающим материалом.

Керамики на основе ZrO_2 внесены в реестр ИСО в качестве биосовместимого материала для протезирования костной ткани. Однако успех остеозамещения определяется не только биохимической, но и биомеханической совместимостью материала. Интеграция костной ткани в объем остеоимплантата позволяет создать надежную механическую связь в системе имплантат-кость, а соответствие механических параметров протеза и кости предотвращает развитие деструкции костной ткани и эндопротеза в контактной области при динамических нагрузках [1].

В современном медицинском материаловедении до сих пор нет единого мнения о поровой морфологии остеозамещающих материалов, однако большинство исследователей сходятся во мнении, что наиболее благоприятной для остеointegrации является структура, состоящая из двух типов пор: макропоры, от 50 до 250 мкм, играющие роль ниш для клеточных кластеров остеобластов, и микропоры, от 1 до 30 мкм, необходимые для кровообращения [2].

Целью настоящей работы является исследование параметров формирования остеоподобной структуры в керамическом композите ZrO_2 - MgO и оценка механических параметров материала.

Предметом исследований является пористый керамический композиционный материал ZrO_2 - MgO в широком диапазоне концентраций компонентов. Выбор данной системы обусловлен высокой биологической совместимостью ZrO_2 и участием MgO в процессах синтеза и стабилизации молекул белка, что может играть благоприятную роль в процессе заживления при остеоимплантации. Данная система ранее была изучена рядом авторов, однако существующие исследования ограничены низкой концентрацией MgO – до 20 мол. % [3].

Керамики получены холодным одноосным прессованием порошковых смесей ZrO_2 и MgO с последующим многоступенчатым спеканием в воздушной печи при конечной температуре 1600 °С. Пористость получена введением органических частиц порообразователя со средним размером порядка 100 мкм в исходные порошковые смеси.

Исследования полированных шлифов керамик с помощью растровой электронной микроскопии показали бимодальную поровую структуру: микропоры, со средним размером 30 мкм, обусловленные наличием пустот при компактировании порошковых смесей, и макропорами, со средним размером 100 мкм, унаследовавшими морфологию частиц порообразователя, таблица 1. На рисунке 1 представлены снимки поверхности разрушения керамики, содержащей 50 мас. % MgO , где показаны макро- и микропоры.

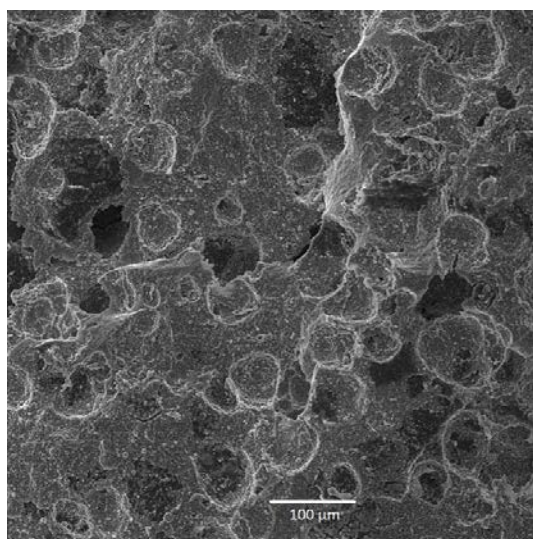
Исследование предела прочности при сжатии показало рост механических параметров при увеличении концентрации MgO в составе. Согласно литературным данным прочность при сжатии губчатой костной ткани человека варьируется в пределах от 2 до 20 МПа [4].

Проведенные исследования показали потенциальную возможность формирования остеоподобной структуры в биосовместимом керамическом композиционном материале на основе ZrO_2 -MgO. Введение в исходные порошковые составы органических частиц порообразователя позволило получить бимодальную поровую структуру со средним объемом порового пространства 47 %, причем пористость, как и средний размер пор от состава керамики не зависит.

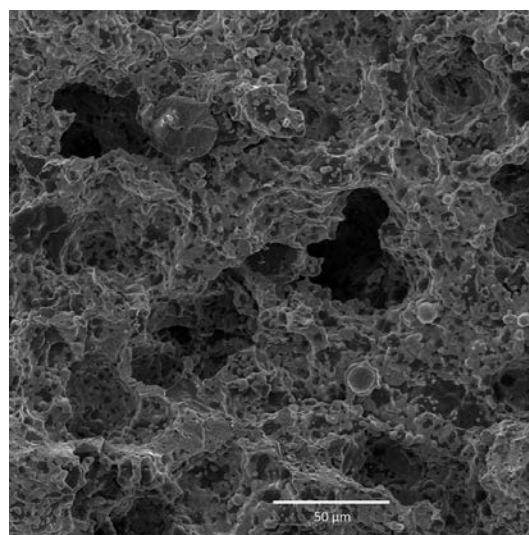
Показано, что поровая структура значительно снижает прочностные характеристики композита по сравнению с плотно-спеченным материалом [5], однако удовлетворяет условиям биомеханической совместимости с костной тканью.

Таблица 1 – Зависимость предела прочности от состава и структуры

Содержание MgO, мас. %	Пористость, %	Микропоры, мкм	Макропоры, мкм	Прочность, МПа
0	45	29; $\sigma=19$	110; $\sigma=31$	18
25	43	30; $\sigma=23$	104; $\sigma=21$	22
50	45	27; $\sigma=17$	94; $\sigma=27$	29
75	49	26; $\sigma=17$	101; $\sigma=30$	31
100	47	28; $\sigma=20$	105; $\sigma=27$	32



а



б

Рисунок 1 – Поверхность разрушения пористой керамики: а. Макропоры; б. Микропоры

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00304.

Список литературы

1. Afzal A. Implantable zirconia bioceramics for bone repair and replacement: A chronological review //Materials Express. – 2014. – Т. 4. – №. 1. – С. 1-12.
2. Hadjicharalambous C., Prymak O., Loza K., Buyakov A., Kulkov S., Chatzinikolaidou M. Effect of porosity of alumina and zirconia ceramics toward pre-osteoblast response //Frontiers in bioengineering and biotechnology. – 2015. – Т. 3. – С. 175.
3. Буякова С. П. Формирование структуры в нанокристаллической порошковой системе ZrO_2 (MgO) //Перспективные материалы. – 2007. – №. 6. – С. 74-78.
4. Evans F. G., Lissner H. R. Tensile and compressive strength of human parietal bone //Journal of Applied Physiology. – 1957. – Т. 10. – №. 3. – С. 493-497.
5. Swain M. V. Inelastic deformation of Mg PSZ and its significance for strength-toughness relationship of zirconia toughened ceramics //Acta metallurgica. – 1985. – Т. 33. – №. 11. – С. 2083-2091.

ВЛИЯНИЕ ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСТВА НА РОСТ БАКТЕРИАЛЬНОЙ КУЛЬТУРЫ

И.С. ВАТЛИН, Р.В. ЧЕРНОЗЕМ, М.А. СУРМЕНЕВА, Р.А. СУРМЕНЕВ

Томский политехнический университет

E-mail: Vatlin.i@mail.ru

По данным всемирной организации здравоохранения (ВОЗ), выявлено широкое распространение резистентности к противомикробным препаратам [1]. Недавно, на примере пьезоэлектрической керамики, впервые был продемонстрирован антибактериальный эффект пьезоэлектричества [2].

Пьезокерамика хрупкий материал, применение которого ограничено в регенеративной медицине, в отличие от полимеров. Полигидроксibuтират (ПГБ) является одновременно не токсичным, биodeградируемым и пьезоэлектрическим полимером [3]. На данный момент влияние пьезоэлектричества на роста бактерий является слабо изученным. Исследования оказываемого воздействия пьезоэлектрических свойств ПГБ, на рост бактерий, ранее не проводились.

Таким образом, цель данной работы — исследование влияния, генерируемого ПГБ пьезоэлектричества на рост бактерий. Для сравнения использовался не пьезоэлектрический и биodeградируемый поликапролактон (ПКЛ), нашедший широкое применение в тканевой инженерии [4]. Полимерные пленки на основе ПГБ и ПКЛ были получены методом выливания из раствора, содержащем хлороформ в качестве растворителя.

Морфология поверхности полученных образцов была исследована методом сканирующей электронной микроскопии на микроскопе Zeiss NEON 40 EsB-3511, рисунок 1. Морфология поверхности полученных ПГБ и ПКЛ пленок является идентичной.

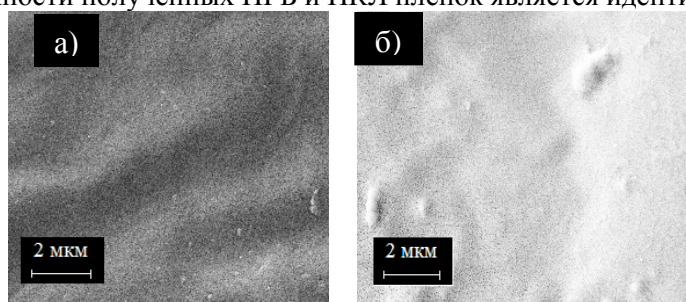


Рисунок 1 – СЭМ изображения поверхности полимерных пленок: а) ПКЛ; б) ПГБ

В таблице 1 представлены значения пьезоэлектрической константы d_{33} (Wide-Range d_{33} Tester Meter) образцов. Измерение потенциала поверхности проводилось на установке с усилением 1 ГОм [3]. Полученные значения d_{33} и потенциала поверхности пленок соответствуют представленным в литературе [3] для волокнистых скэффолдов.

Таблица 1 – Значения константы d_{33} и потенциала поверхности пленок

Полимер		ПКЛ	ПГБ
d_{33} , пКл/Н		0	$1,77 \pm 0,09$
Потенциал поверхности, В	Частота, Гц	5	$0,65 \pm 0,07$
		7	$0,68 \pm 0,05$
		9	$1,01 \pm 0,10$

Исследование токсичности образцов проводилось в пробирках, содержащих питательную среду Лурия-Бертани и бактериальный штамм *E. coli* ATCC25922. Прирост оценивался при помощи спектрофотометра OD600 DiluPhotomete. Исследование токсичности представлено на рисунке 2. Кривые имеют аналогичный характер наклона по сравнению с контролем, что говорит об отсутствии токсичности образцов.

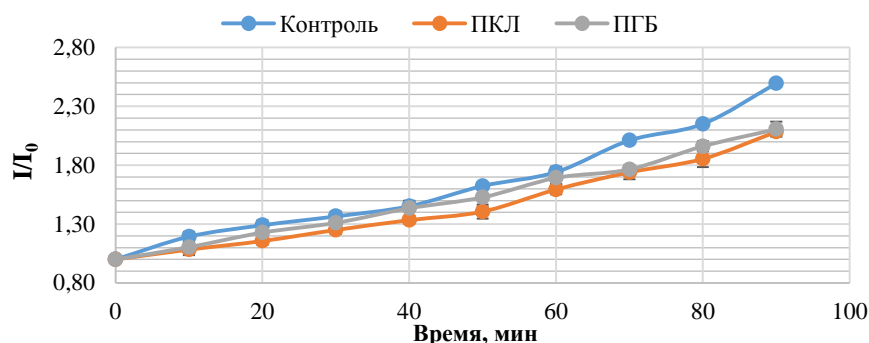


Рисунок 2 – Кривые роста *E. coli* в среде без и с полимерными пленками

Исследование влияния генерируемого пьезоэлектричества на рост *E. coli* проводилось в динамических механических условиях, рисунок 3, а именно, под воздействием ультразвука (УЗ) с интенсивностью $9,6 \text{ Вт/см}^2$ (Branson 1510), что в 4 раза меньше, чем применяемая в литературе для керамического пьезоматериала [2].

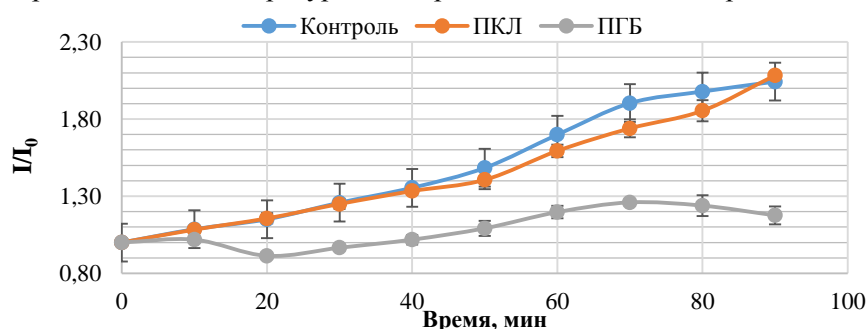


Рисунок 3 – Кривые роста *E. coli* под механическим воздействием УЗ в среде без и с ПКЛ и ПГБ пленками

Наклон кривой изменения оптической плотности в среде с ПГБ значительно отличается. Полученные результаты сопоставимы с данными, установленными для пьезокерикой, электроактивность которой на порядок выше [2]. Наблюдается бактериостатический эффект ПГБ. Влияние пьезоэлектричества на рост бактерий объясняется двумя возможными механизмами: электропорацией и активными формами кислорода (АФК) [2].

Таким образом, видно, что ПГБ является перспективным пьезоэлектрическим материалом, который способен, ингибировать рост бактерий без использования антибиотиков. В дальнейшем, планируется проведение экспериментов для исследования антибактериальной активности АФК групп от ПГБ по отношению к патогенным микроорганизмам.

Список литературы

1. Глобальная стратегия ВОЗ по сдерживанию устойчивости к противомикробным препаратам, 2001. – 168 с. [Электронный ресурс]. – URL: <http://www.who.int/drugresistance/surveillance/ru/> (Дата обращения: 25.07.2018)
2. Feng J. et al. Significant Improvement and Mechanism of Ultrasonic Inactivation to Escherichia coli with Piezoelectric Effect of Hydrothermally Synthesized t-BaTiO₃ //ACS Sustainable Chemistry & Engineering. – 2018. – Т. 6. – №. 5. – С. 6032-6041.
3. Chernozem R. V., Surmeneva M. A., Surmenev R. A. Hybrid biodegradable scaffolds of piezoelectric polyhydroxybutyrate and conductive polyaniline: Piezocharge constants and electric potential study //Materials Letters. – 2018. – Т. 220. – С. 257-260.
4. Batool F. et al. Synthesis of a Novel Electrospun Polycaprolactone Scaffold Functionalized with Ibuprofen for Periodontal Regeneration: An In Vitro and In Vivo Study //Materials. – 2018. – Т. 11. – №. 4. – С. 580.

**ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ НАПОЛНЕНИЯ ПОЛИМОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ
ГИДРОКСИАПАТИТОМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
БИОАКТИВНОГО БИОДЕГРАДИРУЕМОГО КОМПОЗИЦИОННОГО
МАТЕРИАЛА, СФОРМОВАННОГО МЕТОДОМ 3D ПЕЧАТИ**

Г.Е.ДУБИНЕНКО, А.Л.ЗИНОВЬЕВ, Е.Н.БОЛЬБАСОВ, В.Т.НОВИКОВ, С.И.ТВЕРДОХЛЕБОВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: dubinenko.gleb@gmail.com

На сегодняшний день, одним из перспективных направлений развития реконструктивной хирургии в области восстановления и замены поврежденных участков костной ткани является разработка биodeградируемых материалов, выполняющих роль временного каркаса в процессе роста новых тканей [1]. Использование технологий трехмерной печати является одним из наиболее перспективных подходов в изготовлении таких биodeградируемых имплантатов [2].

Благодаря свойствам термопластичности, высокой биосовместимости и способности к биodeградации, одним из наиболее многообещающих полимеров для трёхмерной печати биомедицинских имплантатов является полимолочная кислота (PLLA). В процессе гидролиза полимолочная кислота деградирует в условиях живого организма с выделением мономеров молочной кислоты, являющихся естественным продуктом метаболизма, и имеет срок полной деградации от 6 до 24 месяцев [3]. Однако, низкий модуль упругости и прочностные характеристики, не позволяющие обеспечивать сохранение морфологии изделия из полимолочной кислоты под механической нагрузкой, ограничивают область применения этого полимера как материала для биомедицинских имплантатов.

В данной работе был предложен метод получения высоконаполненного (до 50% по весу) композиционного материала на основе PLLA с минеральным наполнителем гидроксиапатитом (ГАП). Являясь близким по составу аналогом основного минерального вещества кости, ГАП демонстрирует высокую биоактивность и способность входить в состав костной ткани, замещающей имплантат. Использование гидроксиапатита как наполнителя полимерной матрицы позволяет не только улучшить биологические свойства полученного композита, но и повысить его механическую прочность [4].

Композиционный материал с различной степенью наполнения ГАПом (12,5, 25 и 50% по весу) получали методом смешения в шаровой мельнице, предварительно растворив PLLA в хлороформе. После сушки и удаления растворителя полученный композит измельчали и экструдировали на одношнековом экструдере для получения филамента диаметром 1,75 мм с целью последующей 3D печати. Для печати контрольных образцов изготавливали филамент из чистого PLLA. Для исследования было сформировано 2 группы материалов: образцы первой группы не подвергались дополнительной термической обработке, образцы второй группы подвергались отжигу в течение 12 часов при температуре 110°C.

На рисунке 1 представлены экспериментально полученные значения модуля Юнга для материалов обеих групп. Как видно из гистограммы модуль упругости сформированных материалов увеличивался с увеличением массовой доли ГАПа как для образцов, не подвергавшихся дополнительной термической обработке, так и для отожженных образцов. После отжига сформированных материалов было отмечено увеличение модуля упругости образцов всех четырех составов в сравнении с образцами без термической обработки.

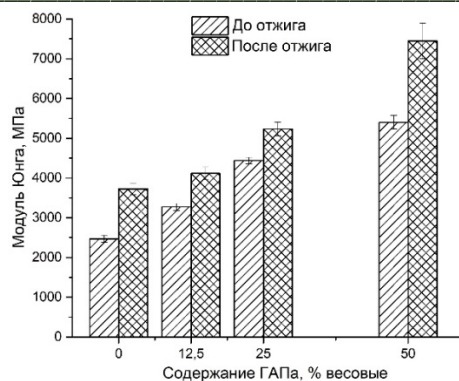


Рисунок 1 – Модуль упругости полученных материалов

В результате отжига образцов была отмечена их деформация и отклонение от плоскопараллельности. Деформация контрольных образцов из чистого PLLA составила $6,41 \pm 0,11$ %. При добавлении в полимерную матрицу 12,5 весовых % ГАПа деформация увеличилась до $8,33 \pm 0,08$ %. С дальнейшим увеличением доли ГАПа деформация уменьшалась и достигла значений $4,19 \pm 0,06$ % и $1,86 \pm 0,06$ % для 25 и 50 весовых % ГАПа, соответственно, рисунок 2.

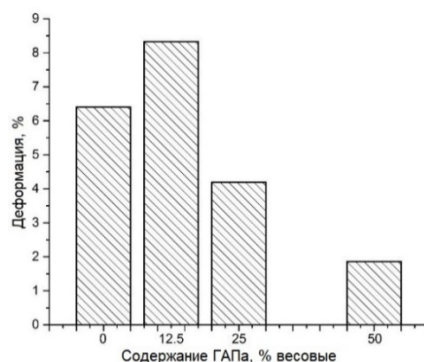


Рисунок 2 – Деформация после отжига

В ходе исследования была разработана методика получения высоконаполненного композиционного материала на основе PLLA и ГАПа. Результаты механических испытаний показали, что модуль Юнга полученного композита увеличивается пропорционально повышению степени наполнения и достигает наибольшего значения $7,7 \pm 0,451$ МПа для отожженного материала с 50% наполнением. Также было показано, что с увеличением содержания ГАПа в процессе отжига уменьшается степень деформации сформованных образцов.

Работа финансово поддержана Министерством образования и науки Российской Федерации в рамках Федеральной целевой программы (Соглашение 14.575.21.0140, уникальный идентификатор RFMEF157517X0140).

Список литературы

1. Dietmar W. Hutmacher. Scaffolds in tissue engineering bone and cartilage // *Biomaterials*. – 2000. – 21. - № . 2529-2543.
2. S.Bose, S.Vahabzadeh, A.Bandyopadhyay. Bone tissue engineering using 3D printing // *Materials Today*, vol. 16, pp. 496–504, 2013.
3. Nair LS, Laurencin CT. Polymers as biomaterials for tissue engineering and controlled drug delivery. *Adv Biochem Eng Biotechnol*. 2006;102:47–90.
4. Po-Liang Lin, Hsu-Wei Fang, Tiffany Tseng, Wun-Hsing Lee. Effects of hydroxyapatite dosage on mechanical and biological behaviors of polylactic acid composite materials // *Materials Letters*. – 2007. № 61, 3009–3013.

УПОРЯДОЧЕННЫЕ БИОРАЗЛАГАЕМЫЕ МИКРОКАМЕРЫ ДЛЯ ДОСТАВКИ ВОДОРАСТВОРИМЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ВЕЩЕСТВ: ПОЛУЧЕНИЕ И ИЗУЧЕНИЕ КИНЕТИКИ ВЫХОДА ВЕЩЕСТВА

Ю.А.ЗЫКОВА, В.Л.КУДРЯВЦЕВА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: zykova_j@mail.ru

Загрузка лекарственных веществ (ЛВ) в микро- и наносистемы позволяет улучшить терапевтическую эффективность активных молекул веществ. Высвобождение веществ из таких систем доставки может осуществляться естественным путем через поры или, например, по мере деградации биодеградируемых полимеров. Кроме того, использование внешних стимулов – воздействие света, ультразвука, изменение температуры или pH среды способно инициировать и контролировать выход вещества [1]. Однако одной из проблем получаемых систем заключается в продолжительном хранении малых гидрофильных молекул (цитостатики, антибиотики и др.) внутри них. Показано, что загруженное вещество способно преждевременно выходить из системы, в некоторых случаях в большом количестве [2]. Более того, методы получения систем, позволяющие загрузить водорастворимые ЛВ, требуют длительного времени реализации и значительных материальных затрат. К таким методам относится метод послойного нанесения электролитов и метод двойной эмульсии [1, 3].

Предлагаемая для решения данной проблемы система представляет собой пленку с упорядоченными микрокамерами, которые с течением времени полностью разлагаются в организме за счет деградации полимолочной кислоты – полимера, из которого получена система.

Целью данной работы являлось получение упорядоченных микрокамер для доставки водорастворимых ЛВ с последующим изучением кинетики выхода загруженного вещества из них.

Для получения упорядоченных микрокамер использовали 1 масс.% раствор полимолочной кислоты (Ingeo 4044D, NatureWorks LLC, USA) в хлороформе (Fisher Scientific, UK) и полидиметилсилоксановый (ПДМС) штамп, имеющий на одной из поверхностей упорядоченные микролунки [4]. Так, ПДМС-штамп погружали в раствор полимера, затем извлекали и сушили его до полного испарения растворителя при комнатной температуре. В ПДМС-штамп со слоем ПМК загружали дозатором модельные вещества – водный раствор флуоресцентного красителя Родамина Б концентрацией 1 мг/мл ($M_w=479,02$ г/моль) и 0,9 % NaCl. После удаления излишек веществ микролунки запечатывали тонкой полимерной пленкой при давлении 0,18 Н/мм² в течение 15 с. Затем ПДМС-штамп удаляли.

Кинетику выхода Родамина Б из микрокамер изучали в процессе естественного выхода вещества *in vitro* и в процессе воздействия на систему ультразвуком. Для проведения естественного выхода систему размещали в 10 мл натрий-фосфатного буфера (pH=7,4) при 37 °C на 14 суток. Для осуществления ускоренного выхода на систему, размещенную в 10 мл дистиллированной воды, воздействовали ультразвуковым диспергатором (Ультразвуковой генератор ИЛ10, Россия) при частоте 20 кГц в течение 3, 5, 7 и 10 с. Количество вышедшего вещества определяли методом спектрофотометрии (Specord 250 Plus, Analytik Jena AG, Германия).

Морфология поверхности запечатанных микрокамер представляет множество упорядоченных микроцилиндров диаметром 6 мкм, высотой 3 мкм. Расстояние между центрами соседних микроцилиндров составляет 20 мкм, толщина стенки <1 мкм, объем ~ 3×10^{-8} мл.

В результате загрузки Родамин Б полностью заполняет полости микрокамер. Более того, после испарения водной фазы физиологического раствора, происходит рост кубических кристаллов NaCl внутри микрокамер.

В результате изучения выхода Родамина Б *in vitro* обнаружено, что в первые сутки из микрокамер выходит около 65% вещества. Предположительно, это связано с образованием нанопор в процессе испарения растворителя. В дальнейшем происходит постепенный выход вещества до 13-х суток (100%), рисунок 1 а.

Воздействие ультразвука нарушает целостность микрокамер системы за счет образования акустической кавитации и термического эффекта, что, инициирует выход Родамина Б. После 3-х секунд воздействия возникает резкий выход вещества (около 28%). С последующим увеличением времени воздействия постепенно возрастает количество вышедшего вещества. Воздействие ультразвука в течение 10-и секунд приводит к выходу около половины загруженного вещества, рисунок 1 б.

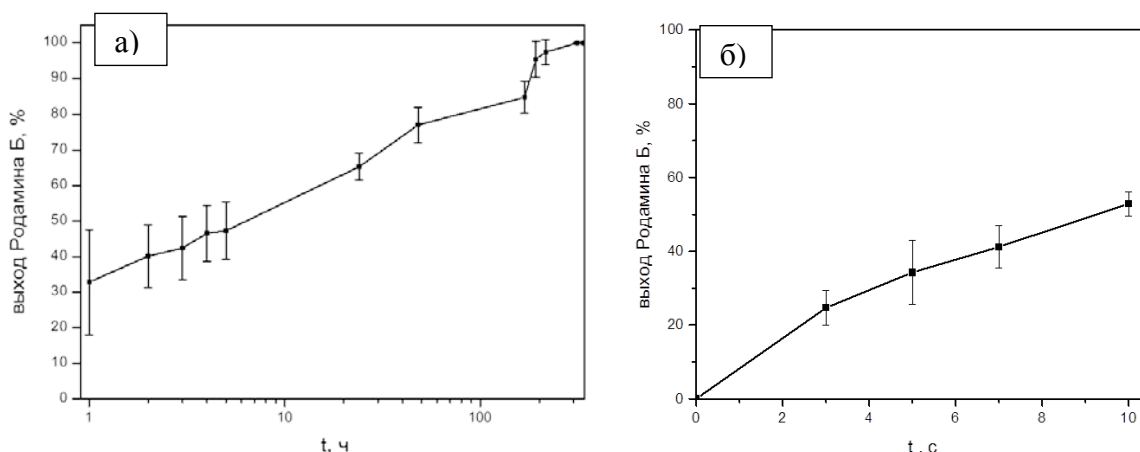


Рисунок 1 – Графики выхода модельного вещества Родамина Б а) *in vitro* при температуре 37 °С в течение 14 суток; б) в процессе воздействия на систему ультразвуком при 20кГц в течение 3, 5, 7 и 10 с.

Таким образом, полный выход модельного вещества из микрокамер происходит за 13 суток *in vitro*. Применение ультразвука способно ускорить выход вещества, а также позволяет контролировать выход вещества благодаря различному времени его воздействия на систему.

Работа финансово поддержана Министерством образования и науки Российской Федерации в рамках Федеральной целевой программы (Соглашение 14.575.21.0140, уникальный идентификатор RFMEF157517X0140).

Список литературы

1. Simona Mura, Julien Nicolas Stimuli-responsive nanocarriers for drug delivery // Nature Materials. – 2013. – Vol.12. – P. 991-1003.
2. Yusuf Haggag, Yasser Abdel-Wahab, Opeolu Ojo, Mohamed Osman, Sanaa El-Gizawy, Mohamed El-Tanani, Ahmed Faheem, Paul McCarron, Preparation and in vivo evaluation of insulin-loaded biodegradable nanoparticles prepared from diblock copolymers of PLGA and PEG // International Journal of Pharmaceutics. – 2016. – Vol.499. – P. 236-246.
3. Marie-Luce De Temmerman, Joanna Rejman, Roosmarijn E. Vandenbroucke Polyelectrolyte LbL microcapsules versus PLGA microparticles for immunization with a protein antigen // Journal of Controlled Release. – 2012. – No.158. – P.233-239.
4. Meiyu Gai, Johannes Frueh, Tianyi Tao, Arseniy V. Petrov, Vladimir V. Petrov, Evgeniy V. Shesterikov, Sergei I. Tverdokhlebov and Gleb B. Sukhorukov Poly(lactic acid) nano- and microchamber arrays for encapsulation of small hydrophilic molecules featuring drug release via high intensity focused ultrasound // Nanoscale. – 2017. – Vol. 21, №. 9. – P. 7063-7070.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-МОРФОЛОГИЧЕСКОГО СТРОЕНИЯ
МИКРОДУГОВЫХ СТРОНЦИЙ- КРЕМНИЙ- СОДЕРЖАЩИХ БИОПОКРЫТИЙ**

Я.О. ИВАЩЕНКО¹, Е.Г. КОМАРОВА², Е.А. КАЗАНЦЕВА¹

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: yanaivashchenko16@gmail.com

Модифицирование поверхности металлических имплантатов и повышение их функциональности путем нанесения биоактивных покрытий - то, к чему стремится современное медицинское материаловедение при создании новых имплантационных материалов. Для формирования покрытий на основе фосфатов кальция перспективным методом является микродуговое оксидирование (МДО), а использование в составе электролита порошка биоактивного гидроксиапатита (ГА), замещенного ионами стронция (Sr^{2+}) и силикат ионами (SiO_4^{4-}) обеспечит уникальные биологические свойства покрытиям. Известно [1, 2], что Sr и Si стимулируют созревание и рост клеток костной ткани – остеобластов и одновременно с этим подавляют активность конкурирующих клеток – остеокластов, при этом способствуют развитию фиброзных компонент соединительной ткани, вносящих вклад в ее структурную целостность и обеспечивая упругость и эластичность. Целью работы было исследование структурно-морфологического строения микродуговых стронций-кремний-содержащих кальцийфосфатных (Sr-Si-КФ) биопокрытий.

Синтез Sr-Si-КФ покрытий проводили методом МДО на образцы из чистого титана марки ВТ1-0 по схеме, описанной в работе [3] при варьировании величины импульсного напряжения от 200 до 350 В. Состав электролита был следующий: H_3PO_4 (30%-ный раствор), $CaCO_3$ (100 г/л) и Sr-Si-замещенный ГА ($Ca_{9,5}Sr_{0,5}(PO_4)_{5,5}(SiO_4)_{0,5}(OH)_2$, 60 г/л) [3].

Исследования методом растровой электронной микроскопии (РЭМ, LEO EVO 50 Zeiss) показали, что морфология поверхности всех типов покрытий представлена структурными элементами сфероидальной формы (сферы и полусферы) с открытыми порами, рисунок 1 а, в, д. Повышение приложенного напряжения приводит к увеличению интенсивности микроплазменных разрядов, действующих на подложку, в результате этого структурные элементы увеличиваются в размерах и частично разрушаются с образованием осколочных элементов. При этом на поверхности разрушенных полусфер формируются скопления многочисленных кристаллов пластинчатой формы длиной до 15 мкм (рисунок 1 в,д). Расчет размеров элементов структуры методом секущей и последующий статистический анализ показали, что для всех покрытий гистограммы имеют нормальное одномодальное распределение сфер и пор по размерам. При этом с повышением напряжения от 200 до 350 В средний размер сфер и пор увеличивается от 17 до 24,6 мкм и от 6,2 до 8,1 мкм, соответственно. Пористость покрытий определяли, как отношение «свободной» площади покрытий, занятой порами, к общей площади микрофотографии. Результаты измерений показали, что при повышении импульсного напряжения от 200 до 350 В поверхностная пористость покрытий увеличивается от 25 до 35 %.

Исследования методом РЭМ в поперечных изломах показали, что сфероидальные структурные элементы формируются только на поверхности, тогда как структура покрытий представлена многочисленными разветвленными порами сложной формы (рисунок 1. б,г,е). В покрытиях, сформированных при низких напряжениях 200-250 В, размер пор не превышает 15 мкм, а средний размер составляет 5,1 мкм. Повышение напряжения до 350 В приводит к увеличению размеров пор в интервале 0,5-30 мкм. При этом гистограммы распределения пор по размерам приобретают бимодальный характер. Это связано с тем, что в покрытиях, полученных при высоких напряжениях, наряду с микропорами формируются макропоры с размерами 15-30 мкм (средний размер - 20 мкм), которые образуются в результате воздействия каскада интенсивных микродуговых разрядов в ограниченной

области. Формирование в покрытиях макропор сопровождается увеличением объемной пористости покрытий от 25 до 40 %.

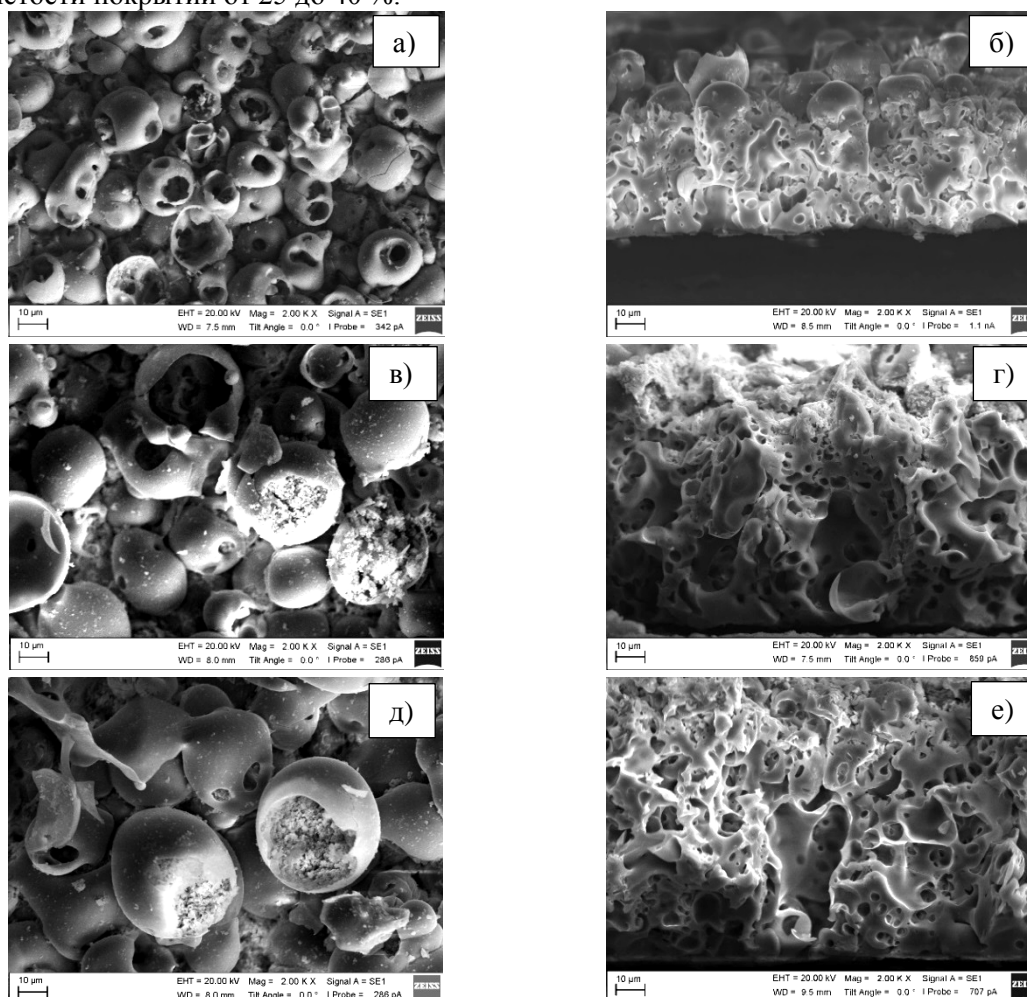


Рисунок 1 – РЭМ-изображения поверхности (а, в, д) и поперечного излома Sr-Si-KФ (б, г, е), нанесенных при импульсных напряжениях: 200 В (а, б); 300 В (в, г); 350 В (д, е)

Таким образом, показано, что микродуговые Sr-Si-KФ покрытия характеризуются сложной пористой структурой с многочисленными разветвленными порами размером 0,5-15 мкм и наличием структурных элементов (сферы, поры, осколки) на поверхности. С повышением импульсного напряжения от 200 до 350 В происходит изменение структурно-морфологического строения покрытий и увеличение структурных элементов в размерах.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 гг., направление III.23.

Список литературы

1. Рожинская О.Я., Беляева А.В., Белая Ж.Е. Ранелат стронция – препарат двойного действия на костную ткань; новые подходы к лечению остеопороза // Остеопороз и остеопатии. – 2006. – № 1. – С. 34-43.
2. Мансурова Л.А., Федчишин О.В., Трофимов В.В., Зеленина Т.Г., Смоляноко Л.Е. Физиологическая роль кремния // Сибирский медицинский журнал. – 2009. - № 7. - С. 16-18.
3. Комарова Е.Г. Закономерности формирования структуры и свойств микродуговых покрытий на основе замещенных гидроксипатитов на сплавах титана и ниобия: дис. ... канд. тех. наук / Е.Г. Комарова. – Томск, 2017. – 190 с.

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА ПРИ МИКРОДУГОВОМ ОКСИДИРОВАНИИ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ

Е.А. КАЗАНЦЕВА¹, Е.Г. КОМАРОВА²

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: kati10_95@mail.ru

В настоящее время актуальным направлением в области медицинского материаловедения является функционализация и модифицирование поверхности металлических имплантатов посредством нанесения биоактивных покрытий, обеспечивающих уникальные биологические и эксплуатационные свойства. Метод микродугового оксидирования (МДО) хорошо подходит для осаждения на поверхности металлических имплантатов биопокрытий на основе фосфатов кальция, в частности гидроксипатита (ГА) [1]. Для интенсификации процесса МДО и изменения структурно-морфологических особенностей покрытий используется активация происходящих взаимодействий в электролите посредством пропускания через него ультразвука (УЗ). В работе [2] отмечено, что УЗ воздействие во время формирования керамикоподобных покрытий позволяет управлять процессами массопереноса в электролите, контролировать состав и структуру формируемых покрытий и вызывает более интенсивный рост толщины покрытий. Целью работы было исследование влияния внешнего УЗ воздействия на формирование структуры кальцийфосфатных (КФ) покрытий в процессе МДО.

Нанесение КФ покрытий проводили методом МДО на установке MicroArc-3.0 в условиях внешнего УЗ на образцы из чистого титана марки ВТ1-0. Источником УЗ колебаний являлись пьезокерамические преобразователи, подключенные к УЗ генераторам двух типов: непрерывный (синусоидальный) УЗ (НУЗ) с мощностью 100 Вт и частотой 35 кГц и импульсный УЗ (ИУЗ) с мощностью 35 Вт и частотой 37 кГц. В состав электролита входили: H_3PO_4 (30% раствор), $CaCO_3$ (100 г/л) и ГА ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$, 60 г/л) [1]. Покрытия наносили в анодном потенциостатическом режиме при следующих параметрах: длительность импульсов - 100 мкс, частота - 50 Гц, время нанесения - до 10 мин, напряжение - 200 В [1].

Результаты исследований методом растровой электронной микроскопии (РЭМ) показали, что в процессе МДО без внешних УЗК на поверхности покрытий формируются структурные элементы сфероидальной формы (сферы) с открытыми порами с средним размером 15 мкм и 4 мкм, соответственно, рисунок 1 а. Дополнительное УЗ поле в процессе МДО приводит к изменению морфологии поверхности покрытий: при внешнем ИУЗ происходит увеличение сфер в размерах (средний размер увеличивается до 20 мкм) и частичное их разрушение с образованием многочисленных осколочных элементов, рисунок 1 б. Воздействие НУЗ в процессе МДО с мощностью большей чем у ИУЗ приводит к более интенсивному разрушению элементов структуры – областей с разрушенными сферами и их осколками значительно больше, чем в покрытиях, нанесенных при ИУЗ, рисунок 1 в. Исследования методом РЭМ поперечных изломов КФ покрытий, показали, что независимо от УЗ активации в процессе МДО формируются однородные по толщине покрытия со сложной пористой структурой, рисунок 1 г-е. В покрытиях, нанесенных без внешнего УЗ, формируются поры с размерами в интервале 0,5-14 мкм и средним размером 3,5 мкм, рисунок 1 г. Приложенное УЗ поле в процессе МДО приводит к формированию в покрытиях пор со значительно большими размерами (до 24 мкм) и средним размером пор 4 и 4,6 мкм в покрытиях, сформированных соответственно при ИУЗ и при НУЗ, рисунок 1 д, е. При этом в покрытиях, синтезированных с внешней УЗ активацией процесса МДО, наряду с микропорами формируются локальные макропоры размером 15-40 мкм.

Результаты исследований, рисунок 2 а, показали, что рост толщины покрытий в условиях внешнего УЗ происходит интенсивнее, чем в его отсутствии – за 10 мин процесса МДО с приложенным УЗ полем толщина покрытий растет до 60 ± 2 мкм, в то время как толщина покрытий, синтезированных без УЗ, не превышает 50 ± 2 мкм. Такой характер

кривых связан с тем, что при УЗ активации увеличивается интенсивность микроплазменных разрядов и, соответственно, увеличивается скорость роста покрытия. Измерение шероховатости покрытий по параметру Ra показало, что со временем микродуговой обработки при наложенном внешнем УЗ поле шероховатость поверхности линейно увеличивается от 1,5 до 4,5 мкм, тогда как шероховатость покрытий, синтезированных без УЗ воздействия, практически не меняется со временем МДО и составляет 2-3 мкм, рисунок 2 б.

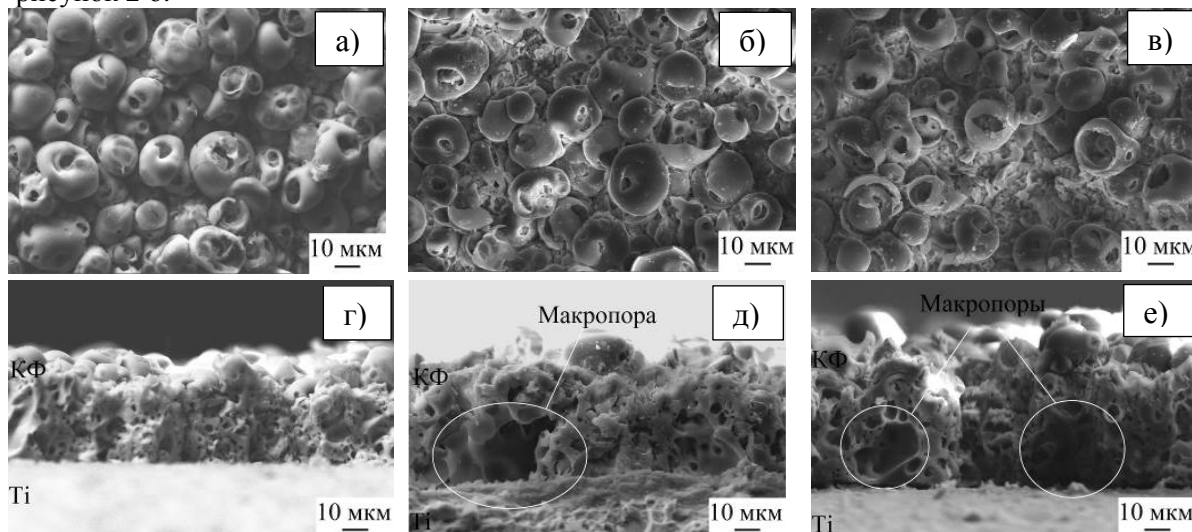


Рисунок 1 – РЭМ-изображения поверхности (а-в) и поперечных изломов (г-е) КФ покрытий, сформированных без УЗ воздействия (а, г), при ИУЗ (б, д) и при НУЗ (в, е)

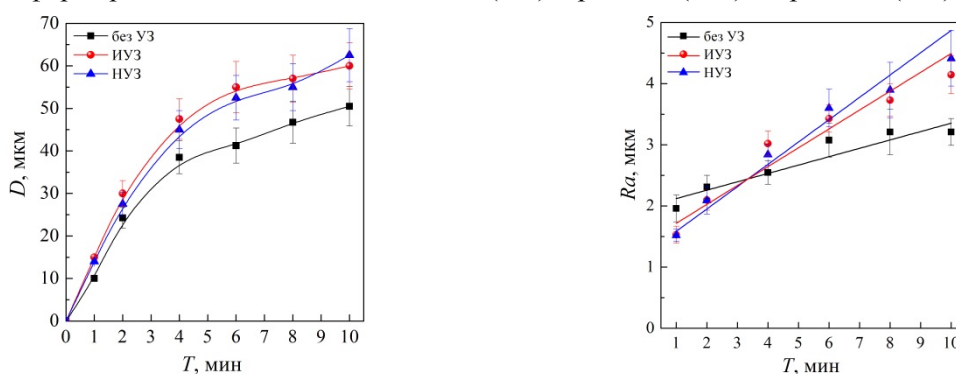


Рисунок 2 – Зависимости толщины (а) и шероховатости (б) КФ покрытий от длительности процесса МДО

Таким образом, установлено, что внешнее УЗ воздействие в процессе МДО интенсифицирует рост толщины покрытий, приводит к увеличению размеров элементов структуры и шероховатости поверхности КФ покрытий.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 гг., направление III.23.

Список литературы

1. Комарова Е.Г. Закономерности формирования структуры и свойств микродуговых покрытий на основе замещенных гидроксиапатитов на сплавах титана и ниобия: дис. ... канд. тех. наук / Е.Г. Комарова. – Томск, 2017. – 190 с.
2. Чигринова Н.М., Чигринов В.Е. Ультразвуковая интенсификация микроплазменного синтеза керамикоподобных покрытий вентильных металлов // Прогрессивные технологии и системы машиностроения. – 2017. – № 1 (56). – С. 121-127.

**ПОЛИМЕРНЫЕ ВОЛОКНИСТЫЕ СКАФФОЛДЫ МОДИФИЦИРОВАННЫЕ
ОРГАНИЧЕСКИМИ/НЕОРГАНИЧЕСКИМИ МИКРОКАПСУЛАМИ –
УНИВЕРСАЛЬНАЯ ПЛАТФОРМА С АНТИМИКРОБНЫМИ И ОСТЕОГЕННЫМИ
СВОЙСТВАМИ**

Т.Е. КАРПОВ¹, А.Р. МУСЛИМОВ², М.В. ЗЮЗИН³, Р.А. СУРМЕНЕВ⁴

¹ Санкт-Петербургский Политехнический Университет Петра Великого

² Первый Санкт-Петербургский государственный медицинский университет имени академика И.П. Павлова

³ Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики

⁴ Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: timofius39@mail.ru

«Tissue engineering», сочетая в себе новейшие методы регенеративной медицины, является перспективной альтернативой классическим способам восстановления поврежденных тканей [1, 2]. Для успешной регенерации ткани нужны три составляющих: 1) стволовые клетки для обеспечения роста ткани, 2) молекулы-маркеры и ферменты, необходимые для специфической дифференцировки ткани, 3) биосовместимые с тканями скаффолды в качестве платформ для пролиферации и дифференцировки клеток.

В настоящей работе основное внимание уделялось функционализации полимерных волокнистых скаффолдов путем их мобилизации биоактивными соединениями с учетом дальнейшего контроля над кинетикой высвобождения лекарственного средства. Этот эффект был достигнут благодаря использованию полимерных и гибридных микрокапсул [3] в качестве носителей лекарственных средств с их последующим осаждением на полимерные скаффолды (polycaprolactone (PCL), poly(3-hydroxybutyrate) (PHB) и PHB, легированный с PANi (PHB-PANi)). Методами «layer by layer» и «золь-гель синтез» получены 4 типа микрокапсул: (I) небиodeградируемые poly(sodium 4-styrenesulfonate)/poly(allylamine hydrochloride) капсулы с тремя полиэлектролитными бислоями (PAN caps), (II) биodeградируемые dextran sulfate/poly(L-arginine) капсулы с тремя полиэлектролитными бислоями (PARG caps), (III) биodeградируемые гибридные силикатные капсулы (SiO₂ caps). Все синтезированные типы капсул отдельно иммобилизованы на поверхности разных видов скаффолдов. Показатель адсорбции микрокапсул на поверхности скаффолдов измерен с помощью «jet method» и «rotation method».

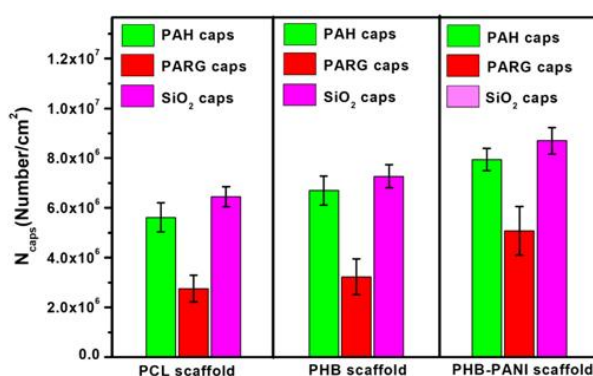


Рисунок 1 – Количество адсорбированных на поверхность скаффолдов микрокапсул

Активный релиз FITC-BSA, заинкапсулированный в PAN, PARG, SiO₂ микрокапсулы, изучен после физического (ультразвук) и биохимического (изменение pH среды, использование ферментативных реакций) воздействий. Количество вещества, подвергнувшегося релизу, измерено с помощью многофункционального анализатора

CLARIOstar® (BMG LABTECH, Germany). Скаффолды, модифицированные микрокапсулами, визуализированы до и после воздействия с помощью конфокального микроскопа (Leica TCS SP8, Germany).

Противомикробную активность *in vitro* оценена с помощью диско-диффузного метода. Проверена на бактериальном штамме *E. coli* ATCC25922. Скаффолды пропитывались в растворе ceftriaxone sodium (CS) (загружаемое количество CS в силикатные капсулы в расчете на скаффолд 10 мг/скаффолд).

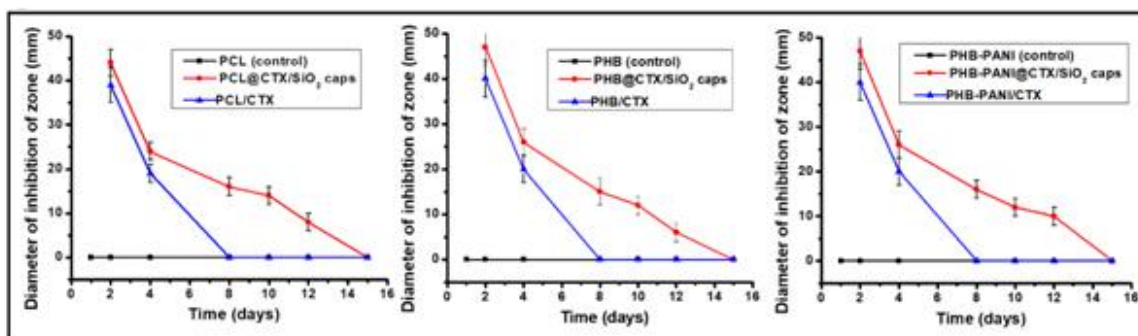


Рисунок 2 – Измеренная зона ингибирования действия бактерий в зависимости от времени инкубации

Мезенхимальные стволовые клетки человека (hMSCs) были засеяны на скаффолды PCL, PHB и PHB-PANI, предварительно модифицированные SiO₂ капсулами. Капсулы содержали dexamethasone (DEXA). Анализ остеогенной дифференцировки произведен на 14 и 21 сутки путем окрашивания образцов alizarin S Red (поглощает на длине волны 405 нм) и с помощью щелочной фосфатазы.

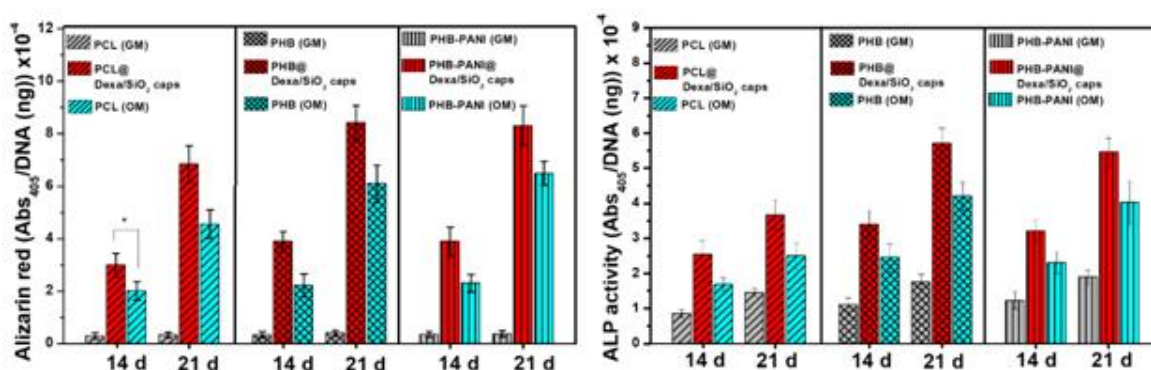


Рисунок 3 – Количество Alizarin Red S, окрасившего минерализованную матрицу, и Активность щелочной фосфатазы hMSCs, культивированных на различных скаффолдах в течение 14 и 21 дня

Список литературы

1. O'Brien F.J. Biomaterials & scaffolds for tissue engineering//Materials Today. - 2011. - Т. 14. - № 3. - с. 88-95.
2. Bhatia S.K. Tissue engineering for clinical applications//Biotechnol J. - 2010. - Т. 5. - №12. - с. 1309-1323.
3. Тимин А.С., Муслимов А.Р., Лепик К.В. и др. Triple-responsive inorganic-organic hybrid microcapsules as a biocompatible smart platform for the delivery of small molecules// J. Mater. Chem. B. - 2016. - Т. 4. - с. 7270-7282.

СОЗДАНИЕ МЕТОДОМ ДИФФУЗИОННОГО СПЕКАНИЯ БИОСОВМЕСТИМЫХ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ АКТИВИРУЮЩИХ ДОБАВОК СО И NI

М.И. КАФТАРАНОВА¹, Н.В. АРТЮХОВА¹, А.С. ГАРИН¹, С.Г. АНИКЕЕВ¹, В.Э. ГЮНТЕР¹

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: kaftaranovami@gmail.com

Пористые сплавы на основе никелида титана обладают уникальными конструкционными параметрами и функциональными свойствами. Эффекты памяти формы, сверхэластичность, демпфирующая способность, термостатический эффект за счет развитой трехмерной структуры пористого пространства имеют определенные особенности реализации, отличающиеся от аналогичных в монолитных материалах. Высокие параметры биосовместимости обусловлены гистерезисным характером формоизменения под нагрузкой в условиях знакопеременных деформаций, подобный костным тканям организма, и наличием коррозионно-стойкого биосовместимого оксикарбонитридного слоя на поверхности стенок пор. Совокупность данных характеристик создает основу для успешного применения пористого сплава TiNi в медицинской практике. Однако существует ряд задач, где требуются высокие физико-механические свойства имплантируемой конструкции. Одним из актуальных направлений исследований в данной области является разработка методики создания пористо-монолитных конструкций, где монолитная часть способна выдерживать значительные деформационные нагрузки, а пористая часть будет обеспечивать высокие параметры биомеханической и биохимической совместимости, и при этом будет достигнуто качественное создание композитной пористо-монолитной структуры.

Введение активирующих добавок Co и Ni в спекаемую систему порошка TiNi и монолитной части (в виде пластин, проволоки) на основе никелида титана позволит получить дополнительные порции расплава, что может компенсировать теплоотвод за счет включения монолитной части, а также добиться понижения температур спекания, что может положительно сказаться на физико-механических свойствах конструкции в целом посредством исключения разупрочнения монолитной части TiNi при высокотемпературной выдержке. Выбор именно данных элементов заключается в том, что Co близок по своим свойствам Ni и получаемые при их добавке интерметаллические соединения TiCo и TiNi в исследуемой системе никелида титана обладают эффектом памяти формы. В научной литературе имеются работы посвященные исследованию структурных характеристик монолитных сплавов TiNi с добавками Co и Ni, но отсутствуют данные о влиянии на макро- и микроструктурные параметры пористой части TiNi. Исходя из этого в перспективе получения пористо-монолитных конструкций на основе никелида титана, целью данной работы является определение влияния активирующих добавок на структурные характеристики пористых сплавов TiNi, полученных методом диффузионного спекания.

Методом диффузионного спекания порошка TiNi были получены пористые образцы никелида титана с добавками Co и Ni от 0 до 2,0 ат. % с шагом 0,5%. Использованы порошки никелида титана марки ПВ–Н55Т45, кобальта ПК–1У, никеля ПНК–ОТ4. Спекание образцов с начальной пористостью насыпки 65–70% проводили в электровакуумной печи марки СНВЭ – 1.31/15–И4 при температуре 1260°C и времени выдержки 15 мин в кварцевых трубках диаметром 12–13 мм и длиной 65–70 мм.

Металлографические образцы получены на шлифовальных станках с использованием наждачной бумаги в интервале зернистости (P493– P5000). Для выявления структурных особенностей исследуемых образцов поверхность металлографических шлифов обрабатывали в водном растворе азотной и плавиковой кислот. Микроструктуру пористого сплава исследовали методами оптической и растровой электронной микроскопии с использованием системы Quanta 200 3D. Концентрационный состав фаз определяли с помощью энергодисперсионного спектрометра (ЭДС) EDAX ECON IV.

Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре Shimadzu XRD 6000, съемка велась в режиме отражения по методу Брега – Брентано.

Введение активирующих добавок Co и Ni в порошок никелида титана позволило увеличить объемы получения расплава в процессе спекания, что проявляется в значительном снижении показателя пористости при 2 ат. % легирующего элемента. Пористость спеченых образцов, полученных при температуре 1260 °С, без добавок составила 62%, с добавкой Co – 54%, с добавкой Ni – 25%, рисунок 1. Добавки Ni оказывают существенное влияние на формирование пористой структуры материала и приводят к залечиванию мелких пор в губчатой структуре частиц порошка TiNi и исчезновению крупных пор в областях межчастичных контактов отдельных порошинок. Таким образом, добавки Co и Ni свыше 1,0 ат % приводят к избыточному появлению жидкой фазы в процессе спекания.

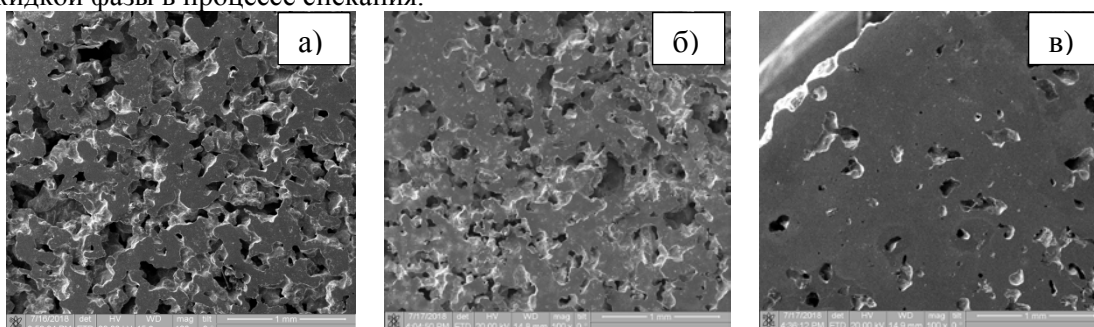


Рисунок 1 – Макроструктура пористых образцов на основе TiNi: а) без добавок; б) с добавкой Co 2,0 ат.%; в) с добавкой Ni 2,0 ат.%

Анализ микроструктуры показал, что разные активирующие добавки приводят к различному влиянию на структурное состояние металлической матрицы TiNi, рисунок 2. Добавки Co приводят к формированию областей с крупными частицами вторичных фаз, обогащенных титаном со следами Co. Вокруг данных структур формируются кристаллы мартенситной фазы B19' и отмечается повышенное содержание Ni (до 60 ат.%). Добавки Ni приводят к общему обогащению никелем металлической матрицы TiNi и формированию в ее объеме кристаллов B19' в различных кристаллографических вариантах.

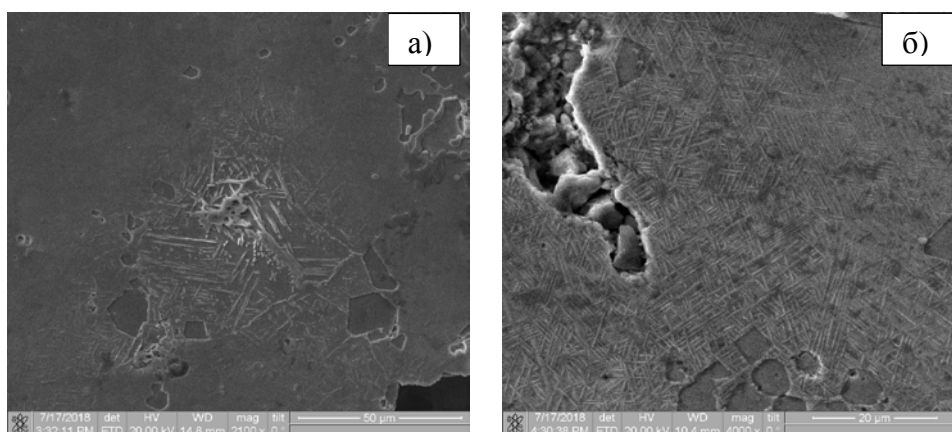


Рисунок 2 – Микроструктура пористых образцов на основе TiNi: а) с добавкой Co 2,0 ат.%; б) с добавкой Ni 2,0 ат.%

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00745.

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА МОРФОЛОГИЮ ПОРОШКОВОГО НИКЕЛИДА ТИТАНА

М.А. КОНОВАЛОВА^{1,2}, О. Ю. ВАУЛИНА¹, О.С. СКАЧКОВА²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Областное государственное бюджетное профессиональное образовательное учреждение
"Томский экономико-промышленный колледж"

E-mail: maria-kolesova1@mail.ru

Никелид титана TiNi представляет собой сплав никеля и титана (55% никеля, 45% титана), обладает ценными механическими и физико-химическими свойствами, используются в качестве функциональных и конструкционных материалов [1, 2]. Известно, что механическая активация приводит к увеличению запаса свободной энергии, что влияет на ускорение реакций между частицами и повышение свойств порошка. В работе исследован порошок TiNi до и после механической активации в течении 10, 30, 60 и 300 секунд.

Механическая активация порошков проводили в планетарной шаровой мельнице центробежного типа АГО-2. РЭМ-изображения получили с помощью растрового электронного микроскопа «VEGA 3 TESCAN». Описание частиц порошка никелида титана основано на ГОСТ 25849-83 [3], в котором описаны типовые формы частиц. РЭМ-изображения порока никелида титана представлены на рисунке 1.

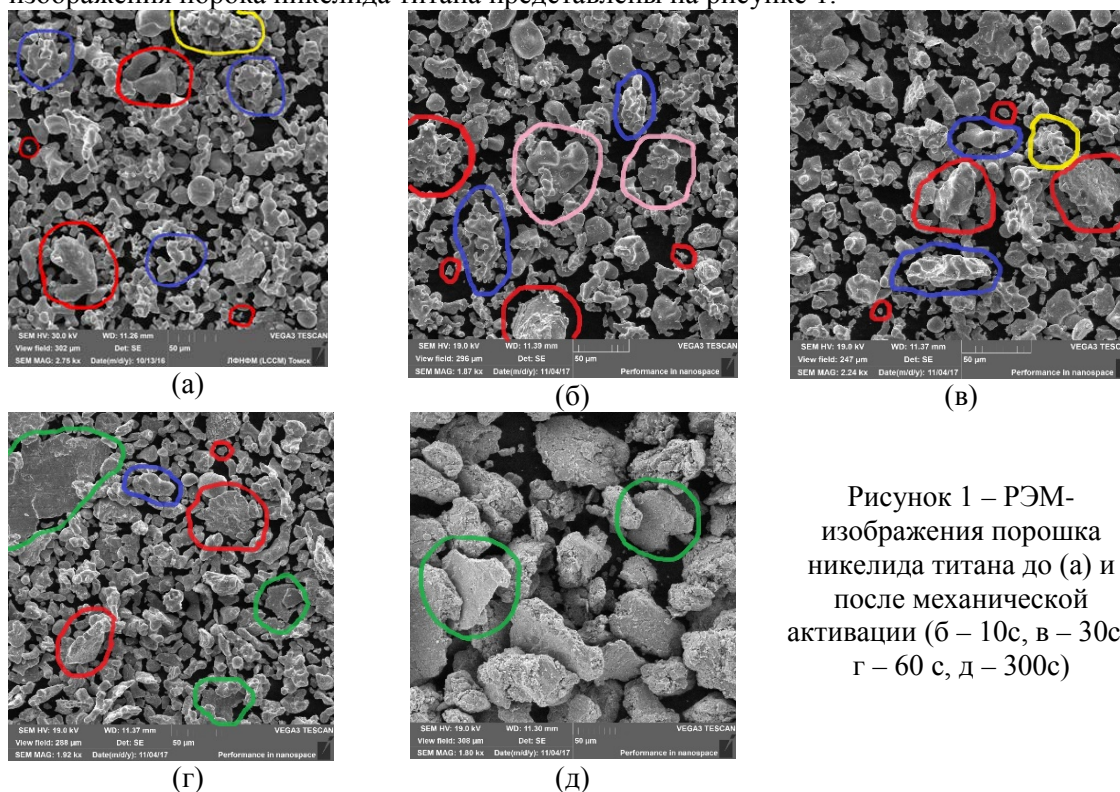


Рисунок 1 – РЭМ-изображения порошка никелида титана до (а) и после механической активации (б – 10с, в – 30с., г – 60 с, д – 300с)

Исходный порошок TiNi неоднороден по размеру и по форме частиц, рисунок 1 а. Встречаются крупные и мелкие частицы (красный контур). Встречаются частицы дендритной формы (синий контур), а также губчатые частицы (желтый контур). Порошок после механоактивации в течении 10 и 30 с, рисунок 1 б-в, схож с исходным. Однако после 10 с активации появляются порошинки с открытыми порами (розовый контур), а при активации порошка в течении 30 с - частицы губчатой формы (жёлтый контур).

После механической активации в течении 60 с наряду с описанными выше частицами появились крупные частицы-агломераты, имеющие угловатую структуру (зелёный контур), рисунок 1 г. После механоактивации порошка в течении 300 с уже все

исходные частицы объединились в крупные агломераты, рисунок 1 д, имеющие резкие угловатые формы.

Насыпную плотность порошка измеряли по методике в соответствии с ГОСТ 19440-94. Результаты измерения насыпной плотности и размер частиц порошка никелида титана до и после механической активации представлены в таблице 1. При небольшом времени активации (до 30 с) дисперсность порошка увеличивается за счет разрушения исходных частицы. Соответственно, насыпная плотность также увеличивается. Более длительная обработка порошка, приводит к уменьшению насыпной плотности. Это связано с тем, что мелкие частицы имеют избыточную поверхностную энергию, которая является движущей силой непроизвольной агрегации частиц.

Таблица 1 – Влияние механической активации на насыпную плотность и размер частиц порошка NiTi

Время механоактивации τ , с	Насыпная плотность ρ , г/см ³	Средний размер частиц, мкм
0	2.07±0.01	17±2
10	2.22±0.02	13±3
30	2.56±0.02	10±3
60	2.46±0.01	22±1
300	2.37±0.01	33±1

Исходная структура порошкового никелида титана состоит из TiNi (B2) и NiTi₂ (кубическая сингония), Ni₃Ti (гексагональная сингония), рисунок 2 а. В процессе механической активации пики рентнограммы испытывают уширение вследствие накопления дефектов внутри порошинок, при этом размеры ОКР (область когерентного рассеивания), рисунок 2 б в процессе механической активации уменьшаются.

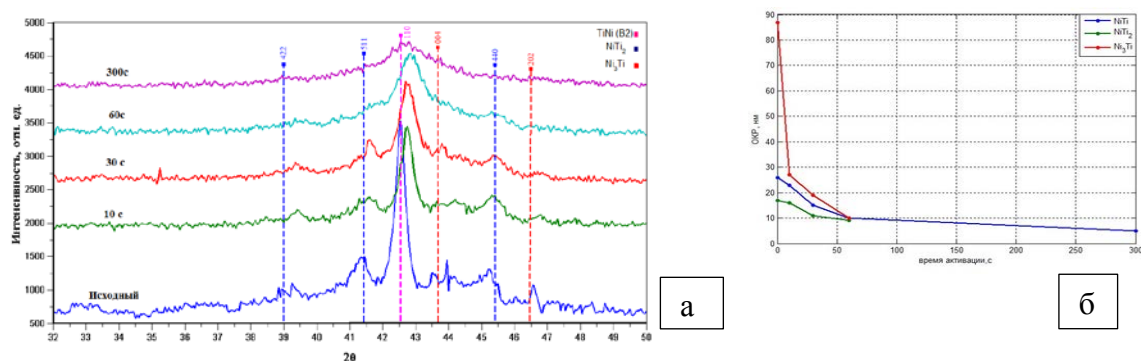


Рисунок 2 - Фрагменты рентнограмм до и после механоактивации порошка TiNi (а); зависимость ОКР от времени механической активации (б)

С увеличением времени механической активации формируется состояние с очень малым размером кристаллитов исходя из значений ОКР, что может соответствовать рентгеноаморфному состоянию. Размер ОКР значительно меньше, чем средний размер порошка, т.е. частицы TiNi состоят из нескольких кристаллитов. С увеличением времени активации кристаллическая фаза уменьшается, а рентгеноаморфная – увеличивается.

Исходя из сказанного, можно сделать выводы, что лучшими физическими свойствами обладает порошок после механической активации в течение 30 минут.

Список литературы

1. Otsuka K., Wayman C.M. Shape Memory Materials. – Cambridge: Cambridge University Press, 2008. – 284 p
2. Абдульменова Е.В. и др. Влияние фазовых превращений в TiNi на насыщение водородом // Современные технологии и материалы новых поколений: сб. трудов Межд. конференции с элем.научной школы - Томск: Изд-во ТПУ, 2017. - С. 142-143.
3. ГОСТ 25849-83 (СТ СЭВ 3623-82) «Порошки металлические. Метод определения формы частиц».

ВОЗМОЖНОСТЬ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ RGD ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ СОСУДОВ

КРИВКИНА Е.О., СЕВОСТЬЯНОВА В.В., ВЕЛИКАНОВА Е.А., ГЛУШКОВА Т.В.

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
«Научно-исследовательский институт комплексных проблем сердечно-сосудистых
заболеваний», Кемерово, Россия
E-mail: leonora92@mail.ru

Тканеинженерные сосудистые графты малого диаметра – перспективная альтернатива дефицитным аутологичным кровеносным сосудам для проведения хирургического лечения сердечно-сосудистых заболеваний. Такие сосудистые графты должны обладать высокой проходимостью, атромбогенностью и биосовместимостью [1, 2]. Одним из способов модификации полимерных графтов для увеличения их биосовместимости является иммобилизация на их поверхности RGD-пептидов (аргинин–глицин–аспарагиновая кислота), которые представляют собой сайты клеточной адгезии [3].

В связи с этим целью данной работы явилась оценка влияния RGD модификации сосудистых графтов на их проходимость и эндотелизацию внутренней поверхности после имплантации графтов в брюшную часть аорты крыс.

Материалы и методы

Графты диаметром 2 мм изготавливали на аппарате электроспиннинга Nanon-01A (МЕСС, Япония) из раствора 14% поликапролактона (poly(ϵ -caprolactone), PCL) в хлороформе. Поверхность графтов модифицировали RGD-пептидами посредством карбодиимидного связывания (PCL-RGD). Морфологию поверхности образцов изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi S-3400N (Япония). Прочность и упруго-деформативные свойства полимерных графтов PCL (n=6) и PCL-RGD (n=6) оценивали в условиях одноосного растяжения образцов на универсальной испытательной машине Zwick/Roell, (Германия). PCL (n=16) и PCL-RGD графты (n=16) имплантировали в брюшную аорту крыс на 1, 3, 6, 9 месяцев, с последующим проведением гистологического и иммунофлуоресцентного исследования.

Результаты исследования

Проведение сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) показало, что PCL и PCL-RGD графты обладали однородной высокопористой структурой, образованной хаотично расположенными волокнами (рис. 1). Средний диаметр волокон в PCL-RGD графтах был выше ($2,46 \pm 1,13$ мкм), чем в PCL графтах ($2,03 \pm 0,69$ мкм, $p < 0,05$). При этом достоверного изменения площади пор не отмечали (PCL – $23,59 \pm 26,8$ мкм², PCL-RGD – $34,25 \pm 47,75$ мкм², $p > 0,05$).

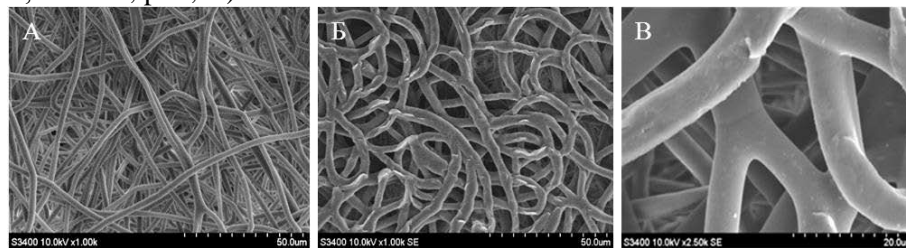


Рисунок 1 – СЭМ внутренней поверхности полимерных графтов: А. PCL (ув. x1000);
Б. PCL-RGD (ув. x1000); В. PCL-RGD (ув. x2500)

Изучение физико-механических свойств продемонстрировало, что PCL графты по прочности превосходили а. таттага (внутренняя грудная артерия), при этом уступая

v. saphena (подкожная вена нижних конечностей). Они были более растяжимы по сравнению с нативными сосудами, однако обладали большей жесткостью. Прочность же модифицированных PCL-RGD графтов была ниже и схожа с данным показателем для

a. mammaria.

Таблица 1 – Механические свойства PCL, PCL-RGD графтов и нативных сосудов

Вид материала	Прочность, МПа	Относительное удлинение, %	Модуль Юнга, МПа
a. mammaria	2,48 (1,09-3,25)	29,86 (25,50-41,60)	2,34 (1,53-2,95)
v. saphena	10,03 (7,83-12,13)*	76,9 (62,80-83,90)*	1,26 (0,84-1,75)
PCL	3,72 (3,35-4,51) */**	779,92 (743,35-802,31)*/**	4,025 (3,52-5,71) */**
PCL-RGD	2,16 (1,76-2,56) **/#	318,04 (189,88-347,10) *	2,16 (1,76-2,56) **/#

Примечание: * – $p < 0,05$ различия с показателями a. mammaria, ** – $p < 0,05$ различия с v. saphena, # – $p < 0,05$ различия с показателями PCL графтов.

Для оценки влияния RGD-пептидов на проходимость графтов, эндотелизацию и процесс формирования сосудистой стенки была проведена имплантация графтов в брюшную аорту крыс, на 1, 3, 6, 9 месяцев.

Таблица 2 – Относительное количество проходимых графтов в группах на различных сроках имплантации

Вид графта	Количество проходимых графтов, %			
	1 месяц	3 месяца	6 месяцев	9 месяцев
PCL	50	25	50	50
PCL-RGD	100	75	100	100

На внутренней поверхности PCL графтов через 1 месяц имплантации отмечали клетки с высокой экспрессией CD34 и слабой – CD31, просвет же PCL-RGD графтов был выстлан клетками с умеренной экспрессией CD31 и CD34. Стенка всех графтов была инфильтрирована макрофагами и фибробластами. Воспаление по типу гранулематозного с большим количеством гигантских многоядерных клеток было выявлено в стенке половины PCL графтов через месяц имплантации, в 50% PCL и 25% PCL-RGD – через 3 месяца и в 75% PCL графтов – через 6 месяцев. В матриксах, имплантированных на 9 месяцев, гранулематозное воспаление не наблюдали. PCL и PCL-RGD графты содержали внеклеточный матрикс, распределенный по всей стенке. В стенке около внутренней поверхности присутствовал коллаген IV типа, а коллаген I типа располагался в соединительнотканной капсуле вокруг имплантатов.

Выводы

Модификация PCL графтов RGD-пептидами не изменяет пористость материала, приводит к уменьшению его гиперэластичности и увеличению жесткости. Кроме того, RGD-пептиды способствуют активному привлечению клеток и заселению стенки протезов, а также раннему формированию зрелого эндотелия, что отражается в повышении проходимости сосудистых имплантатов и формировании полноценной ткани de novo на основе биодеградируемых трубчатых каркасов.

Список литературы

1. Borschel G. H. et al. Tissue engineering of recellularized small-diameter vascular grafts // Tissue Engineering. – 2005. – Т. 11. – №. 5-6. – С. 778-786.
2. Pektok E. et al. Degradation and healing characteristics of small-diameter poly (ϵ -caprolactone) vascular grafts in the rat systemic arterial circulation clinical perspective // Circulation. – 2008. – Т. 118. – №. 24. – С. 2563-2570.
3. Матвеева В.Г., Антонова Л.В., Барбараш О.Л., Барбараш Л.С. Пептидные последовательности, имитирующие внеклеточный матрикс – перспективный способ биофункционализации сердечно-сосудистых имплантатов // Молекулярная медицина. – 2016. – Т. 14. – № 6. – С. 19-26.

**ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТОВ
ZrO₂/НАНОВОЛОКНА Al₂O₃, ПОЛУЧЕННЫХ СВОБОДНЫМ СПЕКАНИЕМ**

А.А. ЛЕОНОВ, О.С. ТОЛКАЧЁВ, Т.Р. АЛИШИН

Гомский политехнический университет

E-mail: laa91@tpu.ru

Тетрагональный диоксид циркония, частично стабилизированный оксидом иттрия (3YSZ) является привлекательным материалом для биомедицинских применений из-за его свойств, таких как низкая цитотоксичность, пониженная бактериальная адгезия с низким коррозионным потенциалом, достаточный уровень биосовместимости, высокая прочность и трещиностойкость при комнатной температуре и др. К недостаткам 3YSZ относится пониженная устойчивость к низкотемпературной деградации, которая обусловлена спонтанной медленной трансформацией тетрагональной фазы в менее стабильную моноклинную фазу, что приводит к значительному снижению прочности, что при биомедицинском использовании просто недопустимо. Один из подходов улучшения механических свойств и гидротермальной стабильности 3YSZ, это создание композитов на его основе, упрочненных различными наполнителями. Наибольшее распространение в качестве добавки в матрицу 3YSZ получил оксид алюминия, за счет высокой износостойкости и твердости, гидротермальной стабильности, биосовместимости, а также из-за низкого рассогласование коэффициентов теплового расширения с диоксидом циркония. В связи с этим, целью данной работы является получение керамоматричных композитов на основе 3YSZ с добавками нановолокон (НВ) Al₂O₃, а также исследование влияния нановолокон на механические свойства получаемых композитов.

Для создания композитов 3YSZ/НВ Al₂O₃ использовали коммерческий нанопорошок ZrO₂ (TZ-3YS, Tosoh, Япония) и нановолокна оксида алюминия «Fibrall», представлены группой компаний OCSiAl (Новосибирск, Россия). Исследуемый нанопорошок ZrO₂ состоит из первичных сферических частиц, в то же время содержит плотные агломераты нерегулярной формы. В работе [1] были определены средние диаметры частиц порошка ZrO₂, которые составляют по методу СЭМ – 310 нм (с учетом агломератов частиц), по лазерной дифракции – 195 нм и по методу БЭТ – 175 нм. Что касается нановолокнистого Al₂O₃, то он в преобладающем большинстве имеет отдельные гладкие нановолокна диаметром 10-15 нм и длиной более 1 мкм, кроме того содержит крупные агрегаты. Смешивание исходных компонентов производили в среде этилового спирта с использованием ультразвуковой ванны и магнитной мешалки [2]. В процессе смешивания к композитным порошкам добавлялся поливинилбутираль. Относительное содержание нановолокон Al₂O₃ в приготовленном порошке составляло 5 мас.%. Данное количество НВ было выбрано с учетом предыдущих исследований [3]. Одноосным односторонним прессованием при давлении 100 МПа были получены исследуемые образцы в форме таблеток диаметром 14 мм. Свободное спекание спрессованных образцов производили в высокотемпературной печи Nabertherm LHT 02/18 в воздушной атмосфере при температурах 1450 °С и 1500 °С с изотермической выдержкой 3 ч и 2 ч, соответственно. Скорость нагрева была постоянной и составляла 200 °С/ч. Плотность ρ спеченных образцов определяли методом гидростатического взвешивания, после чего вычисляли относительную плотность $\rho_{отн}$, %. Измерения микротвердости (H_V) проводились на приборе ПМТ-3М с помощью алмазной пирамиды Виккерса при нагрузке 4,9 Н. Трещиностойкость (K_{IC}) определяли на твердомере ТП-7Р-1 (нагрузка 49 Н) и оценивали по методу Anstis.

После спекания керамика 3YSZ и композиты обладали достаточно высокой относительной плотностью, таблица 1, при этом добавление нановолокон практически не влияет на плотность при данных режимах спекания. На рисунке 1 представлены распределения значений микротвердости вдоль диаметра образцов, из которых видно, что для керамики ZrO₂, рисунок 1а, наблюдается однородное распределение микротвердости вне зависимости от режима спекания. Из графиков для композитов, рисунок 1б, видно, что

присутствуют участки с пониженной микротвердостью. Такие участки образуются вследствие наличия агломератов HB Al_2O_3 , которые представляют собой области с потенциально низкой скоростью консолидации, уплотнение которых при спекании затруднено. Тем не менее, у композитов есть области, где микротвердость (14,72 ГПа) выше, чем у керамики 3YSZ. Это объясняется достаточно хорошим распределением волокон, которые в свою очередь обладают большей микротвердостью.

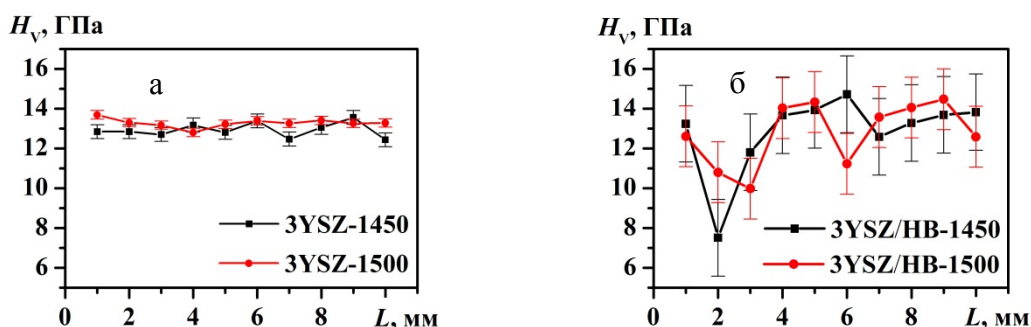


Рисунок 1 – Распределение микротвердости по диаметру образцов: а) диоксид циркония; б) композиты с HB Al_2O_3

Из таблицы 1 видно, что трещиностойкость композитов спеченных при 1450 °С и 1500 °С выше на 3% и 12% по сравнению с керамикой ZrO_2 спеченной при тех же условия. Повышение K_{IC} связано с отклонением траектории трещины, её разветвлению и как следствие повышению диссипации энергии при разрушении.

Таблица 1 – Свойства исследуемых образцов

Образец	$\rho_{отн}$, %	$H_v(ср)$, ГПа	K_{IC} , МПа·м ^{1/2}
3YSZ-1450	96,21	12,93 ± 0,35	4,94 ± 0,12
3YSZ-1500	98,63	13,28 ± 0,21	4,27 ± 0,16
3YSZ/HB-1450	97,22	12,82 ± 1,92	5,08 ± 0,49
3YSZ/HB-1500	97,53	12,76 ± 1,53	4,79 ± 0,45

Для значительного улучшения механических свойств композитов требуется более тщательное и длительное смешивание исходных компонентов в присутствии поверхностно-активных веществ.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-33-00763 мол_а.

Список литературы

1. Леонов А.А., Лю Х.Ц. Исследование размерных характеристик нанопорошка диоксида циркония // Высокие технологии в современной науке и технике: сборник научных трудов VI Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов, Томск, 27-29 Ноября 2017. – Томск: ТПУ, 2017 – С. 72–73.
2. Леонов А.А. Получение композитных порошков ZrO_2 /ОУНТ и ZrO_2 /нановолокна Al_2O_3 // Химия и химическая технология в XXI веке: материалы XIX Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых, Томск, 21-24 Мая 2018. – Томск: ТПУ, 2018 – С. 90–91.
3. Леонов А.А., Хасанов О.Л. Керамоматричный композит на основе диоксида циркония, армированный нановолокнами оксида алюминия // Третий Байкальский материаловедческий форум: материалы Всероссийской научной конференции с международным участием. Ч.1., Улан-Удэ, 9-15 Июля 2018. – Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2018 – С. 180–181.

**СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ ЛАНТАН-СИЛИКАТ-ЗАМЕЩЕННЫХ
АПАТИТОВ**

С.В. МАКАРОВА^{1,2}, Н.В. БУЛИНА², М.В. ЧАЙКИНА²

¹Новосибирский государственный университет

²Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН

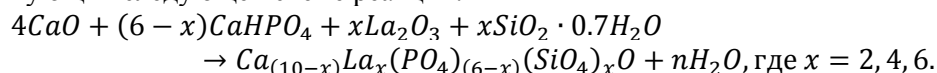
E-mail: s.makarova@nsu.ru

Материалы на основе фосфатов кальция за последние несколько десятилетий стали интересны в области травматологии и ортопедии. Известно, что гидроксипатит (ГАП) широко используется в различных областях медицины: в качестве покрытий имплантатов, биорезорбируемой керамики, наполнителей костных дефектов [1]. Структура ГАПа позволяет широкий ряд замещений, как в катионной подрешетке, так и в анионной. Замещения, происходящие в структуре гидроксипатита, меняют его физико-химические и биологические свойства, что позволяет расширять сферу его использования [2]. На данный момент большой интерес вызывает синтез ГАП с различными анионными и катионными замещениями. Известно что, ионы лантана, заменяющие кальций в структуре ГАПа, играют бактерицидную роль: покрытия из данного апатита предотвращают воспаление и контролируют процессы резорбции костных тканей [3]. Введение силикат-ионов позволяет увеличить скорость остеосинтеза на имплантате, покрытом таким ГАП [4].

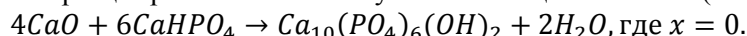
Исходя из литературных данных, было предположено, что введение силикат-ионов и лантан-ионов в структуру апатита позволит получить покрытие с улучшенными свойствами.

Данная работа посвящена исследованию структуры лантан-силикат-замещенного апатита, полученного механохимическим методом.

Синтез замещенных апатитов проводился механохимическим методом в планетарном активаторе АГО-2. Порошки смешивали в стехиометрических соотношениях, соответствующих следующей схеме реакции:

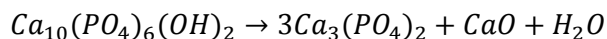


В качестве образца сравнения был получен незамещенный ГАП (x=0) по реакции:



Далее полученные порошки были отожжены при температурах от 1000 °С до 1400 °С с шагом в 100 °С в высокотемпературной печи РВК-1.4-8 в течение 5 ч. Продукты отжига исследовались методом рентгенофазового анализа.

Методом рентгенофазового анализа установлено, что чистый ГАП стабилен до температуры 1200 °С. Из литературных данных [5] известно, что при 1300 °С у ГАПа снижается количество гидроксильных групп. При охлаждении такого образца до комнатной температуры происходит восстановление гидроксильных групп [5], поэтому изменений параметров решетки в данном процессе не наблюдается. При температуре 1400 °С происходит разложение гидроксипатита на α-трикальцийфосфат и оксида кальция по реакции:



Методом рентгенофазового анализа установлено, что содержание α-трикальцийфосфата в образце, отожженном при 1400 °С составляет 7%, рисунок 1(а). На рентгенограммах двухзамещенного-лантан-силикат апатита при 1200 °С и 1400 °С, кроме основной фазы наблюдается наличие рефлексов силикокарнитита Ca₅(PO₄)₂SiO₄ – 12% (Рис. 2(б)). Образцы четырех- и шестизамещенного лантан-силикатного апатита в исследованном интервале температур примесных фаз не содержат, рисунок 2(в, г)).

Секция 4 – Перспективные материалы нового поколения

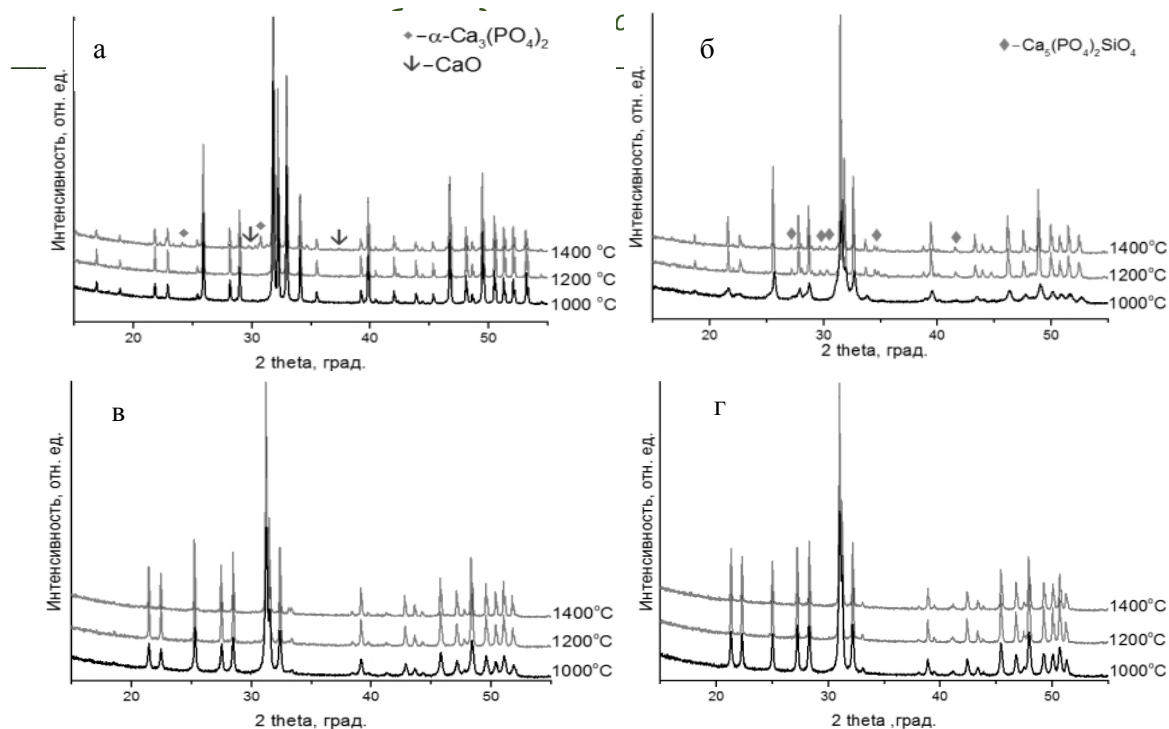


Рисунок 1 – Рентгенограммы отожженных образцов: а – чистый гидроксипатит, б – двухзамещенный лантан-силикат апатит, в – четырехзамещенный лантан-силикат апатит, г – шестизамещенный лантан-силикат апатит

Уточнение структуры шестизамещенного лантан-силикатного апатита – $\text{Ca}_4\text{La}_6(\text{SiO})_6\text{O}$ методом Ритвельда показало, что ионы лантана замещают ионы кальция в обеих позициях (Ca1 и Ca2). Ионы лантана, находящиеся в позиции Ca1, локализируются в данной позиции без смещения, а находящиеся в позиции Ca2 – смещаются в сторону иона кислорода, расположенного на оси с. Концентрация ионов лантана в позиции La2 примерно в 2 раза превышает концентрацию в позиции La1. По полученным значениям заселенностей был определен состав замещенных апатита, отожженных при 1200 °С, таблица 1.

Таблица 1 – Рассчитанные формулы отожженных образцов

Образец	Теоретическая формула	Рассчитанная формула
x = 0	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$
x = 2	$\text{Ca}_8\text{La}_2(\text{PO}_4)_4(\text{SiO}_4)_2\text{O}$	$\text{Ca}_{7,80(2)}\text{La}_{2,20(2)}\text{P}_{4,2(6)}\text{Si}_{1,8(6)}\text{O}_{26}$
x = 4	$\text{Ca}_6\text{La}_4(\text{PO}_4)_2(\text{SiO}_4)_4\text{O}$	$\text{Ca}_{5,5(2)}\text{La}_{4,5(2)}\text{P}_{2,562(2)}\text{Si}_{3,438(2)}\text{O}_{26}$
x = 6	$\text{Ca}_4\text{La}_6(\text{SiO}_4)_6\text{O}$	$\text{Ca}_{3,58(2)}\text{La}_{6,42(2)}\text{Si}_6\text{O}_{26}$

Работа выполнена в рамках государственного задания ИХТТМ СО РАН (проект 0301-2018-0006).

Список литературы

1. Dorozhkin S.V. Calcium orthophosphates (CaPO4): occurrence and properties//Progress in Biomaterials, 2016, Vol. 5. Issue 1. P. 9 – 70.
2. Supova M. Substituted hydroxyapatites for biomedical applications: A review//Ceramics International, 2015, 41, P. 9203 – 9231.
3. Guo D.G., Wang A.H., Han Y., Xu K.W. Characterization, physicochemical properties and biocompatibility of La-incorporated apatites, Acta Biomater. 5 (2009) 3512–3523.
4. Porter A.E., Patel N., Skepper J.N., Best S.M., Bonfield W. Comparison of in vivo dissolution processes in hydroxyapatite and silicon-substituted hydroxyapatite bioceramics // Biomaterials. - 2003. - N 24. - P. 4609-4620.
5. Tonsuaadu K. et. al. A review on the thermal stability of calcium apatites//Therm. Anal. Calorim, 2012, 110, P. 647 – 659.

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ДЕФОРМАЦИОННОГО ПОВЕДЕНИЯ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА МЕЗОУРОВНЕ

В.А. МИКУШИНА^{1,2}, И.Ю. СМОЛИН^{1,2}

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: mikushina_93@mail.ru

На сегодняшний день пористая керамика применяется в различных областях техники, технологии и медицине. В зависимости от способа получения пористой керамики в ней могут присутствовать поры различных масштабных уровней и разной морфологии. Наличие пор и характер пористой структуры в керамике оказывает существенное влияние на ее механические и функциональные свойства. Поэтому при прогнозировании деформации и разрушения пористой керамики важно учитывать размеры и форму пор.

В работе выполнено численное исследование одноосного сжатия пористой алюмооксидной керамики на мезоуровне. На основе РЭМ изображений пористой алюмооксидной керамики [1] была построена численная модель мезообъема с пористостью 36 %. При этом 20% пористости обеспечивается порами малого размера, которые учтены в модели неявно, а 16% пористости учтены явно заданием пор крупного размера. Моделирование проводилось с использованием метода конечных разностей в двумерной постановке в условиях плоской деформации [2]. Для описания деформационного поведения были использованы определяющие соотношения, которые учитывают накопления неупругих деформаций и повреждений, которые вызывают деградацию прочностных свойств [3, 4]. Для описания разрушения на мезоуровне использованы следующие критерии поврежденности: 1) без учета вида напряженного состояния; 2) с учетом вида напряженного состояния (параметра Лоде-Надаи).

На рисунке 1 изображены расчетные осредненные диаграммы нагружения одного и того же мезообъема и картины разрушения на разных стадиях деформирования при использовании в расчетах разных критериев разрушения, указанных выше.

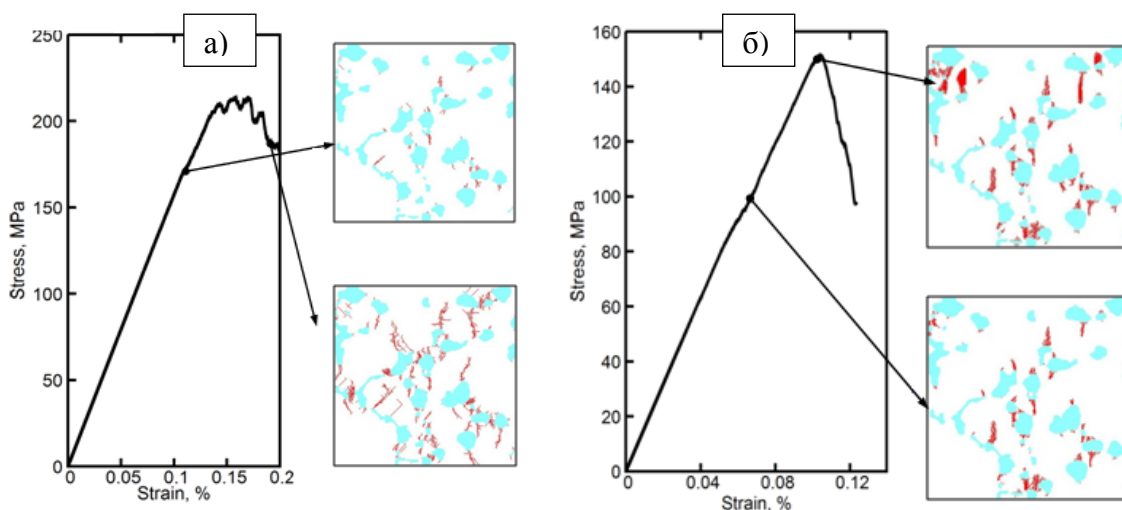


Рисунок 1 – Диаграммы деформирования и картины разрушения мезообъема пористой керамики в условиях одноосного сжатия при использовании критериев разрушения а) по накопленной поврежденности без учета вида напряженного состояния; б) по поврежденности с учетом вида напряженного состояния

При использовании критерия по накопленной поврежденности без учета вида напряженного состояния, рисунок 1а, диаграмма деформирования соответствует вязкому материалу. В этом случае достигается более высокий уровень напряжений, которые превышают предел упругости и далее материал матрицы деформируется с деформационным упрочнением. Области разрушения зарождаются в областях сильных концентраторов напряжений. Прерывистый вид диаграммы деформирования говорит о том, что области разрушения развиваются небольшими шагами, и в последующие моменты материал деформируется без развития разрушения. Дальнейший расчет деформирования провести не удалось из-за сильного искажения сетки в области разрушения, но на последний момент расчета объем материала сохранил способность сопротивляться деформированию, хотя области разрушения занимают значительную область материала.

Диаграмма деформирования при использовании критерия по поврежденности с учетом вида напряженного состояния, рисунок 1б, имеет резкий спад при стремительном развитии локальных разрушений. Картины разрушения отличаются от предыдущих картин. Области разрушения появляются почти одновременно в разных местах, при этом на диаграмме $\sigma - \varepsilon$ отмечается локальное изменение наклона, но при дальнейшем деформировании напряжения продолжают расти. В этом случае области разрушения расположены вдоль оси сжатия, что характерно для хрупких материалов. И все это происходит на фоне нарастания напряжений на диаграмме деформирования. Это объясняется расположением областей разрушения вдоль оси нагружения, при этом в сечениях, перпендикулярных оси нагружения, остаются области материала, сопротивляющиеся нагрузке. Только когда область разрушения занимает значительный объем материала, напряжения на диаграмме деформирования стремительно падают.

В результате проведенных расчетов деформации мезообъемов пористой керамики можно отметить, что разрушение зарождается в области наиболее сильной концентрации напряжений, обусловленной структурой порового пространства. В зависимости от выбранного критерия разрушения меняется картина разрушения и вид усредненной диаграммы нагружения. А именно, при использовании критерия по поврежденности с учетом вида напряженного состояния области разрушения расположены вдоль оси приложения нагрузки, а для критерия по поврежденности без учета вида напряженного состояния отмечаются также наклонные области разрушения и они являются более узкими.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23 и при поддержке Программы повышения конкурентоспособности ТГУ.

Список литературы

1. Григорьев М.В., Савченко Н.Л., Буякова С.П., Кульков С.Н. Неупругое поведение при сжатии керамики с иерархической поровой структурой // Письма в ЖТФ. – 2017. – Т. 43., Вып. 15. – С. 79–86.
2. Уилкинс М.Л. Расчет упруго-пластических течений // Вычислительные методы в гидродинамике / Под ред. Б. Олдера, С. Фернбаха, М. Ротенберга. – М.: Мир, 1967. – С. 212–263.
3. Смолин И.Ю., Еремин М.О., Макаров П.В., Буякова С.П., Кульков С.Н., Евтушенко Е.П. Численное моделирование механического поведения модельных хрупких пористых материалов на мезоуровне // Вестник Томского государственного университета. Математика и механика. – 2013. – № 5(25). – С. 78–90.
4. Микушина В.А., Смолин И.Ю. Численное исследование характера разрушения алюмооксидной керамики с бимодальной пористостью // Материалы XII Международной конференции по Прикладной математике и механике в аэрокосмической отрасли. – М.: Изд-во МАИ. –2018. –с.419–421.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ КОРРЕКТИРОВКИ ТЕСТА НА РАСТВОРИМОСТЬ НОВЫХ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ФОРМ ПАРАЦЕТАМОЛА

А.А. РАКИНА¹, Т.С. СПИРИДОНОВА¹

Научный руководитель: к. физ.-мат. наук С.И. Твердохлебов

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: aar37@tpu.ru

Для снижения токсического действия лекарственных препаратов на организм перспективным представляется применение систем пролонгированной адресной доставки лекарств с постепенным высвобождением активного действующего вещества. Для исследования процесса выхода препаратов из матрицы проводят тест на растворимость путем выдерживания лекарства в среде, имитирующей органическую жидкость [1]. Однако не все лекарственные средства могут быть успешно исследованы в подобных средах [2]. Так, в данной работе рассматривается широко используемый анальгетик и антипиретик парацетамол, при приеме больших доз (более 10 г за один прием) которого часто наблюдаются нарушения работы печени, кровеносной системы и почек. Высокая токсичность парацетамола по большей части обусловлена тем, что в нейтральной среде он разлагается на токсичные продукты, что значительно затрудняет проведение теста на растворимость. Кроме того, деградация парацетамола может существенно влиять на результаты экспериментов по определению количества вышедшего из систем адресной доставки вещества, что обычно не принимается во внимание. Таким образом, целью данной работы является исследование разложения парацетамола в нейтральном буфере, оценка зависимости степени разложения от времени выдержки для оптимизации теста на растворимость лекарственных форм – носителей парацетамола, а также оценка влияния деградации парацетамола на результаты расчета выхода лекарства из систем адресной доставки.

Фосфатно-солевой буферный раствор (рН = 7,4) получали путем смешивания 100 мл дистиллированной воды с 1 таблеткой порошка фосфатно-солевого буфера (Биолот, Россия). Изменение концентрации парацетамола в растворах фосфатно-солевого буфера изучалось при помощи УФ-спектрометра Specord 250 Plus (Analytik Jena AG, Германия). Для оценки деградации путем двукратного разбавления в пробирках типа Эппендорф (10 мм) были приготовлены 15 растворов парацетамола в буфере объемом 2 мл с начальной концентрацией 7000 мкг/мл. Хранение растворов производилось в закрытой таре при комнатной температуре без доступа света. Для изготовления полимерных матриц поликапролактон Mw~70–90 kDa (Sigma–Aldrich, Германия) растворяли в гексафторизопропанол (Экос-1, Россия) в концентрации 7 масс.%. Парацетамол был произведен компанией Shandong Xinhia Pharmaceutical (Китай) и добавлен в раствор поликапролактона. Электроспиннинг проводился на установке NANON–01 (MECC CO., Япония) на цилиндрическом коллекторе диаметром 200 мм при напряжении 20 кВ, скорости вращения коллектора 50 об/мин, скорости подачи раствора 5 мл/ч и с использованием иглы G 21.

Деградация парацетамола изучалась с помощью УФ-спектроскопии путем анализа высоты пиков поглощения парацетамола на длинах волн 245 и 300 нм. Длина волны 245 нм была выбрана в качестве характеристической для относительно небольших концентраций (0,08 — 55 мкг/мл) и 300 нм – для больших концентраций (55 — 1750 мкг/мл) парацетамола опытным путем в соответствии с полученными калибровочными кривыми, представленными на рисунке 1.

Для исследования влияния деградации парацетамола на получаемые результаты выхода препарата из полимерной матрицы было изучено изменение выхода парацетамола из полимерных матриц, содержащих 2 масс.% и 32 масс.% лекарства. Снятые пробы выдерживались сутки и трое суток, соответственно, после чего была проведена УФ-спектроскопия полученных проб. Результаты были обработаны с использованием

калибровок, соответствующих 0 суткам, 1 суткам и 3 суткам деградации парацетамола. Полученные результаты представлены на рисунке 2.

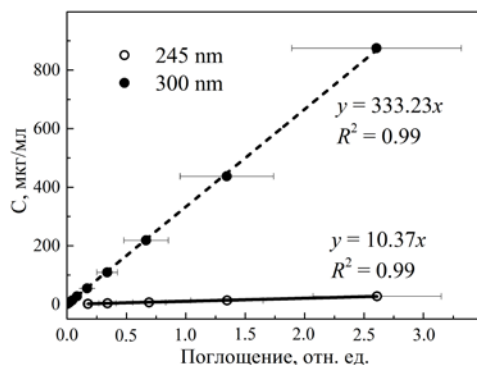


Рисунок 1 – Калибровочные зависимости величины абсорбции УФ-излучения от концентрации растворов парацетамола

Относительная разница в количестве вышедшего вещества, рассчитанного с использованием различных калибровок, рассчитывалась как отношение разницы в полученных количествах вещества к количеству вышедшего парацетамола, полученного с использованием калибровки по 1 или 3 суткам. Видно, что использование калибровки, не соответствующей реальному времени выдерживания проб (по 0 суток) значительно (более, чем на 30%) занижает получаемые результаты. В то же время выдерживание проб в течение более длительного времени уменьшает эту разницу, что может быть обусловлено вкладом в УФ-спектры большего количества продуктов деградации парацетамола.

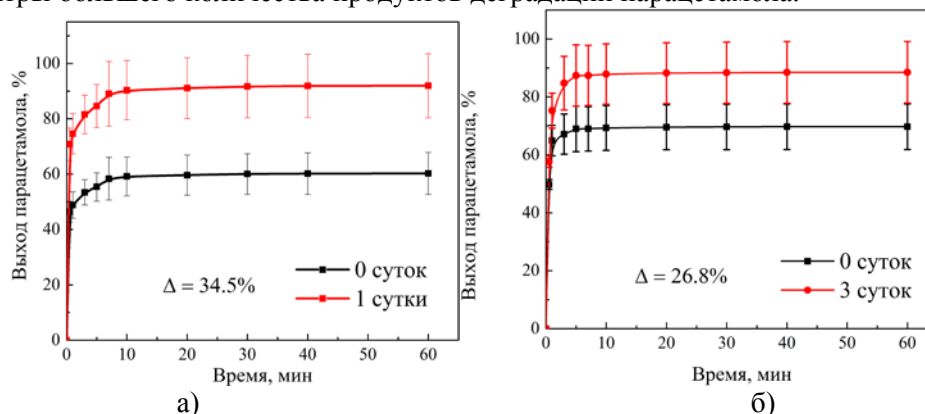


Рисунок 2 – Сравнение выхода парацетамола из матриц, содержащих 2 масс.% (а) и 32 масс.% (б) парацетамола, при использовании калибровок по 0 и 1 или 0 и 3 суткам, соответственно

Таким образом, деградация парацетамола существенно влияет на результаты расчета количества вышедшего из систем адресной доставки лекарств препарата, что необходимо учитывать при постановке и проведении экспериментов.

Исследования были проведены при финансовой поддержке Российского научного фонда. Проект ТПУ № 0.1691.РНФ.2016

Список литературы

1. Государственная фармакопея Российской Федерации XIII издание. – Москва, 2015. – 1470 с.
2. Муньос У., Плагаро Ф. Инъецируемая жидкая композиция парацетамола [Электронный ресурс]
Режим доступа: <http://www.findpatent.ru/patent/241/2419421.html>

**МОДИФИЦИРОВАННЫЕ БИОДЕГРАДИРУЕМЫМИ ПОЛИМЕРАМИ КАЛЬЦИЙ-
ФОСФАТНЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТОВ.
ОЦЕНКА ИММУННОЙ РЕАКЦИИ ОРГАНИЗМА ЧЕЛОВЕКА**

А.А. РАКИНА¹, Е.А. СОЛДАТОВА²

¹ Национальный исследовательский Томский государственный университет

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: aar37@tpu.ru

Последние несколько десятилетий активно развивается сфера модификации поверхности металлических имплантатов. В частности, на поверхности титановых имплантатов предлагается формировать пористые кальций-фосфатные покрытия для улучшения биосовместимости материала за счет улучшения адгезии и пролиферации клеток, а также способствования остеосинтезу [1]. Одним из перспективных методов формирования покрытий является метод микродугового окидирования, (МДО) заключающийся в электрохимическом окислении поверхности в особых условиях. Главными преимуществами данного метода являются высокая производительность процесса, возможность получения покрытий с контролируемым составом и структурой на деталях сложной формы [2]. К основным недостаткам МДО покрытий стоит отнести недостаточную прочность покрытий за счет повышенной пористости, по сравнению с другими методами модифицирования [3].

В данной работе рассмотрен метод улучшения механических свойств МДО покрытий за счет внедрения в структуру покрытия полимеров. Полимерный материал вводился в электролит, таким образом реализовывалось равномерное распределение полимера по объему формируемого покрытия. В качестве модельных модификаторов были выбраны водорастворимые биodeградируемые полимеры: хитозан, поливинилпирролидон и гиалуроновая кислота, так как целевое назначение разрабатываемых материалов – имплантация в организм человека.

Формирование кальций-фосфатных покрытий методом микродугового окидирования на установке, разработанной в ТПУ, проводилось в насыщенном растворе СаО в 10% H₃PO₄ с дополнением дисперсионной фазой гидроксиапатита с размером частиц до 70 мкм. Покрытие формировали при напряжении 190 В со скоростью подъема напряжения 3 В/сек, с частотой следования импульсов 50 Гц и длительностью импульса 9,7 мс в течение 20 минут. Процесс вели при температуре 15°C.

Помимо исследований физико-механических свойств материалов медицинского назначения, крайне важным является определение иммунологического ответа организма на разработанные материалы. В первую очередь, потому что хроническое воспаление и последующее отторжение имплантата являются одной из главных клинических проблем имплантологии, а также потому что клетки иммунной системы – первые клетки, вступающие во взаимодействие с поверхностью изделия [4].

В данной работе для оценки иммунной реакции организма человека на образцы титановых имплантатов с нанесенным МДО покрытием, модифицированным биodeградируемыми полимерами, были проведены иммуноферментный анализ (ИФА), исследование жизнеспособности первичных тканевых макрофагов, а также была исследована адгезия и пролиферация клеток.

Для проведения исследований первичные макрофаги человека методом магнитной сепарации на двойном градиенте фикола были выделены из лейкоцитарно-тромбоцитарной массы трех индивидуальных здоровых доноров и сразу же простимулированы цитокинами: IL4 – 10 нг/мл (Peprotech, Германия), IFN γ – 100 нг/мл (Peprotech, Германия) и культивировались вместе с полученными по методике, описанной выше, образцами в течение 6 дней в CO₂-инкубаторе при температуре 37 °C. По истечении шести дней проводился отбор супернатантов, закрепление клеток на поверхности образцов

с помощью параформальдегида и этанольного градиента, а также проводились исследования на жизнеспособность клеток.

Результаты биологических исследований показали, что нанесение кальций-фосфатных покрытий на титановую подложку способствует увеличению жизнеспособности М0 человеческих макрофагов (относительная жизнеспособность клеток больше, чем в контроле (>100%)). Жизнеспособность М1 макрофагов, кокультивированных с материалами, ниже, чем в контрольной культуре (<100%). Кокультивирование М2 макрофагов с разработанными материалами не влияет на их жизнеспособность, за исключением материала с покрытием из кальций-фосфатов с добавлением хитозана, где жизнеспособность М2 макрофагов достоверно выше. При этом, добавление поливинилпирролидона и хитозана в раствор электролита при получении кальций-фосфатных покрытий, способствует достоверному увеличению жизнеспособности М1 макрофагов по сравнению с другими материалами.

Согласно данным, полученным в ходе ИФА, наблюдаемые реакции первичных макрофагов являются донор-специфичными. Однако во всех исследуемых образцах не наблюдалось накопление провоспалительного цитокина TNF- α и противовоспалительного цитокина IL-10, что указывает на отсутствие тенденции как к выраженному острому, так и хроническому (опухоль) процессу [5]. Анализ секреции цитокинов IL-1 β и IL-6 дает основания полагать, что кальций-фосфатные покрытия с добавлением поливинилпирролидона и гиалуроновой кислоты обладают противовоспалительными свойствами, так как у них наблюдается снижение концентрации противовоспалительных цитокинов по сравнению с подложкой.

Таким образом, проведенных эксперименты подтверждают, что нанесение гибридных кальций-фосфатных покрытий, полученных методом микродугового оксидирования, увеличивает биосовместимость материалов. Кроме того, добавление в раствор электролита поливинилпирролидона и гиалуроновой кислоты позволяет получать гибридные покрытия не только с улучшенными физико-механическими, но и с противовоспалительными свойствами.

Исследование было финансово поддержано Министерством образования и науки Российской Федерации, Федеральная целевая программа (соглашение №14.578.21.0031, а также Российским научным фондом.

Список литературы

1. Попков А. В. Биосовместимые имплантаты в травматологии и ортопедии (обзор литературы) //Гений ортопедии. – 2014. – №. 3.
2. Легостаева Е. В. и др. Микродуговые кальцийфосфатные покрытия на поверхности наноструктурированного титана: морфология, физико-механические и электрохимические свойства //Материаловедение. – 2013. – №. 4. – С. 48-56.
3. Атроценко, Э.С. Область применения и свойства покрытий, получаемых микродуговым оксидированием [Текст] / Э.С. Атроценко, И.А. Казанцев, А.Е. Розен, Н.В.Голованова // Физика и химия обработки материалов, 1996 №3. С.8-11.
4. Sridharan R. et al. Biomaterial based modulation of macrophage polarization: a review and suggested design principles //Materials Today. – 2015. – Т. 18. – №. 6. – С. 313-32.
5. Murray P. J. et al. Macrophage activation and polarization: nomenclature and experimental guidelines //Immunity. – 2014. – Т. 41. – №. 1. – С. 14-20.

КОМПЬЮТЕРНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ СЕГМЕНТА ШЕЙНОГО ОТДЕЛА ПОЗВОНОЧНИКА

Ю. А. РИКУН¹, Т. В. ЧАЙКОВСКАЯ^{1,2}

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: yulirik.93@mail.ru

Позвоночник является одной из важнейших конструкций человеческого организма. Его строение позволяет выполнять функции опоры и движения [1]. Подвижность позвоночника обеспечивается за счет такой важной его составляющей, как межпозвоночный диск (МПД).

Дегенеративные изменения межпозвоночных дисков приводят к болям в спине и шеи. Особенно не редки такие явления в среднем и пожилом возрасте. В этом случае, радикальным методом лечения является замена межпозвоночного диска имплантатом. Адекватная разработка и индивидуальный подбор имплантатов играет решающую роль в лечении человека. Неправильный выбор материалов и конструкции имплантатов может привести к ухудшению состояния костной ткани и функционированию позвоночника в целом. Использование методов компьютерного моделирования позволяют более глубокого изучить закономерности функционирования человеческого организма в норме, при патологиях и способствует разработке и подбору подходящего протеза для конкретного индивидуума.

Целью данной работы является исследование напряженно-деформированного состояния сегмента шейного отдела позвоночника

Для достижения поставленной цели была построена геометрическая модель сегмента шейного отдела позвоночника, при этом использовались литературные данные экспериментально полученных размеров [1,2]. Алгоритм построения был реализован в программном комплексе ANSYS на языке APDL.

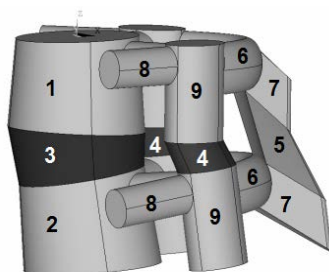


Рисунок 1 – Геометрическая модель сегмента шейного отдела позвоночника

На рисунке 1 представлена геометрическая модель состоит из позвонков С3 (№1) и С4 (№2), межпозвоночного диска (МПД) (№3), фасеточных суставов (№4), межкостистой связки (№5), задних дуг позвонков (№6), остистых (№7), поперечных (№8) и суставных (№9) отростков. Ось Z системы координат направлена вдоль оси сегмента. В позвонках учитывалось наличие компактной и губчатой костных тканей. Материал компактной и губчатой костных тканей тел позвонков, материалы межпозвоночного диска, фасеточных суставов, межкостистой связки, дуг и отростков считались изотропными линейно-упругими материалами.

Дегенеративные изменения межпозвоночного диска моделировались посредством уменьшения высоты диска с 6 мм до 4.3 мм и увеличения его модуля упругости от 2.5 МПа до 98 МПа в соответствии с данными работ [2,3], что в реальности наблюдается в результате уменьшения содержания воды в диске [1].

Материал межпозвоночного диска определялся как изотропный линейно-упругий материал, механические свойства которого были взяты из литературных источников [3].

Проводился расчет деформационного поведения модельного сегмента шейного отдела позвоночника.

Нижняя поверхность тела позвонка С4 жестко фиксировалась. Верхняя поверхность позвонка С3 была нагружена силой равной 1000 Н. В центральной точке верхней поверхности тела позвонка С3 задавался момент на сгибание в отрицательном направлении оси X, равный 7,5 Нмм [4]. Заданные нагрузки соответствуют физиологическому сгибанию сегмента шейного отдела позвоночника.

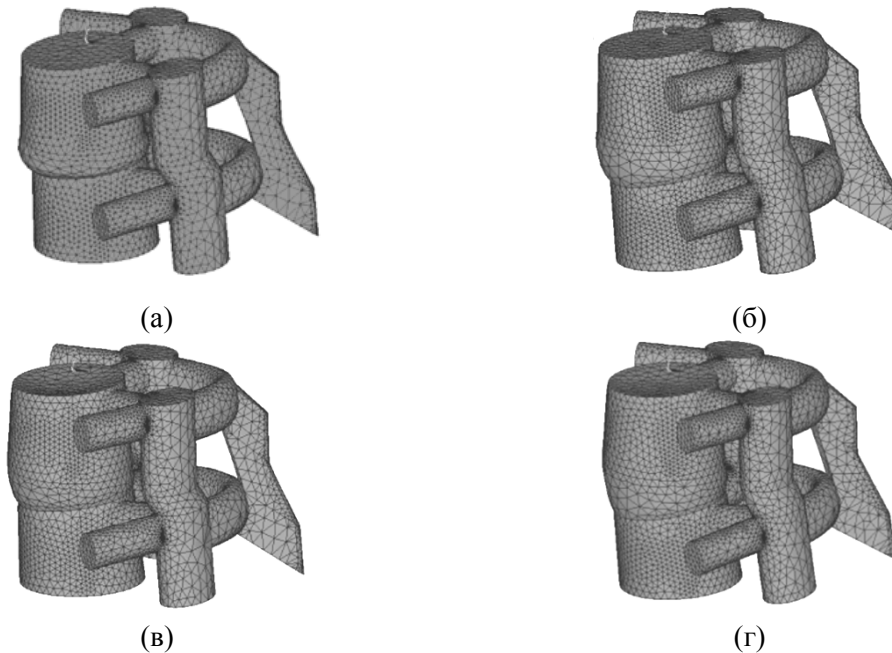


Рисунок 2 – Деформированные формы шейного сегмента С3-С4 позвоночника
((а) $h=4.3$ мм, $E=2.5$ МПа, (б) $h=6$ мм, $E=2.5$ МПа, (в) $h=4.3$ мм, $E=98$ МПа, (г) $h=6$ мм, $E=98$ МПа)

На рисунке 2 представлены деформированные формы сегментов, отличающихся высотой (h) и модулем упругости (E) межпозвоночного диска.

Наблюдается более сильное выпячивание межпозвоночного диска с уменьшением его высоты. Выпячивание диска уменьшается с увеличением модуля упругости.

Список литературы

1. Кремер, Ю. Заболевания межпозвоночных дисков / Ю. Кремер ; пер. с англ.; под общ. ред. проф. В. А. Широкова. – М. : МЕДпресс-информ, 2013. – 472 с.
2. Effective modulus of the human intervertebral disc and its effect on vertebral bone stress / Н. Yang [et al.] // Journal of Biomechanics. – 2016. – Vol. 49. – No. 7. – P. 1134–1140.
3. Gilad I. A Study of Vertebra and Disc Geometric Relations of the Human Cervical and Lumbar Spine // Spine. – 1986. – Vol. 11. – No. 2. – P. 154–157.
4. Cervical Spine Anthropometric and Finite Element Biomechanical Analysis / S. Hueston [et al.] // Human Musculoskeletal Biomechanics / T. Goswami. – InTech, 2012. – Ch. 6. - P. 107–158.

О ВЛИЯНИИ СТРУКТУРНЫХ И ТЕКСТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ТИТАНА НА ЕГО КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ В БИОЛОГИЧЕСКИХ СРЕДАХ

Е.А. РУДЕНЯ, Е.И. ТКАЧЕНКО, И.В. ИВАНОВ

Новосибирский государственный технический университет

E-mail: katya.rudenia@mail.ru

Несмотря на то, что в медицине используется довольно широкий круг металлов и сплавов, только некоторые из них пригодны для клинического применения в качестве имплантатов. Металлы, за исключением благородных, склонны к коррозии, которая может привести к невыполнению функции имплантата, а также к накоплению в организме токсичных элементов. В настоящее время наиболее часто используется титан и его сплавы, поскольку они относительно доступны, износостойки, обладают высокой биосовместимостью, устойчивы к коррозии и практически не проявляют токсического воздействия [1]. Обширное использование технически чистого титана ограничивается некоторыми его механическими свойствами, такими как низкая износостойкость, а также высокий модуль упругости [2]. Вследствие этого важную роль играет модифицирование структуры титана с целью улучшения его свойств [3, 4].

Целью работы являлось исследование зависимости коррозионной стойкости технически чистого α -титана от сформированной микроструктуры и кристаллографической текстуры.

Для получения различной поверхностной текстуры использовались методы горячей и холодной прокатки заготовок титана ВТ1-0. Горячая прокатка проводилась при температуре ~ 800 °С.

Обозначения исследуемых образцов в работе: после холодной прокатки со степенью обжатия 20% (CR20) и 60% (CR60), после горячей прокатки со степенью деформации 30% (HR30).

Для исследования коррозионной стойкости использовался потенциостат-гальваностат «Elins P30-S». Испытания проводились в потенциодинамическом режиме со скоростью развертки 0,5 мВ/с. В качестве биологической среды был выбран физиологический раствор Рингера - Локка.

Было выявлено, что в результате холодной деформации размер кристаллитов материала (зерен, ячеек и т.д.) уменьшается, что приводит к повешению дефектности поверхности материала. Размер областей рассеяния рентгеновского излучения составляет 140 нм для CR20 и 130 нм для CR60, в то же время степень искажения кристаллической решетки составляет 0,002 и 0,004%, соответственно, рисунок 2.

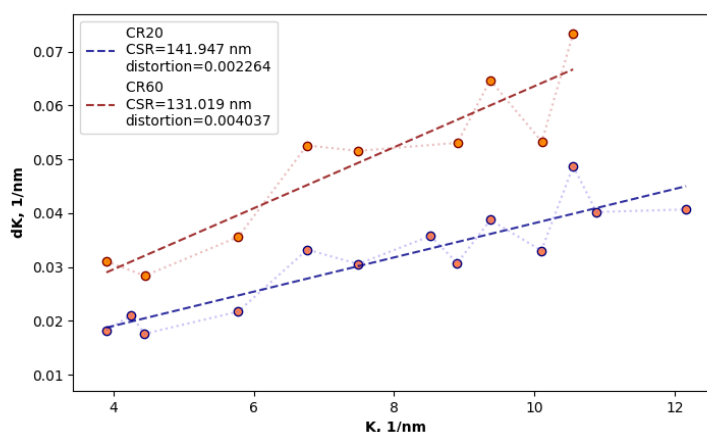


Рисунок 1 – Результаты анализа размеров областей когерентного рассеяния и искажения кристаллической решетки холоднотдеформированного титана методом классического Вильямсона – Холла

В результате проведенных потенциометрических исследований титана после горячей и холодной прокатки не было зарегистрировано существенного изменения коррозионной стойкости, рисунок 1. Значение плотности тока пассивации для трех образцов составляет $\sim 9,97$ мкА/см².

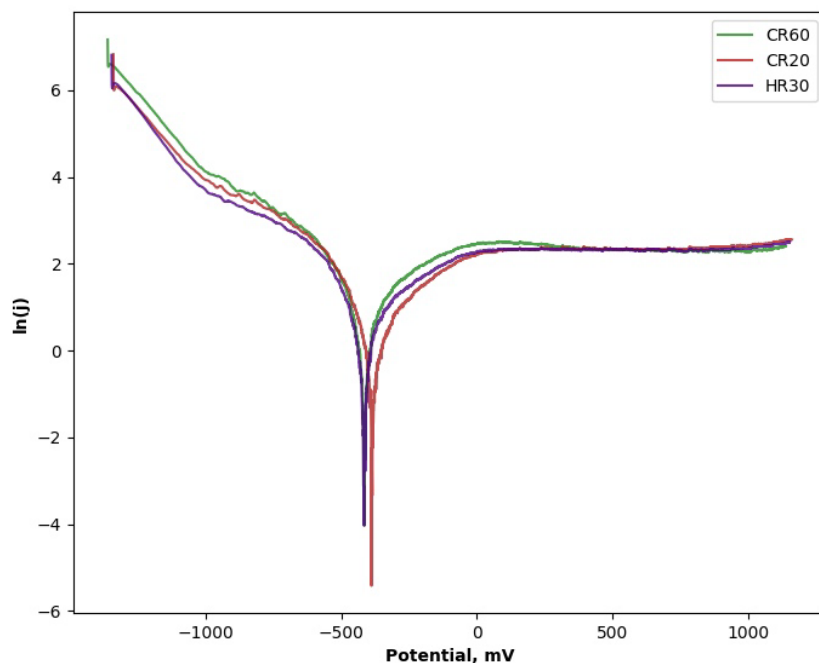


Рисунок 2 – Потенциодинамические кривые образцов титана в растворе Рингера-Локка при температуре 37⁰С

Согласно работам [5, 6], кристаллографическая текстура гексагональных материалов, сформированная в результате холодной деформации материала, влияет на их коррозионную стойкость. Отсутствие существенного изменения в значениях тока пассивации возможно указывает на то, что в процессе холодной и горячей деформации титана понижение коррозионной стойкости за счет повышения дефектности поверхности происходит одновременно с повышением коррозионной стойкости за счет текстурирования.

Список литературы

1. Россихин В. В., Ильинский А. И., Клещев Н. Ф. Биоматериаловедение. – 2011.
2. Niinomi M., Nakai M., Hieda J. Development of new metallic alloys for biomedical application // Acta Biomater. – 2012. – V.8. – No. 11. – P. 3888–3903.
3. Zhu L. et al. Biomimetic coating of compound titania and hydroxyapatite on titanium //Journal of Biomedical Materials Research Part A: An Official Journal of The Society for Biomaterials, The Japanese Society for Biomaterials, and The Australian Society for Biomaterials and the Korean Society for Biomaterials. – 2007. – Т. 83. – №. 4. – С. 1165–1175.
4. Hanada S., Matsumoto H., Watanabe S. Mechanical compatibility of titanium implants in hard tissues //International congress series. – Elsevier, 2005. – Т. 1284. – С. 239–247.
5. Bahl S., Suwas S., Chatterjee K. The control of crystallographic texture in the use of magnesium as a resorbable biomaterial //RSC Advances. – 2014. – Т. 4. – №. 99. – С. 55677–55684.
6. Bahl S., Suwas S., Chatterjee K. The importance of crystallographic texture in the use of titanium as an orthopedic biomaterial //RSC Advances. – 2014. – Т. 4. – №. 72. – С. 38078–38087.

ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ТИТАНА НА ЕГО КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ В ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ РАСТВОРЕ

Е.И.ТКАЧЕНКО, И.В.ИВАНОВ, Е.А.РУДЕНЯ

Новосибирский Государственный Технический Университет
E-mail: liza1605.98@gmail.com

В современной медицине особое внимание уделяется материалам, используемым в хирургии, травматологии, ортопедии, сердечно-сосудистой хирургии, офтальмологии, трансплантологии, стоматологии в связи с необходимостью повышения качества оказываемого лечения. Среди всех конструкционных материалов у титана самая высокая удельная прочность: в 2 раза выше, чем у железа, и в 6 раз, чем у алюминия [1]. Это позволяет материалу выдерживать большую нагрузку, несмотря на легкость за счет низкой плотности. На воздухе титан покрывается тонким слоем оксида, который обеспечивает большую коррозионную стойкость и препятствует выходу ионов металла в организм. При стерилизации медицинских инструментов спиртом, обжиганием или парами формалина поверхности титановых сплавов не разрушаются и могут быть применены в условиях агрессивной среды [2]. Сочетание биологической инертности, физико-химической устойчивости и высокой механической прочности титана и его сплавов сделали его практически незаменимым.

Целью работы являлось изучение влияния вневакуумной электронно-лучевой обработки на структуру поверхностных слоёв и коррозионную стойкость титана. В качестве материала для проведения экспериментов использовались пластины размерами 50 мм × 50 мм × 10 мм, изготовленные из горячекатаного титанового сплава марки ОТ4.

Электронно-лучевая обработка заготовок осуществлялась с использованием ускорителя электронов ЭЛВ-6. Установка ЭЛВ-6 представляет собой ускоритель прямого действия, оборудованный системой для выпуска концентрированного пучка электронов с энергией 1,4 МэВ в воздушную атмосферу. Удельная поверхностная энергия при термической обработке составляла 1,4 и 3,5 кДж/см². В условиях обработки были использованы следующие параметры: ток пучка 5 и 12,5 мА; скорость перемещения заготовки 10 мм/с; ускоряющее напряжение 1,4 МэВ; размах развертки 50 мм; частота сканирования 50 Гц; мощность пучка 7 и 17,5 кВт.

В результате обработки материала с удельной энергией 1,4 кДж/см², рисунок 1а, не наблюдалось значительных структурных преобразований. При обработке с удельной поверхностной энергией 3,5 кДж/см², рисунок 1б, плавлению подвергался слой материала, не превышающий 50 мкм. В зоне термического влияния, т.е. на расстоянии до 2-3 мм от поверхности, проходили процессы рекристаллизации. Более глубокие слои материала (от 3 мм от поверхности) нагревались недостаточно для протекания заметных структурных преобразований.

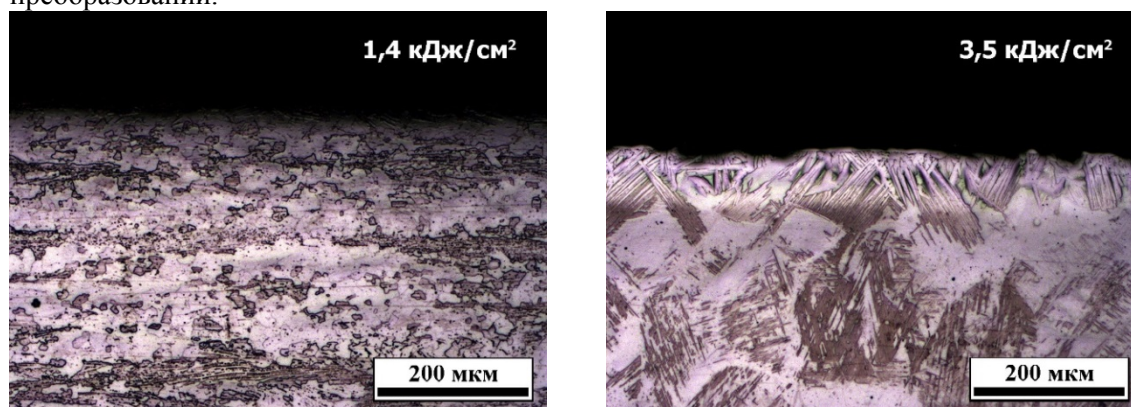


Рисунок 1 – Оптический металлографический анализ титана ОТ4 после термической обработки с удельной энергией электронного пучка: а – 1,4 кДж/см²; б – 3,5 кДж/см²

Известно, что при высоких скоростях охлаждения полиморфное превращения титана из β в α фазу происходит по мартенситному, а не по диффузионному механизму [3]. Высокая скорость охлаждения после термической обработки приводит к образованию искаженной α' структуры титана, происходит образование мартенситной структуры. Согласно данным рентгенофазового анализа в поверхностном слое, независимо от энергии термической обработки, образуется гексагональная фаза титана. α' фаза представляет собой пересыщенный твёрдый раствор Al, Mn и других легирующих элементов [4]. Мартенситная α' фаза так же, как и α фаза обладает гексагональной кристаллической решеткой. В связи с этим материал имеет высокие значения микротвердости в зоне проплавленного металла, рисунок 2.

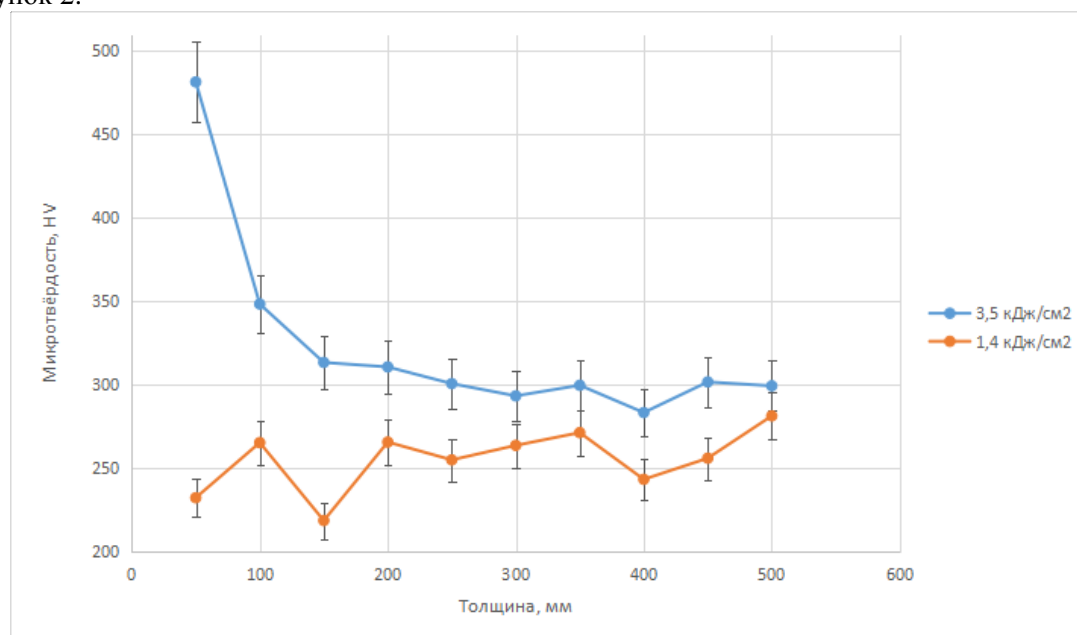


Рисунок 2 – Распределение микротвердости по сечению пластин сплава OT4 после электронно-лучевой обработки с различной удельной поверхностной энергией

Согласно проведенным потенциометрическим исследованиям коррозионная стойкость материалов существенно не различается.

Список литературы

1. Колачев Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. – 1981.
2. Колупаева М.А. Применение титановых сплавов в медицине // Будущее России. - 2016. - №20. - С. 1-12.
3. Самойленко В.В. Влияние прокатки и термической обработки на структуру и свойства слоёв, сформированных на титановых заготовках методом электронно-лучевой наплавки // Обработка металлов. – 2015. – №. 2. – С. 55-63.
4. Чернышова Ю.В. Закономерности влияния объемной и поверхностной структуры на электрохимическую коррозию имплантатов из сплавов на основе титана: дис. канд. техн. наук: 05.16.01. - М., 2008. - 234 с.

РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ 3D-ПЕЧАТИ КОМПОЗИТАМИ НА ОСНОВЕ ГИДРОКСИАПАТИТА И ПОЛИЛАКТИДА

Н.Е. ТОРОПКОВ, Н.С. АНТОНКИН, Т.С. ПЕТРОВСКАЯ

Томский политехнический университет

E-mail: net2@tpu.ru

Обширные дефекты костей (например, при онкологии) требуют использования имплантатов со сложной геометрией, что остается труднорешаемой задачей. С этой точки зрения наиболее подходящими материалами для формирования сложных объектов являются термопластичные полимеры карбоновых кислот, благодаря чему они широко применяются в восстановительной медицине для лечения переломов, в том числе заменяя металлические штифты [1, 2, 3]. Ослабление отрицательного влияния полимера может быть достигнуто путем сочетания в одном композите биополимера и кальций-фосфатной керамики. Поэтому увеличение доли кальциево-фосфатного керамического компонента в композите должно нормализовать рН прикостных жидкостей и уменьшать влияние растворения полимера, в перспективе с образованием новой кости.

Целью данного исследования являлась разработка композиционных материалов для 3д-печати (3D-FDM) биоизделий, обладающих физико-химическими свойствами, сопоставимыми со свойствами естественной кости.

Исследуемые композиты на основе ПЛА содержат ГАП в диапазоне от 5 до 30%, и добавки пластификатора от 1 до 4%. Известно, что ГАП сравнительно легко распределяется в растворе ПЛА при введении в количестве до 10% [3, 4]. В результате образуется однородный полидисперсный раствор. Увеличение содержания ГАП до 30% оказывает влияние на эволюцию дисперсной системы, при этом имеет место агрегация частиц ГАП. Формирование агрегатов со средним размером более 50мкм приводит к их седиментации, которая тем более активна, чем большее количество ГАП вводится в полимер.

На рисунке 1 приведены прочностные характеристики образцов, полученных при установленных параметрах печати. Прочность образцов из композита при сжатии и изгибе увеличивается от $64,5 \pm 1,5$ до 73 ± 2 МПа (на 10-18%) при увеличении содержания ГАП от 5 до 30%. Ударная вязкость по Шарпи, характеризующая прочность при ударе, увеличивается на 80% в этом ряду составов и изменяется от 3,9 до $5,1$ кДж/м². Важной характеристикой имплантата является усталостная прочность, определяемая в циклах нагружения, поскольку она является индикатором надежности при длительном применении. В ряду исследованных составов число циклов нагружения увеличивается соответственно от 4200 ± 100 до 4800 ± 100 .

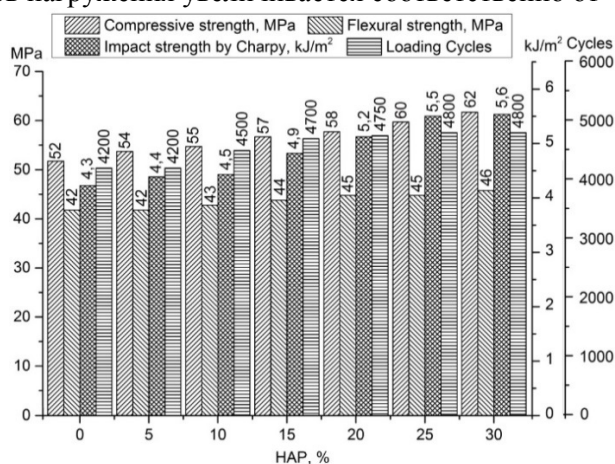


Рисунок 1 – Механические характеристики исследуемых композитов, содержащих ГАП от 5 до 30%, в сравнении с чистым ПЛА

Механические характеристики композитов разработанных составов, рисунок 1, соответствуют и превосходят показатели естественной кости: прочность на сжатие губчатой

кости – 60-90 МПа, прочность на изгиб – 32-49 МПа, энергия разрушения 2-3 кДж/м² [3], а также ПЛА (прочность на сжатие – 52 МПа, прочность на изгиб – 42 МПа, энергия разрушения 3,9 кДж/м², циклы нагружения - 4200), и значительно превосходят показатели кальций фосфатной керамики (прочность на сжатие губчатой кости – 60-90 МПа, прочность на изгиб – 32-49 МПа) [1].

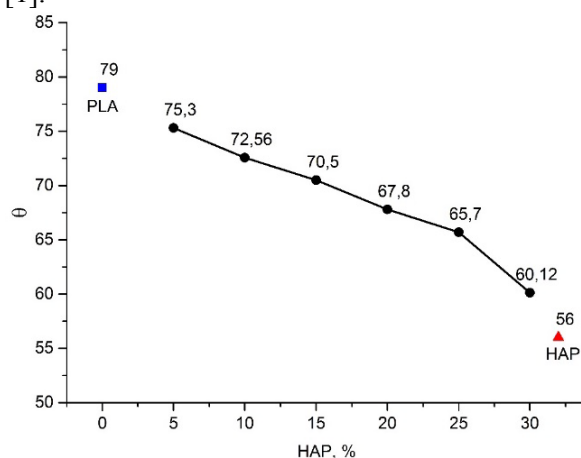


Рисунок 2 – Контактный угол смачивания композитов изотоническим раствором

На рисунке 2 приведена характеристика угла смачивания для исследуемых композитов в сравнении с ПЛА и керамикой на основе НАР. Известна плохая смачиваемость чистого ПЛА (82-85°) [5] физиологическими жидкостями, что, как правило, приводит к воспалительным процессам и вызывает необходимость их подавления. Введение ГАП в ПЛА, как видно из рисунка 3, приводит к уменьшению краевого угла смачивания до 60°.

Заключение. Полученные данные показывают, что сочетание ГАП и ПЛА в одном материале, обеспечивают синергию физико-химических свойств исходных материалов и, обеспечивают синергию физико-химических свойств, открывая перспективу их использования в восстановительной медицине. Проведенные механические испытания показывают перспективность использования исследуемых композитов для использования в объемных структурах, несущих нагрузку. Каждый из разработанных составов способен конкурировать по комплексу свойств с применяемыми в восстановительной медицине материалами и поэтому может быть взят за основу для изготовления имплантатов.

Список литературы

1. Ratner B.D., Hoffman A.S., Schoen F.J., Lemons J.E. Biomaterials science: an introduction to materials in medicine. – 2nd edition / Eds. San Diego: Elsevier Academic Press, 2004. - 851 pp.
2. Petrovskaya T.S., Vereschagin V.I. Effectiveness of the technologies of titanium implants covering. // Key Engineering Materials. – 2015. – Vol. 670. – pp. 183-188.
3. Volova T.G. Polyhydroxyalkanoates – Plastic materials of the 21st century: production, properties, application. –Nova Science Publisher, 2004. – 282 pp.
4. Kurniawan D., Kim B.S., Lee H.Y., Lim J.Y. Towards improving mechanical properties of basalt fiber/polylactic acid composites by fiber surface treatments. //Composite Interfaces. – 2015. – Vol. 22. – Iss. 7. – pp. 553-562.
5. Krishnan S., Pandey P., Mohanty S., Nayak S. K. Toughening of polylactic acid: an overview of research progress pages. //Polymer-Plastics Technology and Engineering. – 2015. – Vol. 55. – Iss.15. – pp. 1623-1652.

ФОРМИРОВАНИЕ И СВОЙСТВА МИКРОДУГОВЫХ СЕРЕБРОСОДЕРЖАЩИХ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ БИОПОКРЫТИЙ

А.В. УГОДЧИКОВА¹, М.Б. СЕДЕЛЬНИКОВА²

¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: Ugodch99@gmail.com

Разработка новых биокompозитных материалов на основе металлов, сплавов и биокерамических покрытий, способных обеспечить высокие физико-механические и биологические свойства, является перспективным направлением медицинского материаловедения [1].

Комбинация β -трикальцийфосфата (ТКФ) и гидроксиапатита (ГА) предпочтительна для создания биопокрытий благодаря схожести с костью соотношению Ca/P, равному 1,5, и 1,67, соответственно, и оптимальной скорости биорезорбции в организме человека [2].

В качестве металлической основы для имплантатов широкое распространение получил титан и его сплавы, характеризующиеся удовлетворительными физико-механическими свойствами [3]. Недостатком данной группы материалов является высокий модуль упругости (110 ГПа), что накладывает определенные ограничения на их использование в регенеративной медицине. Однако, установлено, что легирующие элементы Ta, Zr, Nb, способствуют снижению модуля упругости титанового сплава [4]. Например, для сплава Ti – 40 мас.% Nb характерно сочетание низкого модуля упругости (60-62 ГПа) и высокой прочности.

Метод микродугового оксидирования (МДО) является наиболее перспективным для получения кальцийфосфатных (КФ) биопокрытий [5] на металлах вентильной группы (Ti, Nb, Zr, Ta, Mg), так как позволяет формировать пористые покрытия с толщиной до сотен микрометров [6].

В травматологии и ортопедической хирургии существует проблема возникновения послеоперационных бактериальных инфекций. Бактерии, такие как стафилококк, становятся устойчивыми к антибиотикам. Использование покрытия с добавлением антибактериальных микроэлементов может стать эффективным способом предотвращения заражений. Ионы серебра показывают особенно высокую антимикробную активность, что позволяет применять их в составе биопокрытий [7].

Целью настоящей работы является получение КФ Ag-содержащих биопокрытий методом МДО, исследование влияния состава электролита и параметров процесса на формирование морфологии поверхности покрытий и их фазового состава.

Для проведения экспериментов были подготовлены образцы – металлические пластины (10×10×1 мм) из титана (VT1-0) и сплава Ti–40 мас.% Nb (Ti–40Nb). Были разработаны два состава электролита. В состав электролита № 1 входили следующие компоненты: Na₂HPO₄, β -Ca₃(PO₄)₂, NaOH, для получения Ag-содержащих КФ покрытий в электролит №2 кроме перечисленных компонентов, добавляли AgNO₃. Покрытия наносили на установке «MicroArc 3.0» (ИФПМ СО РАН).

Основные параметры процесса МДО варьировали в следующих пределах: напряжение 350 – 450 В, время нанесения покрытия 5 – 10 мин. Фазовый состав исследовали с помощью дифрактометра ДРОН-7 (ЦКП ИФПМ СО РАН «Нанотех» г. Томск). Исследования морфологии поверхности и элементного состава покрытий проводили методом РЭМ (Zeiss LEO EVO 50, ЦКП ИФПМ СО РАН «Нанотех» г. Томск), микроструктуру биопокрытий исследовали методом ПЭМ (JEM-2100 в ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН).

В результате исследования РЭМ-изображений установлено, что КФ покрытия имеют развитую морфологию поверхности. На поверхности покрытий присутствуют равномерно распределенные частицы изометричной формы. Сравнительный анализ РЭМ-

изображений и элементного состава выявил, что данные частицы соответствуют β -ТКФ, перенесенному из электролита в покрытие в процессе МДО.

Кроме того, на поверхности покрытий наблюдаются поры. Для описания поровой структуры был проведен анализ распределения пор по размерам. Установлено, что повышение напряжения процесса от 350 В до 450 В и добавление нитрата серебра в электролит способствует увеличению размеров пор от 1,7 мкм до 5,4 мкм. КФ биопокрытия на сплаве Ti-40Nb характеризуются наибольшими размерами пор, что объясняется более высокой интенсивностью микродуговых разрядов, идущих на поверхности сплава в процессе МДО.

В покрытиях на титане методом рентгеновского анализа идентифицированы кристаллические соединения α -, β -ТКФ и оксиды титана (анатаз и рутил). В покрытиях на сплаве Ti-40Nb присутствуют фазы α -, β -ТКФ и ГА. Биопокрытия, полученные на титане обладают более кристаллической структурой по сравнению с покрытиями на сплаве Ti-40Nb, о чем свидетельствует большее число дифракционных рефлексов, соответствующих кристаллическим фазам, а также высота и форма пиков. В покрытиях на Ti-40Nb сплаве с ростом напряжения процесса МДО наблюдается частичная аморфизация структуры.

Анализ, проведенный методом ПЭМ, подтвердил наличие в покрытиях кристаллических фаз α -, β -ТКФ и ГА. Причем на титане, кристаллиты α -ТКФ и ГА имеют изометричную форму, на сплаве Ti-40Nb – плоскую вытянутую форму. Также было обнаружено, что формирование ГА идет преимущественно на границах частиц ТКФ.

Результаты элементного анализа показали, что при напряжении процесса МДО 350 В наибольшая концентрация Ag наблюдается в покрытиях на сплаве Ti-40Nb, а при напряжении 450 В – в покрытиях на титановой подложке.

Таким образом установлено, что процессы МДО протекают интенсивнее на поверхности сплава Ti-40Nb при напряжении процесса 450 В, что подтверждается формированием в покрытиях соединений α -ТКФ и ГА, а также увеличением размеров пор до 5,4 мкм. Соединения серебра способствуют росту интенсивности процесса МДО, поскольку являются дополнительным источником катионов, участвующих в плазмохимических реакциях.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы фундаментальных исследований СО РАН, 2013–2020 гг., проект № III.23.2.5.

Список литературы

1. Mahapatro A. Bio-functional nano-coatings on metallic biomaterials // Materials Science and Engineering. – 2015. - № C55. P. 227 – 251.
2. Bouler J.M., Pilet P., Gauthier O., Verron Biphase E. Calcium phosphate ceramics for bone reconstruction: A review of biological response // Acta Biomaterialia. – 2017. – № 53. P. 1 – 12.
3. Лясникова А.В. Материалы и покрытия в медицинской практике / В.Н. Лясников, А.В. Лясникова, Т.Г. Дмитриенко. - Саратов: Научная книга, 2011. – 300 с.
4. Zhuravleva K., Müller R., Schultz L. Determination of the Young's modulus of porous β -type Ti-40Nb by finite element analysis // Materials and Design. – 2014. – № 64. P. 1 – 8.
5. Dorozhkin S.V. Calcium orthophosphate deposits: Preparation, properties and biomedical applications // Materials Science and Engineering. – 2015. – № C 55. P. 272 – 326.
6. Wang Y., Yu H., Chen C., Zhao Z. Review of the biocompatibility of micro-arc oxidation coated titanium alloys // Materials and Design. – 2015. – № 85. P. 640 – 652.
7. Stanic´ V., Janackovi´ D., Dimitrijevi´ S. Synthesis of antimicrobial monophase silver-doped hydroxyapatite nanopowders for bone tissue engineering // Applied Surface Science. – 2011. – № 257. P. 4510 – 4518.

Научное издание

**ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ
КОНСТРУКЦИОННОГО И МЕДИЦИНСКОГО
НАЗНАЧЕНИЯ**

Сборник трудов
Международной научно-технической
молодежной конференции

Компьютерная верстка *И.Э. Васильева*

Зарегистрировано в Издательстве ТПУ
Размещено на корпоративном портале ТПУ



Издательство

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ