Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет»

На правах рукописи

Петюкевич Мария Станиславовна

Оптимизация состава и процессов изготовления радиационно-защитного металломатричного композиционного материала с применением плазменного и ультразвукового воздействия

01.04.07 – физика конденсированного состояния

Диссертация на соискание учёной степени кандидата технических наук

> Научный руководитель: Доктор технических наук, профессор Хасанов О.Л.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	5
Глава 1. Современное состояние научных и практических основ разработки и	
получения радиационно-защитных композиционных материалов	. 12
1.1 Основные типы и свойства существующих композиционных материалов	. 13
1.1.1 Факторы, определяющие свойства композиционных материалов	16
1.1.2 Металломатричные композиционные материалы	18
1.1.3 Алюминиевые матричные сплавы для производства КМ	20
1.2 Технологические процессы получения и обработки ММК	22
1.2.1 Упрочнение ММК при введении наноразмерных наполнителей	25
1.3 Эксплуатационные условия радиационно-защитных материалов в космическом пространстве	29
1.3.1 Особенности радиационной защиты в космическом пространстве	32
1.3.2 Влияние радиации на электронные компоненты оборудования	34
1.3.3 Выбор материалов для производства корпусов космической техники	. 37
1.3.4 Существующие тенденции развития радиационно-защитных КМ	40
Выводы по Главе 1	54
Глава 2. Материалы и методики экспериментов	. 57
2.1 Материалы	57
2.1.1 Сплав АМг6	. 57
2.1.2 Микродисперсный порошок <i>B</i> ₄ <i>C</i>	58
2.1.3 Нанодисперсный порошок W	. 58
2.2 Методики изготовления образцов и исследования их свойств	. 59
2.2.1 Определение морфологии и элементного состава	59
2.2.2 Определение структуры и фазового состава	60
2.2.3 Анализ распределения частиц по размерам	. 60
2.2.4 Определение удельной поверхности	61
2.2.5 Методика оптимизации состава смесей	. 62
2.2.6 Методика оптимизации процессов консолидации	. 63
2.2.7 Дилатометрические исследования	66
2.3 Подготовка порошковых смесей	66

	2.4 Изготовление образцов металломатричного композиционного материала	67
	2.4.1 Компактирование порошковых смесей	67
	2.4.2 Вакуумное спекание образцов	69
	2.4.3 Искровое плазменное спекание	70
	2.5 Определение плотностей образцов	72
	2.6. Методика исследования радиационно-защитных свойств	72
	2.6.1 Исследование гамма-защитных свойств	72
	2.6.2 Исследование нейтроно-защитных свойств	73
	2.7 Молецирование рациационно-защитных характеристик	75
	2.7.1 Моделирование гамма защити их свойств	75
		. 75
	2.7.2 моделирование неитроно-защитных своиств	
т	Выводы по 1 лаве 2	/0
I	лава 3. Георетическое обоснование и экспериментальное подтверждение	
Э	ффективности плазменной и ультразвуковой технологии консолидации	
p	радиационно-защитного ММК	78
	3.1 Характеризация исходных компонентов ММК	78
	3.2 Дискретно-элементное моделирование упаковок порошковых смесей <i>B₄C-Al/Mg-W</i> с различных	М
	содержанием компонентов	. 86
	3.3 Исследование прессуемости отдельных компонентов и их смесей <i>B₄C-Al/Mg-W</i> с различным	
	содержанием компонентов	90
	3.4 Построение конечно-элементных моделей процесса консолидации исследуемых материалов дл	Я
	оптимизации кинематической схемы их прессования в изделия заданной формы в различных услов	виях
	внешнего воздействия	. 98
	3.5 Разработка практических рекомендаций по оптимизации технологического процесса получения	я
	изделий сложной формы из радиационно-защитного ММК	104
	3.6 Изготовление образцов металломатричного композиционного материала с применением	
	термического воздействия	109
	3.6.1 Изготовление образцов методом искрового плазменного спекания	110
	3.6.2 Моделирование и экспериментальная верификация ИПС металлокерамического композита	118
	3.6.2 Изготовление образцов металломатричногого композита методом компактирования с	
	последующим спеканием	120
	Выводы по Главе 3	121

Глава 4. Исследование радиационно-защитных свойств металломатричного						
композита						
4.1 Оценка ослабления гамма-излучения125						
4.2 Оценка ослабления тепловых нейтронов126						
4.3 Моделирование ослабления гамма-излучения металломатричным композитом 127						
4.4 Моделирование ослабления электронов металломатричным композитом 134						
4.5 Моделирование ослабления тепловых нейтронов металломатричным композитом 135						
Выводы по Главе 4						
Заключение						
Список сокращений и условных обознаений 143						
Список литературы14						
Приложения						
Приложение 1. Отчёт о проведённых исследованиях по ослаблению гамма-						
излучения экспериментальными образцами163						
Приложение 2. Отчёт о проведённых исследованиях по ослаблению нейтронного						
излучения экспериментальными образцами167						
Приложение 3. Акт приёмки-сдачи работ по проекту						

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. Для повышения ресурса работы космических летательных аппаратов (KA) большую актуальность имеет обеспечение надёжности радиационной защиты их внешней бортовой электроники. Эта же задача актуальна и для защиты электроники, эксплуатируемой в радиационноопасных условиях: в атомной энергетике, в ускорителях заряженных частиц, «ядерной медицине» и др. Федеральная космическая программа России на 2016-2025 годы, включающая подраздел «Космические средства для фундаментальных космических исследований», предполагает проведение комплексных мероприятий по созданию приборов для исследования и освоения Венеры, Марса и Фобоса. В связи с этим, необходимость улучшения качества и эффективности действия существующих и создание новых материалов защиты от ионизирующих излучений не вызывает сомнений. Основная задача исследовательских работ этой области заключается в создании новой комбинации материалов, способных при снижении массогабаритных характеристик обеспечить лучшие радиационно-защитные свойства, нежели у традиционно используемого алюминиевого аналога [1].

Используемые в настоящее время конструкционные сплавы, обладая удовлетворительными механическими свойствами, при эксплуатации в режиме высокодозного радиационного излучения подвержены разбуханию и структурным эффекты могут быть минимизированы применением изменениям. Такие металломатричных композитов (ММК) путём модифицирования матрицы из металлических сплавов керамическими, металлическими наполнителями со специфическими ядерно-физическими свойствами [2]. Применение наноразмерных радиационно-поглощающих керамических материалов в качестве дисперсных наполнителей радиационно-защитных композитов с металлической матрицей обусловлено низкой адгезией металла и керамики, а применение частиц тяжёлых металлов обусловлено их высокими поглощающими свойствами гамма- и рентгеновского излучения. Кроме того, в [3] показано, что использование ультрадисперсных порошков таких материалов может обеспечить лучшие защитные характеристики от рентгеновского излучения и от тепловых нейтронов.

В результате исследований [4] установлено, что использование наноразмерных частиц радиационно-поглощающих керамических и металлических материалов (*BN*, *B*₄*C*, *Pb* и *W*) приводит к увеличению коэффициента поглощения нейтронов в 1,5 раза и коэффициента рассеяния гамма- излучения на 30-40 %.

Степень разработанности темы исследования

Базовая технология производства радиационно-стойких несущих конструкций предусматривает использование процедур механохимического легирования и гомогенного смешивания смесей с последующим их спеканием горячей экструзией (непрерывное прессование) или горячим прессованием (ГП). Для горячей экструзии применяются мощные дорогостоящие горизонтальные прессы с усилием более 500 т и с возможностью подогрева прессовки до 300...500 °C. Плотность ММК, изготавливаемых таким способом, достигает 95-96% от теоретической плотности композита выбранного состава. Однако метод имеет существенные ограничения по геометрии изделий (длинномерные изделия постоянного сечения). более Финишное изготовление изделий сложной формы осуществляют механической обработкой полученных заготовок (токарной, фрезерной), что сопряжено с образованием отходов (стружки) дорогостоящего материала. Лишённый этого недостатка, метод горячего прессования порошковых материалов реализуется длительными процессами и не может конкурировать с непрерывной экструзией по производительности.

В [5, 6] показано, что эффективным подходом является применение порошковых ММК, состоящих из лёгкого и прочного алюмо-магниевого сплава (матрицы), в котором гомогенизированы поглотители ионизирующих излучений: наночастицы вольфрама (для ослабления гамма-излучения) и карбид бора (для ослабления нейтронного излучения). При этом негативное влияние бета-излучения на керамические компоненты такого композита может наблюдаться только при чрезвычайно высоких энергиях электронов или при их локальном интенсивном воздействии [7-21]. Таким образом, одним из перспективных вариантов улучшения экономичности технологии производства корпусных элементов радиационной защиты бортовой электроники КА представляется применение лёгких ММК, изготавливаемых методами порошковой технологии: современными способами компактирования и спекания порошковых материалов, с привлечением на стадии оптимизации методов моделирования этих процессов [22-29].

Актуальной является задача разработки и описания теоретических основ и апробации новых экономичных способов создания ММК, обладающих необходимыми радиационно-защитными свойствами, а также исследования формирования структуры и свойств получаемых материалов.

<u>Объект исследования:</u> порошковые системы на основе металлов и керамических соединений различной дисперсности, а также изготовленные из них композиционные материалы.

<u>Предмет исследования</u>: процессы уплотнения порошковых смесей ММК, в том числе, под внешним ультразвуковым и плазменным воздействием, а также их влияние на физические и структурные свойства композита.

Целью работы является оптимизация компонентного состава, условий и режимов консолидации лёгкого металломатричного композитного материала на основе порошков алюмо-магниевого сплава с добавлением карбида бора и наночастиц вольфрама для достижения беспористого состояния с сохранением требуемых радиационно-защитных свойств.

Для достижения указанной цели были поставлены следующие задачи:

 разработать оптимальный состав металломатричного композита АМг6-В₄С-W, обеспечивающий близкую к абсолютной плотность, на основе теоретических оценок и комплексного исследования морфологических, дисперсных и структурных свойств исходного сырья;

 установить закономерности влияния технологических режимов и параметров дополнительного воздействия на свойства ММК состава АМг6-В₄С-W с различным содержанием компонентов;

исследовать фазовый состав и микроструктуру композита АМг6-В₄С W, изготовленного в различных условиях и режимах консолидации;

 провести модельную и экспериментальную оценку коэффициентов ослабления нейтронного и гамма-излучений ММК, изготовленных методом ИПС; провести моделирование ослабления гамма-, нейтронного и электронного излучений материалом ММК, на примере АМг6-B₄C-W;

5) провести модельную оптимизацию кинематической схемы уплотнения порошкового ММК в изделие – рамку радиационно-защитного корпуса

6) разработать практические рекомендации по оптимизации технологического процесса получения изделий сложной формы из радиационно-защитного ММК.

<u>Научная новизна</u> работы заключается в экспериментально подтверждённом модельном и теоретическом обосновании оптимального состава композиционной порошковой смеси, а также режимов ИПС (искровое плазменное спекание), обеспечивающих получение беспористого ММК в изделии требуемой формы и размеров; в применении теоретических положений, подходов и принципов механистической модели для описания и эффективной реализации рациональных приёмов прессования в изделия на основе порошковых смесей разнородных материалов (металл-керамика).

Практическая значимость работы. Обоснованы оптимальные режимы формования ММК смеси порошков заданного состава ультразвуковым прессованием (УЗП) и коллекторным прессованием (КП), которые при последующем спекании позволяют получать изделия заданных размеров и формы требуемыми (рамки, пластины с конструкционными элементами), без необходимости дальнейшей механообработки (токарной, фрезерной). Такой подход существенно повышает экономичность технологии и расширяет номенклатуру допустимых форм изделий по сравнению с применяемыми в настоящее время методами горячей экструзии и горячего прессования.

Отличительной особенностью такого подхода является применение рациональных приёмов прессования (УЗ- и коллекторного), обеспечивающих равномерное распределение плотности по объёму ММК-изделий заданной геометрии и размеров. Показано, что ММК состава АМг6 (74 %)+B₄C (6 %)+W (20 %) имеет коэффициенты ослабления тепловых нейтронов 3,03; надтепловых нейтронов – 3,23; гамма-квантов с энергией до 137 кэВ – 1,34, которые превышают соответствующие коэффициенты ослабления чистого сплава АМг6 по тепловым и надтепловым нейтронам в 3 раза и по гамма-квантам – на 34 %. Практическая значимость найденных технических решений подтверждена патентом РФ RU2616315C1 «Способ получения алюмоматричного композитного материала».

Основные положения, выносимые на защиту:

- Разработанный состав ММК АМг6 (74 %)+*B*₄*C* (6 %)+W (20 %) является оптимальным для формирования в процессе компрессионной и термической консолидации пространственно-связанной (непрерывной) металлической матрицы, необходимой для формирования прочного каркаса изделия из ММК при сохранении требуемых радиационно-защитных свойств.
- 2) Оптимальные режимы ИПС-консолидации разработанного состава ММК при давлении подпрессовки 30 МПа и температуре от 440 до 490 °C обеспечивают получение беспористого композита с коэффициентами ослабления 3,34 для тепловых нейтронов; 3,26 для надтепловых нейтронов; 1,34 для гамма-квантов с энергией до 137 кэВ.
- Оптимальные режимы УЗП разработанного состава ММК при давлении прессования 800 МПа и мощности УЗВ 2 кВт обеспечивают получение композита с плотностью не менее 95 % от теоретической без последующего спекания.
- Сочетание УЗ-воздействия с коллекторной схемой прессования разработанного состава ММК обеспечивает равномерное распределение плотности по объёму изделия в форме рамки-корпуса.

Апробация работы. Основные результаты работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: V Международный молодежный

форум «Инженерия для освоения космоса» (Томск, 2017), XIII Международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук» (Томск, 2016), Международная конференция с элементами научной школы для молодежи «Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении» (Томск, 2015), научно-техническая конференция «Современные достижения в области создания перспективных неметаллических композиционных материалов и покрытий для авиационной и космической техники» (Москва, 2015).

Часть результатов, представленных в работе, использована в ходе выполнения ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» по теме «Разработка технологии получения новых функциональных керамоматричных композиционных материалов, с улучшенными электрофизическими И термомеханическими свойствами для оборонной, электронной и авиакосмической промышленностей» (Приложение 3) и пункта 2.14 «Разработка технологий функциональных и радиационно-защитных композитных и керамических наноструктурных материалов. Применение 3D печати в производстве изделий сложной формы для ракетно-космической техники на основе квазиизостатического прессования (КИП) тугоплавких порошков в эластичных оболочках» программы ВИУ ТПУ в САЕ «Космическое материаловедение».

<u>Публикации.</u> По результатам выполненных исследований опубликовано 36 работ, из них: 14 статей в журналах из перечня ВАК, 14 статей в зарубежных журналах, входящих в базы данных Web of Science и Scopus, и 8 тезисов докладов по итогам конференций.

<u>Достоверность полученных в работе результатов</u> обеспечивается корректностью поставленных задач и обоснованностью подходов к их решению, использованием высокоточных аналитических методов исследования свойств материалов и современного технологичного оборудования для их переработки, современных методов обработки данных и модельного описания процессов,

большим массивом обработанных данных и сопоставлением полученных результатов исследования с общепринятыми теоретическими представлениями.

Личный вклад автора состоит в выборе направления, участии в постановке цели и задач исследований. При непосредственном участии автора построены модели упаковок частиц ММК с различным содержанием компонентов, модели деформации порошковой смеси в различных условиях перемещения формообразующих элементов, исследована модель поведения разработанного композита при радиационном воздействии при изменении состава компонентов ММК. Автором проведён комплекс экспериментальных исследований в процессах подготовки порошковых смесей, их консолидации в модельные образцы, пробоподготовки, определения их структурных и реологических свойств методами рентгенофазового анализа, оптической, атомной силовой, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, термического анализа. С участием автора разработана конструкция графитового контейнера для экспериментальной оценки свойств образцов нейтроно-защитных изготовленных модельных ММК. Представленные в работе эксперименты по прессованию и спеканию выполнены самим автором или проведены при непосредственном его участии. Автор обработал и систематизировал полученные экспериментальные результаты, сформулировал положения и выводы диссертационной работы.

<u>Структура и объем работы.</u> Диссертация состоит из введения, 4 глав, выводов, 68 рисунков, 27 Таблиц, 3 приложений, списка литературы из 148 наименований и изложена на 173 страницах.

ГЛАВА 1. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ НАУЧНЫХ И ПРАКТИЧЕСКИХ ОСНОВ РАЗРАБОТКИ И ПОЛУЧЕНИЯ РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Понятие «композиционный материал» (КМ), или композит, сформировалось в середине XX века. Однако принципы объединения разнородных материалов известны человечеству достаточно давно. Принцип построения композиционных материалов заимствован человеком у природы. Ствол дерева и стебель растения, кость человека и животного являются типичными природными композиционными материалами [30].

Возможность сочетания разнородных веществ обеспечивает формирование нового материала, обладающего свойствами, существенно отличающихся от свойств отдельных его компонентов. Таким образом, основным признаком КМ является заметное взаимное влияние его элементов, т.е. проявление нового качества, определяющего функциональную пригодность материала. обладать Композиционный должен следующей совокупностью материал признаков [31]:

- 1) форма, распределение компонентов и состав материала продуманы заранее;
- 2) материал не является природным;
- в состав материала входит несколько компонентов (два или более), которые разделены межфазной границей и отличаются по химическому составу;
- конечные характеристики материала определены входящими в него компонентами;
- функциональные свойства материала являются уникальными, ими не обладают компоненты по отдельности;
- в микромасштабе материал не однороден, но однородность присутствует в макромасштабе.

Композиционные материалы – это многокомпонентные материалы, которые состоят из основы-матрицы и армирующего наполнителя. Роль матрицы заключается в обеспечении сохранности необходимых размеров и формы, связывании наполнителя. Кроме того, матрица непрерывна по всему объёму и

формирует параметры получаемого материала. Армирующий компонент разделён в объёме материала и придаёт специальные свойства путём принятия внешней нагрузки.

Современная физика металлов дала подробное разъяснение по закономерностям увеличения прочности и способами управления механическими свойствами, что явилось предпосылками к интенсивной разработке новых КМ. Новые материалы, применяемые в промышленности и технике, также включают в область композиционных материалов.

К настоящему времени сложилось чёткое понимание классификационных признаков, позволяющих достаточно ясно представлять весь спектр данной немалой и весьма перспективной группы материалов.

1.1 Основные типы и свойства существующих композиционных материалов

В настоящее время существует классификация композиционных материалов по следующим основным признакам: материалу входящих в состав компонентов; расположению и геометрии структурных составляющих; области применения и методу изготовления [32].

По материалу составляющих компонентов различают:

- металлические композиционные материалы;
- композиционные материалы на основе интерметаллидов;
- керамические композиционные материалы;
- композиционные материалы на основе неметаллических компонентов;
- композиционные материалы на основе полимеров.

Важным признаком классифицирования КМ является материал матрицы. Обеспечение монолитности, целостности материала и придание необходимой формы изделию из композиционного материала является задачей матрицы. Благодаря объединению в единое целое разнообразных компонентов с помощью матрицы, изделие приобретает способность выдерживать различного рода нагрузки (изгиб, растяжение, сдвиг, сжатие и пр.). Матрица принимает участие в придании композиции несущей способности путём передачи прикладываемых усилий на упрочняющие волокна. Пластичная матрица передаёт усилия от дискретных или разрушенных единиц наполнителя не повреждённым, таким образом уменьшается концентрация напряжений околодефектных областей [33].

Матрицами в композиционных материалах часто служат никель, алюминий, магний, титан, а также их сплавы. Кроме того, используют неметаллические матрицы. Широкое распространение в качестве неметаллических матриц получили полимеры и керамика. В зависимости от типа, применяемого в качестве матрицы материала, композиты имеют следующие названия: в случае использования керамики - керамические (ККМ), металла – металлические (ММК), углерода – углерод-углеродные (УУКМ), полимера – полимерные (ПКМ).

Полимерные КМ способны работать при температурах, не превышающих 150 °C, металлические на основе алюминия и магния – до 450 °C. Если в качестве материала матрицы используются никель, хром или титан, то такие материалы способны сохранять свои функциональные качества до 1000 °C. КМ с керамической и углеродными матрицами остаются стабильными при температурах свыше 1000 °C [34].

По расположению и геометрии структурных составляющих различают слоистые композиционные материалы, волокнистые композиционные материалы, дисперсно-упрочненные композиционные материалы.

Слоистые композиционные материалы состоят из послойно расположенных компонентов, два размера которых (длина и ширина) значительно превышают третий (толщину). При осаждении из газовой фазы формируются слоистые композиты субмикроструктурированного уровня. Слоистые композитные материалы микроструктурированного уровня формируются при направленной кристаллизации в слоистых эвтектических структурах. Слоистые композиты макроскопического уровня получают при объединении металла с металлом, металла с полимером, полимера с полимером и др. Данные материалы представляют из себя разнородные слои с различной природой границы раздела, толщиной от 0,1 мм до десятков миллиметров. Для исключения взаимного

перемещения слоёв при воздействии механических нагрузок и температуры связь между слоями должна быть достаточно прочной.

В волокнистых композиционных материалах наполнителем служат одномерные армирующие компоненты, два размера которых значительно меньше третьего. В волокнистых композитах пластичная матрица из алюминия, магния, бериллия, титана и других металлов и сплавов наполняется волокнами, имеющими толщину от нескольких микрон до нескольких микрометров. Армирующими материалами служат металлическая проволока, волокна бора или углерода, полученные методом направленной кристаллизацией фазы и усы, неметаллы, изготовленные по особым методикам, стекловолокна, органические и базальтовые волокна, керамические волокна из карбида кремния и оксида алюминия и др. Выбор волокна определяется назначением композита, а также физико-химической природой взаимодействия материалов матрицы и волокна.

Дисперсно-упрочненные композиционные материалы [35], армированные частицами, содержат нульмерный компонент, размер которого в трёх измерениях много меньше размера материала. Армирующие частицы хаотично распределены в материале матрицы. Количество частиц второй фазы влияет на упрочнение матрицы путём препятствия распространению дислокаций при «нагружении» материала – такие материалы называют дисперсно-упрочненными, либо снимают нагрузку с матрицы путём принятия нагрузки на себя – армированными частицами. Размер частиц в дисперсно-упрочненных композиционных материалах составляет менее 1 мкм, их количество обычно составляет 1-15 %, при этом в качестве дисперсных фаз используют оксиды, бориды, силициды, карбиды, а также интерметаллиды.

В соответствии с классификацией по методам получения, композиционные материалы подразделяются на материалы, полученные жидкофазными и твердофазными методами, методами напыления, а также комбинацией этих методов. Направленная кристаллизация сплавов и пропитка относятся к жидкофазным методам. Прокатка, ковка, экструзия, штамповка, прессование, диффузионная сварка относятся к твердофазным методам. В твердофазных

методах получения композиционных материалов матрица вводится в виде тонких листов или порошка. Композиционные материалы, представляющие из себя совокупность чередующихся слоёв армирующего наполнителя и матричного элемента, называют «сэндвич-композицией» [36].

Композиционные материалы, полученные методами осаждения/напыления, представляют собой волокно, на которое из растворов солей или других соединений наносится материал матрицы.

Суть комбинированных методов изготовления композиционных материалов состоит в параллельном или последовательном применении перечисленных выше методов. Примером комбинирования методов может служить метод искрового плазменного спекания (ИПС), где параллельно протекают процессы компактирования образца и его разогрев.

1.1.1 Факторы, определяющие свойства композиционных материалов

Создание материала, отвечающего необходимым условиям эксплуатации и конструкционным требованиям, может быть успешно реализовано при помощи оптимального подбора материалов армирующего компонента и материала матрицы, а также при правильном выборе способа совмещения компонентов и технологии их обработки.

Упрочнение КМ преимущественно начинается, когда армирующие составляющие выступают ограничителями механической деформации матрицы. Свойства КМ, как известно, в большей степени определяются структурой поверхности раздела наполнитель - матрица, формирующейся на всех стадиях процесса изготовления материала, а иногда - изменениями при эксплуатации.

Такие характеристики как сдвиговая прочность, модуль упругости, термостойкость и вязкость разрушения существенно зависят от прочности материала, поэтому важным моментом при формировании свойств композиционного материала является возможность управления взаимодействиями, происходящими на границах раздела фаз.

Для обеспечения работоспособности материала, в том числе эффективной передачи механической нагрузки, граница раздела матрица-наполнитель должна обладать определёнными свойствами. Матричная основа должна быть совместима с материалом наполнителя, т.е. граничная адгезионная связь должна быть устойчивой к разрушающему действию усадочных и термических напряжений. При этом на границе раздела не должны происходить интенсивные диффузионные процессы и химические реакции, так как это может приводить к деградации материалов. Непрерывный физический контакт между фазами, который необходим для формирования прочных адгезионных связей, достигается при смачивании матричным составом наполнителя.

Улучшение смачивания достигается путём нанесения методами газофазного или электролитического осаждения на наполнитель технологических покрытий, а также модифицированием матрицы поверхностно-активными добавками, такими как магний, кальций, литий или натрий.

Эффективность упрочняющих частиц определяется межчастичным расстоянием, т.е. расстоянием между центрами частиц, а также средним свободным промежутком между частицами. Средний свободный межчастичный промежуток (L_p) – это среднее свободное расстояние между частицами вдоль произвольно проведенной прямой линии в произвольном сечении образца.

Среднее свободное расстояние между частицами и межчастичное расстояние связаны с объёмным содержанием частиц V_p и диаметром частиц D в приведённых уравнениях (1.1) и (1.2):

$$L_p = \frac{2}{3} D \frac{1 - V_P}{V_P},\tag{1.1}$$

$$d_p = \frac{D}{\sqrt{V_P}} \sqrt{\frac{2}{3}}.$$
 (1.2)

Эффективность дисперсного упрочнения наблюдается при условии, что межчастичное расстояние *d_p* будет составлять от 0,01 до 0,3 мкм. Должны быть

сохранены пластичность, электро- и теплопроводность, а также ударная прочность матрицы. Прочность и сопротивление ползучести являются исключением.

При равномерном распределении в материале матрице частиц размерами от 10 до 500 нм и среднем расстоянии между ними от 100 до 500 нм, достигается высокая прочность композиционного материала.

Таким образом, можно сказать, что объединение различных компонентов и их совместная работа позволяет достичь эффекта, равносильного производству нового материала, обладающего качественными и количественными свойствами, отличными от его начальных компонентов.

Путём варьирования состава или изменением соотношения компонентов, возможно менять жёсткость, прочность, уровень рабочих температур и прочие характеристики получаемого композиционного материала.

1.1.2 Металломатричные композиционные материалы

При производстве композиционных материалов нужно учитывать необходимость полной совместимости компонентов друг с другом, при том, что механическое и химическое взаимодействие между ними должно быть минимальным. Армирующий наполнитель комбинируется с матрицей, материал которой выбирается по принципу простоты изготовления из неё конечного изделия.

Более серьёзной является проблема механической и химической совместимости в металломатричных композитах [37-42], так как температура изготовления таких материалов более высокая. Вопрос химической совместимости компонентов решается двумя способами: либо используют низкотемпературную (в твёрдом состоянии) технику изготовления, либо выбирают термодинамически стабильные составляющие фазы, находящихся в равновесии друг с другом.

Необходимая совместимость достигается путём использования пластичной матрицы, которая при деформировании принимает на себя возникающие при термической обработке деформации, либо путём выбора армирующего компонента

и матрицы, которые имеют близкие температурные коэффициенты линейного расширения (ТКЛР).

Металломатричные композиционные материалы имеют преимущества, которые важны при эксплуатации конструкционных материалов. Эти преимущества возникают при комбинировании таких свойств, как высокий модуль упругости, высокая прочность, высокая вязкость и ударная вязкость, малая чувствительность к тепловым ударам или изменениям температуры, малая чувствительность к поверхностным дефектам и высокая поверхностная стойкость, хорошая повторяемость свойств, а также хорошая технологичность основы при конструировании.

Важным преимуществом использования металлов в качестве материала матрицы для производства высокомодульных композиционных конструкций, является относительная стабильность свойств металла при изменении температуры.

Использование керамических материалов в качестве материала матрицы ограничено низким сопротивлением тепловым ударам, по сравнению с металлами. Матрицы из полимерных материалов чувствительны к изменениям температуры. При умеренно повышенных температурах полимеры способны разупрочняться, терять сопротивление окислению, коррозии и эрозии. Алюминиевые, никелевые и титановые конструкционные сплавы значительно менее чувствительны к изменениям температурных режимов эксплуатации.

Только для металлических сплавов, возможно осуществить точный контроль физических и механических свойств. Эта особенность важна и при производстве металломатричных композиционных материалов, где важны не только свойства матричного материала, но и свойства поверхностей разделов и соединения, которые должны быть постоянны и воспроизводимы.

Хорошая технологичность сплавов, используемых при производстве ММК, также является их несомненным преимуществом.

1.1.3 Алюминиевые матричные сплавы для производства КМ

Если выбор армирующих частиц для производства алюминиевых КМ ограничен (борные и углеродные волокна, стальная проволока, нитевидные кристаллы, а также волокна карбида кремния и оксида алюминия), то в выборе матричных сплавов предоставляются значительно большие возможности. В настоящее время в промышленности используется более сорока деформируемых и более двадцати литейных алюминиевых сплавов. Поэтому наличие определённых требований (критериев) для выбора матричных сплавов позволяет во много раз сократить время на разработку КМ, а также максимально приблизить эксплуатационные свойства материала к искомым [43-45].

Определяющей характеристикой может быть прочность на растяжение или сжатие, сопротивление распространению трещины, жаропрочность, вязкость разрушения, коррозионная стойкость и др. и сочетание нескольких характеристик. Назначением материала в основном и определяется выбор матричных сплавов [46, 47].

При конструировании КМ необходимо учитывать технологическую и ресурсную совместимость материала матрицы и армирующего материала.

Технологическая совместимость определяется разупрочнением армирующего материала в процессе изготовления КМ, ресурсная совместимость разупрочнением армирующего наполнителя в процессе длительной эксплуатации в условиях повышенных температур и напряжений. В металлических КМ практически не удаётся реализовать полностью прочность волокон и достичь максимальной прочности, определяемой правилами аддитивности [48]. Наряду с факторами, снижающими прочность КМ, таких, как дисперсия прочности и модуля упругости, неравномерность распределения волокон и их разориентация и др., бывает фактор определяющим совместимости компонентов часто работоспособность композиции.

Разупрочнение КМ происходит либо в результате растворения наполнителя в матрице, либо в результате активированной элементами матричного сплава рекристаллизации их, либо в результате образования промежуточных фаз (борида

или карбида алюминия в бор- алюминии и углеалюминии, интерметаллидов в КМ Al - сталь), резко снижающих не только прочностные, но и коррозионные и другие физико-механические свойства КМ [49-50].

Для получения КМ твердофазными методами используют деформируемые алюминиевые сплавы, химический состав которых приведён в Таблицах 1.1 и 1.2. Такие сплавы имеют малую плотность, хорошую коррозионную стойкость, высокие тепло- и электропроводность, хорошие технологические свойства.

Таблица 1.1 - Содержание легирующих компонентов в деформируемых алюминиевых сплавах [49]

Марка	Содержание легирующего компонента, %								
сплава	Си	Mg	Mn	Si	Cr	Be			
АДО	0	0	0	0	0	0			
АД1	0	0	0 0 0		0	0			
АМц	0	0	1,0÷1,6	0	0	0			
АМг2	0 1,8÷2	1,8÷2,6	0,2÷0,6	0	0	0			
АМг3	0	3,2÷3,8	0,3÷0,6	0,5÷0,8	0	0			
ΑΜΓ5	0	4,8÷5,8	0,3÷0,6	0	0,5	0,0002÷0,005			
АМг6	0	5,8÷6,8	0,5÷0,8	0	0	0,0002÷0,005			
АД33	0,15÷0,40	0,8÷1,2	0	0,4÷0,8	0,15÷0,35	0			
Д1	3,8÷4,8	0,4÷1,2	0,4÷0,8	0	0	0			
Д16	3,8÷4,9	1,2÷1,8	03÷0,9	0	0	0			

Таблица 1.2 - Содержание примесей в деформируемых алюминиевых сплавах [51]

Марка	Содержание примеси, %, не более							
сплава	Fe	Si	Си	Mn	Ni	Zn	Ti	Mg
АДО	0,30	0,3	0,02	0,25	0	0,1	0,1	0,05
АД1	0,30	0,3	0,02	0,25	0	0,1	0,15	0,05
АМц	0,7	0,6	0,15	0	0	0,1	0,2	0,2
АМг2	0,4	0,4	0,1	0	0	0,2	0,1	0
АМг3	0,5	0	0,1	0	0	0,2	0,1	0
ΑΜΓ5	0,5	0	0,1	0	0	0,2	0,1	0
АМг6	0,4	0,4	0,1	0	0	0,2	0	0
АД33	0,7	0	0	0,15	0	0,25	0,15	0
Д1	0,7	0,7	0	0	0,1	0,3	0,1	0
Д16	0,5	0,5	0	0	0,1	0,3	0,1	0

1.2 Технологические процессы получения и обработки ММК

Существует несколько способов получения ММК. К ним относятся твердофазные и жидкофазные методы, методы осаждения-напыления. Кроме того, возможно применение комбинации этих методов.

В твердофазных методах получения, матрица находится в твёрдом состоянии, в виде фольги, компактного металла или порошка.

В жидкофазных методах расплавленную матрицу совмещают с упрочняющими волокнами или дисперсными частицами. К жидкофазным методам относят метод направленной кристаллизации и метод пропитки волокон жидким матричным сплавом. При получении ММК методами осаждения-напыления, материал матрицы наносятся на армирующий наполнитель из расплавов солей или иных химических соединений.

Комбинированные методы – это параллельное или последовательное применение перечисленных выше методов получения ММК. Армирующий компонент вводится в металлическую матрицу в твёрдом состоянии.

Исключением является получение эвтектических КМ, где армирующий компонент образуется из расплава, в процессе направленной кристаллизации эвтектики.

Выбор метода получения ММК зависит от начальных компонентов, возможности внесения упрочняющей фазы без повреждений, равномерности распределения компонентов в матрице и т.д.

При получении ММК преимущественно используют обработку давлением и процессы порошковой металлургии.

Обработка давлением

Результатом обработки давлением являются KM c матрицей ИЗ деформируемых сплавов пористой компактной форм. Армирующим И компонентом могут быть хрупкие и пластинчатые волокна. Основное преимущество данной группы методов – это отсутствие разрушающего действия между матрицей и наполнителем при малом времени контакта между ними. Основным недостатком является возможность разрушения компонентов при

пластических деформациях вследствие возникновения высоких напряжений. Технологические режимы уплотнения следует выбирать таким образом, чтобы возникающая пластическая деформация не являлась причиной разрушения упрочнителя. Кроме того, необходимо, чтобы возникала прочная адгезионная связь между компонентами.

Процессы порошковой металлургии

При получении КМ методами порошковой металлургии матрица находится в порошкообразном виде. В качестве армирующих элементов используют непрерывные и дискретные волокна, дисперсные частицы, нитевидные кристаллы, ткани и сетки из волокон. В отличие от других методов получения ММК, метод порошковой металлургии позволяет использовать в качестве матричного материала трудно деформируемые металлы, сплавы, соединения, достичь высокой концентрации армирующего компонента, обеспечить при необходимости сочетание дисперсного упрочнения и армирования, использовать оборудование, традиционно применяемое в порошковой металлургии. Недостатками метода является возникновение комкования при перемешивании шихты и волокон, которое приводит к неравномерности распределения коротких волокон по объёму готового изделия, вероятность повреждения хрупких волокон при смешивании и высокое содержание оксидов и других примесей из-за развитой поверхности порошков матричного материала [52].

Принципиальная технологическая схема производства изделий методами порошковой металлургии состоит из следующих основных операций:

– получение порошков с требуемыми свойствами;

- подготовка и формование порошков;
- спекание сформованных заготовок;
- последующая обработка давлением, термическая или химико-термическая обработка, обработка резанием.

Состав, свойства порошка и его структура зависят не только от способа получения, но и от природы исходного металла. Металлические порошки характеризуют по химическим, физическим и технологическим свойствам.

Способы производства порошков условно разделяют на две большие группы: механические и физико-химические методы.

При механических способах синтеза порошков переход исходного материала в состояние порошка осуществляется при механическом измельчении в жидком или твёрдом состоянии, при этом химический состав исходного материала остаётся без изменения (дробление и размол, распыление, грануляция и обработка резанием).

При физико-химическом синтезе меняется агрегатное состояние или химический состав исходного материала. Основными способами являются электролиз металлов, восстановление окислов и термическая диссоциация карбонильных соединений.

В зависимости от метода изготовления порошка получают следующие формы частиц: сферическую - при карбонильном способе распыления, губчатую при восстановлении, осколочную - при размоле в шаровых мельницах, дендритную - при электролизе, каплевидную - при распылении. Эта форма частиц может изменяться при последующей обработке порошка (размоле, отжиге, грануляции).

Формование порошков - технологическая операция по образованию из свободно насыпанного порошка тела с заданными формой, размерами, плотностью и прочностью.

На рисунке 1.1 представлена схема технологического процесса производства ММК методами порошковой металлургии. Следует заметить, что в существующих технологических приёмах переработки ММК потенциал методов плазменного воздействия и вибрационного уплотнения не исчерпан и открыт для дальнейшего развития.

В процессах уплотнения порошкового материала происходит значительное изменение объёма прессуемого тела. Уплотнение на начальной стадии протекает за счёт перемещения частиц порошка и их более плотной упаковки, на следующих стадиях уплотнение является результатом либо упругой и пластической деформации частиц, либо их хрупкого разрушения (в зависимости от свойств деформируемых порошков).



Рисунок 1.1 - Схема технологического процесса производства ММК методами порошковой металлургии

С повышением давления, прочность заготовки растёт за счёт как механического сцепления частиц, так и за счёт сил межмолекулярных и межатомных и связей. Улучшение процесса прессования можно достичь при помощи смазки и других технологических приёмов. Прессование производят на механических или гидравлических прессах при давлении прессования от 200 до 1000 МПа, в зависимости от назначения изделия и свойств порошка. Детали прессформ изготавливают из твёрдых сплавов и высокоуглеродистых легированных сталей. Стойкость пресс-форм из сталей составляет 1-50 тысяч прессовок, твердосплавных пресс-форм - до 500 тысяч прессовок [53].

1.2.1 Упрочнение ММК при введении наноразмерных наполнителей

Путём введения В матрицу наноразмерных упрочняющих частиц (нанопорошков различных составов) [54] можно добиться повышения жёсткости, жаропрочности и размерной стабильности ММК, улучшить триботехнические характеристики. Данная процедура позволяет увеличить конкурентоспособность дисперсно-упрочненных КМ в сфере автомобилестроения, аэрокосмической радиационной защиты. Изучение формирования техники и структуры и прогнозирование свойств ММК при введении ультрадисперсных (наноразмерных) упрочняющих частиц является актуальной задачей исследования.

В соответствии с классическим определением механизма упрочнения [55, 56] увеличение объёмного содержания упрочняющей фазы приводит к увеличению прочности и заметному снижению пластичности материала. Снижение прочности при растяжении и пластичности дисперсно-упрочненных ММК обуславливается либо зарождением трещин на поверхности фазового раздела, либо в местах скопления упрочняющей фазы [57]. Модуль упругости ММК, упрочнённых дисперсной фазой рассчитывается в соответствии с правилом аддитивности (1.3):

$$E_c = V_m E_m + V_p E_p, (1.3)$$

где V_m и V_p – объемные доли матрицы и частиц; E_C , E_m и E_p – модули упругости композита, матрицы и наполнителя соответственно.

В соответствии с описанными выше причинами, реальные и расчётные модули упругости КМ заметно отличаются. На механические и эксплуатационные свойства КМ оказывает влияние тип упрочняющей фазы.

В дисперсно-упрочненных материалах существует два типа распределения упрочняющих частиц, являющихся препятствием для движения дислокаций, благодаря чему происходит блокирование субграниц и границ зёрен частицами, а, следовательно, упрочнение КМ [58]. Сам механизм упрочнения может быть отличным от традиционно протекающего в обычных металлах и сплавах.

Основными требованиями к материалу наполнителя, способствующими его наибольшей эффективности в качестве упрочняющей фазы, являются:

- тугоплавкость (T_{nn} более 1000°С);
- высокая твёрдость и модуль упругости;
- − высокая дисперсность ($S_{\nu d} \ge 10 \text{ м}^2/\text{г}$);
- отсутствие коалесценции частиц.

Дисперсная схема упрочнения

В дисперсной схеме упрочнения, частицы равномерно распределены как в самом зерне матрицы, так и по его границе (Рисунок 1.2) [59]. Данная схема трудна для реализации, но является наиболее предпочтительной в связи с возможностью получения наилучших механических свойств. Равномерность распределения

упрочняющих частиц позволяет уменьшить длину пробега дислокаций. Наиболее эффективным, позволяющим снизить длину пробега дислокации на половину, считается объёмное содержание армирующих частиц до 7 %.



Рисунок 1.2 - Дисперсная схема распределения частиц [59]

Агрегатная схема упрочнения

При реализации агрегатной схемы распределения, частицы армирующего наполнителя располагаются по границам зёрен матрицы (Рисунок 1.3).



Рисунок 1.3 - Агрегатная схема распределения частиц [59]

Влияние упрочняющих частиц на свойства материала заключается в основном в характере скольжения дислокаций. Дислокация может либо обойти препятствие, либо разрезать её. Если соблюдается условие когерентности между кристаллической решётки частицы и матрицы, то плоскость движения дислокации вероятнее всего пройдёт через частицу [60]. В случае несоблюдения условия когерентности вокруг частицы возникает поле напряжений, что значительно затрудняет скольжение дислокаций. Для того, чтобы дислокация преодолела это поле, нужно увеличить движущее напряжение.

В случае когерентной частицы с сильным полем, либо при некогерентных частицах наблюдается сильное сопротивление сдвигу, что увеличивает вероятность огибания частицы, препятствующей передвижению дислокации в материале матрицы. Согласно теории Орована [61], дислокационная линия будет выгибаться между охваченными ею неперерезаемыми частицами до тех пор, пока не будут притянуты участки соседней дислокации. Таким образом возникают дислокационные петли.

Если при введении упрочняющих частиц в матрице не образуется поля искажения, возможен другой механизм обхода частиц дислокациями, который называется локальным поперечным скольжением. При скольжении дислокации образуются выгибающиеся винтовые дислокации, которые впоследствии аннигилируют, образуются призматичные петли.

Наиболее эффективное упрочнение происходит при введении ультрадисперсных частиц (Рисунок 1.4) [62].



Рисунок 1.4 - Влияние размера частиц упрочнителя на напряжение Орована [62]

Вносимые частицы вызывают сильное деформационное упрочнение, которое значительно выше, чем у чистых металлов.

Свойства металла, упрочнённого наночастицами, существенно зависят от равномерности их распределения. Наибольший упрочняющий эффект наблюдается при умеренной агрегации частиц (Рисунок 1.5).



а - частицы упрочнителя больше частиц матрицы, *б* - частицы упрочнителя и частицы матрицы одинаковы, *в* - частицы упрочнителя меньше частиц матрицы

Возможность появления полостей и пор вблизи частиц приводит к разрушению материала. Если размер частицы составляет более 1,5 мкм, то частица служит микрокоцентратором напряжений, которые могут привести к ее внутреннему расслоению. При использовании частиц размерами от 200 до 1500 нм, между частицами упрочнителя и матрицы возникают поры и мостики. При использовании частиц с размерами менее 100 нм, наблюдается хорошее соединением с матрицей, не приводящее к образованию пор [63].

1.3 Эксплуатационные условия радиационно-защитных материалов в космическом пространстве

Галактическое космическое излучение (ГКЛ), солнечные космические лучи (СКЛ) и радиационные пояса Земли являются источниками высокой радиационной опасности в космическом пространстве [64, 65].

ГКЛ состоят из протонов (92 %), альфа- частиц (6 %), ядер более тяжёлых элементов, электронов и позитронов (около 2 %). Энергия частиц ГКЛ может составлять более 10 ГэВ/нуклон.

При длительных космических полётах ГКЛ является хроническим фактором облучения и являются основной причиной радиационных повреждений и отказов электронной аппаратуры КА. Галактические космические лучи обладают большой проникающей способностью, большой величиной линейной передачи энергии и высоким значением взвешивающего коэффициента.

Солнечные космические лучи

Солнечный ветер в основном состоит из электронов, протонов и небольшого количества более тяжёлых ядер. Вместе с солнечным ветром Солнце теряет около 2·10⁻¹⁴ части своей массы (около 4·10¹³ т). Радиационные пояса Земли постоянно пополняются электронами и протонами солнечного ветра.

Вследствие того, что Солнце излучает не постоянно, в некоторых областях внешней части атмосферы накапливается магнитная энергия, которая высвобождается путём солнечных вспышек. Энергия солнечных вспышек соизмерима с энергией миллиардов ядерных взрывов, а длительность составляет от нескольких минут до нескольких десятков минут. В результате солнечных вспышек [66].

Радиационные пояса Земли (РПЗ)

Благодаря процессам, происходящим в жидком металлическом ядре, Земля обладает собственное магнитным полем. Замкнутые силовые линии магнитного поля, располагающиеся от нескольких сот километров до магнитосферы, полностью заполнены захваченными протонами и электронами.

Кроме РПЗ, также называемых поясами Ван Аллена, в магнитном поле Земли существует пояс протонов малых энергий (0,03-10 МэВ), располагающийся в 3000-50000 км от Земли и зона квазизахвата, задерживающая электроны и протоны с энергиями менее 100 кэВ.

Внутренний РПЗ (протонный)

Внутренний РПЗ расположен в экваториальной плоскости на расстоянии от нескольких сот до нескольких тысяч километров от земной поверхности. В нем преобладают протоны высоких энергий 20-800 МэВ. Внутренний РПЗ характеризуется пространственной и временной стабильностью.

Внешний РПЗ (электронный)

Внешний РПЗ расположен в экваториальной плоскости на расстоянии от нескольких тысяч километров до нескольких десятков тысяч километров. В основном, внешний РПЗ состоит из электронов с энергиями от 40 кэВ до нескольких сот кэВ, но при повышенной солнечной активности может содержать электроны с энергиями более 1 МэВ. Плотность электронов максимальна на расстоянии 20000 км от поверхности Земли. Значение эквивалентной дозы без защиты может достигать 100 Зв за сутки.

При проектирование радиационной защиты экипажа и электронных компонентов необходимо принимать во внимание тормозное излучение и сильно проникающие нейтроны, возникающие при взаимодействии электронов и протонов соответственно с защитной оболочкой, оборудованием КА и с телом космонавтов.

На рисунке 1.6 представлена зависимость суточной поглощённой дозы ионизирующих излучений от толщины защиты из алюминия для низкой околоземной орбиты на расстоянии 500 км от Земли [67].

Величина поглощённой дозы рассчитана методом Монте-Карло в алюминии [68] в соответствии с модельным описанием спектров электронов и протонов РПЗ для периода минимальной солнечной активности.

Как следует из рисунка 1.6, практически все электроны поглощаются защитой из алюминия, толщиной около 7 мм, а основная часть протонов толщиной около 2 мм алюминия. Практика использования промышленных источников электронов для обработки поверхностей материалов предъявляет значительно меньшие требования к толщине защиты из алюминия [69].



Рисунок 1.6 - Суточная поглощённая доза за защитой из алюминия: 1 - от электронов, 2 - от электронов и вторичного тормозного излучения, 3 - от протонов [67]

Радиационное воздействие электронов РПЗ, хорошо снижается обычной защитой, а протоны высоких энергий и вторичное тормозное излучение ослабляются в такой защите плохо.

1.3.1 Особенности радиационной защиты в космическом пространстве

Радиоэлектронная космических аппаратура И экипаж летательных аппаратов подвергаются непрерывному воздействию ионизирующих И излучений. Трудностью обеспечении электромагнитных В радиационной безопасности космических полётов является ограничение массы КА И присутствием в космическом пространстве разнообразных источников излучения. Высокая стоимость запуска не позволяет обеспечить экипаж КА такой же защитой, какой защищён персонал в земных условиях [70].

Поэтому, для повышения срока жизнедеятельности самого аппарата и снижения дозовой нагрузки экипажа, необходимо использовать материалы, обладающие радиационно-защитными свойствами. Радиационно-защитные конструкции, изготовленные из традиционно-используемых материалов, обладают относительно большим весом и значительной толщиной, что приводит к снижению эксплуатационных характеристик.

Основные особенности радиационной защиты в космосе заключаются в следующем:

- защита окружает экипаж корабля, а не источник излучения. Отсутствует возможность защиты расстоянием и минимизируется защита временем.
 Возможность защиты временем реализуется путём нахождения членов экипажа в различных отсеках корабля;
- нужно учитывать вторичные излучения;
- трудно рассчитывать эквивалентную дозу из-за сложного состава, широкого энергетического спектра и большого взвешивающего коэффициента космических лучей;
- из-за случайного характера распределения солнечных вспышек во времени, необходимо принимать во внимание возможность превышения заданной проектной величины дозовой нагрузки;
- при проектировании защиты, невозможно использовать дозовые пределы, указанные в НРБ-99 для персонала наземных ядерно-технических установок в связи с тем, что фактическая среднесуточная доза радиации превышают наземный уровень естественного радиационного фона в 100-200 раз. Вес защиты КА, которая бы удовлетворяла требованиям радиационной безопасности, составила бы тысячи тонн;
- необходимо обеспечивать радиационную защиту радиоэлектронной аппаратуры, так как ее повреждение существенно снижает период эксплуатации КА.

Перечисленные особенности радиационной защиты КА, требуют разработки надёжной защиты экипажа при существенном снижении её массы. Этого достигают путём создания специального комплекса инженерно-технических методов на этапах проектирования, изготовления и использования КА [71].

На сегодняшний день создано много материалов радиационно-защитного назначения, многие из которых способны защищать только от одного вида

ионизирующего излучения, и обладают рядом эксплуатационных и физикомеханических недостатков, таких как малый температурный диапазон эксплуатации, высокая себестоимость, подверженность радиационному разбуханию и низкая прочность на растяжение и изгиб. Самым известным материалом, способным поглощать ионизирующее излучение, является свинец, который обладает такими недостатками как токсичность, большой вес и лёгкая окисляемость.

Таким образом, можно сформулировать требования, которым должны соответствовать современные радиационно-защитные материалы:

- высокая химическая, радиационная и температурная стойкость;
- минимальная сорбция радиоактивных веществ и хорошие десорбционные свойств;
- сохранение прочности, отсутствие трещин, пористости, клейкости при воздействии излучений и агрессивных сред;
- возможность быстрого удаления или вторичной переработки после истечения срока службы;
- Снижение массы конструкций при увеличении эффективности защиты [72, 73];
- низкая себестоимость производства.

1.3.2 Влияние радиации на электронные компоненты оборудования

Объектами защиты от воздействия проникающей радиации являются:

- радиоэлектронная аппаратура (РЭА) вблизи ядерных силовых и энергетических установок;
- системы военного назначения, где приборы должны обладать способностью выдерживать облучение нейтронами, гамма-излучением и рентгеновским излучением, а также воздействие мощных электромагнитных импульсов;
- аппаратура космических объектов. Здесь полупроводниковые устройства (микросхемы) должны функционировать в условиях жёсткой радиации,

обусловленной облучением ионами космических лучей и солнечного ветра, а также захваченных в радиационных поясах Земли. Частицы, пролетающие в РПЗ, – серьёзная проблема для космических аппаратов, так что необходимо минимизировать время, проводимое ими в радиационных поясах.

Одним из перспективных решений при создании радиационно-стойкой элементной базы является создание специальных корпусов с интегрированными в них радиационно-защитными экранами [74, 75]. Интегрированная радиационная защита позволяет значительно повысить предельную дозу ионизирующего излучения кристаллов путём экранирования.

Пока нет единства ни в выборе методов радиационной защиты космических объектов, ни в оценке их эффективности, так как ни одна технология производства компонентов для таких систем не может гарантировать их полную защиту от радиационных эффектов.

Влияние электронов, рентгеновского и гамма- и излучения

При прохождении гамма и рентгеновского излучения через электронную компоненту, на транзисторном диэлектрике постепенно накапливается заряд, что приводит к медленному изменятся его параметров. Цифровая микросхема, применяемая для гражданских целей перестаёт работать уже после 5000 рад. Для человека значение такой дозы составляет 500-1000 рад [76].

Воздействие гамма и рентгеновского излучения приводит к тому, что все рп переходы микросхемы начинают накапливать энергию, что при возникновении солнечной вспышки неизбежно повлечёт её поломку. Кроме того, ионизирующее излучение при длительном воздействии стирает данные в flash памяти. На низкой орбите 300-500 км годовая доза может быть 100 рад и менее, соответственно даже за 10лет набранная доза будет переносима гражданскими микросхемами. На высоких орбитах (более 1000 км) годовая доза может быть 10000-20000 рад, и обычные микросхемы наберут смертельную дозу за считанные месяцы [77].

Влияние нейтронного излучения

В отличие от гамма-квантов, нейтроны не имеют заряда, что позволяет им глубже проникать в атом [78]. Они либо поглощаются ядрами, либо отталкиваются

от них. При поглощении нейтронов, ядра большинства веществ становятся неустойчивы и распадаются. При распаде ядер образуются протоны, альфачастицы и гамма-кванты, а также ядра, способные вызвать ионизацию. Следствием ионизации является возникновение наведённой радиации и возникновение радиоактивных изотопов. Вклад того или иного вида ядерного взаимодействия нейтронов зависит от их энергии, а также от состава облучаемого вещества [79].

По величине энергии различают следующие виды нейтронов:

- Сверхбыстрые нейтроны с энергией свыше 300 МэВ. Они слабо взаимодействуют с ядрами, но в результате взаимодействия есть вероятность появления осколков бомбардируемого ядра.
- Очень быстрые нейтроны с энергией 20–300 МэВ. В результате взаимодействия, возникают ядерные реакции, сопровождающиеся вылетом большого числа частиц.
- Быстрые нейтроны с энергией от 0,5 до 20 МэВ. Результатом взаимодействия с ядром являются как упругие, так и неупругие взаимодействия и протекание ядерных реакций.
- 4) Промежуточные нейтроны с энергией от 0,5 кэВ до 0,5 МэВ. Типичным является упругой взаимодействие с ядром.
- 5) Резонансные нейтроны с энергией от нескольких эВ до 500 эВ. У резонансных нейтронов велика вероятность быть поглощёнными тяжёлыми ядрами.
- 6) Медленные нейтроны. Различают надтепловые нейтроны с энергией выше 0,5 эВ, тепловые с энергией от 0,025 до до 0,5 эВ и холодные нейтроны с энергией менее 0,025 эВ [58].

Захват медленных нейтронов обычно протекает в поглощающей среде. Быстрые нейтроны эффективно замедляются до тепловых, веществами с малым порядковым номером. К таким материалам относятся водород содержащие вещества: парафин, вода, пластмассы, резина.

При проведении расчёта защиты от нейтронного излучения следует учитывать, что защита от этого вида излучения основывается на поглощении тепловых и медленных нейтронов, а быстрые нейтроны сначала должны
замедляться. Таким образом, нейтроно-защитные свойства материалов определяют поглощающая и замедляющая способности, степень активации и способность к поглощению гамма-излучение [81].

Для защиты от нейтронного излучения, которое образуется при взаимодействии ГКЛ с материалом, целесообразным считается использовать бор. Сечение поглощения нейтронов для изотопа бора ¹⁰*B* составляет 3835 барн [82]. В ряде работ представлены результаты исследований по ослаблению тепловых нейтронов карбидом (B_4C) и нитридом бора (*BN*). Применение элементов с более высоким атомным номером приводит к фрагментации и возникновению вторичных излучений [83].

Природный бор на 20 % состоит из ¹⁰В, который в свою очередь хорошо реагирует с нейтронами, в результате чего образуются альфа-частицы (1.4). В космической радиации нейтроны отсутствуют, они возникают в результате вторичной ионизации или прилетают с Земли.

$$^{10}B + n \rightarrow \int^{11}B \rightarrow \alpha + ^{7}Li + 2.31 \text{ M} \Rightarrow B.$$
 (1.4)

Это свойство бора, используют для экстренной остановки атомных реакторов - в него заливают борную кислоту, обогащённую изотопом ¹⁰B.

1.3.3 Выбор материалов для производства корпусов космической техники

Перечень функциональных и конструкционных материалов, используемых для производства КА, разнообразен. Все материалы КА должны обладать высокой стойкостью к воздействию космической среды [84]. Поэтому методология отбора материалов включает обширный комплекс лабораторных испытаний И моделирование математическое ИХ поведения В условиях космического пространства [85].

Конструкционными материалами, которые должны обладать прочностью и пластичностью, лёгкостью и термостойкостью являются сплавы на основе *Al*, *Mg*, *Ni*, *Co*, *Ti* и других металлов, угле- и стеклопластики, легированные стали,

керамика, полимеры, а также КМ на основе неметаллических и металлических матриц [86-89].

Функциональными материалами могут быть как металлические, так и неметаллические. Функциональные материалы используют для производства всех систем КА. Они обеспечивают требуемые оптические, тепловые, магнитные и электрические характеристики изделий.

Кроме того, что КА подвергается действию ионизирующего излучения, при запуске КА, а для возвращаемых аппаратов – и при спуске с орбиты, материалы подвергаются значительным механическим нагрузкам. Материалы внешней оболочки КА испытывают в последнем случае огромные тепловые нагрузки, возникающие при входе в атмосферу. В этих условиях температура внешней поверхности КА может достигать 1500 °C. Материалы некоторых элементов ракетных двигателей подвергаются воздействию ещё более высоких температур (около 3500 °C).

При анализе пригодности материалов для работы в составе конструкции КА используют три группы методов [90]:

- наземные лабораторные эксперименты и испытания образцов материалов,
 элементов и узлов оборудования, уменьшенных макетов КА и полномасштабных аппаратов;
- теоретические исследования и компьютерное моделирование;
- натурные (лётные) эксперименты в космосе на борту КА.

Эти методы тесно связаны между собой и часто используются совместно, что может быть проиллюстрировано с помощью рисунка 1.7 на примере изучения радиационной стойкости материалов и оборудования КА.

Исходными данными для формулировки задач и выбора методов исследований являются:

- 1) модели и стандарты космической радиации;
- 2) типы орбит и сроки активного существования КА;
- 3) конструкция КА, используемые материалы и бортовое оборудование.

На основании указанных данных формулируются требования к лабораторному испытательному оборудованию, математическим моделям и программам, которые должны использоваться для исследования воздействия космической радиации (блок 4 на рисунке 1.7). Затем с учётом этих требований выбираются наиболее подходящие экспериментальные методы и установки (блок 5 на рисунке 1.7) и/или математические модели и программы (блок 6 на рисунке 1.7).



Рисунок 1.7 - Схема организации исследований воздействия космической радиации [90]

Часто экспериментальные и математические методы используются совместно и дополняют друг друга: выбор параметров лабораторных установок производится с использованием результатов математического моделирования, а результаты лабораторных исследований радиационных эффектов являются входными данными для моделирования. Комплексные космические эксперименты (блок 7 на рисунке 1.7), в которых одновременно изучаются характеристики внешней космической среды, радиационные условия внутри КА и радиационные эффекты в различных материалах, организуются с учётом результатов как лабораторных исследований, так и математического моделирования.

Совокупность данных, получаемых всеми методами, используется для построения моделей деградации материалов и элементов оборудования КА в различных условиях эксплуатации (блок 8 на рисунке 1.7) и разработки на их основе методов прогнозирования надёжности и срока активного существования КА (блок 9 на рисунке 1.7), а также рекомендаций по его защите от радиационных воздействий (блок 10 на рисунке 1.7).

На основании результатов лабораторных испытаний и математического моделирования определяются уровни ухудшения (деградации) свойств материалов, которые сопоставляются с установленными техническими требованиями.

Таким образом, к материалам КА предъявляется целый комплекс разнообразных требований, одновременное соблюдение которых сопряжено с большими трудностями или невозможно. Основным путём преодоления этих трудностей является создание новых материалов, обладающих требуемым комплексом эксплуатационных свойств: механических, тепловых, электрофизических, оптических и других.

1.3.4 Существующие тенденции развития радиационно-защитных КМ

Альтернативным решением проблемы создания эффективных радиационнозащитных материалов является применение композиционных материалов на основе алюминиевой или полимерной матриц. Сочетание лёгкой матрицы с радиационно-стойкими дисперсными наполнителями позволяет существенно снизить вес конструкции, что в условиях космоса весьма ценно. Кроме того, модифицирование КМ радиационно-ослабляющими наполнителями, значительно расширяет область их применения в земных условиях. Примером использования радиационно-защитных КМ с полимерной или алюминиевой матрицей, является их

применение для производства средств индивидуальной защиты работников АЭС, ускорителей и т.д.

Определённый интерес представляют конструкционные металло- или полимерматричные композиционные материалы, наполненные устойчивыми к воздействию ионизирующих излучений разных типов и энергий. Кроме того, указанный тип материалов проявляет стабильность по основным эксплуатационным свойствам в условиях радиационной нагрузки.

Критерием для оценки радиационно-защитных свойств КМ и его компонентов служит линейный коэффициент ослабления. Коэффициент линейного ослабления представляет собой характеристику защитных свойств материала, количественно характеризующую относительную долю энергии квантов излучения, потерянную в веществе вследствие поглощения и рассеяния на единицу их пробега [91].

В работах [92-94] были получены радиационно-защитные КМ на основе алюминиевого сплава АМг6, высокопрочного сплава В95С и сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) марки GUR 4120. В качестве нейтроно-защитного материала применяли высокодисперсные порошки В₄С и ВN. Для ослабления рентгеновского и гамма излучений композиты наполняли нанопорошком W.

99.95 % смешивали Порошки c алюминиевых сплавов чистым высокодисперсным B₄C и нановольфрамом в планетарной шаровой мельнице. После предварительной дегазации с одновременным спеканием порошков механолегированную смесь подвергали экструзионному прессованию В алюминиевых технологических капсулах при температуре (0,8–0,9) Т_{пл}. После горячей экструзии были получены объёмные образцы из алюмоматричных композитов различных составов в виде полосы толщиной 10 мм, шириной 50 мм и длиной до 1000 мм. В результате проведённых работ были разработаны и исследованы алюмоматричные радиационно-защитные КМ четырех составов: $B95+B_4C+W$, B95+BN+W, AMr6+ B_4C+W_n и AMr6+ $BN+W_n$, обладающие следующими свойствами:

- предел прочности на разрыв 350–500 МПа, предел текучести 300–430 МПа;
- коэффициент рассеяния гамма-излучения 1,10–1,15 (при $E_{\gamma} = 1,33$ МэВ);
- высокие износоустойчивые и теплопроводные свойства.

По результатам радиационных испытаний (Таблица 1.3) можно сделать вывод, что при введении B₄C или BN в алюминиевую матрицу композитов происходит увеличение коэффициента поглощения нейтронного излучения в 2–3 раза до 2,15–3,0 (при $J_{neùmp} = 3,1-4,0\cdot10^{12}$ 1/стер к), а при введении нанопорошка вольфрама выявлено увеличение коэффициента ослабления гамма-излучения в среднем на 15–20 % до 1,10–1,15 (при $E_{\gamma} = 1,33$ МэВ).

Таблица 1.3 - Радиационно-защитные характеристики образцов из алюмоматричных композитов

Состав нанокомпозита	Коэффициент ослабления	Коэффициент		
	нейтронного излучения	рассеяния гамма-		
		излучения		
AMr6+BN+W	2,2	1,15		
<i>B95+BN+W</i>	2,8	1,20		
$AMr6+B_4C+W$	2,5	1,15		
$B95 + B_4C + W$	3,0	1,20		

При изготовлении полимерматричных композитов, исходный B_4C предварительно измельчали В механоактиваторе планетарного типа ЛО высокодисперсного состояния с размером частиц от 0,1 до 1 мкм. Смешивание компонентов производили в агатовых барабанах планетарной шаровой мельницы агатовыми мелящими телами в режиме помол-охлаждение. В результате были получены смеси различных составов:

1) $8\% B_4 C + 6\% W_n + CBM\Pi Э;$

- 2) $8\% B_4 C + 8\% W_n + CBM\Pi Э;$
- 3) $8\% B_4 C + 10\% W_n + CBM\Pi \Im;$
- 4) $12\% B_4 C + 18\% W_n + CBM\Pi \Im$.

Радиационные испытания образцов (Таблица 1.4) проводили на полупроводниковом спектрометре энергии гамма-излучения ГАММА-1П методом

измерения коэффициентов ослабления потока моноэнергетического гаммаизлучения ⁵⁷Со с энергией 122 кэВ.

Таблица 1.4 - Результаты измерения коэффициента ослабления потока моноэнергетического гамма-излучения изотопа ⁵⁷Со с энергией 122 кэВ

Наименование образцов	Коэффициент ослабления потока		
	гамма-излучения		
СВМПЭ	1,08		
CBMII $3+8\%B_4C + 10\%W$	1,21		
$CBM\Pi \Theta + 12\% B_4 C + 18\% W$	1,33		

Калориметрия опытных образцов показала, что упрочнение полимерных композитов возникает из-за переориентации и вытягивания цепочек полимера под воздействием знакопеременных нагрузок при отжиге. Измерения коэффициентов ослабления потока моноэнергетического гамма-излучения изотопа ⁵⁷*Co* с энергией $E_{\gamma} = 122$ кэВ показали увеличение коэффициента ослабления гамма-излучения до величины 1,21–1,33.

В работе [95] исследован способ получения механокомпозита WNi, используемого в качестве защиты от гамма- и рентгеновского излучений, методом искрового плазменного спекания. Метод традиционной порошковой металлургии позволяет достичь плотности образцов 14,6 г/см³ при 1250 °C и 14,7 г/см³ при 1350 °C. Исследования продуктов ИПС из механокомпозитов показали, что уже при температуре 1200 °C достигается высокая плотность и низкая пористость получаемых материалов. Плотность сплавов W-10 % Ni и W-5 % Ni составляет 17,05 и 18,01 г/см³ соответственно, твердость по Бринеллю для сплава W-5 % Ni – ~380HB. Для состава W-3 % Ni достигается плотность 18,5 г/см³, дальнейшее снижение содержания никеля в сплаве приводит к ухудшению его свойств. Электроимпульсное спекание обеспечивает существенно более высокую плотность и твёрдость не только легкоплавких металлических или керамических материалов [96], но и тугоплавких сплавов вольфрама по сравнению с образцами, полученными традиционными методами, при более низких температурах спекания. Кроме того, методом ИПС удаётся получить спечённые образцы с меньшим содержанием легирующих компонентов (до 3 %) и более высокой плотностью.

В работе [97] на основе размягчающихся полиимидов разработаны прессматериалы в виде мелкодисперсных порошков, которые перерабатывают прямым литьевым прессованием. Получены литьевые композиции, наполненные нановолокнами длиной до 3-5 мм с высоким содержанием кристаллогидратов тяжелых металлов. Исходный, плавкий и растворимый, реакционноспособный олигомер при 485-515 К имидизуется, а при 515-545 К полимеризуется и сшивается по кольцевым группам. Изделия прессуют при 545 К и давлении 100 МПа. В этих условиях происходит окончательное сшивание полимера. Прочность на изгиб нанонаполненных композиций составляет 200-220 МПа.

Полиимидные композиции могут быть эффективно использованы в авиации при создании сверхзвуковых пассажирских самолётов для изготовления обтекателей антенн. Их применение позволяет снизить массу и стоимость летательных аппаратов.

В работе [98] исследованы физико-химические и технологические особенности получения термостойких радиационно-защитных многослойных композиционных материалов на основе ароматических линейных полиимидов в виде армированной нанотрубчатыми наполненными волокнами полиимидной пленки, а также композиционных материалов на основе высоконаполненных нанотрубчатыми волокнами жирноароматических полиимидов.

Работы [99-101] посвящены разработке современных радиационнозащитных композиционных материалов на основе металлической матрицы дюралюминия марки $\mathcal{A}16T$ и прочного наполнителя - оксида железа (Fe_2O_3) для синтеза материалов. Были исследованы физико-механические свойства композита в зависимости от содержания наполнителя. Содержание наполнителя варьировалось от 0 до 100 %. Установлено, что оптимальным, по прочностным характеристикам, является состав, содержащий в себе 60 % Fe_2O_3 . Плотность оптимального состава составила 4,26 г/см³. Анализ приведённых коэффициентов ослабления гамма-излучения от точечных источников ¹³⁷Cs (661 кэВ) и ⁶⁰Co (1172 кэВ) в композите оптимального состава (60 % наполнителя), полученные экспериментальным путём, показал высокую радиационную защиту материала к данному виду излучения (Таблица 1.5).

Таблица1.5 - Коэффициенты ослабления гамма-излучения в разработанном радиационно-защитном композите

Источник	Экспериментальные значения					
	$\mu_{\scriptscriptstyle Maccoвый} / ho, { m cm}^2 / { m \Gamma}$	$\mu_{\it линейный},{ m cm}^{-1}$				
¹³⁷ Cs	0,074	0,318				
⁶⁰ Co	0,029	0,126				

В работе [102] рассмотрена перспектива изготовления радиационнозащитного композиционного материала (РЗКМ) из стекольного боя ультрадисперсных стекольных суспензий (УДСС), модифицированного оксидами свинца – *PbO* (массикотом) и *Pb*₃*O*₄ (свинцовым суриком). Суспензии для производства КМ получали методом помола стекольного боя в планетарной введением наполнителей. мельнице с последующим Данная процедура обеспечивала гомогенность получаемой смеси. Далее полученные смеси на 8 часов помещали в сушильные шкафы при температуре и 100 °С. Установлено, что использование в качестве наполнителя массикота (РвО) позволяет получать образцы, имеющие преимущественные показатели плотности и прочности на сжатие, чем при использовании свинцового сурика (Pb_3O_4). Далее, для повышения значений плотности и прочности, экспериментальные образцы РЗКМ спекали в муфельной печи при температуре 700 °С в течение 90 мин. Установлено, что оптимальное соотношение "стекло-наполнитель" находится в области 40-60. Наиболее низкие усадка и прочность обожжённых образцов этого состава свидетельствуют о стабильной структуре материала. Такие образцы обладают наибольшей тугоплавкостью и сырцовой прочностью.

Относительно простая технология, её экологическая чистота, дешевизна и доступность стеклобоя, как сырья для получения матрицы РЗКМ позволяют считать её перспективной при создании РЗКМ, которые могут составить конкуренцию применяемым сегодня тяжёлым бетонам.

В работах [103, 104] в качестве материала, обладающего необходимыми эксплуатационными характеристиками, был предложен стеклокристаллический композиционный материал на основе неорганической матрицы из свинецборосиликатного стекла, армированной модифицированным нанотрубчатым хризотилом, модифицированным путём введения в его структуру вольфрамата свинца *PbWO*₄ в количестве до 30 масс %.

Вычисление линейного коэффициента ослабления проводилось путём сопоставления интенсивности поглощения без материала и с защитным материалом. Был использован источник излучения на основе радионуклида ¹⁹²Ir (400 кэВ).

На рисунке 1.8 представлены основные радиационно-защитные характеристики разработанного композита СХВ 10-50.



Рисунок 1.8 - Основные радиационно-защитные характеристики разработанного композита (СХВ 10-50), железа и свинца [103]

В результате исследований был синтезирован композиционный материал, содержащий в себе 10 % нанотрубчатого хризотила, 50 % вольфрамата свинца, остальное – стекломатрица со следующими физико-механическими показателями: плотность 6,3 г/см³, предел прочности при сжатии 280 МПа, микротвёрдость 355 МПа, пористость 0,4 %. Анализ всех проведённых результатов показал высокую радиационную стойкость разработанного композита на основе

стекломатрицы и нанотрубчатогохризотила, модифицированного путём введения в структуру нанотрубок вольфрамата свинца *PbWO*₄.

В работе [105] предлагается в качестве материала для производства РЗКМ использовать элементы с малым зарядом ядра Z – это значительная часть полимеров и материалов, содержащих бор и нитрид бора.

Применение полимерных композитов с избыточным содержанием водорода, а также лёгких элементов (*B*, *BN* и др.) в системах радиационной защиты космических аппаратов позволяет во многих случаях обеспечить более высокий по сравнению с традиционно используемыми экранами из алюминиевых сплавов уровень защиты при меньшей массе экранов. Важной характеристикой защитных полимерных материалов с наноразмерными наполнителями является равномерность распределения частиц наполнителя в полимерной матрице. Результаты математического моделирования показали, что характер распределения углеродных нанотрубок в полиметилметакрилате определяется параметрами, характеризующими взаимодействие наночастиц между собой и с окружающими полимерными звеньями, которые, в свою очередь, зависят от диаметра углеродной нанотрубки (УНТ). Повысить однородность распределения наночастиц в полимерной матрице можно стимулированием присоединения к НИМ дополнительных молекулярных групп, например, при механическом воздействии на полимерную композицию в процессе её формирования.

В работе [106] исследована возможность создания композиционного материала для защиты от рентгеновского излучения на основе полимерной матрицы из поливинилбутираля с наполнителем из оксида свинца (II, IV).

Поливинилбутираль характеризуется высокой светостойкостью и радиационной стойкостью, отличной адгезией к различным материалам, относительно высокой влагостойкостью, пластичностью и, что очень важно, способностью формировать плёнки. Оксид свинца (II, IV) достаточно эффективно поглощает рентгеновское излучение и по токсичности значительно уступает металлическому свинцу. Оба продукта не являются дефицитными и выпускаются отечественной промышленностью.

Показано, что устойчивость суспензии оксида свинца в растворе полимера в значительной степени определяется наличием поверхностно-активных веществ (ПАВ). Увеличение количества дисперсной фазы способствует возрастанию вязкости суспензии, что затрудняет формирование материала и, кроме того, приводит к снижению прочности и относительного удлинения при разрыве в готовом материале. Процесс получения материала для защиты от рентгеновского излучения осуществляется через промежуточную стадию диспергирования оксида свинца (II, IV) в растворе связующего полимера и последующего его формирования путём удаления растворителей в процессе сушки. В работе исследовали интенсивность поглощения рентгеновского излучения различных энергий (напряжение 50, 100, 140, 180, 250 кВ) получаемым материалом. Оценка свойств радиационно-защитных осуществлялась путём измерения слоя половинного ослабления $\Delta_{1/2}$ – такой толщины материала, которой будет достаточно для уменьшения в два раза интенсивности прошедшего излучения (1.5). Данная величина связана с коэффициентом линейного ослабления µ следующим образом:

$$\Delta_{1/2} = \frac{0.698}{\mu}.$$
 (1.5)

Исследуемый материал помещали в кассету и облучали рентгеновским излучением. По результатам измерений интенсивности прошедшего излучения строили кривую отношения интенсивности прошедшего излучения (I_{np}) к падающему излучению (I_0) в зависимости от толщины материала. По этой кривой графическим методом определяли слой половинного ослабления таким образом, как это показано на рисунке 1.9.

Как видно из рисунка 1.9, слой половинного ослабления для этой энергии рентгеновского излучения составляет 0,22 мм. Для свинца, при этой энергии рентгеновского излучения, слой половинного ослабления составляет 0,06 мм [107].



Рисунок 1.9 - Изменение интенсивности рентгеновского излучения, генерируемого рентгеновским аппаратом с напряжением на трубке 50 кВ, прошедшего через исследуемый материал на основе полимерной композиции и

оксида свинца (II, IV) [107]

Для того, чтобы установить влияние полимерного связующего на величину слоя половинного ослабления, изготавливали образцы материалов с одинаковой поверхностной концентрацией оксида свинца (II, IV), но с различным значением *р*. Указанные образцы испытывали на поглощение рентгеновского излучения и определяли слой половинного ослабления при различных энергиях рентгеновского излучения. Результаты испытаний представлены в Таблице 1.6.

Напряжение на рентгеновской трубке, кВ (при дополнительном	Δ _{1/2} , мм			
фильтре 4,5 мм Al)	$\rho = 3$	$\rho = 9$		
50	0,22	0,27		
100	0,89	0,90		
140	1,27	1,31		
180	2,09	2,11		
250	3 67	3 63		

Таблица 1.6 – Слой половинного ослабления материалов с различным значением плотности

Анализ результатов испытаний, приведённых в Таблице 1.6, показывает, что величина слоя половинного ослабления в испытанных пределах значений ρ практически не зависит от связующего и определяется только наличием оксида

свинца (II, IV). Это, вероятно, можно объяснить тем, что линейный коэффициент поглощения рентгеновского излучения оксида свинца (II, IV) значительно выше аналогичного коэффициента полимера, и поэтому изменение количества последнего в пределах экспериментов практически не сказалось на результатах.

В работе [108] исследовали ослабление гамма- и нейтронного излучений композитами состава B_4C -Al, изготовленными методом искрового плазменного спекания при 1450 °C. Содержание алюминия в материале составляло 0, 10, 15 и 20 объёмных процентов.

Измерение коэффициентов ослабления потока гамма-излучения изотопа ${}^{60}Co$ с энергиями $E_{\gamma} = 1,17$ и 1,33 МэВ и изотопа ${}^{137}Cs$ с $E_{\gamma} = 0,662$ МэВ. Для исследования нейтронно-защитных свойств использовали *Pu-Be* источник, со средней энергией нейтронов 5 МэВ и флюенсом 106 нейтрон/см²·с. Эксперимент был повторен для образцов разного состава и разной толщины. Результаты представлены на рисунке 1.10.

Представленные зависимости можно описать в соответствии с законом Бугера-Ламберта-Бера [109], как $I = I_0 e^{-\mu(\sigma_t)x}$, где I_0 и I – падающая и прошедшая интенсивности, x – толщина образца, μ – линейный коэффициент поглощения, σ_t – полное макроскопическое сечение взаимодействия для тепловых нейтронов (Таблица 1.7).

Линейный коэффициент поглощения увеличивается с увеличением содержания *Al* в материале, в то время как макроскопическое сечение для нейтронов уменьшается с увеличением концентрации *Al*. Таким образом, на основании представленных данных можно сделать вывод о том, что увеличение концентрации *Al* в материале способствует улучшению гамма-защитных свойств материала, но снижает его нейтронно-защитные свойства.



Рисунок 1.10 - Ослабление гамма и нейтронного излучения, генерируемыми различными источниками, композитами состава *B*₄*C*-*Al* в зависимости от толщины материала: а -¹³⁷Cs, б -⁶⁰Co, в –Pu-Be [108]

Материал			Га	Нейтроны				
	$\mu_{ m линейный},$ см ⁻¹		$\mu_{\scriptscriptstyle Maccobbit}/ ho, \ { m cm}^2/\Gamma$		Δ _{1/2} , см		σ_t , cm ⁻¹	$\Delta_{1/2}$, cm
	^{137}Cs	⁶⁰ Co	^{137}Cs	⁶⁰ Co	^{137}Cs	⁶⁰ Co	Pu-Be	Pu-Be
B_4C - Al_0	0,157	0,118	6,359	4,779	4,415	5,874	0,712	0,974
B_4C - Al_10	0,168	0,128	6,763	5,153	4,126	5,415	0,494	1,403
B_4C - Al_15	0,174	0,130	6,977	5,213	3,384	5,332	0,404	1,716
B_4C-Al_20	0,180	0,132	7,163	5,253	3,851	5,251	0,371	1,868

Таблица 1.7 – Радиационно-защитные характеристики композитов *B*₄*C*-*Al*

Таким образом, на сегодняшний день существуют разнообразные методы и технологические подходы получения композиционных материалов вообще, и композиционных материалов, обладающих радиационно-защитными свойствами, в частности. Широко применяемые технологии производства радиационнозащитных изделий - горячее прессование и горячая экструзия - достигли известного предела для дальнейшего усовершенствования с целью повышения как технологической, так и экономической эффективности. Перспективным методом получения такого рода композитов является метод порошковой металлургии, который позволяет использовать в качестве матричного материала трудно деформируемые металлы, сплавы, соединения, достичь высокой концентрации армирующего компонента, обеспечить при необходимости сочетание дисперсного упрочнения и армирования.

Необходимые эксплуатационные характеристики КМ могут быть достигнуты путём оптимального подбора материала матрицы и материалов армирующих компонентов. Разработка научных основ объединения различных компонентов и анализ их совместной работы, позволяет достичь эффекта, равносильного производству нового материала, обладающего качественными и количественными свойствами, отличными от его начальных компонентов. Путём изменения фазового состава или изменением соотношения фазовых компонентов, возможно менять жёсткость, прочность, уровень рабочих температур и прочие характеристики разрабатываемого композиционного материала. Среди всего многообразия применяемых в качестве матрицы материалов, определённым преимуществом обладают алюминиевые конструкционные сплавы. Они обладают хорошей технологичностью и обеспечивают стабильность свойств конечного изделия при изменении температурного режима эксплуатации.

На сегодняшний день создано много материалов радиационно-защитного назначения, многие из которых способны защищать только от одного вида ионизирующего излучения, и обладают рядом эксплуатационных и физикомеханических недостатков, таких как малый температурный диапазон себестоимость, эксплуатации, высокая подверженность радиационному разбуханию и низкая прочность на растяжение на изгиб. Самым известным материалом, способным поглощать ионизирующее излучение, является свинец, который обладает такими недостатками как токсичность, большой вес и лёгкая окисляемость. Альтернативным подходом является применение нанопорошка вольфрама, для обеспечения защиты от рентгеновского и гамма- излучения и порошка карбида бора, имеющего высокое сечение поглощение нейтронного излучения.

Процессы порошковой металлургии металлических материалов, не имея существенных проблем реализации в традиционных схемах прессования порошков, показывают меньшую эффективность при переработке керамических материалов или металломатричных композиционных материалов, в составе которых присутствуют компоненты из существенно более жёстких и тугоплавких частиц. Практика прерывного прессования (прессование в закрытых жёстких) пресс-формах) таких разнородных (металл-керамика) порошковых смесей сталкивается с целым рядом проблем достижения требуемых свойств полуфабриката, основными среди которых являются низкая плотность и неравномерное распределение плотности по объёму изделий сложной формы. Преодоление этих проблем требует применения усовершенствованных кинематических схем прессования, а также интенсифицирующих уплотнение методов внешнего энергетического воздействия.

В существующей практике получения изделий из керамических порошковых материалов указанные проблемы нашли решение применением рациональных приёмов прессования, целенаправленная адаптация которых к металломатричным композиционным материалам до сих пор не проводилась.

Среди потенциально применимых и перспективных для технологии ММК рациональных приёмов порошковых можно выделить дискретноэлементную модельную оптимизацию составов порошковых смесей, а также коллекторное и ультразвуковое прессование, реализуемые путём конечноэлементной модельной оптимизации кинематических схем перемещения формообразующих элементов пресс-форм. Вариант горячего прессования ММК, обладая признаками рациональных приёмов, также подлежит рассмотрению и современных методов оптимизации режимов на основе физического моделирования процессов консолидации, однако требует интенсификации дополнительным энергетическим воздействием. Наиболее эффективным для семейства методов горячего прессования в настоящее время является плазменное воздействие, что успешно реализовано в технологии искрового плазменного спекания (ИПС; SPS – spark-plasma sintering; электроимпульсное плазменное спекание) [110].

Выводы по Главе 1

На основе проведённого анализа литературных источников можно заключить, что одним из перспективных направлений дальнейшего развития технологии консолидации порошковых ММК для радиационной защиты является использование полезного потенциала процессов их прерывного прессования (компрессионное воздействие) с одновременным или последующим спеканием (термическое воздействие), а также иными вариантами энергетического внешнего воздействия, позволяющего интенсифицировать процессы консолидации и улучшить качество конечных изделий. В качестве таковых целесообразно рассмотреть приёмы ультразвукового прессования и искрового плазменного спекания.

В данной работе представлены адаптированные технологические процессы консолидации порошков в изделия из функционального композиционного материала на основе бескислородной матрицы для производства защитных корпусов электронной техники, в которых карбид бора (B₄C) и вольфрам (W) играют роль радиационно-защитных компонентов от нейтронного и гамма излучения, соответственно; а металлический сплав Al/Mg марки AMr6 – является несущим каркасом для высокотвёрдых компонентов B₄C и W. Оптимизированный по составу и режимам консолидации в результате полного комплекса исследований по проекту материал должен обладать высокоплотным состоянием и равномерным распределением плотности по объёму изделия, а также обеспечивать требуемый уровень радиационной защиты.

Оптимизацию рассматриваемых процессов, наряду с натурными экспериментальными исследованиями, целесообразно проводить с применением современных методов дискретно-элементного, конечно-элементного и физического моделирования.

Таким образом, **целью работы** является оптимизация компонентного состава, условий и режимов консолидации лёгкого металломатричного композитного материала на основе порошков алюмо-магниевого сплава с добавлением карбида бора и наночастиц вольфрама для достижения беспористого состояния с сохранением требуемых радиационно-защитных свойств

На основании вышесказанного в настоящей работе поставлены следующие задачи:

- разработать оптимальный состав металломатричного композита АМг6-В₄С-W, обеспечивающий близкую к абсолютной плотность, на основе теоретических оценок и комплексного исследования морфологических, дисперсных и структурных свойств исходного сырья;
- установить закономерности влияния технологических режимов и параметров внешнего воздействия на свойства ММК состава АМг6-В₄С-W с различным содержанием компонентов;

- 3) исследовать фазовый состав и микроструктуру композита АМг6-В₄С -W, изготовленного в различных условиях и режимах консолидации;
- провести модельную и экспериментальную оценку коэффициентов ослабления нейтронного и гамма-излучений ММК, изготовленных методом ИПС; провести моделирование ослабления гамма, нейтронного и электронного излучений материалом ММК, на примере АМг6-B₄C-W;
- 5) провести модельную оптимизацию кинематической схемы уплотнения порошкового ММК в изделие рамку радиационно-защитного корпуса
- разработать практические рекомендации по оптимизации технологического процесса получения изделий сложной формы из радиационно-защитного ММК.

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Проведённый анализ современного состояния научных и практических основ разработки и получения радиационно-защитных композиционных материалов позволяет выбрать методы и объекты исследований.

2.1 Материалы

Для изготовления радиационно-защитного композита были выбраны порошок алюминиевого сплава АМг6 по ГОСТ 4784-97 в качестве несущего механическую нагрузку материала пространственного каркаса, ультрадисперсный порошок карбида бора (ООО «ОКБ-БОР», г. Дзержинск) в качестве нейтронозащитного наполнителя, а также нанопорошок вольфрама производства ТПУ в качестве дисперсного наполнителя для ослабления гамма и рентгеновского излучения.

2.1.1 Сплав АМг6

Этот алюминиевый сплав относится к группе *Al-Mg–Mn*. Сплавы этой группы имеют высокие пластические характеристики и высокую коррозионную стойкость в различных средах. Содержание магния, несмотря на незначительное количество, существенно влияет на механические свойства сплава.

В соответствии с ГОСТ 4784-97, сплав АМг6 должен иметь следующий химический состав (Таблица 2.1).

Таблица 2.1 - Химический состав сплава АМг6

Элемент	Fe	Si	Mn	Ti	Al	Си	Be	Mg	Zn	Примеси
Содержание,	до	до	0,5-	0,02-	91,1-	до	0,0002-	5,8-	до	Прочие,
%	0,4	0,4	0,8	0,1	93,68	0,1	0,005	6,8	0,2	каждая 0,05

Для получения сплава сначала подготавливают шихту, а затем производят ее плавку. Загрузка шихты в печь производится в соответствии с техническим регламентом: в начале загружают чушковый алюминий, далее слитки, отходы первого сорта и лигатуры. Медь вводится в расплав алюминия как в виде лигатуры, так и в виде электролитической меди при температуре 710-750 °C. Магний и цинк вводятся после полного расплавления всей шихты при температуре расплава 660-720 °C.

Для получения сплава в виде порошкового материала, его подвергают распылению. Полученный порошок брикетируют. Структура порошка существенно отличается от структуры слитка. Как правило, частицы порошка сплава имеют размер около 500 мкм и менее.

2.1.2 Микродисперсный порошок В4С

В качестве наполнителя, способного снизить или даже полностью исключить воздействие тепловых нейтронов на защищаемый объект, для производства композита был использован коммерческий порошок микропорошок карбида бора, изготовленного в соответствии с ТУ 39-88-002-64050283-2013. Паспортный размер частиц порошка составляет 3 мкм. Нормируемый химический состав порошкового материала представлен в Таблице 2.2.

Таблица 2.2 - Химический состав порошка карбида бора

Элемент	B_2O_3	B_4C	<i>В</i> общий	$B_{ m cвободный}$	$C_{ m cbofodhbid}$	$C_{ m oбщий}$	Fe
Содержание, %	0,18	97,0	76,6	0,59	0,19	21,1	0,25

Карбид бора является третьим материалом по твердости после алмаза и кубического нитрида бора, что позволяет использовать его при повышенных механических нагрузках. Кроме того, карбид бора – это одно из самых химически неактивных соединений - он не поддается воздействию кислот и щелочей.

2.1.3 Нанодисперсный порошок W

В качестве компонента, обеспечивающего ослабление гамма- и рентгеновского излучения материалом, был использован нанопорошок вольфрама. Порошок был синтезирован в Томском политехническом университете (ТПУ) методом электрического взрыва вольфрамовой проволоки. Метод электровзрыва заключается в том, что в реакторную камеру, между электродами помещается металлическая проволока (*d* от 0,1 до 1,0 мм), затем на электроды подается импульс тока. Мгновенный локальный разогрев проволоки приводит к её испарению, в результате чего пары металла разлетаются и конденсируются, что приводит к формированию ультрадисперсного порошка с широким разбросом частиц по размерам. Для предотвращения окисления порошков, процесс протекает в среде инертного газа (азот, аргон) [111].

2.2 Методики изготовления образцов и исследования их свойств

Для выявления оптимального соотношения порошковых составляющих, обеспечивающих сочетание наилучших прочностных и радиационно-защитных характеристик готового изделия, были исследованы порошковые смеси состава АМг6- B_4C -W с разным процентным содержанием компонентов, которое подлежит оптимизации на основе комплексного изучения физико-химических свойств этих материалов.

2.2.1 Определение морфологии и элементного состава

Морфологию и элементный состав исследуемых материалов анализировали методами растровой (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на приборах JSM-7500FA и JEM-2100F (JEOL, Япония) [112].

Для исследования структуры массивных образцов подготавливались шлифы. В случае исследования порошка, порошок наносился на углеродный скотч и помещался в камеру микроскопа [113].

Массивные образцы после пропитки или компактирования подготавливали методом ионного утонения. От заготовки отрезали пластину толщиной 500 мкм методом абразивной резки на низкоскоростной прецизионной пиле Buhler IsoMet Low Speed Saw. Пластину клеили с помощью клея на стеклянную пластину и шлифовали на тонкой шлифовальной бумаге (1 мкм) до достижения толщины около 100 мкм. Полученный образец приклеивали на специальный держатель и подвергали ионному утонению.

Полученные данные РЭМ и ПЭМ использовали для входного контроля порошковых материалов, контроля сохранения их чистоты в процессах приготовления смесей, для первичной оценки размеров структурных элементов консолидированных материалов, оценки формирования структуры материала после проведения компактирования и спекания и для построения моделей упаковок частиц при оптимизации составов.

2.2.2 Определение структуры и фазового состава

Для определения структуры и фазового состава исследуемого материала в работе использовали методы рентгенофазового (РФА) и рентгеноструктурного анализа (РСтА) [114, 115] на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD-7000S (Япония). Поверхность анализируемых образцов предварительно шлифовали и полировали [116] с минимальной нагрузкой. Кристаллические фазы определялись в 2θ -геометрии на отражение при медном *Си Ка* излучении с длиной волны 1,54056 Å в диапазоне углов (10÷90)° с шагом 0,02° с экспозицией на каждую точку 2 секунды, постоянном токе 30 мА и напряжении 40 кВ.

Качественный анализ фазового состава проведён с использованием базы структурных данных PDF-4 ICDD. Количественный анализ фазового состава проведён с использованием программы полнопрофильного анализа PowderCell 2.4.

2.2.3 Анализ распределения частиц по размерам.

Анализ распределения частиц по размерам проводили на установке SALD-7101 (SHIMADZU, Япония), реализующей метод лазерной дифракции (ЛД). Измерение проводится по стандартной методике ГОСТ Р 8.777-2011 «Определение состава аэрозолей и взвесей».

Лазерный анализатор состоит из пробоотборника и измерительного блока, включающего в себя проточную кювету и оптическую систему. Управление анализатором осуществляется при помощи специализированного ПО, установленного на персональном компьютере. Детектор лазерного анализатора, входящий в состав оптической системы, состоит из 80 фотосенсоров, имеющих улучшенное разрешение в субмикронном диапазоне за счёт 60-ти градусного угла охвата.

Водная суспензия, содержащая около 1 мг исследуемого порошка, смешивается в активаторе и далее прокачивается насосом через стеклянную ячейку. Ячейка просвечивается лазерным лучом, который при рассеивании на частицах, попадают на фотосенсоры, которые фиксируют дифракционную картину рассеянного излучения. После регистрации полученных данных строится гистограмма распределения частиц по размерам в диапазоне от 10 нм до 300 мкм.

2.2.4 Определение удельной поверхности

Определение удельной поверхности порошков проводили на установке SORBI-M (ЗАО МЕТА, Россия) стандартным методом Брунауэра-Эммета-Теллера (БЭТ). Поверочным материалом анализа служит государственный стандартный образец гранул оксида алюминия ГСО-64, удельная поверхность которого составляет 64 м²/г.

Исследование проводится при четырёх различных составах газовой смеси, которые соответствуют четырём парциальным давлениям адсорбирующего газа.

Первый цикл адсорбции-десорбции проходит при давлении, которое соответствует окончанию формирования на поверхности образца мономолекулярного слоя газа-абсорбата. По полученным данным рассчитывается удельная поверхность по одноточечному методу. Этот результат имеет оценочный характер и не подлежит метрологической нормировке.

Далее проводятся измерения объёмов газа-абсорбата, поглощённого исследуемым образцом при четырёх различных парциальных давлениях.

По результатам измерений объёмов газа, сорбируемого на испытуемом образце при четырёх значениях парциального давления с помощью уравнения БЭТ рассчитывается значение удельной поверхности по формуле 2.1 [117]:

$$\frac{\frac{P}{P_0}}{V(1-\frac{P}{P_0})} = \frac{1}{V_m C} + \frac{(C-1)}{V_m C} \frac{P}{P_0},$$
(2.1)

где V-объем поглощенного газа на грамм исследуемого образца; V_m – удельная ёмкость монослоя, т.е. количество газа-абсорбата в нсм³ в см³, приведенных к нормальным температуре и барометрическому давлению на грамм образца, которое поглотилось бы образцом при монослойном покрытии всей поверхности молекулами газа-абсорбата, *C* - безразмерная энергетическая константа, зависящая от теплоты адсорбции и температуры.

На основе получаемых данных, сделав допущение, что все частицы имеют сферическую форму, можно рассчитать средний размер частиц исследуемого материала. Учитывая, что все материалы, использованные в работе, имели равноосную форму, можно рассчитать средний размер частиц по формуле (2.2):

$$d = \frac{6}{\rho \cdot S_{yg}},$$
(2.2)

где d – диаметр частицы, мкм; ρ – теоретическая плотность материала; $S_{y\partial}$ – удельная поверхность образца.

Основываясь на данных, полученных методами БЭТ и ЛД, можно получить информацию о степени агломерации порошка *nD* путём отношения средних размеров частиц *D*, найденных методом ЛД, к среднему размеру частиц *d*, найденных методом БЭТ:

$$nD = \frac{D}{d}.$$
 (2.3)

2.2.5 Методика оптимизации состава смесей

С целью выявления оптимальной концентрации порошковых компонентов, необходимой для формирования конечного изделия максимальной плотности, была проведена экспериментальная и расчётная оптимизация состава смеси. Необходимо было решить задачу моделирования плотной упаковки крупных порошковых частиц матричного сплава и ультрадисперсных частиц радиационнозащитных компонентов. Требуется, чтобы ультрадисперсные частицы эффективно и равномерно заполнили пространство между крупными частицами материала матрицы. Подобное моделирование становится возможным при условии, что частицы имеют близкую к сферической форму. Оптимизация соотношения компонентов смеси в модельном эксперименте происходит по величине среднего числа межчастичных контактов (координационному числу N_c).

Входными параметрами для моделирования являются данные, полученные методом ЛД, которые аппроксимировали с нахождением типа и параметров функций распределения частиц по размерам. Полученные параметры использовали для задания соответствующих классов частиц дискретно-элементных моделей с различным их содержанием, построенных в среде программы S3D PorouStructure по алгоритму Ичикавы (центральная упаковка) [118]. Суммарное количество частиц представительного набора в таких моделях центральных упаковок составляло от 20000 до 72000. Далее, в построении моделей упаковок можно учитывать последующую консолидацию путём имитации деформации пластичного компонента смеси. Последующий статистический анализ полученных упаковок позволяет выявить наиболее оптимальное соотношение компонентов по критерию максимальной плотности и обеспечения непрерывного контакта между частицами матричного материала.

2.2.6 Методика оптимизации процессов консолидации

Изучение процессов уплотнения и свойств прессуемости исследуемых порошков и смесей на их основе проводили с учётом классических методов моделирования процессов консолидации порошковых материалов [119, 120] и с применением принципов механистической модели прессования порошков, обоснованной и разработанной в [121]. Исходя из положений и выводов этой модели, уплотнение порошка в закрытой жёсткой пресс-форме сопровождается двумя основными процессами: перераспределения и укладки структурных элементов порошка; их пластической деформации (Рисунок 2.1). Оба процесса действуют на всём протяжении необратимого уплотнения (во всём диапазоне плотности порошкового тела) с изменением их вкладов на различных этапах прессования.



Рисунок 2.1 – Вклады взаимного перераспределения-укладки структурных элементов и их деформации в процесс необратимого уплотнения на примере порошкового тела с коэффициентом интенсивности уплотнения *b* = 0,1

Границы наступления и окончания различных этапов процесса прессования характеризуются количественными величинами (конкретными для каждого материала значениями плотности и давления), которые могут быть определены на основе коэффициентов безразмерного уравнения прессования логарифмической формы (2.4).

$$\rho = b \ln \left(\frac{P_{\rm np}}{P_{\rm Kp}}\right) + 1, \qquad (2.4)$$

где ρ – относительная плотность порошкового тела, b – коэффициент, характеризующий интенсивность уплотнения порошкового тела под действием давления прессования, P_{np} – давление прессования, $P_{\kappa p}$ –критическое давление прессования, при котором достигается беспористое состояние порошкового тела. Коэффициенты уравнения прессования для различных порошковых материалов и условий их консолидации определяются аппроксимацией экспериментальных кривых уплотнения методом наименьших квадратов. Для всех исследованных порошков достоверность такой аппроксимации не опускалась ниже значения

98,3%, а для их смесей достигала значения 99,8%. Процесс уплотнения порошкового тела состоит из нескольких этапов.

Согласно механистической модели, неконтролируемый Этап 0, на котором порошковое тело не является связанным (не способно держать форму), заканчивается, когда процессы перераспределения и укладки частиц достигают максимально удалённых слоёв порошкового тела. Это состояние определяется условием равенства перепада плотности удвоенному значению средней плотности.

Контролируемая стадия процесса прессования (Этап I) начинается, когда процессы перераспределения и укладки структурных элементов порошкового тела начинают протекать по всему его объёму, включая удалённые от прессующего пуансона слои порошкового тела. Границей начала первого этапа является минимум значения перепада давления прессования и равенство перепада плотности величине вклада в уплотнение за счёт процессов перераспределения и упаковки частиц. Давление, при котором наступает стадия, можно определить по выражению (2.5).

$$P(\Delta P_{min}) = \exp\left(\frac{b-1}{b}\right). \tag{2.5}$$

Поскольку величина уплотнения за счёт необратимой деформации прямо пропорциональна относительному давлению прессования, то математически указанное условие окончания Этапа II и начала Этапа III реализуется при относительном давлении прессования, равном половине величины относительной плотности порошкового тела. Заключительной стадией Этапа III прессования порошкового материала является достижение предельного (теоретического) значения его плотности. Непосредственно перед этим процессы перераспределения и укладки структурных элементов прекратились во всём объёме порошкового тела.

Простейшими характеристиками, сопоставление которых позволяет оценить реологические свойства порошкового тела и условий его прессования, являются уплотняемость (интенсивность уплотнения), равная коэффициенту *b* из уравнения прессования (2.4), а также прессуемость *П*, которая согласно формуле

(2.6) оценивается как величина, обратная произведению интенсивности уплотнения и критического давления прессования:

$$\Pi = \frac{1}{P_{\kappa p} \cdot b}.$$
(2.6)

Анализ экспериментальных данных по прессованию исследуемых смесей порошковых В различных условиях, выполненный В рамках механистической определить модели, позволяет оптимальные составы (количественное содержание компонентов смеси), a также режимы ИХ консолидации.

2.2.7 Дилатометрические исследования

В условиях нагрева при постоянном давлении происходит тепловое расширение материала. Различают температурные коэффициенты линейного и объёмного расширения - ТКЛР (α) и ТКОР (β), соответственно, которые можно оценить по формуле (2.7):

$$\alpha = \frac{1}{l} \cdot \frac{dl}{dT}, \beta = \frac{1}{V} \cdot \frac{dV}{dT} \text{ [град}^{-1]}$$
(2.7)

В соответствии с используемыми физическими принципами и оборудованием различают абсолютные и относительные методы измерения ТКЛР.

В работе использовали дилатометр NETZSCH DIL 402С. Измерительная часть представляет собой печь, работающей в диапазоне температур от комнатной до 1650 °С. Температура образца контролируется платино-платинородиевой термопарой. Исследуемый образец помещается в держатель из оксида алюминия, к торцевой поверхности образца подводится толкатель, который фиксирует удлинение образца под воздействием температуры.

2.3 Подготовка порошковых смесей

После модельного выявления оптимального состава порошковых смесей и режимов их консолидации было проведено смешивание компонентов с учётом

установленных соотношений. Для получения гомогенной смеси из порошков разного гранулометрического и химического состава использовали технологию механического смешивания в шаровой мельнице. Механическое смешивание матричного и упрочняющих компонентов смесей проводилось в шаровой мельнице с использованием стальных мелющих тел в соотношении 1:1. Шаровая мельница представляет собой цилиндрический барабан, который приводится в движение двумя валками. Внутрь барабана засыпаются смешиваемые компоненты и мелющие тела, представляющие собой твёрдосплавные или корундовые шары. При вращении цилиндра тела в направлении вращения до тех пор, пока угол подъёма не превысит угол естественного откоса. Затем размольные тела скатываются или падают вниз, измельчают и перемешивают материал. Смешивание производится в течение нескольких часов ДО появления однородности распределения компонентов.

2.4 Изготовление образцов металломатричного композиционного материала

Изготовление образцов из полученных порошковых смесей проводили тремя способами. Первый способ заключался в компактировании образцов с применением УЗ-колебаний, второй – в компактировании порошкового материала с последующим вакуумным спеканием. Третий заключался в применении метода искрового плазменного спекания, позволяющего одновременно проводить прессование материала и его спекание.

2.4.1 Компактирование порошковых смесей

Процессы формования образцов из порошковых заготовок для последующего спекания во многом определяют основные свойства будущих изделий – прочность, плотность и т.д.

Процедурой, предшествующей спеканию образцов, являлось прессование. Холодное статическое прессование является наиболее простым и универсальным способом компактирования изделий различной формы, из разных материалов и для любых масштабов производства. Типичная схема холодного прессования

представлена на рисунке 2.2. Недостатком данного способа формования является неравномерность распределения свойств прессовки по объёму, которая возникает вследствие трения порошкового материала о стенки пресс-формы.



Рисунок 2.2 – Схема холодного прессования: 1 – пуансоны, 2 – порошок

В зависимости от используемых моделей уплотнения, процесс упрочнения порошкового материала может быть описан логарифмическим, степенным или экспоненциальным уравнением. Потери усилия прессования на преодоление сил пристенного трения являются причиной появления перепада плотностей в компактированных прессовок.

Этот эффект можно снизить или преодолеть совсем, если при прессовании изделий использовать ультразвуковое воздействие [22]. УЗ-колебания при холодном прессовании структурируют порошковое тело, переводя его из среды дискретных частиц в колеблющийся континуум, (за счёт разрушения арочных образований между частицами) имеющий более высокий модуль объёмной упругости. УЗ-воздействие позволяет дополнительно повысить плотность упаковки и деформации частиц за счёт снижения сил пристенного и межчастичного трения, что позволяет снизить давление прессования и положительно сказывается на свойства получаемого изделия.

УЗ-колебания подводятся к прессуемому порошку через матрицу-волновод (Рисунок 2.3) от двух магнитострикционных преобразователей ПМС-15.



Рисунок 2.3 - Пресс-форма с радиальным подведением УЗ-колебаний к матрицеволноводу

Частота УЗ-колебаний определяется собственной резонансной частотой всей акустической системы и в зависимости от геометрии матрицы находится в интервале 20–24 кГц. Амплитуду колебаний внутренней стенки матрицы в пределах от 2 до 20 мкм задают выходным напряжением УЗ-генератора. Одновременно с УЗ-воздействием пуансонами проводили прессование давлением *Р* гидравлического пресса WK-18, имеющего максимальное усилие 1000 кН. Мощность и амплитуда УЗ-колебаний, воздействующих на порошок, задается электрической мощностью *W* УЗ-генератора УЗГ-2 («Ультрарезонанс», Россия).

2.4.2 Вакуумное спекание образцов

Следующей стадией изготовления образцов являлась процедура спекания спрессованных компактов в высокотемпературной вакуумной печи VHT 8/22-GR.

При высоких температурах происходит уплотнение и упрочение пористого материала, сопровождающаяся его усадкой. Сущностью спекания является самопроизвольное заполнение пор материалом при высокой температуре, в результате чего плотность материала увеличивается. Идеальным вариантом является абсолютное спекание, то есть полное исчезновение пор.

2.4.3 Искровое плазменное спекание

Искровое плазменное спекание (ИПС) в настоящее время является одним из перспективных методов для эффективной консолидации нанопорошков с целью формирования наноструктуры в спечённых материалах, без интенсивного роста зёрен [110, 122]. Метод и установки ИПС широко применяются как в ведущих мировых научных центрах, так и в промышленном производстве.

Изготовление образцов ММК проводилось также на установке ИПС SPS 515S (SPS SYNTEX INC, Япония). Изготовление образцов методом ИПС включает несколько этапов.

1 этап: Подготовка графитовой пресс-формы. Диаметр полости прессформы составлял 20,4 мм, высота – 40 мм; диаметр пуансонов – 20 мм, высота – 40 мм. Для того, чтобы исключить припекание консолидируемого материала к формообразующим поверхностям пресс-формы между ними помещалась графитовая бумага толщиной 0,2 мм.

2 этап: Приготовление порошковой навески. Масса порошковой навески определялась следующим образом. Предполагая, что спечённый образец должен быть 100 % плотным (т.е. иметь теоретическую плотность) и задавая требуемые геометрические размеры, можно определить массу порошковой навески, требуемой для достижения необходимого объема по формуле (2.8):

$$\rho = \frac{m_{\text{HaB}}}{S_{\text{поB}} \cdot h} \to m_{\text{HaB}} = \rho \cdot S_{\text{поB}} \cdot h, \qquad (2.8)$$

где ρ – плотность образца, г/см³, равная 100% от теоретической; $m_{\text{нав}}$ – масса навески, г; S_{noe} – площадь поверхности образца, см²; h – высота образца, см.

Далее порошковую навеску помещали в пресс-форму и закрывали пуансоном.

3 этап: Спекание ММК. Для осуществления контроля температуры, на боковой поверхности матрицы пресс-формы имеется глухое отверстие, дно которого использовали для контакта с термопарой или для наведения оптического пирометра. Для минимизации тепловых потерь от излучения во время нагревания

пресс-формы использовали графитовый войлок, окутывающий все внешние поверхности пресс-формы с отверстием для ввода термопары.

Пресс-форму в сборе (Рисунок 2.4) помещали в рабочую камеру установки ИПС, затем камеру вакуумировали до остаточного давления 10-20 Па. Для надёжного контакта токоведущих поршней-толкателей установки и элементов пресс-формы, к последним прикладывали минимальное начальное усилие в 3 кН. На панели управления установкой задавали параметры спекания: усилие подпрессовки; температура спекания; скорость нагрева; другие условия изменения режимов и временных выдержек. В процессе спекания контролировали и записывали в режиме реального времени 6 параметров: перемещение пуансонов, усилие прессования, температура; сила тока; напряжение; остаточное давление в вакуумной камере.



Рисунок 2.4 – Графитовая пресс-форма для ИПС.

1 – пресс-форма; 2 – пуансоны; 3 – образец; 4 – графитовый войлок;

5 – графитовая прокладка; 6 – углубление для термопары

После завершения программы спекания, пресс-форма остывала естественным образом до комнатной температуры, затем в рабочую камеру

напускали атмосфера и затем камеру открывали. Пресс-форму со спечённым образцом извлекали из рабочей камеры. Извлечение образца из пресс-формы происходило путём его выпрессовки на ручном прессе.

С поверхностей извлечённого образца механически удаляли облой и элементы графитовой бумаги путём шлифования и полирования.

2.5 Определение плотностей образцов

Определение плотности образцов проводили геометрическим методом, путем прямого измерения линейных размеров образца цифровым толщиномером Mitutoyo ID F-150 с точностью 0,001 мм и массы образца на цифровых весах ВЛТЭ-150 с точностью 0,001 г. Плотность рассчитывалась по формуле (2.9):

$$\rho = \frac{4 \cdot m}{\pi \cdot d^2 \cdot h},\tag{2.9}$$

где ρ – плотность образца, г/см³; m – масса образца, г; d – диаметр образца, см²; h – высота образца, см.

2.6. Методика исследования радиационно-защитных свойств

2.6.1 Исследование гамма-защитных свойств

Оценка способности ослабления материалом гамма-излучения проводилась на коллимированных пучках изотопов ${}^{57}Co$ (14,4 кэВ, 122,06 кэВ, 136,47 кэв), ${}^{137}Cs$ (661,66 кэВ), ${}^{60}Co$ (1173,2 кэВ, 1332,5 кэВ). Измеряемым параметром служила мощность дозы от гамма-излучения различных энергий. Измерения мощности дозы были проведены дозиметром-радиометром МКС-АТ1117М с блоком детектирования гамма-излучения БДКГ-03. Схема экспериментального устройства изображена на рисунке 2.5. После измерения мощности дозы (мкЗв/ч) производится расчёт коэффициента ослабления излучения материалом по формуле (2.10).

$$K = \frac{\Phi_0}{\Phi},\tag{2.10}$$
где Φ_0 – мощность дозы на поверхности детектора с защитой из шайбы (*AMг6*) толщиной 10 мм; Φ – мощность дозы на поверхности детектора с использованием экспериментальных образцов защиты.



Рисунок 2.5 – Схема экспериментального устройства: 1 – детектор, 2 – экспериментальный образец, 3 – канал коллиматора, 4 – свинцовый коллиматор Эксперименты проводились в Учебно-научном центре «Исследовательский ядерный реактор» (ИРТ-Т) ТПУ.

2.6.2 Исследование нейтроно-защитных свойств

Оценка нейтроно-защитных свойств проводилась на коллимированном пучке нейтронов канала ГЭК-1 исследовательского реактора ИРТ-Т с использованием разработанного и изготовленного графитового контейнера, представленного на рисунке 2.6.

Измерялось число импульсов, регистрируемых детектором тепловых и надтепловых нейтронов. Схема экспериментального устройства изображена на рисунке 2.7. Время измерения составляло 10 секунд. МКС-01Р с блоками детектирования БДКН-03Р и БДКН-01Р.



Рисунок 2.6 - Графитовый контейнер для реакторного канала



Рисунок 2.7 – Схема экспериментального устройства: 1 – бетон биологической защиты, 2 – графитовый контейнер, 3 – экспериментальный образец, 4 – детектор, 5 – горизонтальный канал ГЭК-1

Для каждого образца было проведено три измерения и определено среднее значение числа импульсов. Из среднего значения было исключено фоновое значение регистрируемых импульсов. Исходя из времени измерения была определена скорость счета. Коэффициент ослабления был определён по формуле (2.10).

2.7 Моделирование радиационно-защитных характеристик

2.7.1 Моделирование гамма-защитных свойств

В последнее время, для исследования физических процессов широко используется компьютерное моделирование. Одним из самых распространённых методов моделирования является метод Монте-Карло. Метод Монте-Карло – это численный метод решения путём моделирования случайных чисел для выявления закономерностей их распределения [123-125]. С помощью этого метода были получены результаты по прохождению излучения через вещества [126-129]. Моделирование гамма-защитных свойств разрабатываемого композиционного материала проводилось в программе «Компьютерная лаборатория PC LAB», созданного на основе пакета программ ЕРНСА (электронно-фотонный каскад). Программа предназначена для визуализации и моделирования методом Монте-Карло процессов взаимодействия материала с электронами, позитронами, фотонами и позитронами. Программа позволяет получать численные результаты взаимодействия, такие как коэффициенты пропускания частиц материалом, альбедо, угловые и энергетические распределения частиц и т.д.

Пакет программ ЕРНСА служит для расчёта характеристик взаимодействия частиц как с однородными, так и не с однородными веществами. Получаемые результаты хорошо коррелируются как с литературными данными, так и с результатами, полученными в программах GEANT, EGS4 и пр.

2.7.2 Моделирование нейтроно-защитных свойств

Взаимодействие пучка тепловых нейтронов с веществом сопровождается двумя равновероятными процессами: возможно как упругое рассеяние нейтронов

на ядрах, так и прохождение ядерных реакция типа (α , n) – α -частица – нейтрон, (p, n) – протон – нейтрон, (γ , n) – γ -квант – нейтрон [130].

Нами применена методика моделирования, изложенная в [131].

Плотность коллимированного пучка нейтронов излучения dI в результате взаимодействий будет изменяться пропорционально изменению плотности падающего пучка нейтронов *I*, пробегу нейтронов в веществе dx и числу атомов в единице объёма *N*:

$$dI = -N \cdot \sigma \cdot I \cdot dx, \tag{2.11}$$

где *σ* – эффективное сечение взаимодействия нейтронов с ядрами вещества (барн).

Обозначим плотность потока нейтронов на поверхности материала как I_0 , тогда плотность потока нейтронов за защиты будет I_x соответственно. После интегрирования формулы (2.11) получим уравнение (2.12):

$$I_x = I_0 \ e^{-\sigma N x} \tag{2.12}$$

Ослабление падающего пучка нейтронов материалом находим из соотношения (2.13):

$$\varepsilon = \frac{I_0 - I_x}{I_0} = \frac{I_0 - I_0 \cdot e^{-\sigma N_x}}{I_0} = 1 - e^{-\sigma N_x}, \qquad (2.13)$$

где коэффициент *σ* - микроскопическое эффективное нейтронное поперечное сечение ядра, характеризует вероятность любого взаимодействия нейтрона с атомами вещества. Макроскопические нейтронные сечения определены для большого количества изотопов и приведены в работах [132, 133].

Выводы по Главе 2

Таким образом, в диссертационной работе применены общепринятые методы комплексной характеризации исходных порошковых компонентов, приготовления гомогенных смесей из них, метод УЗ-прессования с последующим свободным спеканием, метод ИПС, а также модельные и экспериментальные методы оценки

радиационно-защитных характеристик. Рассмотрены и выбраны для исследований методики модельной оптимизации процессов уплотнения порошковых смесей и методы моделирования радиационно-защитных свойств.

Применённые в работе научные подходы, вместе с используемым высокотехнологичным оборудованием, обеспечивают высокую достоверность результатов исследования.

ГЛАВА 3. ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ОБОСНОВАНИЕ И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ПОДТВЕРЖДЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ПЛАЗМЕННОЙ И УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ТЕХНОЛОГИИ КОНСОЛИДАЦИИ РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНОГО ММК

3.1 Характеризация исходных компонентов ММК

Порошок АМгб

Данные, полученные методом растровой электронной микроскопии, свидетельствуют о том, что порошок сплава АМг6 состоит из частиц, преимущественно сферической формы (Рисунок 3.1).



Рисунок 3.1 – РЭМ-изображение порошка АМг6

Средний размер частиц порошка, определённый на лазерном анализаторе размера частиц, составляет 14,85 мкм. Гистограмма распределения частиц по размерам представлена на рисунке 3.2. Анализируя данные, полученные методом ЛД, можно сделать вывод, что распределение является сложным, состоящим из частиц нескольких фракций с логарифмически нормальным распределением. Эти данные подтверждаются результатами РЭМ (Рисунок 3.1).



Рисунок 3.2 - Объёмный гранулометрический состав порошка матричного сплава АМг6, полученный методом ЛД

В соответствии с данными рентгенофазового анализа, сплав АМг6 содержит кубическую фазу $Mg_{0.05}Al_{0.95}$, параметр решётки а= 4.0646 Å, уширение рефлексов у их основания, подтверждает наличие в порошке субмикронных фракций (Рисунок 3.3).



Рисунок 3.3 – Рентгенограмма порошка АМг6

Энергодисперсионный анализ показал наличие незначительного количества примесей (Рисунок 3.4), что является допустимым в соответствии с ГОСТ 4784-97 «Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые».



Рисунок 3.4 – Элементный состав сплава АМг6 по данным ЭДС

Исследование порошков сплава методом ПЭМ показало достаточно равномерное распределение магния внутри зёрен из алюминия (Рисунок 3.5 а, б, в), кроме того отмечено наличие оксидного слоя порядка 60 нм вокруг частиц (Рисунок 3.5 г).

Порошок В4С

Как видно из рисунка 3.6 *а*, порошок карбида бора производства ООО «ОКБ-БОР» (г. Дзержинск) по данным, полученным методом сканирующей электронной микроскопии, имеет близкую к равноосной форму частиц с весьма широким распределением по размерам.

Анализ, проведённый методом ЛД, показал присутствие частиц от 9 мкм до субмикронного размера. Средний размер частиц порошка составляет 1,339 мкм. Гистограмма распределения частиц по размерам представлена на рисунке 3.6 (б). Размер частиц порошка, рассчитанный из величины площади удельной поверхности, равной 8,63 ± 0,07 м²/г, составил около 0,276 мкм.



Рисунок 3.5. ПЭМ (а, б, в) и РЭМ-изображения (г) частиц сплава АМг6.

- а пространственное распределение алюминия в частице сплава,
 - $\delta-$ пространственное распределение магния внутри частица,

в, г – наличие оксидного слоя на поверхности частицы



Рисунок 3.6 - Объёмный гранулометрический состав порошка карбида бора: *а*-полученный методом полученный методом РЭМ,

 δ - полученный методом полученный методом ЛД

ЭДС анализ показал наличие незначительного количества примесей кислорода и кремния (Рисунок 3.7 *a*).

Как видно из рентгенограммы порошка карбида бора (Рисунок 3.7, б), он содержит около 5 % свободного углерода, параметр решётки а=2.47 Å и b =6.85 Å и порядка 95 % фазы $B_{13}C_2$, параметры решётки, а=5.617 Å и b =12.1171 Å.



Рисунок 3.7 – Элементный состав порошка карбида бора: *а* - полученный методом ЭДС, *б* - полученный методом РФА

Порошок вольфрама

Частицы порошка имеют сферическую форму (Рисунок 3.8) и широкое (2,5 порядка величины) мультимодальное распределение по размерам (Рисунок 3.9). При этом не менее 40 % представлено субмикронной фракцией и не менее 20 % - наноразмерной фракцией.

83



Рисунок 3.8 - РЭМ-изображения порошка вольфрама



Рисунок 3.9 – Объёмный гранулометрический состав порошка вольфрама по результатам лазерной дифракции

Полная удельная поверхность порошка составляет 2,70 ± 0,02 м²/г, что соответствует среднему размеру частиц 0,115 мкм. Сопоставление результатов ЛД

и БЭТ-анализа указывает на существенную (до 9) степень агломерации частиц порошка.

При обработке дифрактограммы, представленной на рисунке 3.10, выявлено, что порошок состоит из двух кристаллических модификаций вольфрама (Таблица 3.1), при этом примесей не обнаружено.



Рисунок 3.10 Рентгенограмма порошка вольфрама

T C 2 1	ж ч			1
$1 a \circ \pi u \pi a \land 1$	Оразовыи	COCTAR	ποηοιικα	вольфрама
1 аблица 5.1.	P uJODDIII	cocrub	порошка	Dompulation

Фаза	Содержание,	ОКР,	Напряжени	Параметры	Структура
	%	HM	e	решетки, Å	
W(PM3-N)_#52344	37,28	46,23	0,000427	5,0522	кубическа
					Я
W(IM3-M)_#44323	62,72	94,63	0,000109	3,1656	кубическа
					Я

Результаты, полученные методом ПЭМ, подтвердили предположения, сделанные на основе данных ЛД, о значительной степени агломерации порошка. Порошок представляет собой агломерированные частицы как микронной, так и

ультрадисперсной фракций (Рисунок 3.11 *а*, *б*). На поверхности всех частиц присутствует оксидный слой, толщиной около 4 нм.







3.2 Дискретно-элементное моделирование упаковок порошковых смесей *B*₄*C*-*Al/Mg*-*W* с различным содержанием компонентов

Расчётная и экспериментальная оптимизация состава смеси изученных порошков ограничена сложностью их гранулометрического состава и высокой трудоёмкостью лабораторных процедур подготовки и консолидации множества возможных комбинаций содержания компонентов в смеси. Однако близкая к сферической или равноосная форма частиц используемых порошков позволяет построить модель их упаковки и оптимизировать соотношение компонентов смеси в модельных экспериментах по величинам среднего числа межчастичных контактов (координационное число N_c) и плотности упаковки, подобно тому, как это ранее проделывалось на порошковых смесях однородных составов [134-137]. Для ЛД порошковых этого экспериментальные данные компонентов, аппроксимировали с нахождением типа и параметров функций распределения частиц по размерам [138, 139]. Полученные параметры использовали для задания соответствующих классов частиц дискретно-элементных моделей с различным их содержанием, построенных в среде программы S3D PorouStructure по алгоритму (центральная [117]. Суммарное Ичикавы упаковка) количество частиц представительного набора в таких моделях центральных упаковок (Рисунок 3.12) составляло от 20000 до 72000.

С учётом последующего прессования давлениями от 40 МПа до 800 МПа, сравнительный анализ характеристик моделей упаковки компонентов описанных составов композита проводили также после имитации их уплотнения, обусловленного деформацией частиц матричного сплава и вольфрама; при этом частицы карбида бора считаются недеформируемыми (Рисунок 3.12 *б*, *г*).

Последующий статистический анализ полученных упаковок по критерию максимальной плотности и обеспечения непрерывного контакта частиц алюминиевой матрицы показал следующее. Минимальным по содержанию для образования непрерывной матрицы алюминиевого сплава при оптимальном для плотного заполнения частицами карбида бора и вольфрама соотношением компонентов является: 65% АМг6-15% *B*₄*C*-20 % *W* (Смесь 2). Для такой смеси при первичной (без деформации) упаковке среднее число контактов с частицами сплава, приходящееся на одну частицу сплава (парциальное координационное число), лежит в диапазоне минимально допустимых значений ($1 < N_c < 2$), а свободное пространство между ними может быть заполнено оптимальной по содержанию компонентов смесью вольфрама и карбида бора с заданным в модели гранулометрическим составом.





Рисунок 3.12 – Дискретно-элементные модели упаковки частиц компонентов смеси композита с минимально допустимым (*a*, *б*) и оптимальным по критерию плотности содержанием матричного сплава и дисперсных наполнителей (*в*, *г*) в состоянии свободной укладки (*a*, *в*) и после деформации частиц пластичных материалов (*б*, *д*): частицы АМг6 – голубые; *B*₄*C* – серые; *W* – синие

Однако для обеспечения достаточной несущей способности металлический каркас разрабатываемого композиционного материала после консолидации должен

иметь более развитую (и максимально непрерывную) пространственную структуру межчастичных контактов. Анализ построенных моделей показал, что образование непрерывной матрицы с увеличением индивидуального (парциального) координационного числа с 1,78 до 4,29 обеспечивается увеличением содержания порошка сплава АМг на 9 масс.%. Полагая, что материал матрицы является единственным компонентом консолидированной смеси, способным нести механические нагрузки, а также условно принимая простейшую прямую зависимость прочности пористого материала от его плотности, можно заключить, что при этом прочность композита может быть повышена не менее чем в 2,5 раза. Для обеспечения аналогичных прочностных характеристик без существенного уменьшения содержания дисперсных наполнителей необходимо использовать более тонкодисперсный порошок карбида бора с частицами, способными эффективно заполнить пространство между плотно упакованными частицами матричного сплава.

Таким образом, для изготовления разрабатываемого композиционного материала из исследуемых порошков, соотношение компонентов смеси, оптимальное по критерию максимума плотности упаковки всех частиц, имеет следующий состав: 74 % АМг6 - 6 % B_4C - 20 % W (Смесь 3) [140]. Для частиц его матричного сплава парциальное координационное число лежит в диапазоне от 3 (в свободно насыпанном состоянии) до 4 (после деформации частиц пластичных материалов), а парциальная плотность упаковки его частиц составляет от 43 % (Рисунок 3.12 e) до 67 % (Рисунок 3.12 e), соответственно.

Количественные результаты дискретно-элементного моделирования смесей представлены в Таблице 3.2.

89

Таблица 3.2 – Морфологические параметры модели деформированных упаковок частиц композита (после деформации 25%)

Komponent	Содержание, %		Парциальная	Сранцаа	Паринальное			
(теор. плотность, г/см ³)	масс.	объёмн.	плотность упаковки частиц компонента	среднее координационное число для частиц компонента	парциальное координационно е число частиц компонента			
Минимально допустимое содержание матричного сплава								
АМгб (2,6)	65	77,9	0,276	95,04	1,78			
$B_4C(2,52)$	15	18,8	0,498	6,23	4,42			
W(19,25)	20	3,3	0,057	5,17	0,83			
Смесь 2	100		0,782	6,49	6,49			
Оптимальное содержание матричного сплава								
АМг6 (2,6)	74	89,2	0,670	124,70	4,29			
B ₄ C (2,52)	6	7,5	0,254	6,34	3,28			
W (19,25)	20	3,3	0,052	5,23	1,54			
Смесь 3	100		0,890	7,23	7,53			

3.3 Исследование прессуемости отдельных компонентов и их смесей *B*₄*C*-*Al*/*Mg*-*W* с различным содержанием компонентов

В рамках механистической модели [120] были исследованы смеси порошков алюминиевого сплава, вольфрама и карбида бора с различным массовым содержанием компонентов (Таблица 3.3), выбранным, в том числе, с учётом результатов, полученных в разделе 3.2 (Смесь 3). Для сравнения, в работе рассматривалась Смесь 4. Её состав, способ производства и свойства был подробно исследован в работе [141].

Таблица 3.3 – Относительное массовое содержание компонентов в исследуемых смесях

Матариал	Компонент					
материал	B_4C	W	АМг6			
Смесь 2	0,15	0,20	0,65			
Смесь 3	0,06	0,20	0,74			
Смесь 4	0,18	0,12	0,70			

В экспериментальных исследованиях характеристик прессуемости использовали стальную цилиндрическую пресс-форму с диаметром внутренней полости 14 мм. Пресс-форма сопряжена с волноводом резонансных размеров, к которому с двух противоположных сторон подсоединены магнитострикционные преобразователи. УЗ-колебания мощностью до 2 кВт на резонансной для всей системы частоте (22 кГц) возбуждались в преобразователях, запитанных от УЗфазовой генератора, оснащённого системой автоподстройки частоты. В экспериментах по оценке влияния мощных ультразвуковых колебаний на исследуемый материал УЗ-воздействие осуществлялось на протяжении всего процесса его прессования.

полулогарифмическом Ha рисунке 3.13 В масштабе зависимости относительной плотности от относительного давления прессования представлены компонентов исследуемого кривые уплотнения составных композитного порошкового материала. На диаграмме штриховыми линиями также нанесены изолинии границ этапов 0, I, II, III процесса прессования.



Рисунок 3.13 – Представление экспериментальных зависимостей относительной плотности компонентов исследуемых смесей по этапам их уплотнения

Из анализа полученных данных следует, что отдельные компоненты исследуемой порошковой смеси характеризуются существенно отличающимися свойствами прессуемости. В частности, перейти границу начала второго этапа уплотнения порошков B_4C и W не позволяют возможности использованного прессового оборудования. Однако необходимые для начала Этапа II уплотнения порошков B_4C и W давления прессования заметно отличаются друг от друга и равны 15 ГПа и 1,9 ГПа, соответственно. В таких же условиях прессования при уплотнении порошка АМг6 были пройдены последовательно I и II этапы, а при давлении 630 МПа и относительной плотности 0,91 для этого материала наступил Этап III уплотнения.

Полученные результаты анализа отдельных компонентов позволяют заключить, что процесс уплотнения их смесей будет определяться, в основном, содержанием наиболее пластичного материала C_{pl} – алюминиевого сплава АМгб. Несколько меньшую степень влияния будет оказывать содержание вольфрама. Увеличение содержания порошка карбида бора будет приводить к повышению жёсткости порошковой смеси. Можно обоснованно предположить, что для зависимости величин уплотняемости *B* и прессуемости *П* смесей будет наблюдаться «насыщение» после некоторого значения содержания наиболее пластичного компонента.

При этом положение кривых уплотнения смесей с различным содержанием компонентов относительно этапов процесса прессования носит промежуточный характер (Рисунок 3.14) и зависит от содержания наиболее пластичного компонента. Ультразвуковое воздействие на прессуемый порошковый материал, снижая предел текучести наиболее пластичного компонента смеси за счёт упругопластического эффекта [142], также приводит к изменению характеристик прессуемости и положения кривой уплотнения относительно этапов прессования.



Рисунок 3.14 – Представление экспериментальных зависимостей относительной плотности исследуемых смесей по этапам их уплотнения

Для всех смесей под действием УЗ-колебаний наблюдается повышение плотности прессовок и смещение кривых уплотнения в сторону Этапа III (Рисунок 3.15). Очевидно, эти эффекты определяются дислокационной структурой наиболее пластичного компонента смеси и его относительным содержанием *C*_{pl}.



Рисунок 3.15 – Представление экспериментальных зависимостей относительной плотности исследуемых смесей по этапам их уплотнения

Комплекс характеристик прессуемости и количественных значений плотности и давления, которые определяют положение границ наступления и окончания основных этапов и стадий уплотнения исследуемых порошковых материалов, на которых с разной степенью преобладают процессы взаимной упаковки частиц или их деформации, представлен в Таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Основные характеристики состава и прессуемости исследуемых порошков и смесей на их основе в условиях одноосного одностороннего прессования и УЗ-прессования

Матери С _{рl} ал %	C_{pl} ,	Хар пр	оактеристики оессуемости		Этап 1		Этап 2		Этап 3	
	%	% B	<i>Р_{кр}</i> , МПа	Π ·10 ⁹	<i>Р</i> , МПа	$ ho_{{\scriptscriptstyle OMH}},$ ед.	<i>Р</i> , МПа	<i>ρ_{отн}</i> , ед.	<i>Р</i> , МПа	<i>ρ_{отн}</i> , ед.
B_4C	100	0,041	369562	0,07	$22 \cdot 10^{-6}$	0,041	1505,9	0,870	17933,7	0,971
W	100	0,084	22195	0,53	0,435	0,084	187,4	0,791	1038,6	0,936
АМг6	100	0,118	1391	6,08	0,809	0,118	16,5	0,747	63,0	0,906
Смесь 2 ООП	65	0,076	5081	2,59	0,026	0,076	38,5	0,804	239,6	0,943
Смесь 3 ООП	74	0,106	1548	6,10	0,334	0,106	16,4	0,762	71,0	0,917
Смесь 4 ООП	70	0,098	2030	5,03	0,204	0,098	19,9	0,772	93,8	0,924
Смесь 2 УЗП	65	0,075	4747	2,81	0,021	0,075	35,6	0,806	224,0	0,944
Смесь 3 УЗП	74	0,102	1534	6,37	0,238	0,102	15,7	0,767	70,6	0,921
Смесь 4 УЗП	70	0,099	1766	5,74	0,190	0,099	17,4	0,771	81,6	0,924

Как видно из Таблицы 3.4, отдельные компоненты исследуемого композиционного состава демонстрируют существенные отличия характеристик прессуемости. Среди смесей наименьшая величина критического давления и наибольшая прессуемость наблюдается при УЗ-прессовании Смеси 3. Эта же смесь демонстрирует наибольшие значения интенсивности уплотнения при любом способе прессования, что косвенно подтверждает результаты дискретно-

элементного моделирования, представленные в предыдущем разделе, в котором по выбранным критериям был определён оптимальный состав композита (Смесь 3).

Анализ представленных на рисунке 3.16 графических зависимостей коэффициентов уравнения прессования (2.4) для смесей от массового содержания C_{pl} наиболее пластичного компонента подтверждает выдвинутое предположение о наличии оптимального значения этого содержания, при котором наступает «насыщение» и превышение которого не приносит существенного выигрыша в приросте эффективности прессования заданным давлением.



Рисунок 3.16 – Зависимости коэффициентов уравнения прессования для исследуемых смесей от содержания с них наиболее пластичного компонента

Аналогичная зависимость прессуемости Π для этих смесей (Рисунок 3.17) в области значения C_{pl} для Смеси 3 демонстрирует «насыщение», характер которого близок к асимптотическому: величина прессуемости для этой смеси принимает максимальное значение, которое даже несколько превышает значение прессуемости чистого порошка АМг6.



Рисунок 3.17 – Зависимости прессуемости исследуемых смесей от содержания в них наиболее пластичного компонента

Представленные зависимости в совокупности с результатами дискретноэлементного моделирования (раздел 3.2) позволяют сделать обоснованный вывод о правильном определении оптимального содержания наиболее пластичного матричного компонента исследуемого ММК.

Содержание других компонентов смеси ($W u B_4 C$) при изменении в пределах суммарных 26% не оказывает столь существенного влияния на свойства прессуемости, а его оптимальное соотношение подлежит уточнению в ходе исследований радиационно-защитных свойств разрабатываемого ММК, на основе соответствующих этим свойствам критериев.

Смеси оптимизированного состава порошков композита, прессовавшиеся под УЗ-воздействием и без него, при давлении прессования 800 МПа, имели плотности прессовки композита 95,1 и 93,4 %. Последующее вакуумное спекание прессовок при температуре 590 °C в течение 2 часов привело лишь к незначительному повышению плотности: до 93,4 % для прессовок, уплотняемых без УЗВ и до 96,8 % для прессовок, уплотняемых под УЗ-воздействием [139, 143].

Следует отметить, что значение плотности прессовок ММК после УЗпрессования при комнатной температуре (95,1 %) [144] сопоставимо со значение плотности ММК аналогичного состава, изготовленного методом горячей экструзии при температурах до 500 °C (96%) [141]. Кроме того, достигнутая при УЗ-

96

прессовании в оптимальных режимах плотность ММК оказалась выше, чем плотность чистого сплава АМг6 при том же давлении, но без УЗ-воздействия. Последнее указывает на высокую эффективность одного из рациональных приёмов прессования для производства ММК и выбранной схемы подведения УЗ-колебаний к прессуемому порошку.

Исследование образцов методом РЭМ (Рисунок 3.18) и РФА (Рисунок 3.19), изготовленных из смеси оптимизированного состава показали, что УЗ-воздействие не оказывает влияния на морфологию частиц.



Рисунок 3.18 – РЭМ – изображение образца, полученного методом УЗ-

компактирования из смеси ММК оптимизированного состава



Рисунок 3.19 Рентгенограмма порошковой смеси (а) и изготовленного компакта

с применением УЗ-колебаний (б)

Поверхность образца имеет ровный, беспористый рельеф, что косвенно свидетельствует о его высокой относительной плотности. Также отмечено, что изменения фазового состава материала вследствие воздействия УЗ-колебаний не происходит.

Таким образом, метод УЗ-прессования ММК разработанного состава обладает высокой конкурентоспособностью по сравнению с применяемыми в промышленности методами консолидации материала аналогичного состава, что было подтверждено проведёнными на стадии получения патента исследованиями [143].

3.4 Построение конечно-элементных моделей процесса консолидации исследуемых материалов для оптимизации кинематической схемы их прессования в изделия заданной формы в различных условиях внешнего воздействия

Основной проблемой в производстве изделий из порошковых материалов методами прессования в закрытых жёстких пресс-формах является неравномерное распределение плотности по объёму прессуемого порошкового тела. Указанный фактор становится критичным даже при прессовании изделий относительно простой формы при высоте, сопоставимой с поперечными размерами изделия. Существенная неравноплотность прессовки приводит к трудно предсказуемой неравномерной деформации изделия после спекания, поскольку менее плотные участки изделия усаживаются в большей степени.

Минимизация или исключение неравномерного распределения плотности по объёму изделия достигается уменьшением влияния эффектов пристенного трения: снижением сил пристенного трения или перераспределением направления их действия по внешней поверхности изделия при прессовании.

Снижение сил трения без использования пластифицирующих добавок в прессуемый порошковый материал может быть достигнуто одновременным ультразвуковым воздействием [8]. В этом случае при достижении достаточной интенсивности колебаний формообразующих поверхностей пресс-формы происходит периодическая потеря контакта (отрыв) материала прессовки от этих поверхностей, и сила трения действует только в периоды их соприкосновения. Мощностью УЗ-воздействия можно контролировать величину отношения периодов контакта и отрыва, уменьшая величину коэффициента трения пропорционально этому отношению.

Кроме снижения сил пристенного трения, УЗ-воздействие при прессовании порошков оказывает влияние на их реологические характеристики. В частности, под действием знакопеременных напряжений В прессуемом материале увеличивается плотность и подвижность дислокаций, что снижает уровень способствует напряжений пластического течения. Это его уплотнению порошкового материала.

Перераспределение направлений действия сил трения по поверхности изделия обеспечивает компенсацию их влияния на равномерность распределения плотности и достигается применением коллекторной схемы прессования [23]. При этом для полного исключения перепадов плотности по высоте изделия произведение частей формообразующих периметров встречно движущихся элементов (коллекторов) на величины развитых на этих частях сил трения должны быть равны. При производстве методом коллекторного прессования изделия в форме втулки (рамки) и при одинаковых значениях коэффициента трения это условие выполнить нельзя, поскольку величины периметров внешней и внутренней частей втулки отличаются. В данном случае целесообразно совместное использование коллекторной схемы прессования и УЗ-воздействия, при котором коэффициент трения на внешней поверхности втулки может быть снижен под действием колебаний на величину, пропорциональную отношению величин периметров внешней и внутренней поверхности.

Перечисленные рациональные приёмы повышения качества прессуемых изделий подлежат оптимизации методами конечно-элементного моделирования процесса прессования. Моделирование методом конечных элементов (МКЭ) проводили в специализированной программе QForm (Россия). В базе данных этой программы в качестве деформируемого был выбран сплав АМг6, который является

99

матричным компонентом используемого в проекте композиционного материала. Для всех моделей были приняты одинаковые значения скоростей нагружения и исходной относительной плотности порошкового тела, близкой по значению к величине насыпной относительной плотности исследуемых смесей (0,4). В моделях в сравнительном ключе оценивали равномерность распределения плотности по сечению и на поверхностях изделия.

Для моделирования были выбраны две кинематические схемы прессования изделия в форме корпусного элемента для защиты РЭА (прямоугольной рамки): одноосное одностороннее прессование и коллекторное прессование (КП). Для имитации УЗ-воздействия при прессовании в моделях вводились дополнительные условия трения: на поверхностях изделия, контактирующих с пуансонами и закладным элементом, выбирался коэффициент трения, характерный для данного материала (0,6), а на поверхностях, контактирующих с матрицей, через которую в стандартных схемах УЗ-прессования передаются колебания прессуемому изделию, задавался меньший коэффициент трения. Согласно представленному выше правилу, коэффициент трения, действующего у поверхности с большим значением периметра, должен быть уменьшен пропорционально отношению периметров внешней и внутренней частей втулки. Для выбранной конструкции рамки это отношение равно 1,243, а коэффициент трения на внешней поверхности, соответственно, равен 0,483. С учётом того, что вместо втулки мы моделируем прессование прямоугольной рамки, нормальная толщина стенки которой в её углах в $\sqrt{2}$ раз превышает толщину стенки в других местах изделия, целесообразно провести дополнительное моделирование с ещё меньшим значением коэффициента трения, действующего на внешней поверхности изделия, в качестве которого примем величину 0,3.

Исходная модель базовой конструкции пресс-формы была подготовлена в среде CAПP SolidWorks (Рисунок 3.20 *a*) в виде двух идентичных пуансонов (на рисунке 3.18 *a* они обозначены цифрами 1 и 2), формирующих торцевые поверхности порошкового изделия (на рисунке 3.20 *a* участок И) и соответствующих его форме, одного закладного элемента (Рисунок 3.20 *a*, деталь

3), формирующего внутреннюю боковую поверхность изделия, и матрицы (Рисунок 3.20 *а*, деталь 4), формирующей наружную боковую поверхность изделия.

Моделирование прессования ММК состава 74 % АМг6 - 6 % *B*₄*C* - 20 % *W* (Смесь 3) в различных условиях пристенного трения проводили:

- для схемы ООП, в которой относительно матрицы 4 и закладного элемента 3 движется только верхний пуансон 1, а нижний пуансон 2 остаётся неподвижным;
- для схемы КП, в которой верхний пуансон 1 движется одновременно с закладным элементом 3, а нижний пуансон 2 остаётся жёстко связанным с матрицей 4.

Эскиз конечного изделия представлен на рисунке 3.20 (б) проводили на изделии упрощённой формы, конструктивные элементы на котором могут быть выполнены как последующей механической обработкой, так и путём усовершенствования разрабатываемой пресс-формы.



Рисунок 3.20 – Модель базовой конструкции пресс-формы (*a*), реализующей выбранные схемы прессования ММК состава 74% АМг6 - 6% *B*₄*C*

- 20% W (Смесь 3) в изделие в форме прямоугольной рамки (б)

Результаты моделирования, представленные на рисунках 3.21 и 3.22, показывают преимущество коллекторной схемы прессования, реализованной с одновременным УЗ-воздействием максимальной мощностью.



Рисунок 3.21 – Модели ООП рамки из ММК состава 74% АМг6 - 6% *B*₄*C* - 20% *W* (Смесь 3) (разрез) с полями распределения плотности в поперечном сечении изделия: *a* – ООП, *б* – УЗП

ООП без внешнего воздействия (Рисунок 3.21 *a*) приводит к характерной для этого метода существенной неравномерности распределения плотности по высоте (до 20% относительно теоретической плотности) и в горизонтальном (до 10%) направлении. Использование УЗ-колебаний приводит к некоторому снижению разницы в полях плотности у внешней и у внутренней боковых поверхностей изделия, однако неравноплотность по высоте остаётся существенной при любых условиях снижения коэффициента пристенного трения у внешней боковой поверхности.

Применение КП (Рисунок 3.21 а) позволило в значительной мере решить проблему неравноплотности по высоте: усреднённая в горизонтальном сечении плотность практически одинакова на любой высоте изделия.

102



Рисунок 3.22 – Модели КП рамки ММК состава 74% АМг6 - 6% *B*₄*C* - 20% *W* (Смесь 3) в (разрез) с полями распределения плотности в поперечном сечении изделия в случае обычного (*a*) и УЗ-прессования с разным уровнем воздействия

(б, в)

Кардинальное улучшение наступает при одновременном с коллекторной схемой УЗ-воздействии: снижение коэффициента пристенного трения у внешней

103

боковой поверхности изделия с 0,6 до 0,48 приводит к заметному выравниванию характера распределения плотности у внешней и внутренней поверхности (Рисунок 3.20 б), а при дальнейшем уменьшении коэффициента трения (до 0,3) разница между характером распределения плотности у внешней и у внутренней поверхностей становится минимальной (Рисунок 3.20 в).

Полученный результат позволяет выбрать схему КП с одновременным УЗ-воздействием в качестве основы для проектирования прессовой оснастки для производства из радиационно-защитного композиционного материала изделий в форме корпусного элемента (прямоугольной рамки).

3.5 Разработка практических рекомендаций по оптимизации технологического процесса получения изделий сложной формы из радиационно-защитного ММК

По результатам моделирования, представленным в разделе 3.4, были подготовлены эскизы прессовой оснастки, реализующей оптимальную кинематическую схему перемещения формообразующих элементов пресс-формы, которая обеспечивает минимальные перепады плотности по объёму изделия заданной формы.

Основным техническим решением, обеспечивающим достижение этой цели, является использование коллекторной схемы прессования: перемещение в процессе прессования одного пуансона пресс-формы совместно с её центральным закладным элементом, а другого пуансона – совместно с матрицей пресс-формы.

Техническая реализация такой кинематической схемы возможна с применением промышленных гидравлических прессов с независимыми манипуляторами, управляющими каждым из подвижных элементов пресс-формы. Для оптимизации массогабаритных и прочностных характеристик такой пресс-формы целесообразно провести её предварительное 3*D*-прототипирование.

Построенная в САПР SolidWorks исходная (простейшая) модель прессформы, которая использовалась на стадии построения конечно-элементных моделей процесса консолидации, была подвергнута анализу прочностных и массогабаритных характеристик при выборе материала (инструментальная сталь типа ШХ-15, закалённая до твёрдости 60-62 HRC). Были найдены оптимальные размеры пресс-формы: толщина стенок матрицы и её высота, длина пуансонов с учётом коэффициента упрессовки исследуемого порошкового материала. На стадии разработки геометрической формы матрицы были учтены последующие варианты применения ультразвукового воздействия в процессе прессования изделия квадратной формы и достаточно больших габаритов. Исходя из этого, наиболее надёжным решением является возбуждение колебаний в матрице прессформы сразу от четырёх источников (УЗ-преобразователей). Таким образом, форма матрицы должна быть осесимметричной и квадратной.

При использовании УЗ-воздействия на прессуемый материал возникает необходимость одновременного выполнения двух противоположных требований к конструкции матрицы. С одной стороны, в зоне прессования материал матрицы должен иметь достаточно высокую твёрдость, с другой стороны, для надёжной работы в условиях интенсивных знакопеременных напряжений (в качестве УЗволновода) материал матрицы должен обладать высокой вязкостью. Однако закалённая до указанных значений HRC инструментальная сталь обладает низкой усталостной прочностью, что не позволяет использовать её в качестве УЗволновода. Решением противоречия является комбинированная матрица, состоящая из внешней (волноводной) части, изготовленной из незакалённой стали, (формообразующей) части, изготовленной закалённой внутренней ИЗ И инструментальной стали или из твёрдого сплава на основе карбида вольфрама и кобальта (типа ВК-8), с обеспечением надёжного акустического контакта между этими сопрягаемыми частями.

На матрице должны быть предусмотрены узлы крепления к несущим элементам прессового оборудования (например, к платформе промышленного пресса). В случае применения УЗ-воздействия при прессовании узлы крепления не могут располагаться в произвольных местах матрицы, поскольку это может привести к потере резонансных колебаний. Точное позиционирование узлов

105

крепления матрицы, а также резонансные размеры пресс-формы являются предметом отдельной модельной и конструкторской разработки.

Построенная с учётом перечисленных выше требований модель прессформы (Рисунок 3.23 *a*) была изготовлена в масштабе 1:4 с использованием в качестве материала модели *ABS*-пластика двух различных цветов (Рисунок 3.23 *б*). Для этого был использован серийный 3*D*-принтер PICASO DesignerPro-250 (Россия), реализующий технологию FDM [146] и оснащённый двумя экструзионными соплами.



Рисунок 3.23 – Модель и 3D прототип прессовой оснастки для прессования изделия в форме рамки заданных размеров под действием УЗ-колебаний.

a – модель, б – 3D-прототип

Изготовленный прототип показал принципиальную возможность технической реализации выбранной схемы прессования в условиях внешнего

воздействия, однако выявил и ряд недостатков. В частности, стало ясно, что фланцевая часть тонкостенного пуансона, необходимая для крепления к независимому манипулятору пресса, является потенциально «слабым» узлом в случае использования УЗ-воздействия. На завершающих стадиях процесса прессования плотный контакт с прессуемым изделием приведёт к передаче УЗколебаний пуансону, что в условиях его нагружения максимальным усилием прессования может существенно снизить ресурс его службы.

Для минимизации или исключения этого фактора необходимо увеличить толщину стенок элемента. В обычной схеме одноосного одностороннего прессования сечение пуансона, воспринимающее усилие прессования, полностью соответствует гидравлическому сечению прессуемого изделия. При реализации коллекторной схемы, совместное перемещение пуансона с закладным элементом конструктивно позволяет объединить их в одну монолитную деталь, в которой сечение, воспринимающее усилие прессования, будет складываться ИЗ соответствующих сечений объединённых элементов. Таким образом, наряду с повышением равномерности распределения плотности, такое решение позволяет прессования прочности повысить давление за пределы активного формообразующего элемента (пуансона) обычной схемы прессования И минимизировать негативное влияние знакопеременной механической нагрузки (УЗ-колебаний) на срок службы основной детали пресс-формы. Кроме того, такое решение позволяет увеличить толщину фланцевой части объединённого элемента, повысив надёжность его использования в режиме извлечения/выталкивания изделия. Ещё одним решением, найденным по результатам изготовления необходимость проведения прототипа, является прессования нижним совмещённым пуансоном, имеющим высоту, достаточную для загрузки порошка в полость пресс-формы и для выталкивания спрессованного образца за пределы матрицы. При этом высота заходной части противоположного верхнего пуансона, который в процессе прессования должен быть жёстко связан с матрицей, должна быть минимально достаточной для запирания формообразующей полости. Высоты фланцевых частей крепления пуансонов должны быть увеличены для обеспечения

прочности, достаточной для прессования давлениями, превышающими пределы прочности материала пресс-формы.

Внешний вид пресс-формы, эскизный проект которой был разработан на основе перечисленных выше особенностей, представлен на рисунке 3.24 в разрезе. Разработанная пресс-форма состоит из волноводной части матрицы 4. выполненной из стали 45, закалённой до 40-45 HRC, сопряжённой с ней по горячей посадке формообразующей части матрицы 3, изготовленной из твёрдого сплава формующего элемента (пуансона) 2, BK8, верхнего изготовленного ИЗ инструментальной стали ШХ-15, закалённой до 60-62 HRC, нижнего формующего элемента (пуансона) 1, изготовленного из инструментальной стали ШХ-15, закалённой до 60-62 HRC.



Рисунок 3.24 – Внешний вид (в разрезе) пресс-формы, реализующей представленный эскизный проект

По результатам последующих оптимизационных исследований возможна замена материала пуансонов на твёрдый сплав. На волноводной части матрицы предусмотрены отверстия для крепления к несущим элементам промышленного пресса, а также отверстия для подсоединения ультразвуковых магнитострикционных преобразователей. Фланцевые части подвижных элементов пресс-формы имеют отверстия для крепления к манипуляторам промышленного пресса.

На рисунке 3.25 представлен фрагмент эскизной конструкторской документации (ЭКД) на прессовую оснастку, реализующую предложенные методы
прессования и приёмы повышения эффективности в различных условиях внешнего воздействия, которая позволяет проводить прессование давлениями, превышающими пределы прочности материала пресс-формы.



Рисунок 3.25 – Фрагмент сборочного чертежа ЭКД пресс-формы

3.6 Изготовление образцов металломатричного композиционного материала с применением термического воздействия

В разделе 3.3 получены данные о возможности получения плотных образцов композиционного материала без воздействия. применения термического Рассмотрим альтернативные способы получения изделий плотных ИЗ разрабатываемого композиционного материала, в которых путём использования термического воздействия можно снизить величину прикладываемого давления.

Для выявления режимов изготовления образцов, способных обеспечить максимальную плотность при спекании, руководствовались данными, полученными из фазовой диаграммы системы *Al-Mg* (Рисунок 3.26) и анализом дилатометрических кривых усадки (Рисунок 3.27).



Рисунок 3.26 - Диаграмма состояния сплава Al-Mg

По данным, полученным из фазовой диаграммы, *T*_{*nл*} АМг6 составляет 660,5 °C.

При анализе данных, полученных методом дилатометрии, была выявлена незначительная усадка исследуемого образца при T ~ 440 °C, что свидетельствует о происходящем при данной температуре фазовом переходе, который, однако не оказывает существенного влияния на фазовый состав спечённого материала.



Рисунок 3.27 – Кривая дилатометрической усадки сплава АМг6

3.6.1 Изготовление образцов методом искрового плазменного спекания

Для исследования влияния температуры на формирование плотности образца, были выбраны температуры спекания 360 °C, 400 °C, 440 °C и 490 °C [41, 146, 147]. Структурные и морфологические характеристики полученных образцов исследовали на их полированных поверхностях (Таблица 3.5).

Смесь 2						
T, °C	Р, МПа	t, мин.	№ обр.	<i>р</i> , г/см ³	ρ, %	
			1	Разрушение	Разрушение	
360	30	5	2	2,47	79,06	
			3	Разрушение	Разрушение	
			1	Разрушение	Разрушение	
400	30	5	2	Разрушение	Разрушение	
			3	2,57	82,38	
			1	3,06	97,75	
440	30	5	2	2,85	91,15	
			3	2,77	88,55	
			1	3,06	97,97	
490	30	5	2	3,04	97,40	
			3	3,05	97,48	
			1	3,10	99,24	
490	40	30	2	3,10	99,16	
			3	2,90	92,79	
		Смесн	3		,	
			1	2,95	93,93	
360	30	5	2	2,96	94,49	
			3	2,93	93,49	
			1	3,06	98,06	
400	30	5	2	3,05	97,24	
			3	2,96	94,24	
			1	3,07	97,97	
440	30	5	2	3,08	98,25	
			3	3,06	97,58	
			1	3,14	100	
490	30	5	2	3,14	100	
			3	3,15	100	
			1	3,08	100	
490	40	30	2	3,10	100	
			3	3,08	100	
		Смесн	. 4			
			1	Разрушение	Разрушение	
360	30	5	2	2,74	89,26	
			3	2,79	91,01	
			1	2,89	93,90	
400	30	5	2	2,86	93,18	
			3	2,81	91,76	
			1	2,98	97,10	
440	30	5	2	2,89	94,19	
			3	3,05	99,45	
			1	3,04	99,10	
490	30	5	2	3,07	100	
			3	3,05	99,41	
			1	3,08	100	
490	40	30	2	3,10	100	
			3	3.08	100	

Таблица 3.5 Данные плотностей полученных образцов

Так же проводилось пробное спекание образцов при 570 °С, после спекания на пресс-форме был обнаружен расплав. Внутренний диаметр пресс-формы составлял 20 мм².

Характеризация образцов, полученных из Смеси 2



Рисунок 3.28 – Оптическое изображение образцов, полученных из Смеси 2 при давлении прессования 30МПа и времени выдержки 5 мин

Проведение процедур шлифовки и полировки оказалась возможной только на образцах, спечённых при температурах 400 °C и 440 °C. Образцы, изготовленные при температурах 360 °C и 400 °C, отличались повышенной хрупкостью. Отмечено, что все образцы данной партии отличаются повышенной пористостью, что объясняется недостатком матричного материала в составе Смеси 2 и присутствием плотноупакованных тугоплавких частиц $B_{13}C_2$ и W. В результате механической шлифовки образцов происходило «выкрашивание» частиц $B_{13}C_2$ и W (Рисунок 3.29).



Рисунок 3.29 - РЭМ – изображение образца Смеси 2, полученного *методом ИПС* при температуре 360 °C

Данные РФА показали, что у образцов данной партии при 440 ° и 490 °С образуется новая фаза $Al_{18}Mg_3W_2$ (пространственная группа *Fd-3m*) с параметрами решетки 4,68 Å (Рисунок 3.30).



Рисунок 3.30 – Рентгенограмма образцов, изготовленных из Смеси 2

На полученном РЭМ-изображении (Рисунок 3.31) наблюдаются, в основном, обособленные зёрна сплава АМг6, взаимное спекание которых друг с другом ограничено скоплениями частиц *W* и *B*₄*C*.



Рисунок 3.31 – РЭМ – изображение образца Смеси 2, полученного при

температуре 490 °С

Характеризация образцов, полученных из Смеси 3

Образцы после проведения процедур шлифовки и полировки имеют гладкую, зеркальную поверхность. Визуально можно определить, что количество пор на поверхности тем меньше, чем выше температура спекания образца (Рисунок 3.32).



Рисунок 3.32 – Оптические изображения образцов, полученных из Смеси 3 при давлении прессования 30МПа и времени выдержки 5 мин

По данным РФА (Рисунок 3.33), в образцах из Смеси 3, полученных методом ИПС при температурах 440 °С и 490 °С, также, как в образца, полученных из Смеси 2 при указанных температурах, наблюдается присутствие фазы Al₁₈Mg₃W₂.



Рисунок 3.33 - Рентгенограмма образцов, полученных из Смеси 3

На представленном РЭМ-изображении (Рисунок 3.34) наблюдается равномерное распределение частиц АМг6, *B*₄*C* и *W*. Предположительно, новая фаза образуется в межчастичном пространстве АМг6-*W* (Рисунок 3.35).



Рисунок 3.34 - РЭМ – изображение образца Смеси 3, полученной при

температуре 490°С



Рисунок 3.35 - РЭМ – изображение частиц новой фазы $Al_{18}Mg_3W_2$ в образце,

полученном из Смеси 3 при температуре 490 °С

Характеризация образцов, полученных из Смеси 4

Образцы данной партии после полирования имеют гладкую, зеркальную поверхность. Повышенной пористостью отличается образец, изготовленный при температуре 360 °C (Рисунок 3.34), что можно объяснить недостаточной температурой спекания.



Рисунок 3.36 – Оптические изображения образцов, полученных из Смеси 4 при давлении прессования 30МПа и времени выдержки 5 мин

Как и в образцах, изготовленных из Смесей 2 и 3 при температурах спекания 440 °C и 490 °C, в образцах, изготовленных из Смеси 4 при температурах 440 °C и 490 °C, образуется фаза $Al_{18}Mg_3W_2$ (Рисунок 3.37).





На представленном РЭМ-изображении (Рисунок 3.38) наблюдается равномерное распределение частиц *W* и *B*₄*C* между частицами сплава распределение частиц АМг6.

116



Рисунок 3.38 – РЭМ – изображение образца, полученного из Смеси 4 при температуре 490 °С

По данным, представленным на рисунке 3.39, можно сделать вывод о том, что с увеличением температуры спекания наблюдается увеличение плотности образцов всех использованных смесей. Образцы, изготовленные из Смеси 3, достигают наибольшей плотности при меньшей температуре спекания, чем образцы, изготовленные из Смесей 2 и 4.



Рисунок 3.39 - Зависимость плотности от температуры спекания

3.6.2 Моделирование и экспериментальная верификация ИПС металлокерамического композита

Скорость изменения пористости порошкового тела во времени $(d\theta/dt)$ при его высокотемпературной консолидации зависит от его текущего состояния (пористости θ), температуры T, давления подпрессовки σ_z и констант, определяющих предел текучести материала при заданной температуре Am [МПа/Кm], удельную теплоту качественного перехода материала в текучее состояние Q (энергия активации ползучести [кДж/моль]) и безразмерный показатель скорости деформации m («Модель 1»), (3.1) [119].

$$\frac{d\theta}{dt} = -\left[\frac{\sigma_z}{A_m T^m exp\left(\frac{mQ}{RT}\right)}\right]^{\frac{1}{m}} \left(\frac{3\theta}{2}\right)^{\frac{m+1}{2m}} (1-\theta)^{\frac{m-3}{2m}}$$
(3.1)

Другим вариантом описания консолидации исследуемого композита является использование логарифмического уравнения прессования (2.4) адаптированного к дополнительному термическому воздействию согласно принципам механистической модели прессования порошков.

Полагая, что минимальное сопротивление деформации может быть достигнуто при некоторой условной температуре свободного течения материала T_m , это уравнение следует дополнить аналогичной по форме зависимостью от величины текущей относительной температуры (T/T_m) с постоянным коэффициентом n, характеризующим скорость изменения пористости с ростом температуры («Модель 2»), (3.2) [119]:

$$\theta = -b \cdot \ln \left(\frac{P_{\Pi P}}{P_{KP}}\right) \cdot n \cdot \ln \left(\frac{T}{T_{m}}\right)$$
(3.2)

Описание ИПС-консолидации композита «Моделью 2» удовлетворительно согласуется с экспериментом при квазистационарном режиме прессования и с ростом температуры (Рисунок 3.40, 3.41).



Рисунок 3.40 - Экспериментальное и модельное описание изменения пористости композита состава 74 % АМг6 - 6 % *B*₄*C* - 20 % *W* в режиме ИПС с постоянным давлением подпрессовки



Рисунок 3.41 - Экспериментальное и модельное описание изменения пористости ММК состава 74% АМг6 - 6% *B*₄*C* - 20% *W* с произвольно задаваемым изменением режимов ИПС

119

«Модель 1» хорошо описывает уплотнение порошка в процессе ИПС при близких к постоянным или нулевым скоростям изменений технологических параметров.

Ограничения для «Модели 1» возникают в случаях уплотнения композита, когда режимы ИПС-процесса (температура и давление) имеют произвольно заданные немонотонные изменения, или уплотнение проводят не до полной ликвидации пористости.

«Модель 2» не способна описать текучесть материала, находящегося при постоянном механическом напряжении при постоянной температуре, а также не даёт адекватного результата в процессах охлаждения и снятия нагрузки.

Однако в случае изменений давления подпрессовки и температуры ИПС «Модель 2» хорошо описывает кривую изменения пористости даже при произвольном ступенчатом изменении этих параметров воздействия.

Таким образом, модель степенной ползучести хорошо описывает процессы ИПС-консолидации композита до беспористого состояния при плавно изменяемых параметрах воздействия.

Для моделирования уплотнения с относительно быстрыми и произвольно задаваемыми изменениями различных режимов ИПС возможно использовать логарифмическое уравнение прессования, дополненное компонентой учёта деформации при изменении температуры.

3.6.2 Изготовление образцов металломатричногого композита методом компактирования с последующим спеканием

Эксперимент по пробному компактированию с последующим свободным спеканием в вакуумной печи проводилось на порошковой Смеси 2 и порошке чистого сплава АМг6 при температурах 450 °C, 500 °C, 550 °C и 600 °C. Образцы, изготовленные из Смесей 3 и 4 спекали при температуре 600 °C.

Результаты, представленные в Таблице 3.6 указывают на отсутствие влияния свободного спекания на плотность исследуемых материалов, тем самым,

исключая возможность применения данного метода для получения высокоплотных образцов.

		Относительная плотность после спекания, %				
Смесь	относительная плотность после компактирования, %	450 °С <i>t_{спек}</i> =1 час	500 °С <i>t_{спек}</i> =1 час	550 °С <i>t_{спек}=</i> 1 час	600 °С <i>t_{спек}=</i> 1 час	
	84,8	84,9	84,9	85,2	85,4	
Смесь 2	85,3	85,5	85,4	85,7	86,0	
АМг	93,8	94	94	94,1	плавлени е	
Смесь 3	93,4	Не проводилось 93,4				
Смесь 4	90,8	Не проводилось 93,3				

Таблица 3.6 – Характеристики образцов, полученных свободным спеканием

После компактирования частиц смесей, дальнейшее уплотнение при температурах, меньше температуры плавления сплава АМг6 (600 °C), ограничено наличием в межчастичном пространстве матрицы плотно упакованных частиц карбида бора и вольфрама, для спекания которых требуются значительно более Дальнейшее уплотнение высокие температуры. композита при меньших счёт пластической деформации температурах возможно только за И принудительного течения матричного материала (интрузии) В поровое пространство дисперсного наполнителя, вплоть до заполнения им всех пор. Таким образом, результаты показывают, что прессование является основным процессом эффективной консолидации исследуемого материала, а температурное воздействие следует рассматривать в качестве дополнительного фактора влияния на реологические характеристики матричного материала, снижающего предел его текучести.

Выводы по Главе 3

Комплексные исследования порошковых компонентов ММК позволили построить модель их упаковки и оптимизировать соотношение компонентов смеси в модельных экспериментах по величинам среднего числа межчастичных

контактов и плотности упаковки, в том числе после имитации их уплотнения 40 МПа до 800 МПа. Исследования давлениями позволили разработать оптимальный состав металломатричного композита АМг6-**В**₄C-W, обеспечивающий близкую к абсолютной плотность, на основе теоретических оценок и комплексного исследования морфологических, дисперсных и структурных свойств исходного сырья. В частности, установлено, что состав Смеси 2 (65 % АМг6-15 % B₄C-20 % W) обладает минимальным по содержанию для образования непрерывной матрицы алюминиевого сплава при оптимальном для плотного заполнения частицами карбида бора и вольфрама соотношением компонентов. Однако для изготовления, разрабатываемого ММК из исследуемых порошков, соотношение компонентов смеси, оптимальным по критерию максимума плотности упаковки всех частиц является состав 74 % АМг6 – 6 % B_4C - 20 % W (Смесь 3). Экспериментальная оценка коэффициентов прессуемости различных смесей, проведённая в рамках механистической модели прессования, подтвердила обоснованность выбора оптимального содержания компонентов смеси, сделанного на стадии дискретно-элементного моделирования.

Построенная конечно-элементная модель процесса консолидации ММК провести модельную оптимизацию кинематической позволила схемы уплотнения порошкового ММК в изделие. Для моделирования были выбраны две кинематические схемы прессования изделия в форме корпусного элемента для защиты РЭА (прямоугольной рамки): одноосное одностороннее прессование и коллекторное прессование (КП). Результаты моделирования показали преимущество коллекторной схемы прессования, реализованной с одновременным УЗ-воздействием максимальной мощностью, для достижения максимально равномерного распределения плотности по объёму изделия сложной формы.

Результаты моделирования, а также подготовленные по ним эскиз и прототип прессовой оснастки, реализующей оптимальную кинематическую схему перемещения формообразующих элементов пресс-формы, и их последующий анализ позволили **разработать практические рекомендации по оптимизации** технологического процесса получения изделий сложной формы из радиационно-защитного ММК.

Применённое физическое моделирование процессов одновременной компрессионной и термической консолидации исследуемых ММК, выполненное в рамках модели степенной ползучести и механистической модели прессования, выявило большую эффективность последней для проведения оптимизации технологических режимов. Представленные результаты исследования образцов ММК обнаружили оптимальный режим изготовления ММК методом ИПС (T=440 °C, давление 30 МПа при 5 минутах выдержки), обеспечивающий наибольшие значения плотности изделий.

Были исследованы фазовый состав и микроструктуру композита АМг6-В₄С -W, изготовленного в различных условиях и режимах консолидации, установлены закономерности влияния технологических режимов И параметров дополнительного воздействия на свойства ММК состава АМг6-В4С-W с различным содержанием компонентов. Проведённая оценка влияния УЗколебаний на формирование конечной плотности изделия выявила, что образцы смеси оптимизированного состава порошков композита, прессуемые под УЗвоздействием и без него, при давлении прессования 800 МПа, имели плотности прессовки композита 95,1 и 93,4 %, соответственно. Свободное вакуумное спекание обычных прессовок ММК исследованных составов при температурах, вплоть до температуры плавления матричного компонента, в целом, имеет низкую эффективность, поскольку приводит к незначительному (менее 1 %) повышению плотности. При этом прирост плотности прессовок, изготовленных с УЗвоздействием, после спекания в таких же условиях несколько выше (с 95,1 до 96,8 %), что указывает на активационный характер УЗ-воздействия при компактировании исследованных ММК. В целом, выигрыш от применения УЗвоздействия при прессовании составил 3,4 %, что на уровне остаточной пористости менее 4 % является существенным.

Зависимость прессуемости смесей от содержания компонентов демонстрирует «насыщение» (в области более 74 % матричного материала),

123

характер которого близок к асимптотическому; превышение указанного содержания не приносит существенного выигрыша в приросте эффективности процесса прессования.

Можно заключить, что компрессионное воздействие является основным процессом эффективной консолидации исследуемого материала, а термическое воздействие (в том числе, плазменное при ИПС) следует рассматривать в качестве дополнительного фактора влияния на реологические характеристики матричного материала, снижающего предел его текучести. Аналогичное по масштабам и эффективности влияние, существенно снижающее предел текучести матричного компонента, оказывает ультразвуковое воздействие.

Таким образом, эффективность показана рациональных приёмов прессования, выбранных консолидации MMK, ДЛЯ a также ИХ конкурентоспособность по отношению к существующим методам производства изделий из материала аналогичного состава и назначения. В частности, значение плотности прессовок ММК после УЗ-прессования при комнатной температуре (95,1 %) сопоставимо со значением плотности ММК аналогичного состава, изготовленного методом горячей экструзии при температурах до 500 °С (96 %). Кроме того, достигнутая при УЗ-прессовании в оптимальных режимах плотность ММК с оптимальным содержанием компонентов оказалась выше, чем плотность чистого сплава АМг6 при том же давлении, но без УЗ-воздействия, что указывает на высокую эффективность одного из рациональных приёмов прессования для производства ММК и выбранной схемы подведения УЗ-колебаний к прессуемому порошку.

ГЛАВА 4. ИССЛЕДОВАНИЕ РАДИАЦИОННО-ЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛОМАТРИЧНОГО КОМПОЗИТА

4.1 Оценка ослабления гамма-излучения

Оценка ослабления гамма-излучения разрабатываемым материалом проводилась на коллимированых радиоизотопных источниках ⁵⁷Co, ¹³⁷Cs, ⁶⁰Co и гамма-квантах, образующихся при работе исследовательского реактора ИРТ-Т.

Для проведения исследований были выбраны образцы, изготовленные методом ИПС из Смесей 3, 4 и чистого сплава АМг6. Ослабляющая способность материалов была определена в сравнении с образцом АМг6. В Таблице 4.1 представлены результаты измерения мощности дозы, измеренной за образцом. Таблица 4.1 – Значения мощности дозы за образцом

Ofmanau	T_{cn} ,	Отн.	⁵⁷ Co,	^{137}Cs ,	⁶⁰ Co,	ГЭК реактора,
Ооразец	°C	плотность, %	нЗв/час	мкЗв/час	мкЗв/час	мЗв/час
АМг6	490	100	125	0,76	1,47	9,19
Смесь 3	360	87,08	93	0,74	1,36	9,2
Смесь 3	490	100	105	0,76	1,57	9,19
Смесь 4	490	98,01	101	0,75	1,41	9,18

Коэффициент ослабления был рассчитан в соответствии с методикой, описанной в разделе 2.6.1. Результаты произведённых расчётов представлены в Таблице 4.2.

Таблица 4.2 – Значения	коэффициентов	ослабления
1 dollingu 1.2 Shu territik	көзффициентөв	oesidosieiiiin

Образец	T_{cn} , °C	⁵⁷ Co	¹³⁷ Cs	⁶⁰ Co	ГЭК реактора,
Смесь 3	360	1,34±0,1	1,03±0,04	1,08±0,05	1,00±0,01
Смесь 3	490	1,19±0,1	1,0±0,04	0,94±0,05	1,00±0,01
Смесь 4	490	$1,24\pm0,1$	$1,01\pm0,04$	$1,04{\pm}0,05$	1,00±0,01

В результате проведения измерений мощности дозы за исследуемым образцом и определения коэффициента ослабления относительно образца АМг6 можно сделать следующий вывод: коэффициент ослабления для всех исследуемых материалов незначительно отличается от единицы и находятся в границах погрешности измерений при облучении гамма-квантами образующимися при

работе реактора ИРТ-Т. При использовании гамма-квантов испускаемых при распаде изотопа ⁵⁷*Co* (14,4, 122,06, 136,47 кэВ) наблюдается заметное снижение интенсивности излучения (коэффициент ослабления для образца, изготовленного из Смеси 3 при 360 °C, составил 1,34±0,1.)

4.2 Оценка ослабления тепловых нейтронов

Оценка ослабления тепловых нейтронов разрабатываемым материалом проводилась на коллимированном пучке нейтронов канала ГЭК-1 реактора ИРТ-Т с использованием графитового контейнера, представленного на рисунке 2.9.

Для проведения исследований были выбраны образцы, изготовленные из смесей 3, 4 и чистого сплава АМг6, методом ИПС. Для каждого образца было проведено три измерения и определено среднее значение числа импульсов. Из среднего значения было исключено фоновое значение регистрируемых импульсов. Исходя из времени измерения была определена скорость счета. Результаты проведённых экспериментов представлены в Таблицах 4.3 и 4.4.

Таблица 4.3 – Результаты измерения потока тепловых нейтронов за материалом защиты материалом защиты

Ofmanau	T_{cn} ,	Отн.	1	2	3	Среднее	Без	Или оок
Ооразец	°C	плотность	1	Z	5	значение	фона	VIMII/ CER
Фон			2	2	1	1,7		
АМг6	490	100	1399	1414	1401	1404,7	1403	140,3
Смесь 3	360	87,08	459	450	483	464,0	462,3	46,2
Смесь 3	490	100	575	568	560	567,7	566	56,6
Смесь 4	490	98,01	436	417	411	421,3	419,7	42

Таблица 4.4 - Результаты измерения потока тепловых нейтронов за материалом защиты

Oppose	1	2	3	Среднее	Без	Имп/
Образец	1	2	5	значение	фона	сек
Фон	6	6	4	5,3		
АМг6	4585	4446	4703	4578	4572,7	457,3
Смесь 3	1400	1402	1457	1419,7	1417,3	141,3
Смесь 3	1935	1894	1930	1919,7	1914,3	191,4
Смесь 4	1429	1457	1340	1408,7	1403,3	140,3

Коэффициент ослабления нейтронов был рассчитан в соответствии с методикой, описанной в разделе 2.6.2. Результаты произведённых расчётов представлены в Таблице 4.5.

Образец	<i>Т_{сп}</i> , °С	Коэффициент ослабления	Коэффициент ослабления
		тепловых нейтронов	надтепловых нейтронов
Смесь 3	360	3,03	3,23
Смесь 3	490	2,48	2,39
Смесь 4	490	3,34	3,26

Таблице 4.5 – Коэффициенты ослабления нейтронного излучения

В результате проведения измерений скорости счета детектора, расположенного за исследуемым образцом и определения коэффициента ослабления нейтронного потока относительно образца АМг6 можно сделать следующий вывод: наибольший коэффициент ослабления нейтронного потока наблюдается для образца, изготовленного из Смеси 4 (3,34 для тепловых нейтронов, 3,26 для надтепловых). При использовании образцов, изготовленных из Смеси 3 при температурах 360 и 490 °C наблюдается значения коэффициента ослабления тепловых/надтепловых нейтронов 2,48/2,39 и 3,03/3,23 соответственно.

4.3 Моделирование ослабления гамма-излучения металломатричным композитом

Моделирование ослабления гамма-излучения разрабатываемым материалом проводили по методике, описанной в 2.7.1.

Подготовительным этапом для проведения моделирования прохождения излучения через вещество служит расчёт сечений взаимодействия и функций распределения частиц в материале. Расчёт констант может быть произведён как для простых веществ, так и для сложных, состоящих более чем из одного элемента. Для сложного вещества требуется ввести число элементов, плотность, атомные номера и весовые доли каждого элемента. Для оптимизации времени расчета, необходимо ввести интервал энергий, при которых будет проводиться дальнейшее моделирование. Сечения взаимодействия были рассчитаны как для чистого сплава АМг6, так и для Смесей 2, 3 и 4 в соответствии с Таблицей 4.6.

Состав		Доля компонентов, масс				
	Al	Mg	В	С	W	г/см ³
Смесь 2	0,59	0,059	0,07	0,08	0,2	3,162
Смесь 3	0,673	0,067	0,03	0,03	0,2	3,178
Смесь 4	0,637	0,063	0,06	0,063	0,18	3,104
АМг6	0,91	0,09				2,64

Таблица 4.6 - Элементный состав смесей

Для проведения моделирования прохождения гамма-излучения в разрабатываемом материале была поставлена задача, полностью повторяющая эксперимент с радионуклидным источником ¹³⁷Cs с E_{max}=0,662 МэВ.

На рисунке 4.1 (а, б) представлена схема проведения эксперимента. По условиям эксперимента, исследуемый образец, толщиной 1 см, подвергался воздействию радионуклидного коллимированного источника ¹³⁷Cs E_{max}=0,662 МэВ, помещённого в свинцовый кожух.



Рисунок 4.1 - Схема проведения модельного эксперимента: (а- геометрия эксперимента без генерации гамма-квантов, б- геометрия эксперимента при возникновении генерации гамма-квантов и вторичных электронов)

Между радионуклидным источником и образцом находился свинцовый коллиматор толщиной 5 сантиметров. В эксперименте детектор, фиксирующий мощность дозы, располагался за образцом. Моделирование позволило оценить такие характеристики, как мощность дозы, потери энергии гамма-квантами и т.д по глубине образца.

На рисунке 4.2 представлена зависимость числа гамма-квантов от толщины образцов, изготовленных из Смесей 2, 3, 4 и чистого сплава АМг6. Все зависимости имеют линейных характер. Из представленных зависимостей следует, что наибольшей ослабляющей способностью числа гамма-квантов обладает образец Смеси 2, наименьшей - образец, изготовленном из чистого сплава АМг6.



Рисунок 4.2 – Зависимость числа гамма-квантов от толщины образца

Та же закономерность (Рисунок 4.3) наблюдается и при оценке полной энергии прошедших через материал образца гамма-квантов: наименьшую энергию (0,00045 МэВ) имеют гамма-кванты, прошедшие через образец Смеси 2, наибольшую (0,00052 МэВ) – гамма-кванты, прошедшие через образец из сплава АМг6.



Рисунок 4.3 - Зависимость полной энергии гамма-квантов от толщины образца

На рисунке 4.4 представлены распределения мощностей поглощённой дозы от гамма-квантов по глубине образцов. Наименьшая мощность поглощённой дозы наблюдается у образца Смеси 2 (1,4·10⁻⁹ мкГр/с) наблюдается у образца Смеси 2, наибольшая (1,6·10⁻⁹ мкГр/с) у образца сплава АМг6.



Рисунок 4.4 - Зависимость мощности поглощённой дозы от гамма-квантов от толщины образца

В Таблице 4.7 представлены результаты расчёта коэффициентов ослабления частиц, энергии и поглощённой дозы для образцов Смесей 2, 3, 4 и чистого сплава АМг6.

	Коэффициент	Коэффициент	Коэффициент
Состав	ослабления числа	ослабления	ослабления
	частиц	энергии	поглощённой дозы
Смесь 2	1,46	1,39	1,41
Смесь 3	1,38	1,33	1,34
Смесь 4	1,33	1,30	1,31
АМг6	1,28	1,27	1,28

Таблица 4.7 – Коэффициенты ослабления гамма-квантов образцом, изготовленным из исследуемых смесей, толщиной 1 см

Очевидно, что наилучшими ослабляющими гамма-излучение характеристиками обладает состав Смеси 2. Отмечено, что результаты реального эксперимента с результатом, полученным методом моделирования для Смесей 3 и 4, хорошо коррелируют между собой. Таким образом, результаты реального эксперимента частично можно заменить результатами моделирования, полученными в программе PCLAB.

Учитывая повторяемость результатов натурного эксперимента с результатами моделирования, был проведён расчёт ослабления излучения радионуклидного источника ¹³⁷*Cs* E_{max} =0,662 МэВ образцами Смесей 2, 3, 4 и АМг6, воздействующего напрямую на материал. Для этого была прописана следующая задача моделирования: радионуклидный коллимированного источник ¹³⁷*Cs* E_{max} =0,662 МэВ воздействует на образец, изготовленный из исследуемых составов (Рисунок 4.5).



Рисунок 4.5 – Схема эксперимента по моделированию прохождения гаммаквантов через образец толщиной 5 сантиметров

Традиционно, для защиты внешней бортовой электроники от воздействия ионизирующих излучений используют корпуса из алюминиевых сплавов толщиной 5 сантиметров, поэтому в задаче моделирования также толщина образца составляла 5 сантиметров. На рисунках 4.6 – 4.8 представлены зависимости числа, полной энергии и поглощённой дозы гамма-квантов от толщины образцов.



Рисунок 4.6 – Зависимость числа гамма-квантов от толщины образца



Рисунок 4.7 - Зависимость полной энергии гамма-квантов от толщины образца



Рисунок 4.8 - Зависимость поглощённой дозы от гамма-квантов от толщины образца

Представленные зависимости носят степенной характер. Отмечено, что полное поглощение гамма-квантов наблюдается уже при толщине образца, равной 4 сантиметра.

Таблица 4.8 – Коэффициенты ослабления гамма-квантов 1 см образца, изготовленного из исследуемых смесей

Состав	Коэффициент ослабления числа частиц	Коэффициент ослабления энергии	Коэффициент ослабления поглощённой дозы
Смесь 2	3,69	3,74	4,03
Смесь 3	3,71	3,75	4,05
Смесь 4	3,69	3,75	4,04
АМг6	3,55	3,58	3,88

В Таблице 4.8 представлены расчёты коэффициентов ослабления числа частиц, энергии и поглощённой дозы гамма-квантов образцами смесей 2, 3, 4 и сплава АМг6. Наилучшими ослабляющими свойствами обладает образец, изготовленный из Смеси 3. Традиционно используемый для производства защитных корпусов сплав АМг6 показал наименьшие радиационно-защитные свойства.

133

4.4 Моделирование ослабления электронов металломатричным композитом

Известно, что на геостационарной орбите, основным поражающим фактором является электронное излучение естественных радиационных поясов Земли, энергия которых лежит в пределах от 0,04 – 5 МэВ.

В данном разделе представлены результаты моделирования прохождения электронов энергии 6 МэВ через образец, изготовленный из смесей 2, 3, 4 и чистого сплава АМг6, толщиной 5 см. На основе полученных данных, требуется оценить ослабляющую способность электронного излучения материалом исследуемых составов.

На рисунках 4.9 и 4.10 представлены зависимости поглощённой дозы от электронов и позитронов и числа прошедших электронов от толщины облучаемого образца. Отмечено, что образца зависимости, полученные для смесей 2, 3 и 4 имеют лучшие радиационно-защитные свойства, чем чистый сплав АМг6.



Рисунок 4.9 - Зависимость поглощённой дозы от электронов и позитронов от толщины образца



Рисунок 4.10 - Зависимость числа прошедших электронов и позитронов от толщины образца

Таблица 4.9 – Коэффициенты ослабления электронов 1 см образца, изготовленного из исследуемых смесей

Состав	Коэффициент ослабления числа частиц 1 см материала	Коэффициент ослабления энергии	Коэффициент ослабления поглощённой дозы
Смесь 2	3,69	3,74	4,03
Смесь 3	3,71	3,75	4,05
Смесь 4	3,69	3,75	4,04
АМг6	3,55	3,58	3,88

В Таблице 4.9 представлены результаты расчётов коэффициентов ослабления электронов 1 сантиметром образца, изготовленного из исследуемых смесей. Среди всех исследуемых составов наилучшими характеристиками ослабления излучения обладает Смесь 3.

4.5 Моделирование ослабления тепловых нейтронов металломатричным композитом

В соответствии с методикой, представленной в разделе 2.7.2 была произведена оценка ослабления тепловых нейтронов энергией 0,025 МэВ исследуемыми материалами.

Для расчёта использовались объёмные доли элементов, указанные в Таблице 4.10, а также эффективные поперечные сечения и плотности элементов (Таблица 4.11).

Состав	Дол	Плотность,				
	Al	Mg	В	С	W	г/см ³
Смесь 2	0,6956	0,1043	0,0953	0,0718	0,0329	3,162
Смесь 3	0,7837	0,1176	0,0377	0,0284	0,0326	3,178
Смесь 4	0,7309	0,1097	0,0744	0,0561	0,0289	3,104
АМг6	0,8696	0,1304	_	_	-	2,641

Таблица 4.10 - Элементный состав смесей

Таблица 4.11 – Плотности и сечения элементов смесей

Элемент	Плотность, г/см ³	Молярная масса, г/моль	σ, барн (10 ⁻²⁴ см ²)
Al	2,73	26,982	230·10 ⁻³
Mg	1,78	24,305	64·10 ⁻³
В	2,35	10,811	769
С	3,514	12,011	$3,2.10^{-3}$
W	19,25	183,84	18,5

Расчёт проводился при использовании двух допущений:

1) поток нейтронов является коллимированным,

2) энергия нейтронов составляла 0,025 МэВ – тепловые нейтроны.

Далее предположили, что ядро каждого компонента смеси поглощает излучение независимо, т.е. формулу (2.13) можно представить в виде:

$$\varepsilon = 1 - \exp(-\sum \sigma_i \cdot n_i \cdot d), \qquad (4.1)$$

где σ_i -счение захвата тепловых нейтронов ядром *i*, n_i - концентрация *i* - ядер, *d* –толщина поглотителя.

С другой стороны, число атомов можно найти по формуле (4.2):

$$n_i = \frac{\rho_i \cdot N_A}{M_i},\tag{4.2}$$

где *M_i* - молярная масса *i*-го ядра.

Тогда, подставляя формулу (4.2) в (4.1), получаем формулу для расчёта поглощающей способности материала:

$$\varepsilon = 1 - ex \, p \left[-N_{\rm A} \cdot d \cdot \left(\frac{\rho_{Al} \cdot \% Al}{M_{Al}} + \frac{\rho_{Mg} \cdot \% Mg}{M_{Mg}} + \frac{\rho_{B} \cdot \% B}{M_{B}} + \frac{\rho_{C} \cdot \% C}{M_{C}} + \frac{\rho_{W} \cdot \% W}{M_{W}} \right) \sum \sigma_{i} \cdot n_{i} \cdot d \right)$$

$$\tag{4.3}$$

Результаты расчёта поглощающей способности ММК, представлены в Таблице 4.12.

Таблица 4.12 - Радиационно-защитные свойства материала толщиной 1 см, при прохождении тепловых нейтронов

Состав	Ослабление ε, %	Пропускание, %
Смесь 2	99,9	0,1
Смесь 3	97,9	3,1
Смесь 4	99,9	0,1
АМг6	1,28	98,72

Полученные данные показывают, что все исследуемые составы обладают хорошими нейтроно-защитными свойствами и существенно отличаются от традиционно-используемого алюминиевого сплава АМг6.

Выводы по Главе 4

В результате модельной и экспериментальной оценки коэффициентов ослабления нейтронного и гамма-излучений ММК, изготовленных методом ИПС, а также моделирования ослабления гамма, нейтронного и электронного излучений материалом ММК на примере АМг6-В4С-W, можно сделать следующие выводы. Коэффициент ослабления для всех исследуемых материалов незначительно отличается от единицы и находятся в границах погрешности измерений при облучении гамма-квантами, образующимися при работе реактора ИРТ-Т. При использовании гамма-квантов, испускаемых при распаде изотопа ¹³⁷Сs

значение коэффициента ослабления излучения составил 1,0±0,04. Результаты моделирования процессов ослабления гамма-, нейтронного и электронного излучений И экспериментальные результаты показали, что ММК АМг6 (74 %)+В4С(6%)+W (20%) оптимизированного состава имеют коэффициенты ослабления тепловых нейтронов 3,03; надтепловых нейтронов 3,23; гамма-квантов с энергией до 137 кэВ 1,34, которые превышают соответствующие коэффициенты ослабления чистого сплава АМг6 в 3 раза (по тепловым и надтепловым нейтронам); на 34 % (по гамма-квантам). Полученные данные свидетельствуют о перспективности применения исследуемых материалов для целей радиационной защиты.

Заключение

B ходе диссертационных исследований проведена оптимизация компонентного условий консолидации лёгкого состава, И режимов металломатричного композитного материала на основе порошков алюмомагниевого сплава с добавлением карбида бора и наночастиц вольфрама для достижения беспористого состояния с сохранением требуемых радиационнозащитных свойств. Поставленная цель была достигнута нижеследующим комплексом мероприятий.

На основе комплексной характеризации исходных компонентов, построена модель упаковки частиц порошкового материала, которая позволила выявить оптимальное по критерию максимальной плотности и минимально необходимое по содержанию матричного материала соотношение компонентов смеси,

Для подтверждения результатов, полученных методом моделирования, при изготовлении образцов ММК использовали рациональные приёмы прессования – коллекторное прессование, ультразвуковое и плазменное воздействие.

На основе выявленных закономерностей построена конечно-элементная модель процесса консолидации ММК для последующей оптимизации кинематической схемы прессования в изделия заданной формы в различных условиях внешнего воздействия.

Для оптимизации режимов компрессионной и термической консолидации раз, в том числе, в условиях ультразвукового и плазменного воздействия, использованы методы конечно-элементного моделирования и физического моделирования.

По результатам моделирования подготовлены эскиз и прототип прессовой оснастки, реализующей оптимальную кинематическую схему перемещения формообразующих элементов пресс-формы, которая обеспечивает минимальные перепады плотности по объёму изделия заданной формы, что позволило сформулировать практические рекомендации для производства изделий из ММК.

Для характеризации радиационно-защитных свойств разрабатываемого состава ММК, в работе проведена расчётная и экспериментальная оценка ослабляющей способности гамма- и нейтронного излучения материалом.

Полученные результаты диссертационных исследований позволяют сделать следующие основные выводы.

- 1. Состав Смеси 2 (65% АМг6-15% B_4C -20 % W) обладает минимальным по содержанию для образования непрерывной матрицы алюминиевого сплава при оптимальном для плотного заполнения частицами карбида бора и вольфрама соотношением компонентов. Однако для изготовления, разрабатываемого ММК исследуемых порошков, соотношение ИЗ компонентов смеси, оптимальным по критерию максимума плотности упаковки всех частиц, а также для формирования в процессе компрессионной и термической консолидации пространственно-связанной (непрерывной) металлической матрицы, необходимой для формирования прочного каркаса изделия из ММК при сохранении требуемых радиационно-защитных свойств является состав 74% АМг6 - 6% *B*₄*C* - 20% *W*.
- Экспериментальная оценка коэффициентов прессуемости различных смесей, проведённая в рамках механистической модели прессования, подтвердила обоснованность выбора оптимального содержания компонентов смеси, сделанного на стадии дискретно-элементного моделирования.
- 3. Результаты конечно-элементного моделирования и модельной оптимизации показали преимущество коллекторной схемы прессования, реализованной с одновременным УЗ-воздействием максимальной мощностью, для достижения максимально равномерного распределения плотности по объёму изделия сложной формы, в частности, для изделия в форме рамки-корпуса.
- 4. Применённое физическое моделирование процессов одновременной компрессионной И термической консолидации исследуемых MMK, выполненное в рамках модели степенной ползучести и механистической модели прессования, выявило большую эффективность последней для проведения технологических режимов. Представленные оптимизации

результаты исследования образцов ММК обнаружили оптимальный режим изготовления ММК методом ИПС (T=440 °C, давление 30 МПа при 5 минутах выдержки), обеспечивающий наибольшие значения плотности изделий.

- 5. Проведённая оценка влияния УЗ-колебаний на формирование конечной плотности изделия выявила, что образцы смеси оптимизированного состава порошков композита, прессуемые под УЗ-воздействием и без него, при давлении прессования 800 МПа, имели плотности прессовки композита 95,1 и 93,4 %, соответственно. Свободное вакуумное спекание обычных прессовок ММК исследованных составов при температурах, вплоть до температуры плавления матричного компонента, в целом, имеет низкую эффективность, поскольку приводит к незначительному (менее 1 %) повышению плотности. При этом прирост плотности прессовок, изготовленных с УЗ-воздействием, после спекания в таких же условиях несколько выше (с 95,1 до 96,8 %), что указывает на активационный характер УЗ-воздействия при компактировании исследованных ММК. В целом, выигрыш от применения УЗ-воздействия при прессовании составил 3,4 %, что на уровне остаточной пористости менее 4 % является существенным.
- 6. Зависимость прессуемости смесей от содержания компонентов демонстрирует «насыщение» (в области более 74 % матричного материала), характер которого близок к асимптотическому; превышение указанного содержания не приносит существенного выигрыша в приросте эффективности процесса прессования.
- 7. Компрессионное воздействие является основным процессом эффективной консолидации исследуемого материала, а термическое воздействие (в том ИПС) числе, плазменное при следует рассматривать В качестве дополнительного фактора влияния на реологические характеристики матричного материала, снижающего предел его текучести. Аналогичное по масштабам и эффективности влияние, существенно снижающее предел текучести матричного компонента, оказывает ультразвуковое воздействие.

- 8. Выбранные для консолидации ММК рациональные приёмы прессования являются конкурентоспособными по отношению к существующим методам производства изделий из материала аналогичного состава и назначения. В частности, значение плотности прессовок ММК после УЗ-прессования при комнатной температуре (95,1%) сопоставимо со значением плотности ММК аналогичного состава, изготовленного методом горячей экструзии при температурах до 500 °C (96%). Кроме того, достигнутая при УЗ-прессовании в оптимальных режимах плотность ММК с оптимальным содержанием компонентов оказалась выше, чем плотность чистого сплава АМг6 при том же давлении, но без УЗ-воздействия, что указывает на высокую эффективность УЗ-прессования для производства ММК.
- 9. ММК оптимизированного состава АМг6 (74%)+B₄C (6%)+ W (20%) имеет коэффициенты ослабления тепловых нейтронов 3,03; надтепловых нейтронов 3,23; гамма-квантов с энергией до 137 кэВ 1,34, которые превышают соответствующие коэффициенты ослабления чистого сплава АМг6 в 3 раза (по тепловым и надтепловым нейтронам); на 34 % (по гамма-квантам). Полученные данные свидетельствуют о перспективности применения оптимизированного состава ММК для целей радиационной защиты.

В заключении автор выражает глубокую признательность научному руководителю, профессору О.Л. Хасанову. Диссертант также особо благодарит старшего научного сотрудника Отделения материаловедения ИШНПТ ТПУ Э.С. Двилиса за помощь в моделировании процессов, в проведении расчётов свойств и за поддержку на всех стадиях выполнения настоящей диссертационной работы. Автор благодарен за помощь при обсуждении результатов моделирования радиационного эксперимента доценту отделения ядерно-топливного цикла ИЯТШ ТПУ В.И. Беспалову. Автор признателен за помощь в проведении ряда экспериментальных исследований сотрудникам и аспирантам отделения материаловедения ИШНПТ ТПУ, в частности, О.С. Толкачёву, М.П. Калашникову.

СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЕНИЙ

- АЭС атомная электростанция
- БЭТ метод Брунауэра-Эммета-Теллера
- ГКЛ галактические космические лучи
- ГП горячее прессование
- ИПС искровое плазменное спекание
- КА космические аппараты
- ККМ керамические композиционные материалы
- КМ композиционный материал
- КП коллекторное прессование
- ЛД лазерная дифракция
- МКЭ конечно-элементное моделирование
- ММК металлические композиционные материалы
- НРБ нормы радиационной безопасности
- ООП одноосное одностороннее прессование
- ПАВ поверхностно-активное вещество
- ПКМ полимерные композиционные материалы
- ПЭМ просвечивающая электронная микроскопия
- РЗКМ радиационно-защитный композиционный материал
- РПЗ радиационный пояс Земли
- РСтА рентгеноструктурный анализ
- РФА рентгенофазовый анализ
- РЭА радиоэлектронная аппаратура
- РЭМ растровая электронная микроскопия
- СВМПЭ сверхвысокомолекулярный полиэтилен
- СКЛ солнечные космические лучи
- СПС солнечные протонные события
- ТКЛР температурный коэффициент линейного расширения
- ТКОР температурный коэффициент объёмного расширения
- ТПУ Томский политехнический университет

УДСС – ультрадисперсная стекольная суспензия

УЗ – ультразвук

УЗВ – ультразвуковое воздействие

УЗП – ультразвуковое прессование

УНТ – углеродная нанотрубка

УУКМ – углерод-углеродные композиционные материалы;

ЭДС – энергодисперсионный анализ

ЭКД – эскизная конструкторская документация
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Безродных И.П. Тормозное излучение электронов в веществе космического аппарата. Методика расчёта / Безродных И.П., Морозова Е.И., Петрукович А.А., Казанцев С.Г., Кочетов И.В., Семенов В.Т. // Вопросы электромеханики. – 2011. – Т. 120. – С. 37–44.
- Yamazaki T. Development of Neutron Absorber (Maxus [™]) for High Burn-up Spent Nuclear Fuel / Yamazaki T., Sanada K., Nishiyama T., Ishii H. // 15th International Symposium on the Packaging and Transportation of Radioactive Materials (PATRAM2007). 2007. – P. 228.
- 3. Артемьев В.А. Об ослаблении рентгеновского излучения ультра-дисперсными средами / Артемьев В.А. // Письма в ЖТФ. 1997. Т. 23. № 6. С. 5-9.
- Гульбин В.Н. Исследование радиационнозащитных нанокомпозитов / Гульбин
 В.Н., Петрунин В.Ф. // Физикохимия ультрадисперсных (нано-) систем.
 Материалы YIII Всероссийской конференции. 2008. С.122-124.
- Гульбин В.Н. Разработка композиционных материалов, модифицированных нанопорошками, для радиационной защиты в атомной энергетике / Гульбин В.Н. // Ядерная физика и инжиниринг. – 2011. – Т.2. – №3. – С. 272-286.
- Способ изготовления металломатричного композита: пат. №2158779 Рос. Федерация: МПК С22С1/10, С22С1/10, В22D19/14 / Попов В.А., Гульбин В.Н., Щавелев Л.Н; заявитель и патентообладатель Государственное унитарное предприятие "Научно- исследовательский и конструкторский институт монтажной технологии", Московский государственный институт стали и сплавов (Технологический университет) – № 99105649/02.
- Структура и свойства поверхностного слоя керамики В4С, обработанной интенсивным электронным пучком / Ю.Ф. Иванов, М.С. Петюкевич, В.В. Полисадова [и др.]. // Физика и химия обработки материалов. 2017. № 3. С. 38-44.
- Investigation of SiC ceramics, modified by intense electron beam / Y.F. Ivanov,
 M.S. Petyukevich [et al.] // Известия высших учебных заведений. Физика. –
 2016. Т. 59. № 9-3. С. 199-202.

- Моделирование тепловых процессов, структурно-фазовое состояние и свойства диоксида циркония, облучённого высокоинтенсивным импульсным электронным пучком / Ю.Ф. Иванов, А.Д. Тересов, М.С. Петюкевич [и др.].
 // Известия высших учебных заведений. Физика. 2015. Т. 58. № 6-2. С. 91-95.
- Структура поверхности керамики на основе карбида бора, облучённой интенсивным электронным пучком / Ю.Ф. Иванов, О.Л. Хасанов, М.С. Петюкевич [и др.]. // Известия высших учебных заведений. Физика. 2015. Т. 58. № 6-2. С. 96-100.
- Modification of ceramics B4C by high intensity electron beam / Y.F. Ivanov, O.L. Khasanov, M.S. Petyukevich [et al.] // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57. – № 12-3. – С. 245-248.
- Structure and Properties of the Surface Layer of B4C Ceramic Treated with an Intense Electron Beam / Y.F. Ivanov, O.L. Khasanov, M.S. Petyukevich [et al.] // Inorganic Materials: Applied Research. – 2018. – V. 9(3). – P. 437-441.
- 13. Sintering of oxide and carbide ceramics by electron beam at forevacuum pressure / E. Dvilis, O.L. Khsanov, M. Petyukevich [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016. V. 116(1). –012029. Режим доступа: http://earchive.tpu.ru/handle/11683/18929.
- 14. The structure and properties of boron carbide ceramics modified by high-current pulsed electron-beam / Y. Ivanov, O. Khasanov, M. Petyukevich [et al.] // AIP Conference Proceedings. – 2016. – V. 1698. – 030008. – Режим доступа https://doi.org/10.1063/1.4937830.
- The structure and properties of yttrium-stabilized zirconium dioxide ceramics treated by electron beam / O. Tolkachev, Y. Ivanov, M. Petyukevich [et al.] // Key Engineering Materials. – 2016. – V. 683. – P. 53-57.
- Thermal processes at electron-beam treatment of yttrium-stabilized zirconium dioxide ceramics / Y. Ivanov, O. Tolkachev, M. Petyukevich [et al.] // Key Engineering Materials. 2016. V. 683. P. 58-64.

- Structural and phase transformations in Ti-B₄C system formed when melting the composition film/substrate by an intense electron beam / Y. Ivanov, O. Khasanov,
 M. Petyukevich [et al.] // Key Engineering Materials. 2016. V. 712. P. 76-80.
- Structural phase transformations of the surface layer of SiC ceramics irradiated by intense electron beam / Y. Ivanov, O. Khasanov, M. Petyukevich [et al.] // Key Engineering Materials. – 2016. – V. 712. – P. 81-86.
- The analysis of the mechanisms for plasticization of boron carbide ceramics irradiated by an intense electron beam / Y. Ivanov, O. Khasanov, M. Petyukevich [et al.] // Key Engineering Materials. 2016. V. 685. P. 700-704.
- Invesigation of SiC ceramics, modified by intense electron beam / M.S. Petyukevich, Y.F. Ivanov, O. Khasanov [et al.] // Energy Fluxes and Radiation Effects (EFRE-2016): International Congress, October 2–7, 2016, Tomsk, Russia: abstracts. Tomsk: TPU Publishing House, 2016. P. 302.
- 21. Структура поверхности керамики на основе карбида бора, облученной интенсивным электронным пучком / Ю.Ф. Иванов, О.Л. Хасанов, М.С. Петюкевич [и др.] // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XII Международной конференция студентов и молодых ученых, г. Томск, 21-24 апреля 2015 г.; ред. кол. И.А. Курзина; Г.А. Воронова; С.А. Поробова. Томск: Изд-во ТПУ, 2015. С. 929-931.
- 22. Khasanov O.L. Net-shaping nanopowders with powerful ultrasonic action and methods of the density distribution control / O.L. Khasanov, E.S. Dvilis // Advances in Applied Ceramics. – 2008. – Vol.107. – No.3. – P.135-141.
- Способ прессования порошковых материалов (варианты) и устройство для его осуществления: пат. 2225280 Рос. Федерация: МПК В22F 3/03, В30В 15/02 / Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М.; заявитель и патентообладатель Томский политехнический университет. № 2001134178/02; заявл. 14.12.2001; опубл. 10.03.2004, Бюл. №7.
- 24. Способ прессования изделий из порошковых материалов и пресс-форма для его осуществления: пат. 005325 Евразийский патент / Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М.; заявитель и патентообладатель Томский

политехнический университет (RU) – 200201176; заявл. 14.12.2001, опубл. 04.12.2002.

- Method for compacting powder materials into articles and a mold for implementing the method: United States Patent No. 6919041B2 (19.07.2005): US.Cl. 419/38, 425/78 / Dvilis E.S., Khasanov O.L., Sokolov V.M., Pokholkov Yu.P. Assignee Tomsky Polyteknichesky Universitet, Tomsk (RU) – 10/319538; Filled Dec/ 16. 2002; Prior Publication US2003/0124018A1, Jul. 3.2003.
- 26. Способ прессования изделий из порошковых материалов и пресс-форма для его осуществлени: пат. Украины 75885: МПК (2006) В22F 3/02, В22F 3/03, В30В 15/02 / Двилис Э.С., Хасанов О.Л., Похолков Ю.П., Соколов В.М.; заявитель и патентообладатель Томский политехнический университет (RU) № 2001134178; заявл. 14.12.2001; опубл. 16.06.2003, Бюл. №6.
- Method for compacting powder materials into articles and a mold for implementing the method: South Korea patent No. 10-0855047 / Dvilis E.S., Khasanov O.L., Sokolov V.M., Pokholkov Yu.P.; Assignee Tomsk Polytechnic University, Tomsk (RU) – No. 2002-0080014; filling date 14.12.2002, registration date 22.08.2008.
- Method for pressing articles from powder materials and a mold for carrying out said method: European patent No. EP1459823B1: Int.Cl. B22F 3/02, B30B 15/02 / Dvilis E.S., Khasanov O.L., Sokolov V.M., Pokholkov Yu.P.; Proprietor: Tomsky Politekhnichesky Universitet, Tomsk, 634050 (RU) – No. 02805039.1; Date of filling 04.12.2002; date of publication 11.03.2009, Bulletin 2009/11.
- 29. Method of pressing articles from powder materials and a mold for carrying out said method: Indian Patent No. 258846 / E.S. Dvilis, O.L. Khasanov, V.M. Sokolov, Yu.P. Pokholkov; Patentee Tomsky Polytekhnichesky Universitet No. 2001134178; Filling date 17/03/2004; publication date 14/02/2014.
- Курганова, Ю.А. Конструкционные металломатричные композиционные материалы: учебное пособие для вузов / Ю.А. Курганова, А.Г. Колмаков. – Москва: Изд-во МГТУ, 2015. – 143 с.

- Портной К.И. Структура и свойства композиционных материалов / К.И. Портной, С.Е. Салибеков, И.Л. Светлов, В.М. Чубаров. – Москва: Машиностроение, 1979. – 255 с.
- Кобелев А.Г. Материаловедение. Технология композиционных материалов: учебник / А.Г. Кобелев. М.А. Шаронов, О.А. Кобелев, В.П. Шаронова. – Москва: КноРус, 2016. – 270 с.
- 33. Адаскин, А.М. Материаловедение и технология металлических, неметаллических и композиционных материалов: учебник / А.М. Адаскин – Москва: Инфра-М, 2016. – 398 с.
- 34. Луц А.Р. Алюминиевые композиционные сплавы сплавы будущего: Учебное пособие / Сост. А.Р. Луц, И.А. Галочкина. Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2013. 82 с.
- 35. Агеев Н.В. Волокнистые и дисперсно-упрочненные композиционные материалы / Под ред. Н.В. Агеева. М.: Наука, 1976. 216 с.
- Карпинос Д.М. Композиционные материалы: справочник / под ред. Д.М. Карпиноса. – Киев: Наукова думка, 1985. – 592 с.
- Alman D.E. Properties of Metal-Matrix Composites / D.E. Alman // ASM Handbook. – Ohio: ASM International, 2001. – Volume 21, Composites. – P. 838-858.
- 38. Тепловые свойства магнитодиэлектрических композиционных составов на основе компаунда КП-34 и ультрадисперсного никель-цинкового порошка / О.Л. Хасанов, Г.В. Смирнов, М.С. Петюкевич [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. 2015. Т. 58. № 6-2. С. 291-295.
- 39. Магнитодиэлектрический компаунд с добавками ультрадисперсного порошка Zn-Ni для улучшения свойств обмоток электротехнических изделий / О.Л. Хасанов, Г.В. Смирнов, М.С. Петюкевич [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – Т. 58. – № 6-2. - С. 296-300.
- 40. Магнитодиэлектрический композиционный состав и его применение для ресурсосберегающей технологии пропитки обмоток электротехнических и радиотехнических изделий / О.Л. Хасанов, Г.В. Смирнов, М.С. Петюкевич [и

др.] // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2015. – Т. 326. – № 11. – С. 106-117.

- 41. Metal-ceramic composite development based on its modelling results / E.S. Dvilis,
 O.L. Khasanov, M.S. Petyukevich [et al.] // IOP Conference Series: Materials
 Science and Engineering. 2016. V. 116(1). –012027. Режим доступа: http://earchive.tpu.ru/handle/11683/18927.
- 42. The application of magneto-dielectric composite mixture for alternative technology of winding impregnation in electrical and radio engineering products / G.V. Smirnov, O.L. Khasanov, M.S. Petyukevich [et al.] // Bulletin of the Tomsk Polytechnic University, Geo Assets Engineering. 2015. V. 326(11). P. 106-117.
- Surappa M.K. Aluminium Matrix Composites: Challenges and Opportunities / M.K. Surappa // Sadhana. – 2003. – V. 28. – Issue 1-2. – P. 319-334.
- 44. Chambers A.R. The Machinability of Light Alloy MMCs / A.R. Chambers // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 1996. – V. 27(2). – P. 143-147.
- Clyne T.W. An Introduction to Metal Matrix Composites / T. W. Clyne and P. J. Withers // Cambridge Solid State Science Series. – Cambridge [England]: New York, NY, USA: Cambridge University Press, 1993. – P. 1-9.
- 46. Vojtech D. Challenges for Research and Development of New Aluminum Alloys / D. Vojtech // Metalurgija. 2010. V. 49. No. 3. P. 181-185.
- 47. Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов / Н.А. Белов. М.: Издательский Дом МИСиС, 2010. 511 с.
- Strengthening Mechanisms in Solid Solution Aluminum Alloys / O. Ryen [et al.] // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2006. – V. 37A. – No. 6. – P. 1999-2006.
- 49. Кишкин С.Т. Металловедение алюминиевых сплавов / Под ред. А.Ф. Белова и др. Москва: Наука, 1985. 238 с.
- 50. Гольдштейн М.И. Металлофизика высокопрочных сплавов / М.И. Гольдштейн, В.С. Литвинов, Б.М. Бронфин М.: Металлургия, 1986. 312 с.

- Композиционные материалы: Справочник / В.В. Васильев и др.; под общ. ред.
 В.В. Васильева, Ю.М. Тарнопольского. М.: Машиностроение, 1990. 512 с.
- 52. Материаловедение и технология композиционных материалов: учебник для вузов / А. Г. Кобелев [и др.]. Москва: Интермет Инжиниринг, 2006. 365 с.
- 53. Костиков В.И. Физико-химические основы технологии композиционных материалов. Директивная технология композиционных материалов: учебное пособие для вузов / В.И. Костиков – Москва: МИСиС, 2011. – 163 с.
- 54. Synthesis of Al2O3-ZrO2 powders from differently concentrated suspensions with a spray drying technique / M. S. Petyukevich [et al.] // AIP Conference Proceedings.
 2016. V. 1772. 020011. Режим доступа: https://doi.org/10.1063/1.4964533.
- 55. Красулин Ю.А. Дислокации как активные центры в топохимических реакциях / Ю.А. Красулин // Теорет. и эксперим. химия. 1967. Т. 3. № 1. С. 58-62.
- 56. Молоцкий М.И. Влияние краевых дислокаций на образование поверхностных зародышей / М.И. Молоцкий // Кристаллография. – 1972. – Т. 17. – №5. – С. 1015-1017.
- 57. Анисимов О.В. Технология получения композиционных материалов на основе алюминия, упрочненных наночастицами ZrO2 и SiC в поле центробежных сил центрифуги: Диссертация канд.техн.наук: 05.16.09 / Анисимов Олег Владимирович – М., 2012.– 131с.
- Nembach E. Precipitation Hardening Caused by a Difference in Shear Modulus between Particle and Matrix / E. Nembach // Physica Status Solidi A. – 1983. – V. 78. – No. 2. – C. 571- 581.
- 59. Еремеева Ж.В. Особенности упрочнения металломатричных композизионных материалов при введении малого количества наноразмерных упрочняющих добавок / Ж.В. Еремеева, В.Ю. Лопатин, Е.В. Симонова. Известия МГТУ МАМИ. 2014. Т. 2. № 2(20). С. 28-34.
- 60. Григорович В.К. Дисперсионное упрочнение тугоплавких металлов / В.К. Григорович, Е.Н. Шефтель – М.: Наука, 1980. – 302 с.

- Orowan E. Zur Kristallplastizitgt. I. Tieftemperaturplastizitiit und Beckersche Formel / E. Orowan // Zeitschrift fuer Physik. – 1934. – V. 89. – Issue 9-10. – P. 605-613.
- 62. Образцов И.Ф. Основы теории межфазного слоя / И.Ф. Образцов и др. // Механика композиционных материалов и конструкций. – 2004. – Т. 10. – №3. – С. 596-612.
- Tang F. The microstructure-processing-property relationships in an A1 matrix composite system reinforced by Al-Cu-Fe alloy particles: Thesis D.Ph.: Materials Science and Engineering / Fei Tang. –Ames, Iowa, 2004. – 194 p.
- 64. Мурзин В.С. Введение в физику космических лучей / В.С. Мурзин. М.: Атомиздат, 1979. – 304 с.
- 65. Ковалев Е.Е. Радиационный риск на Земле и в космосе / Е.Е. Ковалев. М.: Атомиздат, 1976. – 256 с.
- 66. Модель космоса: в 2 т. / Под ред. М.И. Панасюка, Л.С. Новикова. 8-е изд. М.: Университет, 2007. 872 с.
- 67. Stassinopoulos E.G. The Space Radiation Environment for electronics / E.G. Stassinopoulos, J.P. Raymond // IEEE. 1988. Vol. 79. No.11. P.1423-1442.
- Stassinopoulos E.G. Empirical solar pmton model for orbiting spacecraft applications / E.G. Stassinopoulos, J.H. King // IEEE. – 1974. – Vol. AES-IO. – No.4. – P.401-408.
- 69. Легирование алюминия медью в результате облучения системы "пленка (CU)/(AL) подложка" интенсивным импульсным электронным пучком / Ю.Ф. Иванов, М.С. Петюкевич [и др.]. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2018. Т. 15. № 1. С. 114-122.
- Barth J. Applying modeling space radiation environments / J. Barth // IEEE Nuclear and Space Radiation Effects. Short Course. Applying Computer Simulation Tools to Radiation Effects Problems. Snowmass Conference Center. – Snowmass Village, Colorado, 1997. – P. 143-148.
- Беспалов, В. И. Лекции по радиационной защите: учебное пособие / В. И. Беспалов. 2-е изд., расш. и перераб. Томск: Изд-во ТПУ, 2010. 347 с.

- 72. Гульбин В.Н. Облегченные радиационно-защитные композиты // В.Н. Гульбин, Н.С. Колпаков // Наукоемкие технологии. 2014. Т. 15. № 3. С. 4-16.
- 73. Композиционный материал нового типа для комплексной радиационной защиты / Соколенко И.В. [и др.] // Известия Высших учебных заведений. 2015. № 6. С. 66-69.
- 74. Юдинцев В. Радиационно-стойкие интегральные схемы / В. Юдинцев // Электроника: Наука, Технология, Бизнес. 2007. № 5. С. 72–77.
- 75. Гобчанский О. Повышение радиационной стойкости индустриальных средств автоматики в составе бортовой аппаратуры / О. Гобчанский, В. Попов, Ю. Николаев // Современные технологии автоматизации. 2001. № 4. С. 36–40.
- 76. Панасюк М.И. Странники Вселенной или эхо Большого взрыва / М.И. Панасюк. Фрязино: «Век 2», 2005. 272 с.
- 77. Специализированные СБИС для космических применений: проблемы разработки и производства / А. Бумагин [и др.] // Электроника: Наука. Технология. Бизнес. 2010. № 1. Режим доступа: http://www.electronics.ru/files/article_pdf/0/article_8_329.pdf.
- 78. Юдин М.Ф. Нейтронная дозиметрия / Юдин М.Ф., В.И. Фоминых М. Издательство государственного комитета стандартов, мер и измерительных приборов СССР, 1964. 215 с.
- 79. Кириллов, В.Ф. Радиационная гигиена: учебник / В.Ф. Кириллов [и др.]; под ред. Л.А. Ильина. М.: Медицина, 1988. 336 с.
- 80. Гуревич И.И. Физика нейтронов низких энергий / И.И. Гуревич, Л.В. Тарасов.
 М.: Наука, 1965. 607 с.
- Лаптев Г.А. Радиационные защитные свойства металлобетонов при воздействии рентгеновских лучей / Г.А. Лаптев, В.В. Батин // Вестник мордовского университета. – 2010. – С. 118-120.
- 82. Изотопы: свойства, получение, применение. В 2 т. Т. 1 / Под ред. В.Ю. Баранова. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005. 600 с.

- 83. Nanomaterials for radiation shielding / Sheila A. Thibeault [et al.] // MRS BULLETIN. 2015. V. 40, Issue 10 (Engineering Nanomaterials in Aerospace). P. 836-841.
- 84. Gamma attenuation properties of some aluminum alloys / S. Yildirim et al. // Acta Physica Polonica A. – 2016. – V. 129, Issue 4. – P. 813-815.
- 85. Солнцев Ю.П. Материаловедение специальных отраслей машиностроения: учебное пособие / Ю.П. Солнцев, В.Ю. Пирайнен, С.А. Вологжанина. – СПб.: Химиздат, 2007. – 784 с.
- 86. Новиков Л.С. Перспективы применения наноматериалов в космической технике. Учебное пособие / Л.С. Новиков, Е.Н. Воронина. М.: Университетская книга, 2008. 188 с.
- 87. Электрофоретический состав на основе лака пэ-939 и возможность его применения в ресурсосберегающей технологии эмалирования проводов. / О.Л. Хасанов, Г.В. Смирнов, М.С. Петюкевич [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2014. – Т. 57. – № 9-3. – С. 257-261.
- 88. Interaction of lithium-titanium ceramics with air during sintering / S.A. Ghyngazov,
 E.N. Lisenko, M.S. Petyukevich [et al.] // Russian Physics Journal. 2007. T. 50.
 № 2. C. 134-139.
- 89. Взаимодействие литий-титановой ферритовой керамики с воздушной атмосферой в процессе её спекания / С.А. Гынгазов, Е.Н. Лысенко, М.С. Петюкевич [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. 2007. Т. 50. № 2. С. 35-40.
- 90. Обеспечение радиационной стойкости аппаратуры космических аппаратов при проектировании / С. Полесский [и др.] // Компоненты и технологии. – 2010. – № 9. – С.93-98.
- 91. Андрианов А.Ю. Оценка прироста радиационно-защитных свойств композитов на основе полидисперсных наполнителей / А.Ю. Андрианов, Е.А. Джур, Ю.А. Крикун // Вопросы атомной науки и техники. 2007. № 2. С. 220-225.

- 92. Гульбин В.Н. Радио- и радиационно-защитные композиционные материалы с наноструктурными наполнителями / В.Н. Гульбин, Н.С. Колпаков, В.В. Поливкин // Известия ВолгГТУ. – 2014. – №23. – С. 43-51.
- 93. Анализ эффективности полимерматричных композитов на основе свмпэ с рентгенозащитными наполнителями / С.А. Кузнецов [и др.] // Современные проблемы науки и образования. – 2013. – № 4. – Режим доступа: https://www.science-education.ru/ru/article/view?id=9638.
- 94. Dry sliding friction of Al-based composites reinforced with various boron-containing particles / M.V. Gorshenkov [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. 2012. V. 536, Supplement 1. P. S126-S129.
- 95. Материалы для радиационной защиты и военной техники, полученные методом MA SPS / Н.З.Ляхов [и др.] // Сборник тезисов V Международной конференции-школы по химической технологии, 2016. – Р. 26-28.
- 96. Влияние физических свойств порошка В4С на прочностные свойства керамики, полученной SPS-спеканием / О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, М.С. Петюкевич [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. 2014. Т. 57. № 9-3. С. 252-256.
- 97. Денисова Л.В. Композиционные материалы на основе полиимидной матрицы для космических летательных аппаратов / Л.В. Денисова // Международный научно-исследовательский журнал. – 2014. – №9 (28). – С.30-31.
- 98. Матюхин П. В. Радиационно-защитный конструкционный композиционный материал / П. В. Матюхин // Международный научно-исследовательский журнал. 2014. №9 (28). С.40-41.
- 99. Ястребинский Р.Н. Использование оксидов тяжелых металлов для синтеза радиационно-защитных материалов / Р.Н. Ястребинский, П.В. Матюхин, Ю.М. Самойлова // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. 2015. № 12 (часть 7). С. 1199-1202.
- 100. Конструкционный радиационно-защитный металлокомпозиционный материал на основе алюмосодержащей матрицы и высокодисперсных оксидов тяжелых металлов / П.В. Матюхин [и др.] // Современные проблемы науки и

образования. – 2013. – №1. – Режим доступа: https://www.scienceeducation.ru/ru/article/view?id=8182.

- 101. Разработка радиационно-защитного композита для защиты от гаммаизлучения / И.В. Соколенко // Успехи современного естествознания. – 2015. – № 10. – С. 40-43.
- 102. Онищук В.И. Особенности формирования структуры и свойства композиционного материала для радиационной защиты / В.И. Онищук, Н.А. Четвериков, В.И. Павленко // Перспективные материалы. – 2010. – № 4. – С. 34-40.
- 103. Соколенко И.В. Радиационная защита космических летательных аппаратов / И.В. Соколенко // VII Международный молодежный форум «Образование, наука, производство», Белгород, 20-22 октября 2015 г. – С. 3123-3127.
- 104. Соколенко И.В. Разработка радиационно-защитного композиционного материала / И.В. Соколенко // Труды МАИ. – 2015. – Вып. 79. – С. 18. – Режим доступа: http://trudymai.ru/published.php?ID=55843.
- 105. Полимерные композиты для создания высокоэффективных систем радиационной защиты космических аппаратов / Н.П. Чирская [и др.] // Физика и химия обработки материалов. 2011. № 4. С. 20-24.
- 106. Ли Н.И. Материал для защиты от рентгеновского излучения на основе полимерной композиции и оксида свинца (II, IV) / Н.И. Ли, Ю.Д. Сидоров // Вестник Казанского технологического университета. – 2016. – Т. 19. – № 6. – С. 11-16.
- 107. Гурвич А.М. Физические основы радиационного контроля и диагностики / А.М. Гурвич. – Москва: Энергоиздат, 1989. – 169 с.
- 108. Radiation Shielding Properties of Spark Plasma Sintered Boron Carbide– Aluminium Composites / B. Buyuka // Acta Physica Polonica A. – 2015. – V. 128.
 – No. 2-B, Special issue of the International Conference on Computational and Experimental Science and Engineering (ICCESEN 2014). – P. B132-B134.
- 109. Уэйн Р. Основы и применения фотохимии / Уэйн Р. М.: Мир, 1991. 304 с.

- 110. Olevsky, E.A. Consolidation enhancement in spark-plasma sintering: Impact of high heating rates / E.A. Olevsky, S. Kandukuri, L. Froyen // Journal of Applied Physics.
 2007. V. 102(11). 114913. Режим доступа: https://doi.org/10.1063/1.2822189.
- 111. Разработка физико-химических основ синтеза нанопорошков на основе вольфрама с регулируемыми свойствами / Е.В. Евстратов [и др.] // Металлы. 2006. № 3. С. 37-40.
- 112. Брандон Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля /
 Д. Брандон М.: Техносфера, 2004. 384 с.
- 113. Ягодкин Ю.Д. Применение электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа для определения размеров структурных элементов в нанокристаллических материалах / Ю.Д. Ягодкин, С.В. Добаткин // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2007. – № 1. – С. 38-49.
- 114. Горелик С.С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С.С.
 Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков. Изд. «Металлургия». Москва, 1970.
 366 с.
- 115. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский [и др.]. – М.: Металлургия, 1982. – 632 с.
- 116. Кульков С.Н. Современные методы структурного анализа в материаловедении: учебное пособие / С.Н. Кульков. – Томск: Изд-во ТПУ, 2004. – 96 с.
- 117. Грег С. Адсорбция, удельная поверхность, пористость / С. Грег, К. Синг; Пер. с англ. М.: Мир, 1970. 408 с.
- 118. Ichikawa T. The assembly of hard spheres as a structure model of amorphous iron / T. Ichikawa // Phys. Status Solidi A. – 1975. – Volume 29. – Issue 1. – P. 293–302.
- 119. Tikare V. Numerical simulation of solid-state sintering: I, sintering of three particles
 / V. Tikare, M. Braginsky, E.A. Olevsky // Journal of the American Ceramic Society.
 2003. V. 86(1). P. 49-53.

- 120. Meyers M.A. Shock consolidation: microstructurally-based analysis and computational modeling / M.A. Meyers, D.J. Benson, E.A. Olevsky // Acta Materialia. – 1999. – V. 47(7). – P. 2089-2108.
- 121. Двилис Э.С. Закономерности процессов консолидации порошковых систем при изменении условий деформации и физических воздействий: дис. ... д-ра физ.-мат.: 01.04.07 / Двилис Эдгар Сергеевич. – Томск, 2014. – 386 с.
- 122. German R.M. Modeling Grain Growth Dependence on the Liquid Content in Liquid-Phase-Sintered Materials / R.M. German, E.A. Olevsky // Metallurgical and Materials Transactions A. – 1998. – V. 29(12). – P. 3057-3067.
- 123. Metropolis N. The Monte-Carlo method / N. Metropolis, S. Ulam // Journal of the American Statistical Association. 1949. –V. 44. No. 247. P. 335-341.
- 124. Методы Монте-Карло в статистической физике / Биндер Курт [и др.]; Пер.с англ.; Под ред. Г.И. Марчука, Г.А. Михайлова. М.: Мир, 1982. 400с.
- 125. Метод статистических испытаний (метод Монте-Карло) / Бусленко Н.П. [и др.]; Под ред. Ю.А. Шрейдера. М.: Изд-во «Физматлит», 1962. –331с.
- 126. Защита от ионизирующих излучений / Н.Г. Гусев. М.: «Энергоатомиздат», 1989. 512 с.
- 127. Гулд Х. Компьютерное моделирование в физике. Части 1, 2 / Х. Гулд, Я. Тобочник. М.: «Мир», 1990. 350; 400 с.
- 128. Статистическое моделирование. Методы Монте-Карло / Михайлов Г.А., Войтишек А.В.– М.: Юрайт, 2018. 371с.
- 129. Quantum Monte Carlo simulations of solids / W.M.C. Foulkes [et al.] // Reviews of Modern Physics. – 2001. – V. 73. – P. 33-83.
- 130. Соломатов, В.И. Полимерные композиционные материалы в строительстве /
 В.И. Соломатов [и др.]. М.: Стройиздат, 1988. 308 с.
- 131. Лаптев Г.А. Радиационные защитные свойства металлобетонов / Г.А. Лаптев // Предотвращение аварий зданий и сооружений. – 2009. – С. 118-120. – Режим доступа: http://pamag.ru/src/pressa/128.pdf.
- 132. Машкович В.П. Защита от ионизирующих излучений. Справочник / В.П. Машкович, А.В. Кудрявцева. – М., Энергоатомиздат, 1995. – 496 с.

- 133. Соломатов, В.И. Полиструктурная теория композиционных строительных материалов / В.И. Соломатов, В.Н. Выровой, В.П. Селяев. – Ташкент, 1991. – 345 с.
- 134. Modeling and comparative analysis of packing of the polyfractional mixture of B₄C powder / E.S. Dvilis, M.S. Petyukevich [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016. V. 116(1). –012028. Режим доступа: DOI: 10.1088/1757-899X/116/1/012028.
- 135. Исследование микроструктуры керамики из карбида бора, полученной из порошков карбида бора с нанодобавками / А.С. Братухина, М.С. Петюкевич [и др.] // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XI Международной конференция студентов и молодых ученых, г. Томск, 22-25 апреля 2014 г.; под ред. Е.А. Вайтулевич. – Томск: Изд-во ТПУ, 2014. – С. 918-920.
- 136. Исследование механических свойств и микроструктуры керамики В4С, полученной из порошков субмикронной фракции с нанодобавками / А.С. Братухина, М.С. Петюкевич, О.Л. Хасанов [и др.] // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XI Международной конференция студентов и молодых ученых, г. Томск, 22-25 апреля 2014 г.; под ред. Е.А. Вайтулевич. – Томск: Изд-во ТПУ, 2014. – С. 971-973
- 137. Структура бимодальных порошковых смесей карбида бора / О.Л. Хасанов,
 Э.С. Двилис, М.С. Петюкевич [и др.] // Известия высших учебных заведений.
 Физика. 2014. Т. 57. № 9-3. С. 204-208.
- 138. Spark plasma sintering of aluminum-magnesium-matrix composites with boron carbide and tungsten nano-powder inclusions: modeling and experimentation / E.S. Dvilis, O.L. Khasanov, M. S. Petyukevich [et al.] // Journal of the Minerals Metals & Materials Society (JOM). – 2016. – V. 68. – No.3. – P. 908-919.
- 139. Легкий композиционный материал для космической техники / О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, М.С. Петюкевич [и др.] // Современные достижения в области создания перспективных неметаллических композиционных материалов и

покрытий для авиационной и космической техники: сборник докладов конференции, ФГУП ВИАМ, 2015. – С. 6.

- 140. Исследование и оптимизация составов алюмоматричного композитного материала с дисперсным наполнителем на основе порошков карбида бора и вольфрама для производства высокоплотных изделий / О.Л. Хасанов, Э.С. Двилис, М.С. Петюкевич [и др.] // Перспективы развития фундаментальных наук: сборник научных трудов XIII Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых, г. Томск, 2016; под ред. И. А. Курзиной, Г. А. Химия. – С. 145-147. Вороновой: Τ. 2 : Режим _ доступа: http://earchive.tpu.ru/handle/11683/25869.
- 141. Горшенков М.В. Высоконаполненные алюминиевые композиты, упрочненные борсодержащими частицами: структура и свойства: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / Горшенков Михаил Владимирович. – Москва, 2013. – 201 с.
- 142. Кулемин А.В. Ультразвук и диффузия в металлах. / А.В. Кулемин. М.: «Металлургия», 1978. 200 с.
- 143. Способ получения алюмоматричного композитного материала: пат. 2616315 Рос. Федерация: МПК С22С 1/05, С22С 21/00, В22F 3/93 / Двилис Э.С., Толкачев О.С., Петюкевич М.С., Хасанов О.Л.; заявитель и патентообладатель Томский политехнический университет. - № 2015152345; заявл. 07.12.2015; опубл. 14.02.2017, Бюл. №11.
- 144. Исследование влияния УЗ-компактирования на формирование структуры и плотности высоконаполненных алюмоматричных композитных материалов для радиационный защиты бортовой электроники КЛА / У.А. Досеке, М. С. Петюкевич, Э.С. Двилис; // Инженерия для освоения космоса: сборник научных трудов V Международного молодежного форума, г. Томск, 2017. – С. 72-75. – Режим доступа: http://earchive.tpu.ru/handle/11683/41262.
- 145. Зленко М.А. Аддитивные технологии в машиностроении: пособие для инженеров / М.А. Зленко, М.В. Нагайцев, В.М. Довбыш. – М. ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ», 2015. – 220 с.

- 146. Формирование структуры металломатричного композита АМГ6-В₄С-W методом искрового плазменного спекания / В. Д. Пайгин, Э.С. Двилис, М.С. Петюкевич [и др.] // Материалы и технологии новых поколений в современном материаловедении: сборник трудов Международной конференции с элементами научной школы для молодежи, г. Томск, 2015. С. 190-194. Режим доступа: http://earchive.tpu.ru/handle/11683/18267.
- 147. Spark plasma sintering of metal-matrix composites with hard ceramic and refractory metal inclusions: modeling and experimentation / O. L. Khasanov, E.S. Dvilis, M.S.Petyukevich [et al.] // 14th International Conference of European Ceramic Society, Toledo, June 21-25, 2015: Book of Abstracts. Toledo: ECerS, 2015. P. 2343.
- 148. Densification Mechanisms of Spark Plasma Sintering: Multi-Step Pressure Dilatometry / W. Li [et al.] // Journal of Materials Science. – 2012. – V.47. – 7036-7046.

приложения

Отчёты о проведении радиационных испытаний

Приложение 1. Отчёт о проведённых исследованиях по ослаблению гамма-излучения экспериментальными образцами

> Министерство образования и науки российской федерации Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ



Отчет о проведенных исследованиях по ослаблению гамма-излучения

экспериментальными образцами

ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

Учебно-научный центр «Исследовательский ядерный реактор»

Томск – 2017 г.

1 Приборы и методы эксперимента

Измерения проводились на коллимированном пучке гамма-излучения. Измерялись значения мощности дозы от гамма-излучения различных энергий:

 Энергия гамма-квантов, испускаемых при распаде изотопа Co-57 (14,4 кэВ, 122,06 кэВ, 136,47 кэВ);

Энергия гамма-квантов, испускаемых при распаде изотопа Cs-137 (661,66 кэВ);

 Энергия гамма-квантов, испускаемых при распаде изотопа Со-60 (1173,2 кэВ, 1332,5 кэВ).

 Энергия гамма-квантов, образующихся при работе исследовательского реактора ИРТ-Т.

Измерения мощности дозы были проведены дозиметром-радиометром МКС-АТ1117М с блоком детектирования гамма-излучения БДКГ-03.

Схема экспериментального устройства изображена на рисунке 1.



2 Результаты проведения эксперимента

Ослабляющая способность материалов была определена в сравнении с образцом AMr-6 Результаты проведенных исследований представлены в таблице 1.

	Co-57		Cs-137		Co-60		ГЭК реактора	
Образец	Значение, нЗв/ч	Погреш ность, %	Значение, мкЗв/ч	Погреш ность, %	Значение, мкЗв/ч	Погреш ность, %	Значение, мЗв/ч	Погреш ность, %
AMr-6	125	6	0,76	5	1,47	5	9,19	1
Образец "10"	105	8	0,76	4	1,57	4	9,19	1
Образец "20"	101	8	0,75	5	1,41	5	9,18	1
Образец "40"	93	8	0,74	4	1,36	4	9,20	1

Таблица 1 – Результаты эксперимента

Коэффициент ослабления был определен по формуле:

$$K = \frac{\Phi_0}{\Phi},$$
 (1)

где Ф₀ – мощность дозы на поверхности детектора с защитой из шайбы (AMr-6) толщиной 10 мм;

Ф – мощность дозы на поверхности детектора с использованием экспериментальных образцов защиты.

Результаты обработки экспериментальных данных представлены в таблице 2. Таблица 2 – Результаты обработки экспериментальных данных

	Co-57	Cs-137	Co-60	ГЭК реактора
		Коэф. ослаб	ления	
Образец "10"	1,19±0,1	1,00±0,04	0,94±0,05	1,00±0,01
Образец "20"	1,24±0,1	1,01±0,04	1,04±0,05	1,00±0,01
Образец "40"	1,34±0,1	1,03±0,04	1,08±0,05	1,00±0,01

3 Выводы

В результате проведения измерений мощности дозы за исследуемым образцом и определения коэффициента ослабления относительно образца AMr-6 можно сделать следующий вывод: коэффициент ослабления для всех исследуемых материалов незначительно отличается от единицы и находятся в границах погрешности измерений при облучении гаммаквантами образующимися при работе реактора ИРТ-Т. При использовании гамма-квантов испускаемых при распаде изотопа Co-57 (14,4 кэВ, 122,06 кэВ, 136,47 кэВ) наблюдется заметное снижение интенсивности излучения (коэффициент ослабления для образца «40» составил 1,34±0,1.

При использовании гамма-квантов испускаемых при распаде изотопа Cs-137 (661,66 кэВ) и изотопа Co-60 (1173,2 кэВ, 1332,5 кэВ) коэффициент ослабления незначительно отличается от единицы.

Для улучшения защитных свойств образцов предлагается внести в материальный состав элементы с большой атомной массой.

Выполнил:

Инженер-физик СЯБ УНЦ «ИЯР»

М.Н. Аникин

Приложение 2. Отчёт о проведённых исследованиях по ослаблению нейтронного излучения экспериментальными образцами



1 Приборы и методы эксперимента

Измерения проводились на коллимированном пучке нейтронов канала ГЭК-1 реактора ИРТ-Т с использованием графитового контейнера. Измерялось число импульсов, регистрируемых детектором тепловых и надтепловых нейтронов. Время измерения составляло 10 секунд.

Измерения числа импульсов были проведены радиометром МКС-01Р с блоками детектирования БДКН-03Р и БДКН-01Р.

Схема экспериментального устройства изображена на рисунке 1.

Рисунок 1 — Схема экспериментального устройства. 1 = Бетон биологической защиты, 2 – Графитовый контейнер, 3 – Экспериментальный образец, 4 – Детектор, 5 – Горизонтальный канал ГЭК-1.

2 Результаты проведения эксперимента

Для каждого образца было проведено три измерения и определено среднее значение числа импульсов. Из среднего значения было исключено фоновое значение регистрируемых импульсов. Исходя из времени измерения была определена скорость счета.

Результаты проведенных экспериментов представлены в таблицах 1 и 2.

	1	2	3	Ср знач.	Без фона	Имп/с
Фон	2	?	1	1,7		
AMr-6	1399	1414	1401	1404,7	1403,0	140,3
Образсц «10»	373	368	560	567,7	566,0	56,6
Образец «20»	436	417	411	421,3	419,7	42,0
Јоразец «40»	459	450	483	464,0	462,3	46,2

Таблица 1 – Результаты эксперимента (тепловые нейтроны)

Таблица 2 - Результаты эксперимента (надтепловые нейтроны)

	1	2	3	Ср знач.	Без фона	Имп/с
Фон	6	6	4	5.3		
AMr-6	4585	4446	4703	4578,0	4572,7	457,3
Образец «10»	1935	1894	1930	1919,7	1914,3	191,4
Образец «20»	1429	1457	1340	1408,7	1403,3	140,3
Образец «40»	1400	1402	1457	1419,7	1414,3	141.4

Коэффициент ослабления был определен по формуле:

$$K = \frac{\Phi_0}{\Phi},\tag{1}$$

где Ф₀ – скорость счета защитой из образца АМг-6 толщиной 10 мм;

Ф – скорость счета детектора с использованием экспериментальных образцов защиты.
 Результаты обработки экспериментальных данных представлены в таблице 2.
 Таблица 2 – Результаты обработки экспериментальных данных

Коэф. ослабления тепловых нейт				
Образец «10»	2,48			
Образец «20»	3,34			
Образец «40»	3,03			
Коэс	 ослабления надтепловых нейтронов 			
Образец «10»	2,39			
Образец «20»	3,26			
Образец «40»	3.23			

3

3 Выводы

В результате проведения измерений скорости счета детектора, расположенного за исследуемым образцом и определения коэффициента ослабления нейтронного потока относительно образца AMr-6 можно сделать следующий вывод: наибольший коэффициент ослабления нейтронного потока наблюдается для образца «20» (3,34 для тепловых нейтронов, 3,26 для надтепловых). При использовании образцов «10» и «40» наблюдается значения коэффициента ослабления тепловых/надтепловых нейтронов 2,48/2,39 и 3,03/3,23 соответственно.

Выполнил:

Инженер-физик СЯБ УНЦ «ИЯР»

М.Н. Аникин

Приложение 3. Акт приемки-сдачи работ по проекту

ФГАОУ ВО НИ ТПУ 634050, г.Томск, пр.Ленина,30 Тел. (3822) 60-63-33, Факс (3822) 56-38-65 УФК по Томской области (ФГАОУ ВО НИ ТПУ л/сч 30656Щ45270) ИНН 7018007264 Расчетный счет 40501810500002000002 Банк получателя: Отделение Томск БИК 046902001 Кор. счет: нет ОКАТО 69401363000 ОКТМО 69701000 КПП 701701001 - для платежей

РХТУ им. Д.И. Менделеева Юридический адрес: 125047, г. Москва, Миусская площадь, д.9 Фактический адрес: 125047, г. Москва, Миусская площадь, д.9 **Плательщик:** УФК по г. Москве ИНН 7707072637 КПП 770701001 РХТУ им. Д.И. Менделеева л/с 41736056110 Банк плательщика: p/c 40501810445251000179 БИК 044525000 ГУ Банка России по ЦФО (г.Москва) ОКТМО 45382000

АКТ приемки-сдачи

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», именуемый в дальнейшем «Исполнитель», в лице заместителя проректора по научной работе и инновациям Оствальда Р.В., действующего на основании доверенности № 360 от 19.12.2017 г. с одной стороны, и Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева»/ РХТУ им. Д.И. Менделеева, в лице исполняющего обязанности ректора Мажуги А.Г., действующего на основании приказа Министерства образования и науки РФ № 12-07-03/100 от 29 июня 2017 и Устава с другой стороны, именуемый в дальнейшем «Заказчик, составили настоящий акт о том, что согласно договору (заказу) № 26.57-Р-1-302/2017 от «<u>7</u>» <u>декабря</u> 2017 г. исполнителем выполнено с начала работы на 100 процентов от общей стоимости работ по договору, что составляет в рублях: 4800000 (четыре миллиона восемьсот тысяч) рублей, НДС не облагается.

№ этапа	В процентах	В млн.	Срок исполнения	
		рублей	План Ф	дакт
1	2	3	4	5
 1.1 Комплексная характеризация исходных порошковых компонентов (порошков матричного сплава АМГ, карбида бора, 	100	0,8	29.12.2017	20.12.2017
вольфрама) по их морфологическим, дисперсным и структурным свойствам.				
1.2 Построение дискретно- элементных моделей упаковок порошковых смесей с различным содержанием компонентов с использованием экспериментальных данных характеризации. Модельная оптимизация	100	1,0	29.12.2017	20.12.2017

В том числе выполнено по этапам:

количественного				
содержания компонентов				
порошковой смеси по				
критериям максимальной				
плотности и				
координационного числа				
при минимальных затратах				
на деформацию и				
перемещение частиц в				
смеси. Исследование				
процессов химического				
взаимодействия				
компонентов порошковой				
смеси друг с другом и с				
солержащей кислород				
атмосферой при различных				
павлениях и температуре:				
представление				
рекоменлаций по защите				
компонентов смеси от				
окисления в процессе				
консолилянии				
1.3 Провеление	100	1.0	29.12.2017	20.112.2017
проведение	100			
TRACCURACITY OTHER HEI				
прессуемости отдельных		1		
KOMITOHCHTOB H HA CMCCCH C				
различным содержанием в	1			
рамках механистической				1 1
модели прессования с				
выявлением основных				
характеристик материалов:				
уплотняемости,				
прессуемости,		1		
дополнительных				
характеристик;				
определение границ				
наступления и окончания				
основных этапов и стадии				
уплотнения, на которых с				
разной степенью				
преобладают процессы	1			
взаимной упаковки части	(
или их деформации.			00.10.0017	20 10 2017
1.4 Построение конечно-	- 100	1,0	29.12.2017	20.12.2017
элементных моделей	ł –			
процесса консолидация	4			
исследуемых материалов	3			1
для последующей	i			
оптимизации				
кинематической схемы из	¢ .			
прессования в издели:	a			
заданной формы	в			
различных условия:	ĸ			
внешнего воздействия.				
1.5 Проектирование	a 100	1,0	29.12.2017	20.12.2017
разработка принципиально	0			
новой прессовой оснастки				
реализующей возможност				
прессования излели	ä			
порлениями				
paparon namin _y		-	1	

превышающими значения пределов прочности материала пресс-форм . 3D- протипирование прессовой оснастки; выявление проблемных узлов, оптимизация её массогабаритных и прочностных характеристик				
--	--	--	--	--

Итого на сумму 4 800 000 (четыре миллиона восемьсот тысяч) рублей, НДС не облагается

Следует к получению по настоящему акту 4800000 (четыре миллиона восемьсот тысяч) рублей, НДС не облагается

Акт подписали:

Исполнитель

Заказчик



O. H. Xacanob O.A.