

**МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

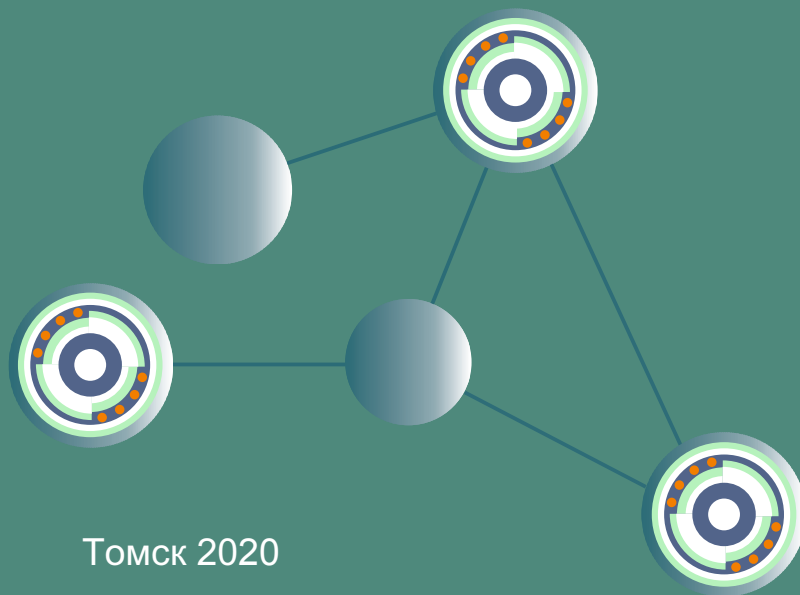
**Национальный исследовательский
Томский политехнический университет**

**Инженерная школа
новых производственных технологий**

Сборник научных трудов

«Перспективные материалы конструкционного и функционального назначения»

21 сентября - 25 сентября 2020 года



Томск 2020

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**
ИНЖЕНЕРНАЯ ШКОЛА НОВЫХ ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ КОНСТРУКЦИОННОГО И ФУНКЦИОНАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Сборник научных трудов
Международной научно-технической
молодежной конференции

21–25 сентября 2020 г.

Томск 2020

УДК 620.22(063)

ББК 30.3л0

П27

Перспективные материалы конструкционного и функционального назначения : сборник научных трудов Международной научно-технической молодежной конференции / под ред. С.П. Буяковой ; Томский политехнический университет. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2020. – 244 с.

ISBN 978-5-4387-0957-2

Разработка новых материалов и технологий получения изделий из них – одно из направлений развития технологического комплекса РФ. В сборнике представлены результаты широкого спектра научных работ, выполненных посредством численного моделирования поведения новых перспективных материалов и экспериментальных исследований. Большинство исследований выполнено молодыми исследователями под руководством известных ученых.

Результаты исследований, приведенные в сборнике, касаются проблем надежности конструкционных материалов, создания новых функциональных материалов для возобновляемых источников энергии, термостойких и хладостойких материалов, методов модификации поверхности, технологий поверхностной обработки изделий.

Знакомство молодых исследователей со сборником позволит им расширить свой кругозор в научном мире и сформировать научные коммуникативные компетенции.

Материалы сборника трудов представляют интерес как для студентов, так и для молодых ученых, занимающихся проблемами материаловедения, разработкой технологий получения изделий из новых перспективных материалов.

УДК 620.22(063)

ББК 30.3л0

Редакционная коллегия

С.П. Буякова, доктор технических наук, профессор;

Б.С. Зенин, кандидат физико-математических наук, доцент;

О.Ю. Ваулина, кандидат технических наук;

И.Э. Васильева

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

ISBN 978-5-4387-0957-2

© ФГАОУ ВО НИ ТПУ, 2020

ОГЛАВЛЕНИЕ

СЕКЦИЯ 1. ПРОБЛЕМЫ НАДЕЖНОСТИ МАТЕРИАЛОВ

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ РАСПРОСТРАНЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН ЛЭМБА Балаев В.Х., Бурков М.В.....	14
ИССЛЕДОВАНИЕ СКОРОСТНОЙ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ СОПРОТИВЛЕНИЯ ДЕФОРМИРОВАНИЮ ПРИ ИСПЫТАНИЯХ НА ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х15Г9НД Богданов А.А., Дерюгин Е.Е.....	16
ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ НЕЙТРОННЫХ ПОЛЕЙ РЕАКТОРА ИРТ-Т ДЛЯ СОЗДАНИЯ КОМПЛЕКСА ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ВЛИЯНИЯ БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ НА ИЗДЕЛИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ Бондаренко Е.А., Варлачев В.А., Градобоев А.В., В.В. Седнев.....	18
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК АННИГИЛЯЦИИ ПОЗИТРОНОВ В ДИСЛОКАЦИЯХ СПЛАВА ZR1%NB Бордулев Ю.С., Лаптев Р.С.....	20
СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕХОДНЫХ СЛОЕВ ПРИ ПАЙКЕ МЕДНЫМ ПРИПОЕМ САПФИРА С КОВАРОМ Гавриш С.В., Кугушев Д.Н., Пугачев Д.Ю., Пучнина С.В.....	22
АЛГОРИТМ С РАСЧЕТАМИ В ЧАСТОТНОЙ ОБЛАСТИ ДЛЯ ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННОЙ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ РАЗРЕЖЕННОЙ ФАЗИРОВАННОЙ АНТЕННОЙ РЕШЕТКИ Долматов Д.О., Седнев Д.А.....	24
ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАЗВИТИЯ НЕУПРУГОЙ И ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ИЗГИБЕ И КРУЧЕНИИ ОБРАЗЦОВ СПЛАВА $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$ (АТ.%) Жапова Д.Ю., Гусаренко А.А., Гришков В.Н.....	26
СТАДИЙНОСТЬ НАКОПЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ В ОБРАЗЦАХ КОНСТРУКЦИОННОГО СТЕКЛОПЛАСТИКА ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ТЕМПЕРАТУРНОГО СТАРЕНИЯ ПРИ МЕЖСЛОЕВОМ СДВИГЕ Зубова Е.М., Лобанов Д.С.....	28
ПОВЕДЕНИЕ ЛЁГКИХ СПЛАВОВ В ШИРОКОМ ТЕМПЕРАТУРНОМ ДИАПАЗОНЕ ПРИ ПОВЫШЕННЫХ СКОРОСТЯХ ДЕФОРМАЦИИ Иохим К.В., Скрипняк В.А.....	29
ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ МЕДЛЕННЫХ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ВОЗМУЩЕНИЙ В ЗОНАХ РАЗЛОМОВ Казакбаева А.А., Смолин И.Ю.....	31
ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУР В ЗОНАХ ТЕРМИЧЕСКОГО ВЛИЯНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛАЗЕРНОГО СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ ТРУБНОЙ СТАЛИ 10Г2ФБЮ Каширо П.О., Гордиенко А.И.....	34

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗМЕРОВ ВАКАНСИЙ НА СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ	
Комягин М.А., Малинина Д.Д.....	36
РАЗРАБОТКА И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ВЕРИФИКАЦИЯ МОДЕЛИ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ВОЛН ЛЭМБА В АЛЮМИНИЕВОЙ ПЛАСТИНЕ	
Кононова А.А.....	38
ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ГРАДИЕНТНОЙ ЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ НА МЕХАНИЧЕСКИЙ И СТРУКТУРНЫЙ ОТКЛИК СПЛАВА Fe-Ni ПРИ ОДНООСНОМ НАГРУЖЕНИИ	
Корчуганов А.В., Крыжевич Д.С., Чумаков Ю.А., Григорьев А.С.....	40
РОЛЬ РАЗМЕРА ЗЕРЕН В СМЕНЕ МЕХАНИЗМОВ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Fe-Ni	
Корчуганов А.В., Крыжевич Д.С., Чумаков Ю.А., Григорьев А.С.....	42
СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СЛОИСТЫХ УГЛЕКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА И ПОЛИИМИДА	
Космачев П.В., В.О. Алексенко, Панин С.В.....	44
РАЗРАБОТКА МЕТОДИЧЕСКИХ ПОДХОДОВ К НЕРАЗРУШАЮЩЕМУ КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СТАЛЬНЫХ ОРЕБРЕННЫХ ПАНЕЛЕЙ МЕТОДОМ АКТИВНОЙ ТЕРМОГРАФИИ	
Котовщиков И.О., Ю.О. Яковлев, Прохорович В.Е.....	46
ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ОСОБЕННОСТЕЙ НАКОПЛЕНИЯ ВОДОРОДА В ЦИРКОНИЕВОМ СПЛАВЕ Э110 ПРИ ГАЗОФАЗНОМ ГИДРИРОВАНИИ	
Ломыгин А., Кудияров В.Н., Лаптев Р.С.....	48
КОРРЕКЦИЯ ПРОФИЛЕЙ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ ЭЛЕМЕНТОВ С УЧЕТОМ НЕРАВНОМЕРНОСТИ РАСПЫЛЕНИЯ ОПТИЧЕСКОГО ЭМИССИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ДЛЯ АНАЛИЗА МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ	
Ломыгин А., Лаптев Р.С., Шулепов И.А.....	51
ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОИНТЕНСИВНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА УСТАЛОСТНУЮ ДОЛГОВЕЧНОСТЬ, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРУ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6	
Насоновская А.В., Почивалов Ю.И.....	53
АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ МАТЕРИАЛОВ И ТОЛЩИНЫ АНТИФРИКЦИОННОЙ ПРОСЛОЙКИ НА КОНТАКТНОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ЭЛЕМЕНТОВ СФЕРИЧЕСКИХ ОПОРНЫХ ЧАСТЕЙ	
Панькова А.П., Адамов А.А., Каменских А.А.....	54
ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ЛАЗЕРНОЙ СВАРКИ ДЛЯ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ ПРОМЫШЛЕННОЙ СТАЛИ Х80	
Петренко О.Е., Гордиенко А.И.....	56
ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ПО РАЗЛИЧНЫМ РЕЖИМАМ НА ПАРАМЕТРЫ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ	
Пимонов М.В., Кречетов А.А.....	58

РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ И МЕХАНИЗМЫ ЛОКАЛЬНОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ ПРИ ТРЕНИИ И ИЗНОСЕ ВЫСОКОПРОЧНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КЕРАМИК НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ Пирожкова Т.С., Жигачев А.О, Коренков В.В., Тюрин А.И.....	60
МОДЕЛИРОВАНИЕ МЕТОДОМ КОНЕЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ДЕФОРМАЦИИ ЭТАЛОННЫХ ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ЦИФРОВОЙ ШИРОГРАФИИ Распопин П.Е., Бурков М.В.....	62
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УДАРНОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ТИТАНОВОГО ЦИЛИНДРА Руденя Е.А., Иванов И.В.....	64
КОНТРОЛЬ КОРРОЗИОННЫХ СВОЙСТВ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ ПРИМЕНЯЕМОЙ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ВЕРТИКАЛЬНЫХ РЕЗЕРВУАРОВ Соколов Р.А., Новиков В.Ф.....	66
ПОЗИТРОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Ti-6Al-4 ПОСЛЕ ВАКУУМНОГО ОТЖИГА Степанова Е.Н., Бордулев Ю.С., Лаптев Р.С.....	67
ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ НАКОПЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ И РАЗРУШЕНИЯ ПЕРФОРИРОВАННЫХ КОМПОЗИТНЫХ ПЛАСТИН Струнгарь Е.М., Феклистова Е.В., Вильдеман В.Э., Лобанов Д.С.....	70
ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ БЕРИЛЛИЕВОЙ БРОНЗЫ Терюкалова Н.В., Сизова О.В.....	72
ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ СТАРЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ Fe-Cr-Mn СТАЛИ Тумбусова И.А., Майер Г.Г., Панченко М.Ю., Астафурова Е.Г.....	74
АНАЛИЗ ДЕФОРМИРОВАНИЯ ЗОНЫ УСТАНОВКИ КОМПОЗИТНОГО БАКА В СЕТЧАТОМ ЦИЛИНДРИЧЕСКОМ КОРПУСЕ КОСМИЧЕСКОГО АППАРАТА Хахленкова А.А., Буров А.Е., Лопатин А.В.....	76
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАЛОЛЕГИРОВАННЫХ ТРУБНЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ В РЕЖИМЕ ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ Хисаметдинов Н.А., Почивалов Ю.И.....	78
ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСИМОСТИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТРИЖДЫ ПЕРИОДИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ С МИНИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИЕЙ ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПЛАВЛЕНИЯ ОТ ПОРИСТОСТИ Храпов Д., Коптюг А.В., Мишурова Т., Евсевлеев С., Бруно Дж., Сурменева М.А., Сурменев Р. А.....	80

СЕКЦИЯ 2. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

PIEZOELECTRIC RESPONSE IN HYBRID MICROPILLAR ARRAYS OF POLY(VINYLIDENE FLUORIDE) AND REDUCED GRAPHENE OXIDE I.o.Pariy, Shvartsman V.V., Lupascu D.C., Sukhorukov G.B., Ludwig T., Mathur S., Surmeneva M.A., Surmenev R.A.....	83
STUDY OF THE MORPHOLOGY AND STRUCTURE OF HYBRID BIODE- GRADABLE 3D SCAFFOLDS BASED ON PIEZOELECTRIC POLY(L- LACTIC ACID) AND RGO/GO FOR BONE TISSUE ENGINEERING S. Jekhan A.M., Chernozem R.V., Mukhortova Y.R., Surmeneva M.A., Skirtach A.G., Surmenev R.A.	85
О ДВУХ ВАРИАНТАХ ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ КОНФИГУРАЦИИ ОПОРНЫХ ЧАСТЕЙ ПРОЛЕТНЫХ СТРОЕНИЙ МОСТОВ Адамов А.А., Каменских А.А., Лобанова В.И.....	87
КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ПОЛИКАПРОЛАКТОНА И ГИДРОКСИАПАТИТА ДЛЯ 3D ПЕЧАТИ ПЕРСОНАЛИЗИРОВАННЫХ ОСТЕОСТИМУЛИРУЮЩИХ СКАФФОЛДОВ Акимченко И.О., Дубиненко Г.Е., Большасов Е.Н., Твердохлебов С.И.....	89
ОДНООСНОЕ НАГРУЖЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКОГО МЕТАМАТЕРИАЛА С ПОВОРОТОМ Ахметшин Л.Р., Смолин И.Ю.....	91
PCL И PCL/PVP СКАФФОЛДЫ, СФОРМОВАННЫЕ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРО- СПИННИНГА, ДЛЯ БИОМЕДИЦИНСКИХ ПРИМЕНЕНИЙ Бадараев А.Д., Букал В.....	93
ИССЛЕДОВАНИЕ САМОВОССТАНОВЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ ПОСЛЕ САМОЗАЛЕЧИ- ВАНИЯ МАКРОДЕФЕКТОВ Башкеева М.Е., Нарущкая А.С., Мировой Ю.А., Бурлаченко А.Г., Дедова Е.С., Буякова С.П.....	95
ОСОБЕННОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ЭНЕРГИИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ ДЛЯ СИНТЕЗА МУЛЛИТА Безухов К.А., Власов В.А., Клопотов А.А., Волокитин Г.Г.....	97
ПРОБЛЕМЫ ПОЛУЧЕНИЯ МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ДИБОРИДА ГАФНИЯ И АЛЮМИНИЯ Белякович С.А., Ильин А.П.....	99
ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА ФТОРПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЫ НА ПРОЧНОСТЬ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА Булатников Д.А., Ишутин А.В.....	101
ОСОБЕННОСТИ ЭВОЛЮЦИИ СПЕКЛ-СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ В СЛОИСТОМ КОМПОЗИТЕ СТАЛЬ/УГЛЕПЛАСТИК ПРИ ДЕ- ФОРМАЦИИ Буньков В.Е., Пляскин А.С., Клопотов А.А., Устинов А.М.....	102
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ БУРОВОГО ШЛАМА В КАЧЕСТВЕ ЧАСТИЧНОЙ ЗАМЕ- НЫ ЦЕМЕНТА В БЕТОННОЙ СМЕСИ Галеев В.Р.....	104

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ФЕРРИТОСОДЕРЖАЩИХ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ В СУБ-ТГц ДИАПАЗОНЕ Геринг М.О., Бадьин А.В., Кулешов Г.Е., Шематило Т.Н.....	106
ФАЗООБРАЗОВАНИЕ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ КВАЗИБИНАРНОЙ СИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ $K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3$ И $Ca_2Nb_2O_7$ Глазунова Е.В., Вербенко И.А., Вербоватый Д.М., Резниченко Л.А.....	108
ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА В СИСТЕМЕ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ НА ОСНОВЕ PFN Глазунова Е.В., Вербенко И.А., Шилкина Л.А., Резниченко Л.А.....	110
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СЛОИСТОГО МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА $Ti/(ZrB_2-SiC)$ Дегтярева Е.В., Ваулина О.Ю., Дедова Е.С., Буякова С.П.....	112
СОЗДАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ МЕТОДОМ РЕПЛИК Диченсков В.В., Егорова Т.Д., Рябков Е.Д., Зайцев Н.К.....	114
ФОРМИРОВАНИЕ ГКР-ПОДЛОЖКИ НА ОСНОВЕ МАССИВОВ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА ДЛЯ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ ТРИМЕТИЛАМИНОКСИДА МИКРОМОЛЯРНОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ Дубков С.В., Савицкий А.И., Новиков Д.В., Громов Д.Г.....	116
ОСОБЕННОСТИ ГКР-СПЕКТРОСКОПИИ АНАЛИТОВ В ПРИСУТСТВИИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО КОМПОЗИТА Ag/Cu Дубков С.В., Савицкий А.И., Тарасов А.М., Громов Д.Г.....	118
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЯЗКОУПРУГИХ СВОЙСТВ РАСТВОРОВ ПАВ ПРИ КВАЗИСТАТИЧЕСКИХ И ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗКАХ Ефремов Д.В., Банникова И.А., Баяндин Ю.В.....	120
ВЛИЯНИЕ ЦИКЛИЧЕСКИХ НАГРУЗОК НА СВЕРХЭЛАСТИЧНЫЕ СВОЙСТВА В СОСТАРЕННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ Ефтифеева А.С., Янушоните Э.И., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.....	122
ОСОБЕННОСТИ РЕАКЦИОННОГО ИПС БИФАЗНОЙ КЕРАМИКИ $SrTiO_3-TiO_2$ Завьялов А.П., Косьянов Д.Ю., Тихонов С.А., Шичалин О.О.....	124
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТА ZrO_2-MGO МЕТОДОМ ФРАКТАЛЬНОГО АНАЛИЗА Зенкина Ю.А., Буяков А.С.....	126
ВЛИЯНИЕ ГЕОМЕТРИИ ПРОСЛОЙКИ ПРОТЕТИЧЕСКОЙ КОНСТРУКЦИИ НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ БИОМЕХАНИЧЕСКОГО УЗЛА Каменских А.А., Пушкарева А.Д.....	128
ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ ПОРОШКОВОЙ КОМПОЗИЦИИ $Fe-Ni$ НА СТРУКТУРУ СПЕЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ Парамонова М.А., Игнатеня Е.В., Ваулина О.Ю.....	131
МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА С БИНЕ-ПРЕРЫВНОЙ СТРУКТУРОЙ Кормашова М.Д., Буяков А.С., Войчик В.Ф., Мировой Ю.А., Буякова С.П.....	133

НЕКОТОРЫЕ ПОДХОДЫ ПО ОЦЕНКЕ ОСТАТОЧНОЙ ПОРИСТОСТИ	
Косьянов Д.Ю., Завьялов А.П., Ворновских А.А., Jiang Li.....	136
ФОРМИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЁВ НА ОСНОВЕ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ РОЛЬ КОНТЕЙНЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ	
Лучин А.В.....	137
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УПРОЧНЯЮЩИХ ЧАСТИЦ КАРБИДА ТИТАНА, ВВЕДЕННЫХ В ПОРОШКОВУЮ КОМПОЗИЦИЮ FE-NI, НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЕЧЕННЫХ ИЗДЕЛИЙ	
Масалитина М.М., Лютый Н.С., Ваулина О.Ю.....	139
P-E ЭФФЕКТЫ В РВ- И NB- СОДЕРЖАЩИХ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ: ТЕРМОЭВОЛЮЦИЯ, МОДЕЛИРОВАНИЕ ПЕТЕЛЬ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ГИСТЕРЕЗИСА, ВОЗМОЖНОСТИ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ	
Мойса М.О., Андрияшин К.П., Андрияшина И.Н.....	141
ОСОБЕННОСТИ ПРОТОЛИТИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ В ОСНОВНОМ И ВОЗБУЖДЕННОМ СОСТОЯНИИ В ПРИСУТСТВИИ КАТИОННОГО ПОЛИЭЛЕКТРОЛИТА	
Мугабутаева А.С., Наумова А.О., Мельников П.В.....	143
ОСОБЕННОСТИ ПРОЦЕССА АНОДИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЯ ДЛЯ СОЗДАНИЯ НАНОПЕРФОРИРОВАННОГО ШАБЛОННОГО МАТЕРИАЛА	
Мудракова П.Н., Рябков Е.Д., Зайцев Н.К.....	145
САМОЗАЛЕЧИВАНИЕ ДЕФЕКТОВ В КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ НА ОСНОВЕ ДИБОРИДА ЦИРКОНИЯ	
Наруцкая А.С., Башкеева М.Е., Дедова Е.С., Мировой Ю.А., Бурлаченко А.Г., Буякова С.П.....	147
ПРИМЕНЕНИЕ ЧУВСТВИТЕЛЬНОГО К КИСЛОРОДУ КОМПОЗИТНОГО МАТЕРИАЛА В СИСТЕМЕ ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОГО АНАЛИЗА ДЛЯ МОНИТОРИНГА ИНТЕНСИВНОСТИ ДЫХАНИЯ КЛЕТОК	
Никитина А.С., Александровская А.Ю., Мельников П.В., Зайцев Н.К.....	148
ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКОЙ АНАЛОГИИ ДЛЯ ОПИСАНИЯ ДЕМПФИРУЮЩИХ ХАРАКТЕРИСТИК МФС АКТУАТОРА	
Паньков А.А., Писарев П.В., Баяндин С.Р.....	150
ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ СТАБИЛИЗАЦИИ КУБИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ ИНТРЕМЕТАЛЛИДА Al_3Ti , ВХОДЯЩЕГО В СОСТАВ КОМПОЗИТА ТИПА «Ti- Al_3Ti », ПУТЕМ ЛЕГИРОВАНИЯ СЕРЕБРОМ	
Петров И.Ю., Лазуренко Д.В.....	152
ФОРМИРОВАНИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА МЕТОДАМИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ	
Прокопенко Н.А., Петюкевич М.С., Шугуров В.В., Петрикова Е.А.....	155
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ КВАРЦА ШУНГИТОВЫХ ПОРОД	
Ригаева Ю.Л., Рожкова Н.Н., Екимова Т.А.....	157

ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПОЛИЭФИРЭФИРКЕ- ТОНА В ИЗОТЕРМИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ Соловьев А.А.....	159
ВЛИЯНИЕ ДОКРИСТАЛЛИЗАЦИИ НА СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ ИЗ УГЛЕНА- ПОЛНЕННОГО ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА Соловьев А.А., Гуреньков В.М.....	161
ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ TI-AU СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА КОНТАКТНОЙ СВАРКИ ТРЕХСЛОЙНЫХ 2D-КОМПОЗИТОВ Сумина Д.И., Матренин С.В., Клименов В.А.....	162
МОДЕЛИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ГЕТЕРОИНТЕРФЕЙСА $\text{TiO}_2/\text{SrTiO}_3$ Тихонов С.А., Завьялов А.П.....	164
ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И СТРУКТУРЫ НЕТКАНЫХ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ БИОПО- ЛИМЕРА ПОЛИГИДРОКСИБУТИРАТА Тюбаева П.М., Ольхов А.А., Подмастерьев В.В., Попов А.А.....	166
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ НАНОВОЛОКОН ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ИХ МАССИВОВ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ РЕЖИМОВ ТЕРМООБРАБОТКИ Тюрин А.И., Родаев В.В., Разливалова С.С., Пирожкова Т.С.....	168
ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ НАПОЛНИТЕЛЕЙ НА ПРОЧНОСТЬ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ Тянь Дэфан, Чжан Тэнси, Кондратюк А.А.....	170
ВЛИЯНИЕ ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ АРЕНДИАЗОНИЕВОЙ СОЛЮ НА СМАЧИВАЕМОСТЬ И ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ОТКЛИК БИОРАЗЛАГАЕМЫХ МАТРИКСОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИ-3- ОКСИБУТИРАТА Чернозем Р.В., Гусельникова О.А. , Сурменева М.А. , Скиртач А.Г. , Постников П.С., Сурменев Р.А.....	172
БИОМЕХАНИКА АДАПТАЦИИ ТРАБЕКУЛЯРНОЙ КОСТНОЙ ТКАНИ К ВНЕШНЕЙ НАГРУЗКЕ Чикова Т.Н., Тверье В.М.....	174
ПРИМЕНЕНИЕ ПЕРФТОРИРОВАННЫХ ПОЛИМЕРОВ В КАЧЕСТВЕ МАТЕ- РИАЛОВ ТЕРМОИНТЕРФЕЙСОВ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ЭЛЕК- ТРОНИКЕ Шкинёв П.Д., Крапивко А. Л., Яштулов Н.А.....	176
АНАЛИЗ ПОВЕДЕНИЯ НАБОРА АНТИФРИКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ДЕФОРМИРОВАНИИ СЛОЯ СКОЛЬЖЕНИЯ СФЕРИЧЕСКОЙ ОПОР- НОЙ ЧАСТИ Носов Ю.О., Адамов А.А., Каменских А.А.....	178
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА СТРУК- ТУРУ И СВОЙСТВА СПЕЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ 304-L Юй Сяолин, Васильева И.Э., Ваулина О.Ю.....	180
ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО КАБЕЛЯ НА ОС- НОВЕ Nb-Ti СПЛАВА ПОСЛЕ РАЗЛИЧНЫХ СТЕПЕНЕЙ ДЕФОРМА- ЦИИ МЕТОДОМ АСМ Ынтымакова А.С.....	182

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ИЗДЕЛИЙ ПРИ РАЗНЫХ УСЛОВИЯХ ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ Лютый Н.С., Масалитина М.М., Ваулина О.Ю.....	184
ИССЛЕДОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ КАРБИДОВ Ван Дакунь, Бурлаченко А.Г., Мировой Ю.А., Дедова Е.С., Буякова С.П.....	186
ЧИСЛЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КОНСТРУКЦИОННЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ Феклистова Е.В., Бабушкин А.В., Бабушкина А.В.....	188

СЕКЦИЯ 3. МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПОКРЫТИЯ

МОДИФИЦИРОВАНИЕ МЕДЬЮ PLGA МЕМБРАНОВ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ДЛЯ ПРИДАНИЯ ИМ АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫХ СВОЙСТВ Бадараев А.Д., Сиделев Д.В., Твердохлебов С.И.....	191
МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ Воробьев М.С., Коваль Т.В., Ашурова К.Т.....	193
ПОВЕДЕНИЕ КРЕМНИЙ-УГЛЕРОДНЫХ ПЛЁНОК НА НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ МАРКИ AISI 316L Гренадеров А.С.....	195
СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ Гуйлинь Ма, Зенин Б.С.....	196
ИССЛЕДОВАНИЕ СТЕПЕНИ ГИДРОФИЛЬНОСТИ ПЛЁНОК НА ОСНОВЕ ПОЛИМОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ МОДИФИЦИРОВАННЫХ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМОЙ ПОСЛЕ СТЕРИЛИЗАЦИИ γ -ЛУЧАМИ Иванова Н.М., Филиппова Е.О.....	198
ФОРМИРОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА В МИКРОДУГОВЫХ ZN-SI-СОДЕРЖАЩИХ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ БИОПОКРЫТИЯХ Казанцева Е.А., Комарова Е.Г., Химич М.А.....	200
ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА НА ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ МЕТОДОМ ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ Киселева Н.А., Петров И.Ю., Руктуев А.А.....	203
СОСУДИСТЫЕ ПРОТЕЗЫ МАЛОГО ДИАМЕТРА С АТРОМБОГЕННЫМ ЛЕКАРСТВЕННЫМ ПОКРЫТИЕМ: РЕЗУЛЬТАТЫ ПРЕКЛИНИЧЕСКОГО ИСПЫТАНИЯ НА МОДЕЛИ КРУПНЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ЖИВОТНЫХ Кривкина Е.О., Миронов А.В., Ханова М.Ю., Антонова Л.В.....	205
ВЛИЯНИЕ ТОПОГРАФИИ ПОВЕРХНОСТИ КЕРАМИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ ОСТЕОЗАМЕЩАЮЩЕЙ ТКАНИ Коробенков М.В., Киселева Т.А.....	207

ВЛИЯНИЕ ХИМИЧЕСКОГО ТРАВЛЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛИСТОВЫХ Ti_6Al_4V СТРУКТУР С ТОПОЛОГИЕЙ ТРИЖДЫ ПЕРИОДИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ МИНИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПЛАВЛЕНИЯ Павельева А.А., Сурменева М.А., Храпов Д., Сурменев Р.А., Коптюг А., Мишурова Т., Евсеев С., Майнелъ Д., Бруно Дж.....	209
ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИЯ СКЭФФОЛДОВ ТИТАНОВОГО СПЛАВА, ПОЛИЭЛЕКТРОЛИТНЫМИ МИКРОКАПСУЛАМИ, ЗАГРУЖЕННЫМИ БСА-ФИТЦ, ДЛЯ ПРОЛОНГИРОВАННОГО ВЫСВОБОЖДЕНИЯ ИНКАПСУЛИРОВАННОГО ВЕЩЕСТВА Прядко А., Чудинова Е.А., Сурменева М.А., Сурменев Р.А.....	211
ВЛИЯНИЕ ПОДГОТОВКИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ НА СТРУКТУРУ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ Рыбаков В.А., Матренин С.В.....	213
ПРОЧНОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЗАЭВТЕКТИЧЕСКОГО СИЛУМИНА, МОДИФИЦИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ Рыгина М.Е., Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А, Тересов А.Д.....	215
ДЕФОРМАЦИЯ СИЛУМИНА, ОБЛУЧЕННОГО ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ Рыгина М.Е., Устинов А.М., Клопотов А.А., Иванов Ю.Ф.....	217
SPH-МОДЕЛИРОВАНИЕ ДЕФОРМАЦИИ ЧАСТИЦ ПОРОШКА ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ СОУДАРЕНИИ Рябинкина П.А.....	219
ВЛИЯНИЕ ПЕРЕПЛАВА НА СТРУКТУРУ ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ Сафарова Д.Э., Ремзов М.В., Зимоглядова Т.А.....	221
ПОВЕРХНОСТНОЕ УПРОЧНЕНИЕ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА $Ti-6Al-4V$ И МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА $Ti-6Al-4V/TiC$, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ Синякова Е.А., Панин А.В., Мартынов С.А., Панин С.В.....	223
ВЛИЯНИЕ МОДИФИКАЦИИ НА ПОВЕРХНОСТНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК ИЗ ПОЛИКАПРОЛАКТОНА Филиппова Е.О., Иванова Н.М.....	225
ВЛИЯНИЕ СТЕРИЛИЗАЦИИ НА МОДИФИЦИРОВАННЫЕ В ПЛАЗМЕ ПЛЕНКИ ИЗ ПОЛИКАПРОЛАКТОНА Филиппова Е.О., Иванова Н.М.....	226
ПРЕИМУЩЕСТВО АДГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ ФИБРИНА В СРАВНЕНИИ С КОЛЛАГЕНОМ И ФИБРОНЕКТИНОМ Ханова М.Ю., Матвеева В.Г., Великанова Е.А., Глушкова Т.В., Антонова Л.В...	228
ФОРМИРОВАНИЕ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ В ЭЛЕКТРОЛИТЕ С ДОБАВЛЕНИЕМ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ЧАСТИЦ $Fe-Cu$ Чебодаева В.В., Бажанова В.С.....	231

ГИДРОФИЛИЗАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ Ti_6Al_4V СКЭФФОЛДОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СИНТЕЗА Чудинова Е.А., Сурменева М.А., Алашева У.Р.....	233
СОЗДАНИЕ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ Шмаков В.В., Перовская М.В.....	235
ПРЕИМУЩЕСТВО АДГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ ФИБРИНА В СРАВНЕНИИ С КОЛЛАГЕНОМ И ФИБРОНЕКТИНОМ Ханова М.Ю., Матвеева В.Г., Великанова Е.А., Глушкова Т.В., Антонова Л.В.....	237
СОЗДАНИЕ МОДИФИЦИРУЮЩЕГО СЛОЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ДРЕВЕСНЫХ ИЗДЕЛИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОЗДУШНО-ПЛАЗМЕННОЙ СТРУИ Гафаров Р.Е., Шеховцов В.В., Волокитин О.Г., Скрипникова Н.К., Волокитин Г.Г.	240
ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ "ТИТАН - КАРБИД КРЕМНИЯ" МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ Габитов Э.К., Криницын М.Г.....	242

СЕКЦИЯ 1

ПРОБЛЕМЫ НАДЕЖНОСТИ МАТЕРИАЛОВ

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ РАСПРОСТРАНЕНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН ЛЭМБА

В.Х. БАЛАЕВ¹, М.В. БУРКОВ^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: vhb1@tpu.ru

В последние десятилетия волна Лэмба показала свою полезность в мониторинге состояния конструкций пластинчатых и оболочкообразных конструкций [1].

При неразрушающем контроле компьютерное моделирование является удобным инструментом, обеспечивающим глубокое понимание различных методов контроля и наглядную иллюстрацию происходящих процессов [2]. В ходе работы, разрабатывалась конечно элементная модель образца для проведения ультразвукового контроля волнами Лэмба, рисунок 1

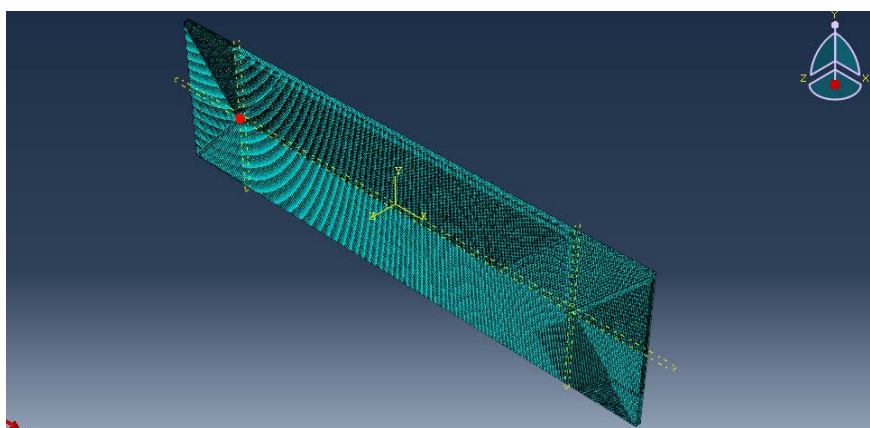


Рисунок 1 – Конечно элементная модель образца

Далее были определены несколько вариаций сетей: 1,2,3,4,5,6 элементов по толщине и частоты 50,100,200 kHz данного образца. Для каждой сети были определены расчётные размеры, для сеток: 1 размер 0,003; 2 размер 0,0015; 3 размер 0,001; 4 размер 0,00075; 5 размер 0,0006; 6 размер 0,0005, с трещиной размером в 10%,20%,30% от ширины образца.

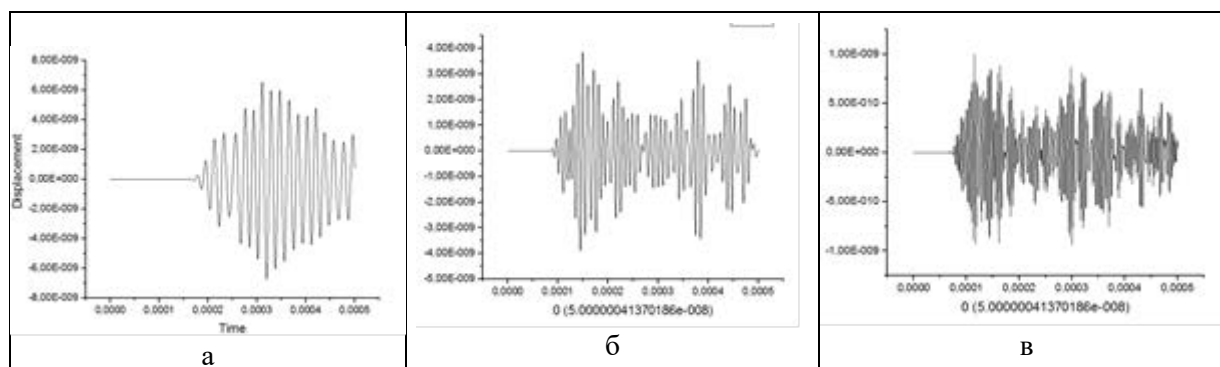


Рисунок 2 – Сигналы с набором точек на генераторе и приёмнике: а) из 1 при частоте 50 kHz; б) из 5 при частоте 100 kHz; в) из 9 при частоте 200 kHz

В ходе предыдущей работы были получены результаты при различных комбинациях элементов сетки. Исходя из полученных результатов были составлены графики огибающей сигнала и построена поверхность для определения области в которую будут входить

комбинации, по которым будет построен график для нахождения оптимального числа узлов сетки.

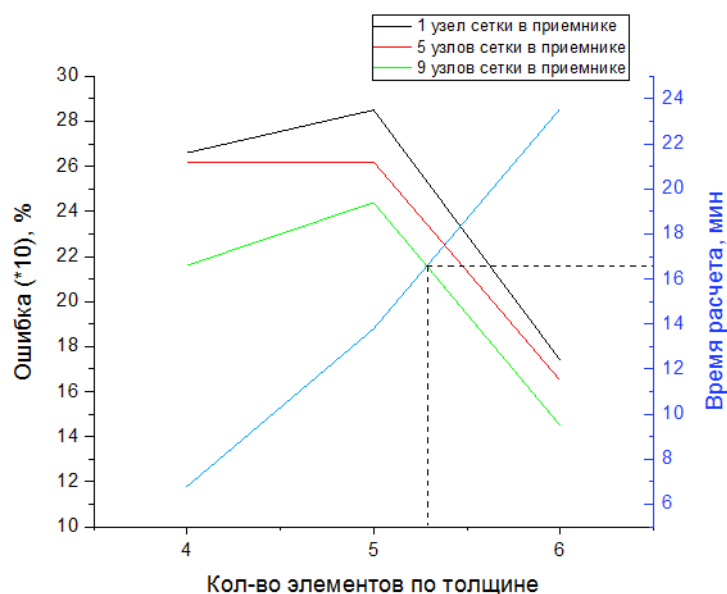


Рисунок 3 – График по нахождению оптимального количества элементов сетки (9 элементов в генераторе и приёмнике и 5 элементов по толщине образца)

Исходя из данного графика можно увидеть зависимость увеличения времени от увеличения числа элементов сетки. На данных графиках были найдены точки пересечения, и при проведении перпендикулярных линий из данных точек устанавливается оптимальное количество элементов сетки. Проанализировав данные графики было установлено, что оптимальное количество узлов сетки 5 элементов по толщине образца, число элементов на приёмнике и генераторе 9.

Данное исследование показывает, что применение с помощью конечно – элементного моделирования возможно изучения процессов волн Лэмба, и есть возможность нахождения оптимального количества элементов сети для различных образцов, а также полученные данные могут лечь в основу разработки по автоматизированному поиску дефектов.

Список литературы

1. Deutsch, W.A.K. Self-focusing of rayleigh waves and lamb waves with a linear phased array/Deutsch, W.A.K., Cheng, A.,Achenbach, J.D.//Research in Nondestructive Evaluation.-1997.-Vol. 9.-№2.-P.81-95.
2. Wooh, S.-C. Simulation study of the beam steering characteristics for linear phased arrays/Wooh, S.-C.Shi, Y.//Journal of Nondestructive Evaluation.-1999.-Vol.18.-№2.-P.39-57.

ИССЛЕДОВАНИЕ СКОРОСТНОЙ ЧУВСТВИТЕЛЬНОСТИ СОПРОТИВЛЕНИЯ ДЕФОРМИРОВАНИЮ ПРИ ИСПЫТАНИЯХ НА ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х15Г9НД

А.А. БОГДАНОВ¹, Е.Е. ДЕРЮГИН²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: aab65@tpu.ru

Классическая теория прерывистой текучести основана на рассмотрении микромеханизмов пластической деформации, а именно на разработанной А.Х. Коттреллом модели движения дислокации с атмосферой примесных атомов. По Коттреллу эффект Портвена-Ле Шателье – это проявление деформационного старения, которое успевает проходить в процессе деформации (динамическое деформационное старение). В условиях активной деформации, когда скорость перемещения дислокации определяется приложенным напряжением, в районе критической скорости перемещения дислокации с примесной атмосферой может возникнуть состояние неустойчивости. Когда скорость пластической деформации мала - напряжение растет. Когда оно становится достаточным для того, чтобы высвободить дислокацию, наступает быстрое пластическое течение, распространяющееся по образцу в виде пластической волны. При этом напряжение падает, дислокации замедляются, и цикл вновь повторяется.

Прерывистая текучесть возможна только при локальной отрицательной чувствительности, совпадающей с отрицательной скоростной чувствительностью всего образца. Прерывистая текучесть проявляется практически во всех пластичных материалах и связана с явлениями неустойчивости и неоднородности пластической деформации. Однако любая неустойчивость пластической деформации подавляется при достаточно высокой скорости деформирования из-за ее компенсационного влияния [1].

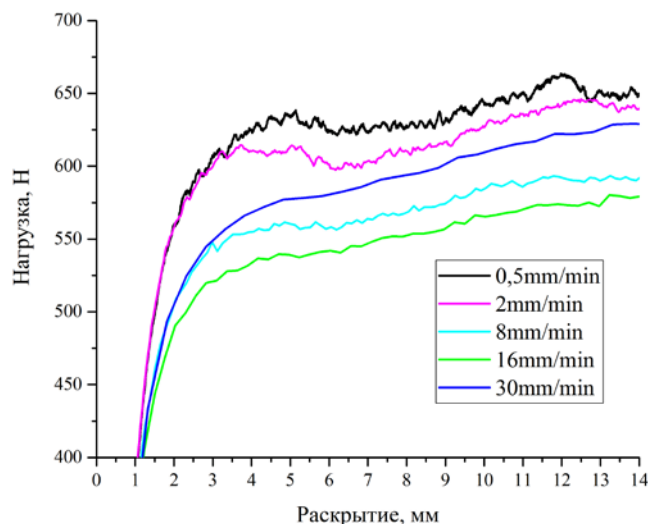


Рисунок 1 – Диаграммы нагружения образцов из стали марки 12Х15Г9НД при различных скоростях нагружения

На рисунке 1 приведены диаграммы нагружения нержавеющей стали марки 12Х15Г9НД в исходном крупнокристаллическом состоянии.

Вид диаграмм нагружения объясняется тем, что при достижении определенной нагрузки начинается пластическая деформация, которая протекает без увеличения внешней силы. Также на рисунке 1 наблюдается аномальная обратная скоростная чувствительность сопротивления деформации в зависимости от скорости нагружения. Чем выше скорость – тем ниже площадка текучести и ниже механические свойства.

Прерывистая текучесть или, иначе неоднородность пластической деформации ярко выражена и наблюдается при скоростях 0,5, 2 и 8

мм/мин, однако при скорости нагружения в 16 мм/мин практически полностью подавляется ее компенсационным эффектом. При скорости 30 мм/мин наблюдается рост напряжения

площадки текучести, а также полное исчезновение эффекта прерывистой текучести – кривая гладкая.

Обратная скоростная зависимость является результатом конкуренции нескольких процессов. Не смотря на то, что сопротивление деформированию должно повышаться благодаря протекающему одновременно с ним деформационному старению (дисперсионному твердению), с ростом скорости этот процесс все в меньшей степени успевает реализовываться, и кривая напряжения получает падающий участок. Одновременно протекает и релаксация напряжений за счет теплового движения, которая на этом участке подавляет процесс старения. Когда старение практически перестает играть существенную роль и на первый план выступает релаксационный процесс, кривая получает минимум при скорости 16 мм/мин. При дальнейшем росте скорости релаксационный эффект проявляется все в меньшей мере, в результате чего появляется восходящая ветвь, как в случае со скоростью 30 мм/мин.

Такое поведение стали марки 12Х15Г9НД может быть вызвано образованием двойников мартенситных ламелей в локальных местах стальных образцов и появлению в них прерывистой текучести. Проявление неоднородной пластической деформации при испытаниях на расклинивание возможно из-за процессов на конце шевронного надреза образца. Происходит локализация пластической деформации, т.е. в определенных местах деформация резко возрастает. Однако когда дислокации останавливаются, пластическая деформация начинается в другом месте, находящемся рядом в поле напряжений предыдущей деформации.

При высоких скоростях нагружения (движение клина более 15 мм/мин) пластической деформацией охвачен весь объем образца у шеврона, локализация деформации не успевает произойти, и наблюдается гладкая кривая нагружения.

Анализ диаграмм показал, что сталь марки 12Х15Г9НД обладает высокими пластическими характеристиками, что привело к появлению эффекта прерывистой текучести. Чем ярче выражен эффект прерывистой текучести, тем сильнее проявляется обратная скоростная чувствительность деформированию. Поэтому у стали 12Х15Г9НД явление прерывистой текучести имеет ярко выраженный характер, поскольку оно возможно только при локальной отрицательной чувствительности, совпадающей с отрицательной скоростной чувствительностью всего образца.

Расчет трещиностойкости для данных материалов произведен по нагрузке, при которой материал начинает пластически деформироваться [2-3].

Коэффициент интенсивности напряжений нержавеющей стали марки 12Х15Г9НД менялся, в зависимости от скорости нагружения, и составил $35.5 \text{ МПа} \cdot \sqrt{\text{м}}$ – при скорости 16 мм/мин и $42.8 \text{ МПа} \cdot \sqrt{\text{м}}$ при скорости 0.5 мм/мин.

Список литературы

1. Криштал М.М. Неустойчивость и мезоскопическая неоднородность пластической деформации (аналитический обзор). Часть 2. Теоретические представления о механизмах неустойчивости пластической деформации // Физ. мезомех. – 2004. – Т. 7. – №5. – С. 31–45.
2. Матвиенко Ю. Г. Модели и критерии механики разрушения / Ю. Г. Матвиенко. – Москва: Физматлит, 2006. – 328 с.: ил. – Список литературы: с. 310-328. – ISBN 5-9221-0669-4
3. Deryugin Ye.Ye., Panin V.E. and Suvorov B.I. Determination of Fracture Toughness for Small-Sized Specimens with Ultrafine Grain Structure // AIP Conference Proceedings November 2014. <https://www.researchgate.net/publication/289644961>.

ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ НЕЙТРОННЫХ ПОЛЕЙ РЕАКТОРА ИРТ-Т ДЛЯ СОЗДАНИЯ КОМПЛЕКСА ПОИССЛЕДОВАНИЮ ВЛИЯНИЯ БЫСТРЫХ НЕЙТРОНОВ НА ИЗДЕЛИЯ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ

Е.А. БОНДАРЕНКО¹, В.А. ВАРЛАЧЕВ¹, А.В. ГРАДОБОВЕВ^{1,2}, В.В. СЕДНЕВ²

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия, 634050, г. Томск, пр. Ленина, 30.

²АО «Научно исследовательский институт полупроводниковых приборов», Россия, 634034, г. Томск, ул. Красноармейская, 99а.

E-mail: cab17@tpu.ru

Постоянный рост спроса на изделия электронной техники (ИЭТ) с повышенной радиационной стойкостью (РС) приводит к необходимости создания новых экспериментальных установок для исследований их стойкости. В настоящее время для исследования РС ИЭТ к воздействию быстрых нейтронов используются установки, подобные реактору БАРС-4 [1,2]. Следует отметить, что исследования на реакторе БАРС-4 достаточно дорогие и длительные по времени, поскольку необходимо проводить воздействия в диапазоне нескольких порядков флюенсов быстрых нейтронов.

Целью работы является оценка возможности проведения исследований РС ИЭТ к воздействию быстрых нейтронов на исследовательском реакторе ИРТ-Т при НИ ТПУ.

Для достижения поставленной цели на базе горизонтального экспериментального канала (ГЭК-6 ИРТ-Т) была разработана установка, которая позволяет проводить исследования РС ИЭТ к воздействию быстрых нейтронов, при этом диаметр канала составляет 100 мм, а также имеется возможность проведения исследований в активном режиме питания с проведением контроля критериальных параметров ИЭТ в процессе воздействия. В основе установки лежит фильтр, поглощающий тепловые нейтроны. Расчет параметров фильтра был выполнен на основе пакета программMCU-PTR [3]. На рисунке 1, приведено сравнение спектров реакторов ИРТ-Т и БАРС-4.

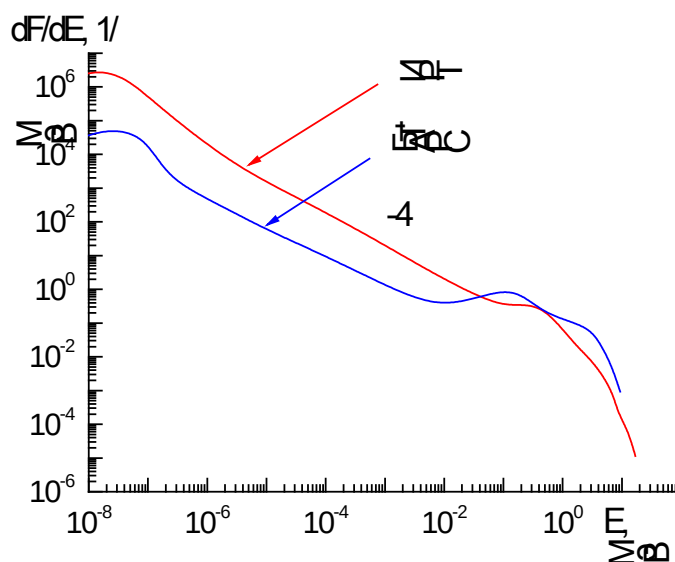


Рисунок 1 – Сравнение спектров реакторов ИРТ-Т и БАРС-4

Исходя из рисунка 1, можно сделать вывод, что модифицированный нейтронный спектр канала ГЭК-6 реактора ИРТ-Т после прохождения разработанного фильтра имеет

схожие параметры со спектром реактора БАРС-4, что подтверждается, в частности, значениями средних энергий спектров. Для ГЭК-6 ИРТ-Т средняя энергия спектра равна 1,288 МэВ, а для БАРС-4 – 1,215 МэВ.

С целью оценки эффективности применения реакторного излучения были выполнены сравнительные исследования РС промышленных светодиодов ИК-диапазона длин волн (СД), которые были изготовлены на основе гетероструктур AlGaAs в условиях серийного производства. Облучение быстрыми нейтронами проводили в пассивном режиме питания, т.е. без пропускания рабочего тока. На рисунке 2 показано изменение мощности излучения СД при рабочем токе 50 мА при облучении быстрыми нейтронами на реакторе ИРТ-Т и реакторе БАРС-4. Здесь символами представлены средние значения мощности излучения для партии СД (по 20 шт.). При этом осуществлялся как последовательный набор флюенсов нейтронов, так и однократное воздействие. Полученные результаты идентичны, что позволяет сделать вывод об отсутствии отжига вводимых радиационных дефектов при проведении промежуточных измерений.

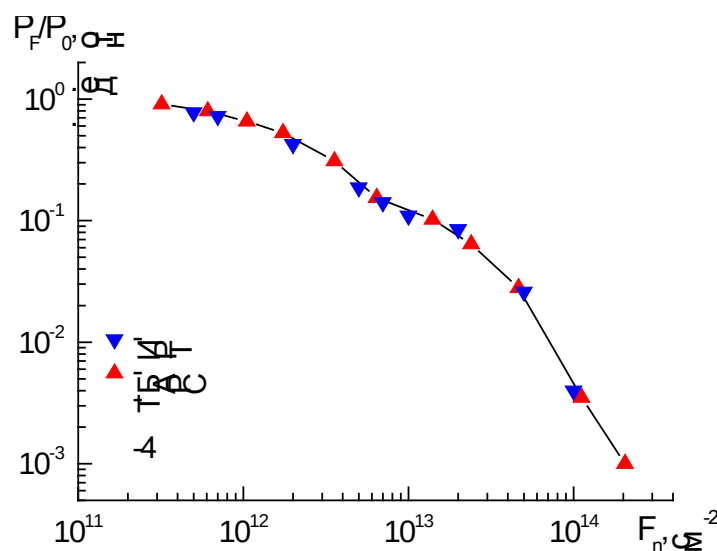


Рисунок 2 – Изменение мощности излучения СД при облучении быстрыми нейтронами

Наблюдаемые различия в экспериментальных данных полностью объясняются погрешностью измерения мощности излучения СД. Таким образом, использование разработанной установки позволяет исследовать РС различных ИЭТ в достаточно широком диапазоне флюенсов быстрых нейтронов при этом существенно сокращаются материальные и временные затраты на проведение исследований.

Таким образом, существуют все предпосылки для развертывания на реакторе ИРТ-Т комплекса по проведению радиационных испытаний различных ИЭТ.

Список литературы

1. Anashin V.S., Ishutin I.O., Ulimov V.N. Methods for monitoring the resistance of specialized VLSI integrations to natural ionizing radiation from outer space / Problems of Perspective Micro- and Nanoelectronic Systems Development. – 2010. – P. 233-236.
2. The pulse solid-core dual-zone reactor on fast neutrons "BARS-4." [Электронный ресурс] – Режим доступа: http://www.niipriborov.ru/model_ustanov.html.
3. Шкаровский Д.А. Описание применения и инструкция для пользователей программ, собранных из модулей пакета MCU-5. – Москва: МИФИ. 2012 г. – 11 с.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК АННИГИЛЯЦИИ ПОЗИТРОНОВ В ДИСЛОКАЦИЯХ СПЛАВА Zr1%Nb

Ю.С. БОРДУЛЕВ¹, Р.С. ЛАПТЕВ¹

¹Томский политехнический университет

E-mail: bus@tpu.ru

Сплавы на основе циркония находят применение в современном реакторостроении в качестве конструкционных материалов для различных элементов активных зон ядерных реакторов. Причиной тому являются хорошие прочностные, антикоррозийные и радиационные характеристики. Однако, в ходе эксплуатации данных изделий в условиях коррозионной среды, повышенной температуры и ионизирующего излучения, эти изделия подвержены водородному насыщению, сопровождающемуся деградацией механических свойств и разрушением материала [1]. Данные процессы сопровождаются образованием целой гаммы дефектов разной размерности. При этом, значительную роль в определении механических свойств в циркониевых сплавах играют дислокации. Исследования формирования и развития дислокационных структур в конструкционных материалах в ходе различных процессов являются важным этапом прогнозирования изменений их свойств. Одним из самых чувствительных инструментов для исследования структурных дефектов твердых тел (в том числе и дислокаций) является метод аннигиляции позитронов. Однако, количественные характеристики поведения позитронов в дислокационных дефектах циркония остаются неизученными по сей день. Таким образом, целью данной работы является определение времени жизни позитронов и коэффициента захвата позитронов в дислокациях циркониевого сплава Zr1%Nb.

Образцы исследуемого сплава были отожжены при температуре 857 °С в течение 54 часов. Далее в ряде образцов была сформирована дислокационная структура методом холодной прокатки до различных степеней обжатия (2, 5, 10 %). В качестве методов исследования были использованы спектрометрия времени жизни (ВЖ) позитронов и просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ).

При обработке спектров ВЖ позитронов, в первую очередь было оценено среднее ВЖ позитронов, как наиболее робастный параметр, не зависящий от применяемой модели. Далее спектры ВЖ позитронов были разложены на 2 экспоненциальные компоненты с применением стандартной модели захвата. В результате была получена компонента аннигиляции позитрона в дислокациях, ВЖ позитронов в которой составило 217 пс. Зависимость среднего ВЖ, а также значения интенсивности компоненты дислокаций от уровня деформации, представлена на рисунке 1.

Анализируя представленную зависимость, можно заключить, что значение ВЖ, как и интенсивности дислокационной компоненты, резко возрастает при 2% деформации и продолжает расти при 5 %. Это является ожидаемым результатом, т.к., согласно теории методов позитронной аннигиляции, увеличение плотности дефектов путем деформации увеличивает вероятность захвата позитрона дислокацией, тем самым увеличивая среднее ВЖ. Однако, можно заметить, что дальнейшее увеличение значения деформации приводит к снижению как среднего ВЖ позитронов, так и интенсивности компоненты дислокаций. Причиной этому является перестройка образующихся в образцах дислокаций из изотропно-распределенной структуры в ячеистую (т.н. «дислокационные ячейки») структуру. Подобные ячейки характеризуются дислокационно-обогащенными границами и практически бездефектной внутренней областью.

Для применения метода позитронной аннигиляции с целью оценки плотности дефектов, присутствующих в материале, необходимо использовать следующее выражение:

$$C_d = K_d / \mu_d, \quad (1)$$

где C_d – плотность оцениваемого типа дефектов, присутствующего в материале, μ_d – коэффициент захвата позитронов определенным типом дефектов (зависит от материала и

типа дефектов) и K_d – скорость захвата позитронов дефектами этого типа. Последняя величина зависит от типа и концентрации дефектов и определяется экспериментально из спектров ВЖ позитронов.

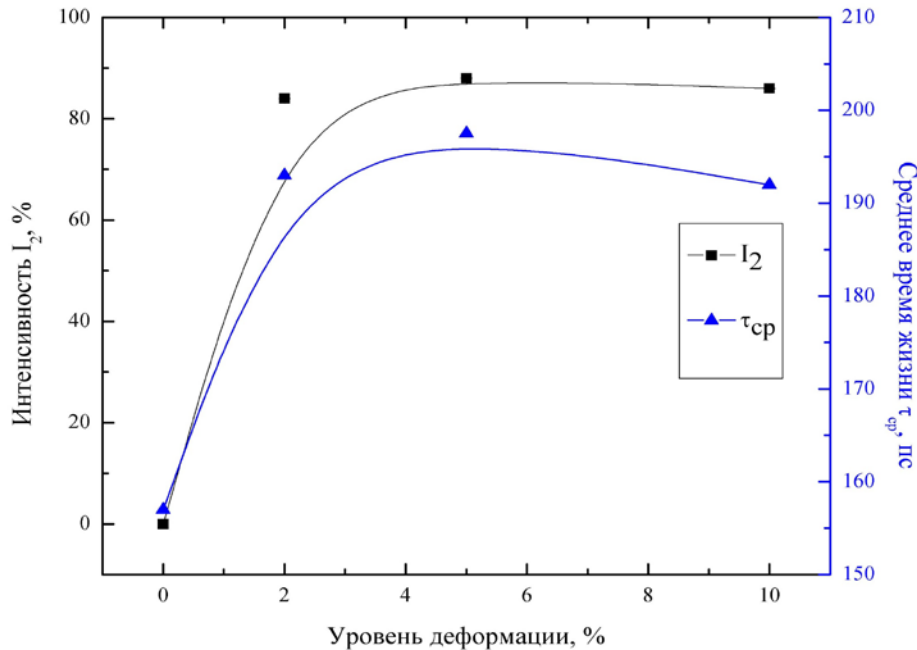


Рисунок 1 - Зависимость среднего ВЖ позитронов и интенсивности компоненты дислокаций от уровня деформации сплава Zr1%Nb

Таким образом, для определения концентрации дефектов методами позитронной аннигиляции необходимо иметь экспериментальный спектр ВЖ, а также значение константы μ_d для данного типа дефектов. В литературных данных отсутствует значение коэффициента захвата позитронов в дислокациях циркония. Для определения данного значения необходимо подготовить образец с известной концентрацией дефектов и экспериментально определить характеристики позитронной аннигиляции в дефекте данного типа (ВЖ и интенсивность дефектной компоненты). При этом, данные характеристики не должны соответствовать ситуации насыщенного захвата позитронов дефектами (интенсивность дефектной составляющей должна быть менее 100 %).

В нашем эксперименте таким материалом является образец циркониевого сплава, прокатанный до 2 % обжатия. Как уже было показано ранее, дислокационная структура данного образца характеризуется изотропным распределением без формирования ячеистой структуры. Плотность дислокаций в данном образце была определена методом секущих из данных ПЭМ и составила $1,04 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$. Полученное значение было использовано для расчета коэффициента захвата позитронов дислокациями циркония μ_d , которое согласно выражению (1) составило $9,12 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2 \text{ с}^{-1}$.

Таким образом, в результате проделанной работы были получены количественные значения двух важнейших характеристик позитронной аннигиляции в дислокации циркония: времени жизни позитронов и коэффициента захвата позитронов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Государственного задания «Наука» в рамках научного проекта № FSWW-2020-0017.

Список литературы

1. Zieliński A., Sobieszczyk S. Hydrogen-enhanced degradation and oxide effects in zirconium alloys for nuclear applications // Int. J. Hydrog. Energy. – 2011. – Т. 36. – № 14. – С. 8619–8629.

СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЕРЕХОДНЫХ СЛОЕВ ПРИ ПАЙКЕ МЕДНЫМ ПРИПОЕМ САПФИРА С КОВАРОМ

С.В. ГАВРИШ, Д.Н. КУГУШЕВ, Д.Ю. ПУГАЧЕВ, С.В. ПУЧНИНА

Научно – производственное предприятие «МЕЛИТТА»

Е-mail: diamond030286@mail.ru

Современное развитие электроники неразрывно связано с поиском новых перспективных материалов. В частности, создание газоразрядных источников ИК излучения невозможно было без применения монокристаллического сапфира и изучения физических и химических процессов, происходящих при формировании его спая с коваром (сплав 29НК) [1]. В настоящей работе рассматривается разработанный нами способ магнетронного напыления титана на сапфировый баллон с последующей припайкой коварового токоввода медью. Выбор титана в качестве материала покрытия обусловлен его высоким химическим сродством к кислороду. Следовательно, можно ожидать образование его соединений с окисью алюминия за счет замещения атомами титана атомов кислорода в кристаллической решетке сапфира при температуре пайки.

Для проверки сделанного предположения нами изготовлены макеты будущего спая, позволяющие изучить процессы на границах при взаимодействии титана с медью, рисунок 1,а, и сапфира с титаном, рисунок 2,а. В экспериментах образцы подвергались нагреву в вакууме ($5 \cdot 10^{-5}$ мм.рт.ст.) при температуре 1120°C. После чего производилось разрезание спаянных деталей по плоскости А-А и границы контакта исследовались на рентгеновском микроанализаторе CAMECA. Результаты исследований распределения интенсивности рентгеновских линий титана и меди представлены на рисунках 1,б и 2,б.

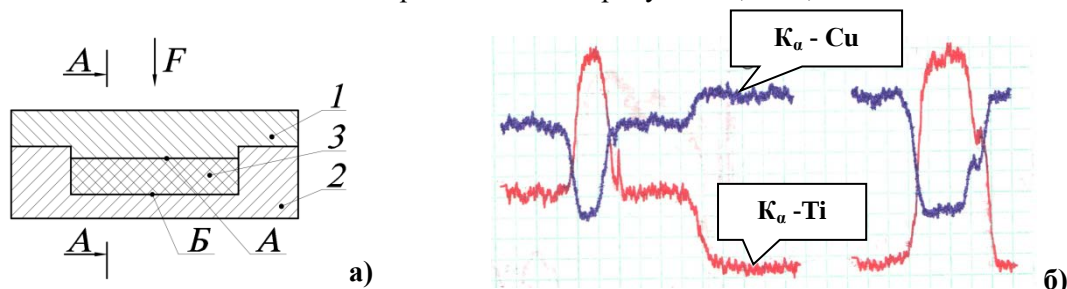


Рисунок 1 - Схема исследуемого образца спая титан – медь (а) и структура расплава в области границ А и Б (б): 1, 2 титановые детали, 3- медный порошок, F -усилие прессования

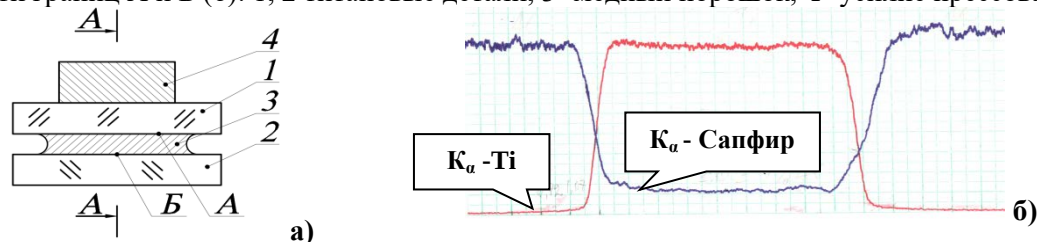


Рисунок 2 – Схема исследуемого образца спая титан – сапфир (а) и структура расплава в области границ А и Б (б): 1, 2 сапфировые детали, 3- титановая фольга, 4 – груз

В результате проведенных исследований выявлено:

На границах титана с медью имеет место диффузия меди в титан, рисунок 1,б, с образованием, по крайней мере, двух интерметаллидов различных по форме и размерам. Количественный анализ состава включений у одного образца дал следующие результаты: Ti - 24,7%-26,2% и Cu - 77,3%-79,1%. Другое включение имело в своем составе 36,3%-41,5% титана и 61,3%-64,4% меди. Поэтому во избежание появления значительного количества интерметаллидов, при создании спаев температура пайки медью не должна превышать 1120°C.

На границах титана с сапфиром исследование распределения интенсивности рентгеновских К-линий Ti и Al по сечению образца показало, что алюминий проник в титан на всю глубину до 30 мкм, его концентрация без учета поправок $11\% \pm 2\%$ равномерно распределена во всей области взаимодействия. Полученный результат позволяет предположить, что исследуемая зона взаимодействия представляет собой либо α -Ti, либо интерметаллид Ti_3Al с незначительной концентрацией кислорода. Последнее предположение согласуется с данными работ [2, 3], в которых авторы показали, что кислород понижает растворимость алюминия в α -Ti, способствуя образованию Ti_3Al .

В наших экспериментах изучение взаимодействия ковара с медью не проводилось, так как этот вопрос подробно изучен в монографии [2]. Дальнейшие эксперименты были направлены на исследование процессов формирования цилиндрического спая сапфир - ковар в реальном газоразрядном приборе [1]. Титановое покрытие наносилось на установке магнетронного напыления при напряжении $U = 260V$ в течение 4 часов. Толщина нанесенного слоя h посредством рентген флуоресцентного анализатора FISCHERSCOPE X-RAY определялась у образца - свидетеля, который при напылении располагался вблизи металлизированной поверхности. В наших экспериментах $h = 1,2 \pm 0,1 \mu m$. Пайка происходила в режимах, рассмотренных ранее. Во всех соединениях сапфир – ковар для исключения дополнительных механических напряжений, связанных с неравномерностью зазора, использовался конический спай с углом от 2° до 10° . Масса медного припоя выбиралась таким образом, чтобы массовая доля титана в соединении не превышала 20% [3]. Микрофотография структуры шлифов полученных спаев сапфира 1 с коваром (сплав 29НК) 5 с использованием титанового покрытия 2 и медного припоя 3 показаны на рисунке 3.

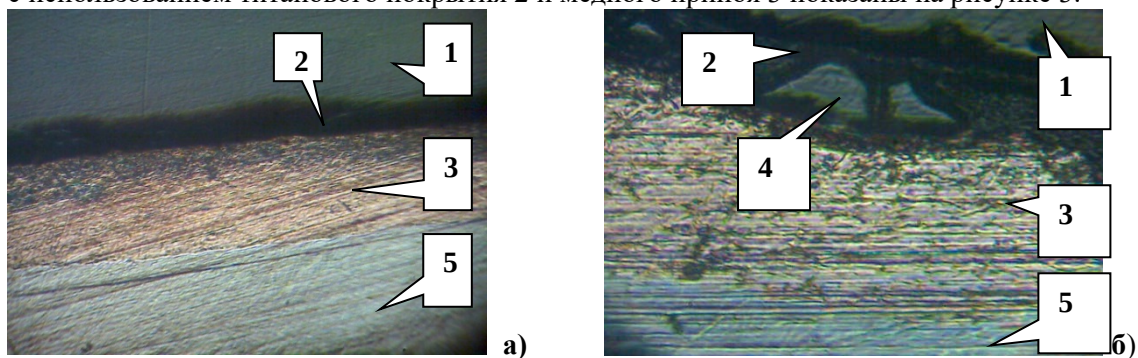


Рисунок 3 – Микрофотография шлифа спаев сапфира с коваром (сплав 29НК): 1- сапфир, 2- слой металлизации, 3- медный припой, 4- вторая фаза, 5- ковар

Как следует из приведенных результатов, границы слоев имеют четкие очертания, рисунок 3,а, без переходных зон. Однако в толще титанового покрытия наблюдаются включения второй фазы (поз. 4 рисунок 3, б). Можно сделать два предположения: либо в процессе пайки при температуре $882,5^\circ C$ [4] случилось полиморфное превращение α -Ti в β -Ti, либо в результате поверхностного натяжения произошли треск титановой пленки и проникновение меди с глубину слоя. В настоящее время проводятся рентгеноструктурные исследования микротвердости переходных зон для проверки сделанных предположений.

Список литературы

1. Гавриш С.В., Логинов В.В., Пучнина С.В. Импульсные газоразрядные источники ИК излучения для оптико – электронных систем //Успехи прикладной физики. - 2018. - Т. 6, №4.- С. 333 - 348.
2. Батыгин В.Н., Метелкин И.И., Решетников А.М. Вакуумно-плотная керамика и ее спаи с металлами. - М.: Энергия, 1973. – 408 с.
3. Метелкин И.И., Шмелев А.Е. О пайке керамики активными металлами// Физика и химия обработки материалов. -1972.- №4 - С. 123-127.
4. Вульф Б.К., Борщевский С.М. Титан в электронной технике.- М.: Энергия, 1975.- 184с.

АЛГОРИТМ С РАСЧЕТАМИ В ЧАСТОТНОЙ ОБЛАСТИ ДЛЯ ПРОСТРАНСТВЕННО-ВРЕМЕННОЙ ОБРАБОТКИ ДАННЫХ РАЗРЕЖЕННОЙ ФАЗИРОВАННОЙ АНТЕННОЙ РЕШЕТКИ

Д.О. ДОЛМАТОВ, Д.А СЕДНЕВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: dolmatovdo@tpu.ru

Технология Цифровой фокусировки антенной (ЦФА) направлена на решение задачи повышения информативности результатов ультразвукового неразрушающего контроля. В рамках данной технологии используются многоэлементные ультразвуковые преобразователи - фазированные антенные решетки (ФАР), а результаты представляются в форме изображений внутренней структуры объектов контроля, которые восстанавливаются путем пространственно-временной обработки сигналов, зарегистрированных элементами ФАР.

Актуальным вопросом развития технологии ЦФА является повышение производительности, под которой понимают увеличение скорости получения изображений внутренней структуры объектов контроля без потери их качества.

Одним из подходов направленным на повышение производительности технологии ЦФА является применение вычислительно-эффективных алгоритмов пространственно-временной обработки эхо-сигналов, зарегистрированных элементами ФАР. В рамках данного подхода большой интерес представляют алгоритмы с расчетами в частотной области. Такие алгоритмы базируются на применении к набору эхо-сигналов алгоритма Быстрого преобразования Фурье (БПФ) с последующими операциями с данными в частотной области.

Применение алгоритма БПФ подразумевает, что данные заданы на регулярной сетке. Тем не менее, практический интерес представляет возможность использования алгоритмов с расчетами в частотной области совместно с подходами направленными на оптимизацию объема данных, подлежащих пространственно-временной обработке. Идея оптимизации объема данных заключается в повышении скорости получения результатов высокого качества за счет использования минимально необходимого для этого набора эхо-сигналов, что может быть реализовано за счет применения разреженных и неэквидистантных ФАР. В любом случае применение подходов направленных на оптимизацию набора данных подразумевает необходимость пространственно-временной обработки данных, заданных на нерегулярной сетке. Таким образом, требуется адаптация существующих алгоритмов с расчетами в частотной области для пространственно-временной обработки данных, заданных на нерегулярной сетке.

В данной работе существующий алгоритм с расчетами в частотной области [1] был адаптирован для пространственно-временной обработки данных, заданных на нерегулярной сетке за счет использования неэквидистантного БПФ, основы которого рассмотрены в [2]. Алгоритм был реализован в программном пакете Matlab R2016a. Его верификация осуществлялась с применением компьютерного моделирования в программном пакете CIVA UT, который является мощным и универсальным средством моделирования физических процессов, имеющих место в ультразвуковом неразрушающем контроле.

В качестве преобразователя использовалась ФАР, состоящая из 16 элементов. Рабочая частота каждого из элементов составляла 5 МГц. Регистрация набора эхо-сигнала осуществлялась в режиме разреженной решетки, состоящей из 12 активных элементов. В таблице 1 представлены основные параметры выбранной конфигурации разреженной ФАР и ее функции рассеяния точки (ФРТ). В качестве объекта контроля при проведении компьютерного моделирования рассматривался стальной блок, содержащий плоскодонные отверстия диаметром 1 мм, рисунок 1а. В приведенной на рисунке 1а системе координат дефекты имеют следующие координаты в мм: А (13, 10), В(10,15), С(7,20).

Таблица 1 – Параметры разреженной ФАР

Количество активных элементов	Номера активных элементов	Полная ширина на половине высоты ФРТ, °	Уровень боковых лепестков ФРТ, дБ
12	1, 3, 4, 5, 7, 8, 9, 10, 12, 13, 14,15	6,55	-25,84

Результатом компьютерного моделирования являются эхо-сигналы, которые служили исходными данными для реализованного алгоритма пространственно-временной обработки. Результатом работы алгоритма является изображение внутренней структуры объекта контроля, представленное на рисунке 1б.

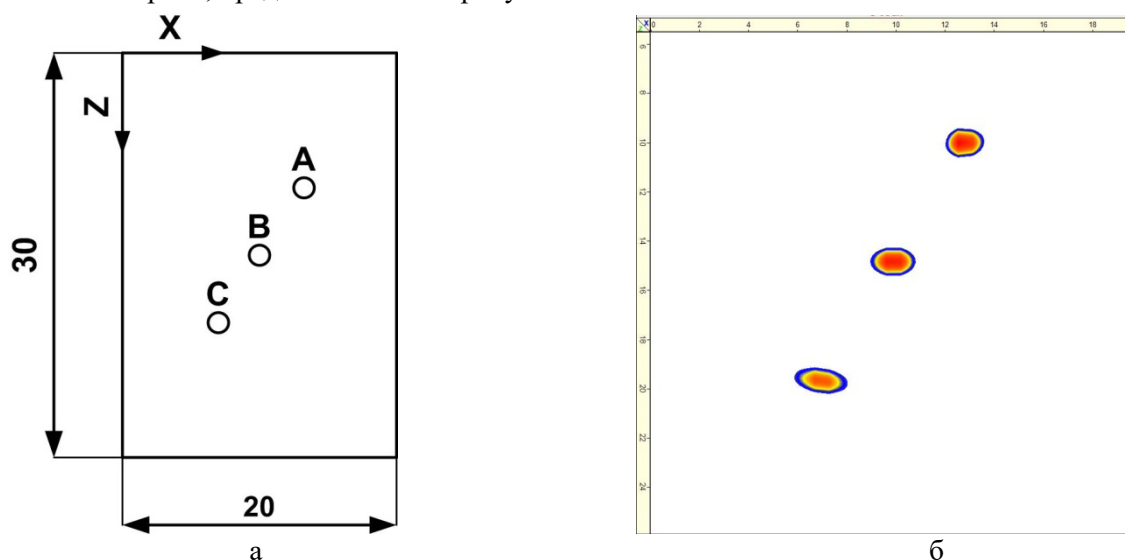


Рисунок 2 – Восстановление изображения внутренней структуры тестового образца:
а – расположение дефектов в образце; б - результат пространственно-временной обработки с использованием разработанного алгоритма

На основании полученного результата можно сделать вывод о том, что получена точная реконструкция каждого из отражателей, расположенных в тестовом образце. В этой связи в дальнейшем целесообразно провести верификацию разработанного алгоритма с использованием натуральных экспериментов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Госзадания «Наука», проект № FSWW-2020-0014, а также Программы повышения конкурентоспособности Национального исследовательского Томского политехнического университета, проект № ВИУ-МНОЛ НК-187/2020.

Список литературы

1. Hunter A. J., Drinkwater B. W., Wilcox P. D. The wavenumber algorithm for full-matrix imaging using an ultrasonic array //IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control. 2008. V. 55. – №. 11. P. 2450-2462.
2. Greengard L., Lee J. Y. Accelerating the nonuniform fast Fourier transform //SIAM review. 2004. V. 46.№. 3. P. 443-454.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАЗВИТИЯ НЕУПРУГОЙ И ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ ИЗГИБЕ И КРУЧЕНИИ ОБРАЗЦОВ СПЛАВА $\text{Ti}_{49.3}\text{Ni}_{50.7}$ (АТ.%)¹ Д.Ю.ЖАПОВА, ^{1,2} А.А.ГУСАРЕНКО, ¹ В.Н.ГРИШКОВ¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томскangel.ru09@mail.ru

Сплавы на основе никелида титана являются яркими представителями группы функциональных материалов, обладающих термомеханической памятью (эффект памяти формы (ЭПФ) и эффектом сверхэластичности (СЭ)). Эти эффекты обусловлены термоупругими МП из высокотемпературной кубической В2 фазы в мартенситные R и В19' фазы с ромбоэдрической и моноклинной структурами, соответственно. Как при реализации эффекта сверхэластичности, так и при реализации ЭПФ материалы испытывают деформационные воздействия. При реализации эффекта сверхэластичности проводится изотермическое нагружение до некоторой заданной деформации, ϵ_t (при растяжении, сжатии или изгибе) или γ_t (при кручении) с последующей разгрузкой при этой же температуре (обычно выше температуры завершения обратного МП мартенсита В19' в В2 фазу). Наиболее распространённая схема реализации ЭПФ включает охлаждение образцов без приложенной нагрузки до температуры $T_d < M_K$ (температуры завершения МП в мартенсит В19'). Затем при температуре T_d приводится изотермическое нагружение до ϵ_t (или γ_t). Разгрузка при этой же температуре с последующим нагревом разгруженных образцов, в процессе которого реализуется однократный ЭПФ. Таким образом температура изотермических циклов «нагружение – разгрузка» (T_d) и величина заданной при этом деформации (ϵ_t или γ_t) являются важными параметрами, которые могут влиять на проявление эффектов сверхэластичности и ЭПФ в сплавах с термоупругими МП.

В данной работе представлены результаты исследования влияния температуры деформирования на ресурс обратимой неупругой деформации в пластически деформированных кручением и изгибом двойного сплава на основе никелида титана. Объектом исследования являлись образцы сплава $\text{Ti}_{49.3}\text{Ni}_{50.7}$ (ат.%). При охлаждении и нагреве исследуемых образцов наблюдали только мартенситное превращение (МП) $\text{B2} \leftrightarrow \text{B19'}$ (где В2 – высокотемпературная фаза, а В19' – моноклинная мартенситная фаза). Температуры начала и конца МП в фазу В19' составляли $M_H=252\text{K}$ и $M_K=223\text{K}$, а температуры начала и конца обратного МП в В2 фазу – $A_H=258\text{K}$ и $A_K=273\text{K}$.

Температура изотермических циклов «нагружение-разгрузка» образцов при кручении и изгибе составляла $298 \pm 2\text{K}$. Образцы сплава при данной температуре имели структуру В2-фазы. Заданная в процессе нагружения образца деформация (γ_t или ϵ_t), включает неупругую ($\gamma_{нд}$ или $\epsilon_{нд}$) и пластическую ($\gamma_{тр}$ или $\epsilon_{тр}$) деформации. Суммарная неупругая деформация ($\gamma_{снд}$ или $\epsilon_{снд}$) является суммой величин эффектов сверхэластичности ($\gamma_{св}$ или $\epsilon_{св}$) и памяти формы ($\gamma_{эф}$ или $\epsilon_{эф}$): $\gamma_{снд} = \gamma_{св} + \gamma_{эф}$ и $\epsilon_{снд} = \epsilon_{св} + \epsilon_{эф}$. Накопленную при данной γ_t (или ϵ_t) пластическую деформацию ($\gamma_{тр}$ или $\epsilon_{тр}$) определяли как остаточную деформацию при завершении формовосстановления в процессе нагрева разгруженных образцов. В каждом последующем цикле γ_t (или ϵ_t) увеличивали.

В результате исследования было обнаружено, что зависимости суммарной неупругой деформации, полученные при изгибе и при перерасчёте деформации кручения в эквивалентные ей деформации растяжения (по Мизесу), практически совпадают, рисунок 1. При этом возврат неупругой деформации в режиме проявления ЭПФ в образцах, деформированных изгибом, на 1–2% превышает ЭПФ образцов, деформированных при кручении. Однако значение сверхэластичности при изгибе (ϵ_t от 8% до 24%), $\epsilon_{св}$ на 1 – 2% меньше величины эффекта сверхэластичности при кручении этих же образцов. Это связано с тем, что развитие пластической деформации при изгибе приводит к более эффективной стабилизации мартенситной фазы В19' в изотермических циклах «нагружение – разгрузка» при 298 К.

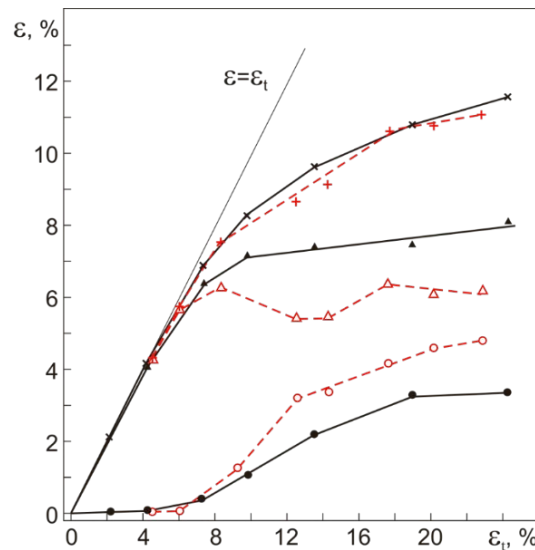


Рисунок 1 - Зависимости $\varepsilon_{св.}$ (Δ , $\blacktriangle$), $\varepsilon_{ЭПФ}$ ($\circ$, $\bullet$), $\varepsilon_{СНД}$ ($+$, $\times$) от заданной деформации ε_t при изгибе (пунктирная линия) и при кручении (сплошная линия). Деформации кручения γ_t , $\gamma_{св.}$, $\gamma_{ЭПФ}$ и $\gamma_{СНД}$ перерасчитаны в соответствующие эквивалентные деформации при растяжении ε_t , $\varepsilon_{св.}$, $\varepsilon_{ЭПФ}$ и $\varepsilon_{СНД}$ (по Мизесу). Крупнозернистые образцы сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (ат.%), $T_d = (298 \pm 2) K$

Пластические деформации при изгибе образцов исследуемого крупнозернистого сплава и пластические деформации, полученные при перерасчёте деформации кручения в эквивалентные ей деформации растяжения при заданных деформациях ε_t до $\sim 24\%$ (эквивалентная деформация кручения $\gamma_t \sim 36\%$) также близки.

Проведён анализ собственных результатов и литературных данных по влиянию различных способов задания деформации образцам, в том числе пластической деформации, на особенности накопления и последующего возврата неупругой деформации в виде эффектов сверхэластичности и памяти формы в сплавах с термоупругими мартенситными превращениями. Показано, что ресурс суммарной обратимой неупругой деформации во всём интервале заданных деформаций практически не зависит от схемы деформирования (изгиб или кручение) и достигает $\sim 11\%$ при $\varepsilon_t = 24\%$, что хорошо соответствует максимальной теоретической величине мартенситной деформации, полученной для мартенситного превращения $B2 \leftrightarrow B19'$ в сплаве $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (ат.%) в [1].

Работа выполнена в рамках гранта Президента Российской Федерации № МК-1057.2020.8, гранта РФФИ №18-48-70040 p_a и государственного задания ИФПМ СО РАН, проект III.23.2.2.

Список литературы

1. Прокошин С.Д., Коротичский А.В., Браиловский В., Инаекян К.Э., Дубанский С.М. Кристаллическая решётка мартенсита и ресурс обратимой деформации термически и термомеханически обработанных сплавов Ti-Ni с памятью формы. // ФММ. – 2011. – Т.112. – №2. – С.180-198.

СТАДИЙНОСТЬ НАКОПЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ В ОБРАЗЦАХ КОНСТРУКЦИОННОГО СТЕКЛОПЛАСТИКА ПОСЛЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ТЕМПЕРАТУРНОГО СТАРЕНИЯ ПРИ МЕЖСЛОЕВОМ СДВИГЕ

Е.М. ЗУБОВА, Д.С. ЛОБАНОВ

Пермский национальный исследовательский политехнический университет,

Центр экспериментальной механики

E-mail: cem.zubova@mail.ru

Условия окружающей среды оказывают большое влияние на процессы разрушения композиционных материалов. Важно оценивать продолжительность и уровень температурных воздействий при проектировании элементов, а также особенности работы материала в реальном изделии. Таким образом, экспериментальное изучение влияния повышенных температур на процессы накопления повреждений и разрушение конструктивных стеклопластиков, используемых для изготовления ответственных элементов и конструкций авиационного назначения, является актуальным направлением исследований в механике деформированного твердого тела [1-4].

В работе проводится экспериментальное исследование образцов конструктивного стеклопластика СТЭФ после температурного старения при режимах 120 °, 200 °С в течении 5 и 15 суток. Проводились механические испытания на межслоевой сдвиг при статике по методу короткой балки. Все испытания проводились на базе Центра коллективного пользования «Центр экспериментальной механики» Пермского Национального исследовательского политехнического университета. Механические испытания на межслоевой сдвиг по методу изгиба короткой балки проводились с учетом рекомендаций ГОСТ 32659-2014 на электромеханических системах Instron 5965 и Instron 5882. Скорость нагружения для испытаний всех групп образцов составляла 1 мм/мин.

С целью изучения влияния предварительного температурного воздействия на механизмы разрушений и стадийности накопления повреждений в образцах различных конструктивных композиционных материалов в данной работе использовался метод акустической эмиссии (АЭ) [5-6]. В качестве информативного параметра сигналов АЭ был выбран энергетический параметр (E , В²с). Кроме того, оценивались значения частот спектрального максимума (ЧСМ, кГц), полученные с помощью быстрого преобразования Фурье. Сигналы АЭ регистрировались при помощи системы Vallen AMSY-6 (Германия). Использовался широкополосный пьезоэлектрический датчик с частотным диапазоном 300-800 кГц и предусилитель с коэффициент усиления 34 дБ. Датчики крепились на образцы с помощью клея. Фото образца в захватах испытательной системы с датчиком АЭ представлено на рисунке 1.



Рисунок 1 – Фото образца в захватах испытательной системы с датчиком АЭ

Получены новые экспериментальные данные, иллюстрирующие влияние повышенных температур на стадийность накопления повреждений в образцах

стеклопластика при статических испытаниях. По полученным результатам отмечаются немонотонные зависимости изменения остаточного предела прочности при межсоевном сдвиге от выбранного режима предварительного температурного воздействия. При анализе сигналов АЭ отмечено, что значения частот спектрального максимума для всех образцов можно разделить на три диапазона и связать их с основными механизмами разрушения в композитах.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научных проектов № 19-31-90148, 19-41-590005 р_а. Экспериментальные исследования в рамках описания механического поведения конструкционно-неоднородных материалов проводились в рамках Государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (№FSNM-2020-0027).

Список литературы

1. Лобанов Д.С., Бабушкин А.В. Методика испытаний на одноосное растяжение однонаправленных композиционных материалов при пониженных температурах // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. — 2012. — № 4. — С.33-41.
2. Lobanov D.S., Babushkin A.V. Experimental studies of the high temperature influence on strength and deformation properties of combined glass organoplastics // PNRPU Mechanics Bulletin. – 2017. - №1. – pp. 104-117.
3. Lobanov D.S., Slovikov S.V. Mechanical behavior of a unidirectional basalt-fiberreinforced plastic under thermomechanical loadings // Mechanics of Composite Materials, — 2018 — Vol. 54 — No. 3 — pp. 351-358.
4. Lobanov D.S., Zubova E.M. Research of temperature aging effects on mechanical behaviour and properties of composite material by tensile tests with used system of registration acoustic emission signal // Procedia Structural Integrity. – Vol. – 18. – 2019, pp. 347-352.
5. Zubova E.M., Lobanov D.S., Strungar E.M., Wildemann V.E., Lyamin Y.B. Application of the acoustic emission technique to studying the damage accumulation in a functional ceramic coating // PNRPU Mechanics Bulletin. – 2019. – №1, pp. 38-48.
6. Лобанов Д.С., Струнгарь Е.М., Зубова Е.М., Вильдеман В.Э. Исследование развития технологического дефекта в конструкционном углепластике методами корреляции цифровых изображений и акустической эмиссии в условиях сложнапряженного состояния // Дефектоскопия. – 2019. - №9. – pp. 3-10.

ПОВЕДЕНИЕ ЛЁГКИХ СПЛАВОВ В ШИРОКОМ ТЕМПЕРАТУРНОМ ДИАПАЗОНЕ ПРИ ПОВЫШЕННЫХ СКОРОСТЯХ ДЕФОРМАЦИИ

К.В. ИОХИМ¹, В.А. СКРИПНЯК¹

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет
E-mail: iokhim.k@mail.ru

Магниеые сплавы широко известны как наиболее лёгкие конструкционные материалы, обладающие высокой удельной прочностью. В целом, магниевые сплавы зарекомендовали себя как материалы благодаря хорошим механическим и усталостным свойствам, способностью претерпевать большие нагрузки в широком диапазоне температур. Помимо этого, магниевые сплавы обладают высокой демпфирующей способностью, а также тепловым и противочумным экранированием, что позволяет использовать этот материал в авиационной, автомобильной, атомной, химической, нефтеперерабатывающей промышленности и в приборостроении.

Уровень механических свойств сплава зависит, как известно, от особенностей его структуры и фазового состава [1]. Повреждаемость сплавов, обуславливающая развитие вязкого разрушения, накладывает ограничения на технологические режимы формования изделий, равноканального углового прессования, рифления при прессовании для получения сплавов с ультрамелкозернистой структурой [2-4]. Развитие вязкого разрушения магниевых сплавов в широком интервале температур и скоростей деформации является основой технологических процессов обработки изделий, включая резание и раскрой листового проката [5,6].

Исследования проведены на коммерческом тонколистовом. Зеренная структура сплава исследована на сканирующем микроскопе TESCAN методом дифракции вторичных электронов (EBSD). Анализ полученных сканов проведен с помощью лицензионного программного обеспечения HKL Channel 5 Oxford Instruments. Структура являлась мелкокристаллической, однородной и равноосной. Средний размер зерна сплава составлял 40 мкм.

Образцы для испытаний вырезались электроискровым методом на станке с числовым программным управлением DK7732, с ориентацией оси вдоль направления проката из листа толщиной 2.4 мм, что обеспечивало высокую точность воспроизводства геометрических параметров рабочей части образцов. Нагрев образцов осуществлялся плоскими керамическими инфракрасными излучателями до заданных температур и занимал примерно от 60 до 160 с. Контроль за температурой в рабочей части образцов осуществлялся в реальном времени с помощью хромель-алюминиевой термопары. Испытания были проведены при постоянных скоростях растяжения 2 и 20 м/с, что в свою очередь обеспечило скорость деформации в 100 с^{-1} и 1000 с^{-1} соответственно. Геометрические параметры образцов для высокоскоростных испытаний были выбраны в соответствии с рекомендациями INSTRON и стандартов ASTM E8 и DIN 50125-H. Геометрия образцов показана на рисунке 1.

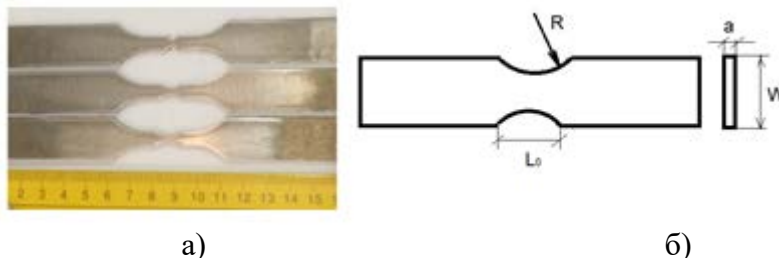


Рисунок 1 - Плоские образцы магниевого сплава с надрезами материалов: а) конфигурация надрезов рабочей части образцов; б) фотографии рабочей части образцов с надрезами, имеющими радиус 2.5 мм, 5 мм, 10 мм

При использовании моделей поврежденной среды локальное разрушение происходит при достижении эквивалентной деформацией критического значения, величина которого зависит от температуры, скорости деформации и параметра трехосности напряженного состояния. Для прогноза предельной деформации до разрушения ε_f магниевых сплавов, относящихся к изомеханической группе сплавов с ГПУ-решеткой, использовались феноменологические соотношения:

$$\varepsilon_f = F_1(\eta) F_2 \left(\frac{\dot{\varepsilon}_{eq}}{\dot{\varepsilon}_0} \right) F_3 \left[\frac{T - T_{REF}}{T_m - T_{REF}} \right], \quad (1)$$

где F_1, F_2, F_3 – феноменологические функции; $\dot{\varepsilon}_0 = 0,01 \text{ с}^{-1}$; T, T_m – температура деформации и температура плавления соответственно; $T_{REF} = 295 \text{ К}$.

Полученные экспериментальные данные о механическом поведении магниевого сплава МА2-1 при скоростях деформации 100 с^{-1} и 1000 с^{-1} и при температурах 473 К и 673

К позволили определить значения параметров материала модифицированной модели Зерилли-Армстронга для ГПУ сплавов.

В ходе работы были определены численные значения параметров материала для вычислительной модели, позволяющей описывать зависимость деформации до разрушения магниевых сплавов МА2-1 от скорости деформации, температуры и параметра трехосности напряженного состояния.

Полученные результаты могут быть использованы для компьютерного моделирования деформации и разрушения элементов конструкций из магниевых сплавов при инженерном анализе динамики проектируемых изделий, разработке вычислительных моделей механического поведения конструкций из магниевых сплавов при проектировании полного жизненного цикла изделий, включая моделирование пластических деформаций при повышенных температурах для проектирования технологий изготовления элементов конструкций.

Благодарности

Работа выполнена при частичной поддержке гранта РФФИ (проект №16-08-00037-а), гранта Президента РФ (МК-2690.2017.8).

Список литературы

1. Волкова Е.Ф., Антипов В.В., Морозова Г.И. Особенности формирования структуры и фазового состава деформированных полуфабрикатов серийного сплава МА14 // *Авиационные материалы и технологии*. – 2011. – № 3. – С. 8–15.
2. Аптуков В.Н., Романов П.В., Скрыбина Н.Е. и др. Получение мелкодисперсных материалов на основе магния. Результаты численного моделирования и эксперимент // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика*. – 2017. – № 3. – С. 5–16.
3. Москвичев Е.Н., Скрипняк В.А., Лычагин Д.В. и др. Влияние структуры на сопротивление пластической деформации алюминиевого сплава 1560 после обработки методом прессования рифлением // *Письма о материалах*. – 2016. – Т. 6, № 2. – С. 141–145.
4. Zhu B., Liu X., Xie C. The flow behavior in as-extruded AZ31 magnesium alloy under impact loading. // *Journal of Magnesium and Alloys*. – 2018. – Vol. 6. – P. 180–188.
5. Palumbo G., Sorgente D., Tricarico L. A numerical and experimental investigation of AZ31 formability at elevated temperatures using a constant strain rate test // *Materials and Design*. – 2010. – Vol. 31. – P. 1308–1316.
6. Khan A.S., Pandey A., Gnäupel-Herold T. Mechanical response and texture evolution of AZ31 alloy at large strains for different strain rates and temperatures // *International Journal of Plasticity*. – 2011. – Vol. 27. – P. 688–706.

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ МЕДЛЕННЫХ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ВОЗМУЩЕНИЙ В ЗОНАХ РАЗЛОМОВ

А.А. КАЗАКБАЕВА¹, И.Ю. СМОЛИН^{1,2}

¹ Национальный исследовательский Томский государственный университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: aigerim_@bk.ru

Исследование пространственно-временной миграции современных геодинамических процессов является, с одной стороны, одной из наиболее интересных проблем геодинамики, с другой, одной из наиболее дискуссионных проблем. Предложенное Ч. Рихтером и К. Моги объяснение миграции очагов землетрясений в зонах крупных сейсмоактивных разломов триггерным влиянием однонаправленного пространственного перемещения

медленных неупругих деформаций положило начало проблеме медленных деформационных волн в литосфере [1].

Медленные деформационные волны непосредственно не регистрируются. Их существование устанавливается косвенно по регистрации вариаций геофизических полей, в частности по направленным миграциям землетрясений. Привлечение к описанию медленных деформационных возмущений, например уравнений теплопроводности (диффузии) или уравнений $\sin$ -Гордона, в случае их представления как солитонов, базируется только на априорной уверенности, что подобные волновые возмущения существуют и являются, например, солитонами. Эти уравнения никак не связаны с эволюцией напряженно-деформированного состояния, а значит, их решения могут характеризовать только возможную качественную картину медленных деформационных возмущений в геосредах. Более адекватным представляется автоволновая или автосолитонная интерпретация этих явлений, как процессов самоорганизации в активных диссипативных средах [2].

Медленные деформационные автоволны возбуждаются главным образом естественными процессами в земной коре и литосфере и проявляются в изменениях сейсмического режима и геофизических полей. Выделяются два основных типа медленных деформационных автоволн [2]. Автоволны первого типа – внутриплитные или межразломные – имеют большие длину и период и могут возникать при межплитном взаимодействии [3], генерироваться системой «литосфера–астеносфера» [4] либо иметь другую глобальную природу. Автоволны второго типа – внутриразломные – являются следствием трансформации первых при их прохождении через зоны крупных разломов либо порождаются самим разломом при реализации смещений по нему. Основное различие в характере распространения этих зон заключается в том, что в случае передачи деформационного возбуждения от разлома к разлому (межразломная автоволна), значение скорости заключено в интервале от 20 км/год до 30 км/год и более. Если же возбуждение процессов протекает в пределах одной разломной зоны (внутриразломная волна), то скорость меняется от 10 км/год до 4 км/год и менее.

Таким образом, важной задачей является изучение особенностей генерации и взаимодействия медленных деформационных автоволн с использованием математического и численного аппарата механики деформируемого твердого тела. Успешное решение данной проблемы возможно на базе фундаментальной теории эволюции напряженно-деформированного состояния в нагружаемой прочной среде, охватывающей весь спектр ключевых процессов деформации и разрушения [5].

Цель данной работы заключалась в изучении методами численного моделирования особенностей генерации медленных межразломных деформационных возмущений в упругопластической среде. Для описания медленных фронтов деформации неупругой природы в нелинейных упругопластических средах использована модель с критерием текучести Друкера-Прагера и применением метода клеточных автоматов для передачи медленного возмущения [5]. Исследовалось поведение участка среды с двумя параллельными разломами в условиях одноосного сжатия вдоль оси, наклоненной к линиям разломов. Разломы моделировались как тонкие полосы среды с ослабленными механическими характеристиками.

На рисунке 1 представлена хронограмма распространения медленных деформационных автоволн от разломов (показаны в виде тонких линий на рис. 1 а). Из рисунка видно, что фронты деформационных возмущений приближаются друг к другу примерно с одинаковыми скоростями, их форма немного меняется с течением времени, и при встрече они аннигилируют, уменьшая область, не охваченную неупругой деформацией.

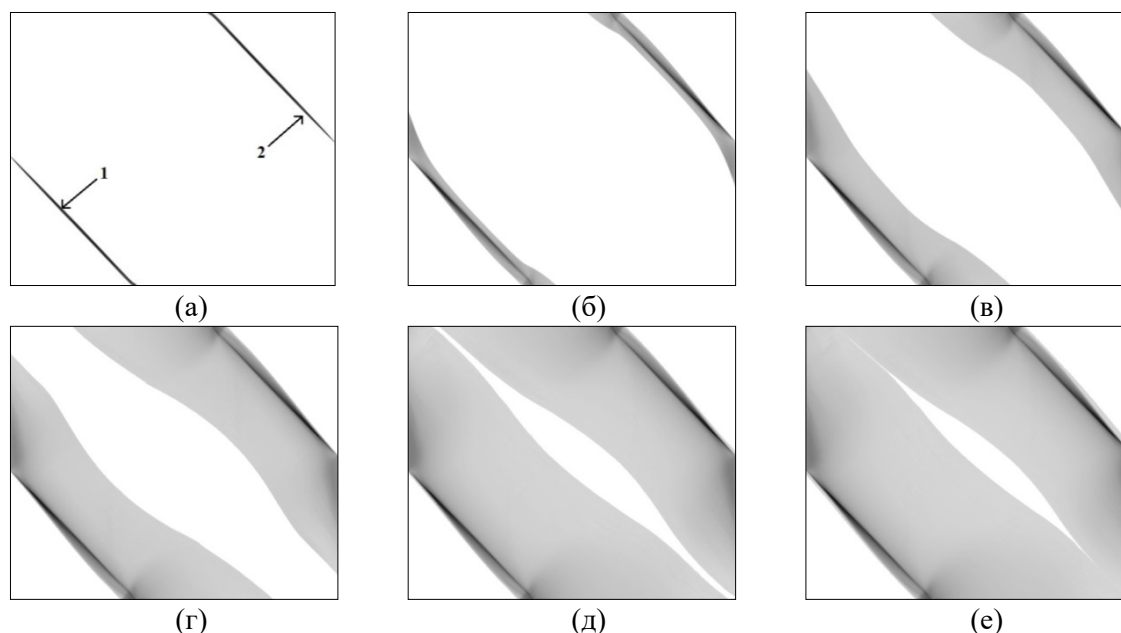


Рисунок 1 – Хронограмма распространения межразломных деформационных возмущений

Детальное исследование показало, что скорость медленных деформационных возмущений превышает скорость нагружения границ расчетной области примерно в 300 раз. С учетом временного сжатия [5] средняя скорость распространения медленной деформационной автоволны номер 1, рисунок 1(а), составила 27 км/год, а автоволны номер два, рисунок 1(а) – 23 км/год.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РНФ 19-17-00122.

Список литературы

1. Борняков С. А. и др. Медленные деформационные волны как возможный предвестник сейсмической опасности // Геосистемы переходных зон. – 2019. – Т. 3. – №. 3. – С. 267–276.
2. Кузьмин Ю.О. Деформационные автоволны в разломных зонах // Физика Земли. – 2012. – № 1. – Р. 3–19.
3. Kasahara K. Migration of crustal deformation // Tectonophysics. – 1979. – V. 52. – № 1–4. – Р. 329–341.
4. Николаевский В.Н., Рамазанов Т.К. Теория быстрых тектонических волн // Прикладная математика и механика. – 1985. – Т. 49. – № 3. – С. 426–469.
5. Макаров П.В., Хон Ю.А., Перышкин А.Ю. Медленные деформационные фронты. Модель и особенности распространения // Геодинамика и тектонофизика. – 2018. – Т. 9. – №. 3. – С. 755–769.

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУР В ЗОНАХ ТЕРМИЧЕСКОГО ВЛИЯНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛАЗЕРНОГО СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ ТРУБНОЙ СТАЛИ 10Г2ФБЮ

П.О. КАШИРО¹, А.И., ГОРДИЕНКО²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: pok6@tpu.ru

В работе исследована трубная низкоуглеродистая сталь 10Г2ФБЮ, поставленная в виде горячекатаного листа и имеющая следующий химический состав, мас. %: 0,13 С; 1,6 Мн; 0,4 Si; 0,3 Cu 0,05; 0,04 Nb; 0,05 Ti; 0,029 Al; 0,013 Р; 0,01 S. Пластины для сварки вырезали из горячекатаного листа перпендикулярно направлению прокатки. Изучены сварные швы следующих исходных состояний: в горячекатаном состоянии; после отжига при температурах 550 °С и 600 °С; после поперечно-винтовой прокатки при температуре 920 °С.

После применения лазерной сварки стали в горячекатаном состоянии получен тонкий сварной шов, рисунок 1 а, шириной ≈ 2100 мкм. В зоне сварного соединения выделяются ЗС, шириной $\approx 1150-1200$ мкм, и ЗТВ, расположенные слева и справа от ЗС, рисунок 1 а. Основной структурно-фазовой составляющей ЗС является мартенсит.

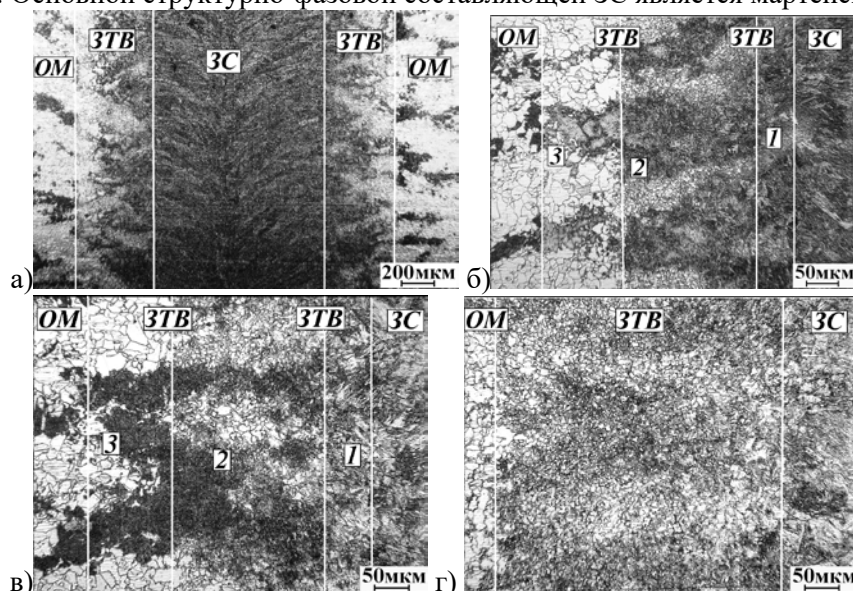


Рисунок 1 - Микроструктура сварного шва стали 10Г2ФБЮ: а,б - после горячекатанной прокатки; в – после отжига при 550 °С; г – после отжига при 600 °С

Структура исходного состояния стали полосчатая ферритно-перлитная со средним размером ферритных зерен 7 мкм. В ЗТВ выделены три зоны. Первая и вторая зоны (рисунок 1, б, зона 1 и 2), прилегающие к ЗС, имеют переходную структуру бейнитно - мартенситного типа и отличаются размерами зерен. В первой зоне, в отличие от ЗС, структура иглы либо полностью отсутствует, либо ограничена границами бывших аустенитных зерен, что свидетельствует о разогреве этой области до температурного интервала существования γ -фазы. В зонах 2 и 3 сохраняется полосчатость структуры. Можно предположить, что температурный интервал разогрева зон 2 и 3 достигал существования двухфазной ($\gamma + \alpha$)-области.

После отжига при $T=550^\circ\text{C}$ качественных изменений в ЗС не происходит, дендритная структура сохраняется, однако в мартенсите выделяются округлые частицы Fe_3C . В ЗТВ происходит распад мартенситной структуры, пластинчатая структура преобразуется в мелкодисперсный сорбит отпуска. При повышении температуры отжига до

600 °С структура в ЗС не меняется. В ЗТВ более интенсивно происходит перераспределение углерода по объему материала, границы зон 2 и 3 различить не удастся, наблюдается рекристаллизация и появление новых мелких зерен феррита (рисунок 1, г).

Применение поперечно-винтовой прокатки приводит к измельчению исходной структуры стали 10Г2ФБЮ. Исходная полосчатость структуры при данном режиме ПВП практически полностью устраняется. ЗС имеет дендритную структуру мартенсита (рисунок 2, б). После лазерной сварки в ЗТВ выделяют четыре зоны. Зона 1 имеет переходную бейнитно – мартенситную структуру. Следующая зона 2 (рисунок 2, б, зона 2) отличается от первой меньшим размером зерен. Это связано с тем, что по мере удаления от ЗС нагрев последующих областей происходит до меньших температур, по сравнению с зоной 1, поэтому аустенитные зерна не успели вырасти.

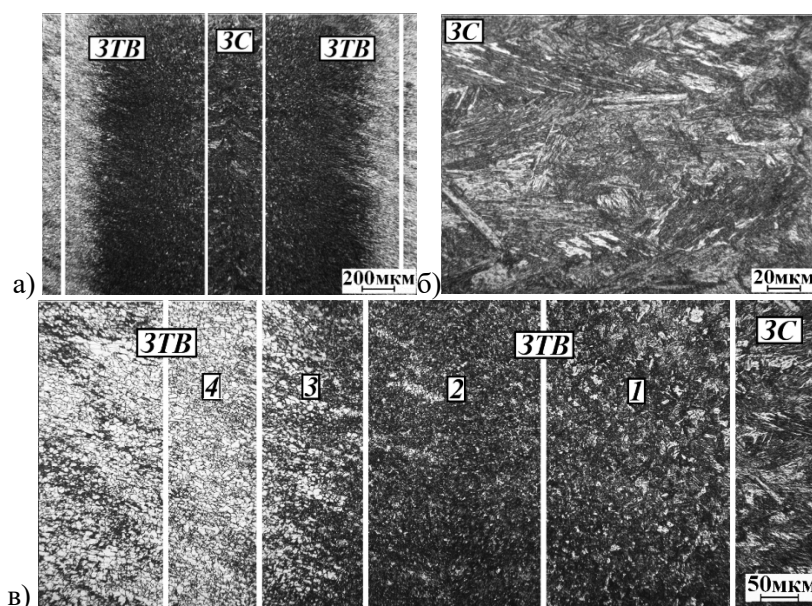


Рисунок 2 - Микроструктура сварного шва стали 10Г2ФБЮ: а – микростроение шва; б - зона сплавления; в – структуры в ЗТВ

Характер распределения микротвердости в ЗТВ стали 10Г2ФБЮ после поперечно-винтовой прокатки плавный с постепенным снижением ее значений по мере приближения к основному материалу (от 370 HV и до 185 HV).

Таблица 1 – Механические характеристики стали 10Г2ФБЮ

Структурное состояние стали Х70	σ_{02} , МПа	σ_B , МПа	ϵ , %
Горячекатаное состояние, основной металл	380	650	23.7
Горячекатаное состояние со сварным швом	390	600 ↓7%	21 ↓11%
После поперечно-винтовой прокатки, основной металл	435	760	24
После поперечно-винтовой прокатки со сварным швом	445	690 ↓9%	19 ↓20%

Список литературы

1. Шамов Е.М. Технология и оборудование многослойной лазерной сварки неповоротных стыков труб большого диаметра для магистральных трубопроводов: Автореферат дис. канд. техн. наук. – Москва, 2019 – 169 с.

2. S. Zajac, V. Schwinn and K.-H. Tacke. Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels // Materials Science Forum Vols. 500-501 (2005) pp 387–394.
3. Грезев А., Грезев В., Сухов А., Шанчуров С., Малыш М. Разработка лазерных технологий для нефтегазовой отрасли // Станкоинструмент. – 2016. – № 2. – С. 38 – 41.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РАЗМЕРОВ ВАКАНСИЙ НА СВОЙСТВА КРИСТАЛЛОВ КРЕМНИЯ

М.А.КОМЯГИН, Д.Д.МАЛИНИНА

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»;
E-mail: m-komyagin@mail.ru

Целью работы является исследование влияния вакансионного дефекта кристалла кремния на его электрические и термодинамические свойства. В качестве основного материала была изучена работа исследователей Пэй-Син Хуана и Чи-Мин Лу из Национального университета науки и техники Пиндуна.

Полупроводниковые материалы на основе кремния нашли широкое применение в электронике и оптоэлектронике благодаря распространенности в земной коре (27,6–29,5%), а также уникальным оптическим, электрическим, магнитным и каталитическим свойствам. В настоящее время наблюдается тенденция по уменьшению габаритов электронных компонентов. Изменение размеров приводит к изменениям свойств переноса электронов, а также к значительным изменениям оптических и механических свойств.

Микроскопические структурные дефекты могут вызывать локальные изменения и перераспределение электронной плотности, становиться причиной рассеяния носителей заряда и приводить к изменениям теплопроводности. Эти эффекты снижают механическую надежность структуры материала и эффективность электронных схем, сокращают жизненный цикл компонентов системы. В частности, более существенные эффекты возникают при образовании микроскопических дефектов в наноразмерных материалах главным образом потому, что носители в мезоскопическом диапазоне обладают упругим рассеянием, тогда как носители в макроскопическом диапазоне демонстрируют неупругое рассеяние.

Для анализа электрических и термодинамических свойств совершенных кристаллов кремния и кристаллов, содержащих вакансии, исследователями Пэй-Син Хуаном и Чи-Мин Луном был использован метод первичных плоских волн псевдопотенциала, основанный на расчетах теории функционала плотности. Выбор метода псевдопотенциала был обусловлен более простым решением уравнения Шрёдингера, поскольку искомая волновая функция разлагается по гораздо меньшему количеству базисных функций. Сущность метода заключается в замене сильного электрон-ионного потенциала более слабым, характеризующим свойства валентных электронов (рассчитываются только валентные электроны, т.к. большинство свойств системы зависят от их поведения). То есть исследуемая система K заменяется системой K' , состоящей из псевдовалентных электронов и ионов. Для проведения расчетов использовался Кембриджский программный пакет (CASTEP), с помощью которого исследовались три дефекта: точечная, тетраэдрическая и гексагональная вакансии. Результаты моделирования показали, что наличие дефектов влияет на структуру решетки и длину ковалентных связей, окружающих вакансии. Постоянная кристаллической решетки и ширина запрещенной зоны уменьшались

с увеличением размера вакансии. Это явление можно объяснить высокой вероятностью рассеяния носителей вблизи дефектов.

Известно, что дисперсия фононов и количество атомов в элементарной ячейке также оказывают влияние на теплоемкость. С целью исследования влияния дефектов вакансий на термодинамические свойства кристаллов кремния, был проведен анализ термодинамических свойств и температурных эффектов на базе выполненных в CASTEP расчетов.

Высокочастотное пиковое значение плотности состояний для кристалла кремния, содержащего гексагональный дефект было меньше, чем у идеального кристалла, а её часть перешла на 15,92–16,22 ТГц, образуя другое пиковое значение и ширину запрещенной зоны. Эти результаты показывают, что область вакансионного дефекта обладает более сильным эффектом рассеяния фононов. По мере увеличения размера вакансионного дефекта доля фононов, распределенных в низкочастотных областях, становилась больше, а модуль групповой скорости фононов уменьшался. Эти факторы привели к понижению коэффициента теплопроводности λ для кристалла, содержащего гексагональный дефект, по сравнению с идеальным кристаллом. Учитывая дефект кристалла, коэффициент теплопроводности определяется по формуле 1.

$$\lambda = \frac{ulc_v}{3} \quad (1)$$

где l – средняя длина свободного пробега фононов, c_v – теплоемкость единицы объёма, u – скорость фононов.

Электронная структура материала и модуль упругости могут быть использованы для оценки его температуры Дебая θ_D . Её значение при данной температуре, рассчитываемое по формуле 2, получается путем расчета фактической теплоемкости c_v .

$$\theta_D = T \left(\frac{9n_a}{c_v} \int_0^{\frac{\theta_D}{T}} \frac{x^4 e^x}{(e^x - 1)^2} dx \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2)$$

где n_a – число атомов в молекуле вещества кристалла.

При $T \gg \theta_D$ теплоемкость материала стремится к фиксированной величине. Однако при $T < \theta_D$, характеризующейся уменьшением частоты собственных колебаний, теплоемкость материала уменьшается с понижением температуры.

Температуру Дебая можно использовать для определения ковалентной структурной прочности кристаллов, поскольку более высокие температуры Дебая обычно предполагают превосходную механическую прочность и термодинамическую стабильность.

При относительно высоких температурах становятся заметными дополнительные затраты энергии, что свидетельствует о росте концентрации вакансий, поэтому необходимо учитывать их вклад в теплоемкость кристалла. Результаты расчета спектров фононов были использованы для определения энергии теплового колебания решетки, свободной энергии, энтропии и плотности состояния фононов. Было установлено, что с ростом температуры значения энтальпии и энтропии увеличиваются, а свободная энергия уменьшается. Полученный результат говорит о том, что увеличение внутренней энергии всей системы при высоких температурах вызывает беспорядок в кристаллической структуре. Кроме того, результаты моделирования показали рост теплоемкости кристаллов кремния, содержащих вакансионные дефекты в интервале температур от 0 до 400 К. С увеличением температуры и размеров дефектов скорость изменения теплоемкости замедлялась и стремилась к постоянному значению.

Таким образом, по мере увеличения размера вакансий доля фононов, распределенных в низкочастотных областях, увеличивается, что приводит к замедлению групповой скорости фононов и снижению температуры Дебая. Кроме того, возникновение вакансий приводит к значительным изменениям электропроводности кристаллов кремния, поскольку оборванные связи, окружающие атомы высокой деформации, создают уровень

дефектов. Этот уровень представляет собой тип локализованного состояния, в котором электроны ограничены определенной областью структуры.

Список литературы

1. Физическое материаловедение / Под ред. Б. А. Калина. – М.: МИФИ, 2007. – Т. 1. – 636 с.
2. Pei-Hsing Huang, Chi-Ming Lu. Effects of Vacancy Cluster Defects on Electrical and Thermodynamic Properties of Silicon Crystals [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://www.hindawi.com/journals/tswj/2014/863404/>
3. И.И. Наркевич, Е.В. Фарафонтова, А.В. Магалинская. Численные расчеты вклада подсистемы вакансий в решеточную теплоемкость кристалла [Электронный ресурс]. - Режим доступа: <https://cyberleninka.ru/article/n/chislennye-raschety-vklada-podsistemy-vakansiy-v-reshetochnuyu-teploemkost-kristalla/viewer>

РАЗРАБОТКА И ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ВЕРИФИКАЦИЯ МОДЕЛИ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ВОЛН ЛЭМБА В АЛЮМИНИЕВОЙ ПЛАСТИНЕ

А.А.КОНОНОВА^{1,2}

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: anastasiyakononova98@yandex.ru

В настоящее время существует потребность в своевременном, быстром и дешёвом способе обнаружения повреждений и прогнозирования оставшегося срока службы в режиме реального времени [1]. Одним из передовых направлений является встроенный мониторинг состояния (SHM) с использованием волн Лэмба [2, 3, 4].

Целью данной работы является разработка и экспериментальная верификация модели распространения волн Лэмба в алюминиевой пластине.

Объект исследования – пластина Д16АТ (500х500х3мм), смоделированная в программном комплексе ABAQUS/CAE с помощью метода конечных элементов (максимальный размер элемента – 1 мм). В качестве тестового сигнала использовалась 5-ти цикловая синусоида модулированная окном Хэннинга. Для генерации волн Лэмба на поверхности пластины в виде набора элементов были смоделированы 12 ультразвуковых преобразователя. Каждый датчик выступал в роли либо генератора, либо приёмника. В работе изучались три частоты генерации волн: 50, 100 и 200 кГц. В качестве дефекта была выбрана сквозная трещина шириной 1 мм и длиной 10,15,20,30 и 40 мм. Оценка наличия повреждения и его местоположения происходила путём сравнения базового (неповреждённое состояние) и повреждённого сигнала по изменению амплитуды (dA). Параметр dA для каждой пары «генератор-приёмник» рассчитывался по формуле:

$$-dA = \frac{dA_2 - dA_1}{dA_2}, \quad (1)$$

где dA_1 и dA_2 – изменение амплитуды первого и второго сигнала.

Индекс повреждения характеризует степень серьёзности повреждения и рассчитывается по формуле:

$$DI = \frac{\sum w_i}{n}, \quad (2)$$

где w_i - вес i -й точки пересечения, n – число точек пересечения.

В результате исследования были рассчитаны координаты центра повреждения, погрешность обнаружения и индекс повреждения для каждого случая.

Осреднённые результаты обнаружения трещины представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Осреднённые результаты обнаружения трещины

Длина трещины, мм	Локация по параметру dA	
	Δ , мм	DI
10	39,24	0,0026
15	47,93	0,0071
20	59,00	0,0098
30	54,39	0,0180
40	47,07	0,0270

Индекс поврежденности демонстрирует стабильное увеличение с ростом длины трещины. Данный параметр позволяет классифицировать дефекты по размеру. Точность локации дефекта по параметру dA в данном эксперименте является средней, что объясняется расположением дефекта по направлению осей X и Y.

Разработанная конечно-элементная модель позволяет изучать процессы распространения волн Лэмба в алюминиевой пластине. При взаимодействии волн Лэмба с трещиной наблюдается падение амплитуды сигнала, рисунок 1, что позволяет установить не только наличие дефекта, но и его расположение.

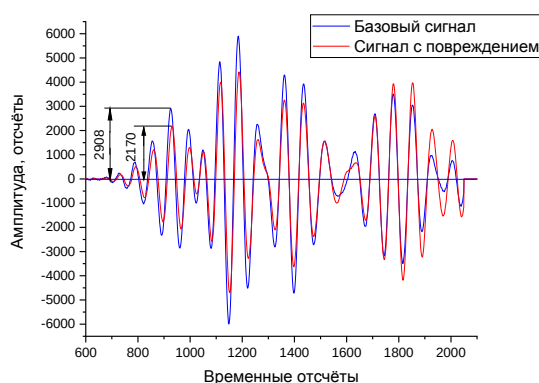


Рисунок 1 – Форма сигнала пары 12-5 на частоте 50кГц в одной системе координат

При увеличении длины трещины есть тенденция смещения расчётных координат повреждения в правый верхний угол и уменьшения разброса промежуточных координат, рисунок 2. При этом точность обнаружения дефекта является средней и с увеличением длины трещины не изменяется.

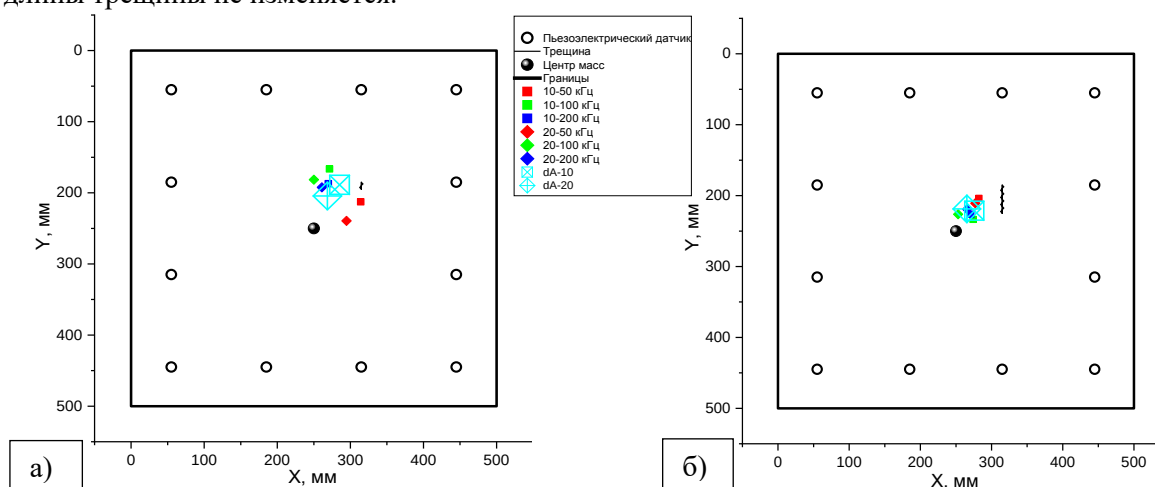


Рисунок 2 – Результаты обнаружения трещины длиной: а) 10 мм; б) 40 мм

Данная конечно-элементная модель позволяет упростить исследование возможности обнаружения трещин для разработки системы встроенного ультразвукового контроля.

Список литературы

1. Achenbach, J. D. Structural Health Monitoring – What is the prescription // Mechanics Research Communications – 2009. – Vol. 36, No. 2. P.137-142.
2. Alleyne D. N., Cawley P. The interaction of Lamb waves with defects // IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control. – 1992. – Vol. 39, No. 3. P. 381-397.
3. Lu Y. Damage detection using piezoelectric transducers and the Lamb wave approach. Part I, II. Robust and quantitative decision making / Lu Y., Wang X., Tang J. // Smart materials and structures. – 2008. – Vol. 17, No. 2. P. 25-34.

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ГРАДИЕНТНОЙ ЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ НА МЕХАНИЧЕСКИЙ И СТРУКТУРНЫЙ ОТКЛИК СПЛАВА Fe-Ni ПРИ ОДНООСНОМ НАГРУЖЕНИИ

А.В. КОРЧУГАНОВ, Д.С. КРЫЖЕВИЧ, Ю.А. ЧУМАКОВ, А.С. ГРИГОРЬЕВ

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: avkor@ispms.ru

Разработка новых гетерогенных и иерархических структур, сочетающих высокую прочность и пластичность, является одним из наиболее перспективных направлений в материаловедении [1–2]. Среди большого разнообразия гетерогенных структур следует выделить материалы с градиентной зеренной структурой, уникальность физико-механических свойств которых привлекает пристальное внимание исследователей во всем мире. В таких материалах в одном из направлений монотонно меняется размер зерен. Как правило, уменьшение размера зерна происходит по направлению к свободной поверхности исследуемых образцов. Подобное упорядочение зерен по размерам приводит к формированию в материале областей с существенно разными механическими характеристиками, комбинация которых значительно повышает эксплуатационные свойства материалов с градиентной зеренной структурой. Причины одновременного достижения высокой прочности и пластичности в градиентных материалах связаны со следующими процессами. Первоначально пластическая деформация зарождается в крупных зернах и по мере увеличения механической нагрузки она постепенно распространяется в области с меньшим размером зерен. В результате этого оптимизируется перераспределение напряжения между зернами разных размеров, обладающих разной прочностью, в теле образца, что ведет к подавлению локализации деформации [3]. При повышении нагружения процесс делокализации деформации постепенно распространяется на зерна более мелких размеров, пока не достигнет самого малого размера нанозерен [4]. При этом большие деформированные зерна упрочняются за счет накопления дислокаций, обеспечивая общее деформационное упрочнение образца [5]. В это время малые зерна разупрочняются миграцией границ зерен и укрупнением [6]. Таким образом, в градиентной зеренной структуре одновременно активируются различные механизмы пластической деформации для существенно разных элементов структуры. Это позволяет наноструктурированному поверхностному слою градиентного материала, сохраняя высокие прочностные характеристики всего образца, деформироваться вместе с другими частями образца на существенно большую величину, чем однородный нанокристаллический аналог.

Не смотря на общее понимание протекания процессов прочности и пластичности, одновременное влияние различных атомных механизмов на отклик градиентных материалов при механическом нагружении во многом не ясны и требуют детального изучения. В настоящей работе проведено изучение влияния формы зерен, текстуры и

степени градиентности зеренной структуры на механический и структурный отклик сплава Fe-Ni с градиентной зеренной структурой. Для решения этой задачи была выявлена роль динамического перераспределения напряжений и атомной плотности в зарождении дефектов и эволюции зеренной структуры исследуемых образцов.

Поставленные в работе задачи решались на основе метода молекулярной динамики с использованием вычислительного пакета LAMMPS [7]. Межатомное взаимодействие в сплаве Fe-Ni описывалось многочастичным потенциалом [8]. Начальная температура образца задавалась равной 300 К. Для проведения расчетов были созданы нанокристаллические образцы в форме параллелепипеда с градиентной зеренной структурой. В перпендикулярном направлении к свободной поверхности образцов были сформированы семь слоев, в каждом из которых зерна имели примерно одинаковый размер. При этом наименьший размер был у зерен в слое, который примыкал к свободной поверхности, а наибольший размер был у зерен в наиболее удаленном от поверхности слое. Размеры зерен в различных образцах варьировались в интервале от 5 до 30 нм. Зеренная структура образца была построена на основе разбиения пространства методом Лагерра. Образцы одноосно сжимались или растягивались в направлении перпендикулярном к свободной поверхности. Срез структуры одного из моделируемых образцов в этом направлении представлен на рисунке 1. Анализ результатов моделирования проводился на основе комплекса современных программ и алгоритмов для идентификации и визуализации дефектов структуры.

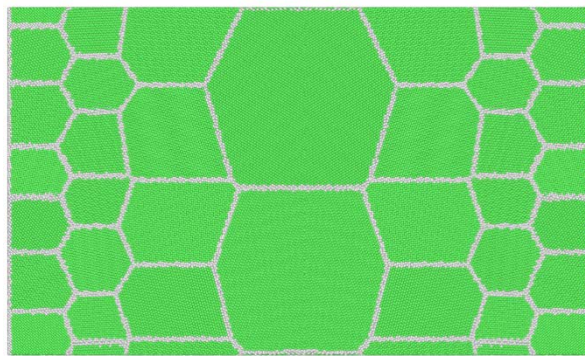


Рисунок 1 – Поперечный срез образца Fe-Ni с градиентной зеренной структурой до нагружения. Зеленым цветом показаны атомы в зернах, серым – границы зерен и свободные поверхности. Размер малых зерен – 5 нм.

Проведенные расчеты показали, что пороговую величину деформации, при которой в моделируемых образцах начинают зарождаться дефекты структуры, можно достаточно точно определить по характерным изломам на кривой зависимости напряжения от деформации. Локальные структурные перестройки происходят всегда в областях с наибольшим отклонением атомного объема от равновесной величины, что хорошо согласуется с результатами работы [9].

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 20-79-10406).

Список литературы

1. Ovid'ko I.A., Valiev R.Z., Zhu Y.T. Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials // Prog. Mater. Sci. – 2018. – V. 94. – P. 462–540.
2. Ma E., Zhu T. Towards strength–ductility synergy through the design of heterogeneous nanostructures in metals // Mater. Today. – 2017. – V. 20. – P. 323–331.
3. Fang T.H., Li W.L., Tao N.R., Lu K. Revealing extraordinary intrinsic tensile plasticity in gradient nano-grained copper // Science. – 2011. – V. 331. – I. 6024. – P. 1587–1590.

4. Yang X., Ma X., Moering J. et. al. Influence of gradient structure volume fraction on the mechanical properties of pure copper // Mater. Sci. Eng. – 2015. – V. A645. – P. 280–285.
5. Wu X., Jiang P., Chen L. et. al. Extraordinary strain hardening by gradient structure // Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A. – 2014. – V. 111. – P. 7197–7201.
6. Chen W., You Z.S., Tao N.R. et. al. Mechanically-induced grain coarsening in gradient nano-grained copper // Acta Mater. – 2017. – V. 125. – P. 255–264.
7. Plimpton S. Fast Parallel Algorithms for Short-Range Molecular Dynamics // J. Comput. Phys. – 1995. – V. 117. – P. 1.
8. Zhou X.W., Foster M.E., Sills R.B. An Fe-Ni-Cr Embedded Atom Method Potential for Austenitic and Ferritic Systems // J. Comput. Chem. – 2018. – V. 39. – P. 2420–2431.
9. Psakhie S.G., Zolnikov K.P., Kryzhevich D.S., Korchuganov A.V. Key role of excess atomic volume in structural rearrangements at the front of moving partial dislocations in copper nanocrystals // Sci. Rep. – 2019. – V. 9. – A. 3867.

РОЛЬ РАЗМЕРА ЗЕРЕН В СМЕНЕ МЕХАНИЗМОВ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Fe-Ni

А.В. КОРЧУГАНОВ, Д.С. КРЫЖЕВИЧ, Ю.А. ЧУМАКОВ, А.С. ГРИГОРЬЕВ

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: avkor@ispms.ru

Важной характеристикой материала, определяющей активацию или подавление различных механизмов пластической деформации, является размер зерен. Как правило, при уменьшении размера зерен до сотен-десятков нанометров возрастает прочность по сравнению с крупнозернистыми аналогами. При дальнейшем уменьшении размера зерен происходит заметная смена механизмов деформации и структурный отклик материала существенно изменяется, а прочность снова начинает уменьшаться. Известно, что зарождение пластичности в металлических материалах имеет дислокационную природу. В нанокристаллических металлах дислокационная подвижность ограничена из-за малого размера зерен и высокой плотности границ зерен, поглощающих дислокации [1]. Это приводит к слабому деформационному упрочнению и низкой пластичности. Вследствие этого для нанокристаллических материалов характерна локализация пластической деформации. Из-за подавленной дислокационной подвижности в таких материалах в процессе развития пластической деформации активируются недислокационные механизмы. Это прежде всего, миграция межзеренных границ [2,3], межзеренное проскальзывание [4,5], двойникование [6], вращение зерен [7].

В процессе пластической деформации эти механизмы зачастую действуют совместно, компенсируют или активируют друг друга [1]. В виду скоротечности процессов и малых пространственных масштабов включение этих механизмов и их взаимодействие друг с другом в реальном времени трудно исследовать экспериментально. Изучение таких процессов может быть эффективно проведено на основе компьютерного моделирования, которое с высокой степенью детализации может описать особенности зарождения структурных перестроек в материалах при механическом воздействии.

В работе исследованы особенности механизмов пластической деформации нанокристаллического сплава Fe-Ni с разным размером зерен при одноосном нагружении. Моделирование проводилось в рамках метода молекулярной динамики с использованием программного пакета LAMMPS [8]. Нагружаемый образец с размером зерен 5 нм показан на рисунке 1. Растяжение или сжатие осуществлялось вдоль направления y . Вдоль направления x использовались периодические граничные условия и применялся баростат, в направлении z задавались свободные поверхности.

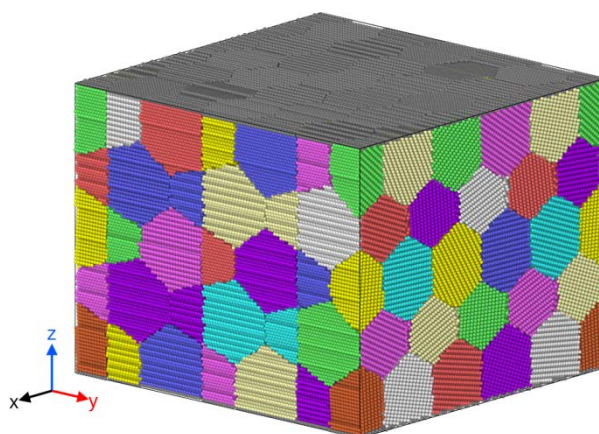


Рисунок 1 - Нанокристаллический образец Fe-Ni с размером зерен 5 нм до нагружения. Разными цветами обозначены отдельные зерна. Темно-серым цветом обозначены свободные поверхности

Как показали расчеты, модуль Юнга образца с размером зерен 10 нм выше, чем у образца с размером зерен 5 нм. В свою очередь, в зернах размером 5 нм пластичность зарождается при больших величинах деформации и при меньших напряжениях, чем в зернах размером 10 нм. Таким образом, критический размер зерен сплава Fe-Ni, при котором соотношение Холла-Петча меняется на обратное, превышает 5 нм. При одноосном растяжении в образцах зарождаются частичные дислокации Шокли. После их выхода на противоположные межзеренные границы в зернах остаются дефекты упаковки вычитания, рисунок 2. В образцах с размером зерен 10 нм данные дефекты упаковки могут трансформироваться в двойники, рисунок 2 б).

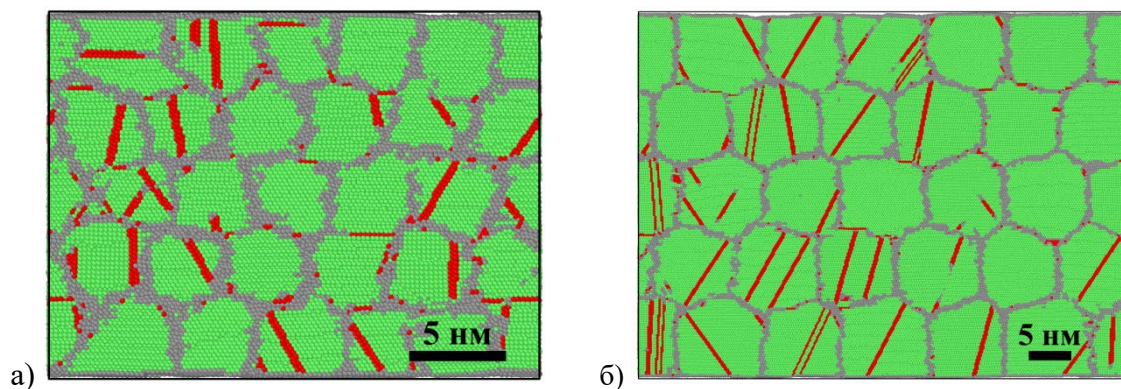


Рисунок 2 – Сечение образцов с размером зерен 5 (а) и 10 (б) нм в плоскости z-y при растяжении на 5%. Зеленый цвет соответствует ГЦК решетке, серый атомам в границах зерен и на свободной поверхности, красный – дефектам упаковки и двойниковым границам

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 20-79-10406).

Список литературы

1. Ovid'ko I.A., Valiev R.Z., Zhu Y.T. Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials // Prog. Mater. Sci. – 2018. – V. 94. – P. 462–540.
2. Bondar M.P., Psakhie S.G., Dmitriev A.I., Nikonov A.Yu. On the conditions of strain localization and microstructure fragmentation under high-rate loading // Phys. Mesomech. – 2013. – V. 16. – I. 3. – P. 191–199.

3. Kryzhevich D.S., Zolnikov K.P., Korchuganov A.V. Atomic rearrangements at migration of symmetric tilt grain boundaries in vanadium // *Comput. Mater. Sci.* – 2018. – V. 153. – P. 445–448.
4. Li Q., Wang L., Teng J. et.al. In-situ observation of cooperative grain boundary sliding and migration in the nano-twinned nanocrystalline-Au thin-films // *Scr. Mater.* – 2020. – V. 180. – P. 97–102.
5. Ovid'ko I.A. Review on the fracture processes in nanocrystalline materials // *J. Mater. Sci.* – 2007. – V. 42. – I. 5. – P. 1694–1708.
6. Zhu Y.T., Liao X.Z., Wu X.L. Deformation twinning in nanocrystalline materials // *Prog. Mater. Sci.* – 2012. – V. 57. – I. 1. – P. 1-62.
7. Dmitriev A.I., Nikonov A.Yu., Shugurov A.R., Panin A.V. Numerical study of atomic scale deformation mechanisms of Ti grains with different crystallographic orientation subjected to scratch testing // *Appl. Surf. Sci.* – 2019. – V. 471. – P. 318–327.
8. Plimpton S. Fast parallel algorithms for short-range molecular dynamics // *J. Comput. Phys.* – 1995. – V. 117. – P. 1.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СЛОИСТЫХ УГЛЕКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА И ПОЛИИМИДА

Д.В. КОСМАЧЕВ, В.О. АЛЕКСЕНКО, С.В. ПАНИН

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,

E-mail: kosmachev@ispms.ru

Исследования в области создания конструкционных композитов на полимерной основе относятся к числу критических технологий федерального уровня Российской Федерации. Эти исследования поддерживаются и быстро развиваются в передовых странах мира, а соответствующие разработки находят быстрое и широкое использование в технических приложениях. Данная тематика наиболее актуальна для аэрокосмической отрасли, требующей высоких значений удельной прочности (отношение прочности материала к его плотности) применяемых материалов. В настоящее время активно проводятся исследования по армированию термопластичных полимеров непрерывными волокнистыми наполнителями, что приводит к значительному повышению механических характеристик материалов [1-2].

Целью работы являлось исследование механических характеристик образцов полимерных композитов на основе полиэфирэфиркетона (ПЭЭК) и полиимида (ПИ), армированных волокнистым наполнителем (непрерывные волокна углерода) при его различных схемах укладки.

В качестве матриц в работе использовались порошок ПЭЭК фирмы Victrex (PEEK 450 PF, Великобритания), размер частиц 50 мкм, и порошок ПИ фирмы Solver (PI-Powder 1600, КНР) размер частиц 16 мкм. В качестве армирующего наполнителя использовалась однонаправленная углеродная ткань (лента) FibArm 12K-300-230 фирмы UMATEX (поверхностная плотность 230 г/м² и прочность на растяжение более 4,9 ГПа.), а также биаксиальная углеродная ткань 0/90-50K-1270-106 (поверхностная плотность 106 г/м²) от АО «ХК «КОМПОЗИТ». При изготовлении композитов, армированных непрерывными волокнами использовали различные схемы выкладки: [0°/0°], [90°/90°], [0°/90°], слои биаксиальной ткани (плетеной). Композиты получали методом горячего прессования на гидравлическом прессе GT-7014-A (GOTECH Testing Machines Inc., Тайвань), при давлении 10 МПа и температуре 400 °С со скоростью охлаждения 2 °С/мин.

Механические характеристики композитов определяли при испытаниях на трехточечный изгиб образцов в соответствии со стандартом ASTM D790-10 (ГОСТ Р 56810-

2015). Нагружение проводили с использованием испытательной машины Instron 5582 (Instron, США).

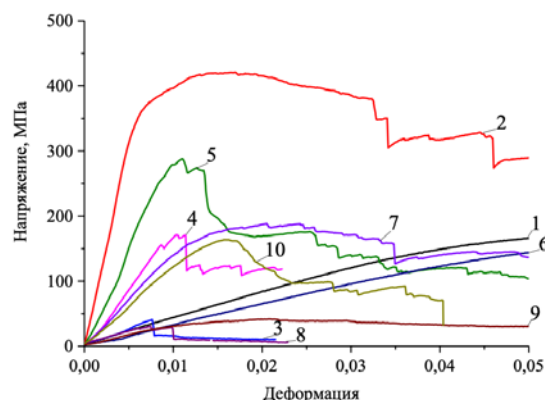


Рисунок 1 – Зависимость изгибающего напряжения от относительной деформации изгиба: 1) ПЭЭК, 2) ПЭЭК/УВ $[0^\circ/0^\circ]$; 3) ПЭЭК/УВ $[90^\circ/90^\circ]$; 4) ПЭЭК/УВ $[0^\circ/90^\circ]$; 5) ПЭЭК/УВ [плетен.]; 6) ПИ; 7) ПИ/УВ $[0^\circ/0^\circ]$; 8) ПИ/УВ $[90^\circ/90^\circ]$; 9) ПИ/УВ $[0^\circ/90^\circ]$; 10) ПИ/УВ [плетен.]

На рисунке 1 представлены кривые зависимости изгибающего напряжения от относительной деформации изгиба. Ненаполненные ПЭЭК и ПИ имеют сопоставимые механические свойства (кривые 1, 6). При нагружении вдоль волокна (3, 8), а также при перекрестной укладке армирующих слоев (4, 9) механические свойства резко снижаются. Композиты, армированные плетеной углеродной тканью (5, 10), обладают механическими свойствами на 15-20 % ниже, чем при однонаправленном армировании. При однонаправленном армировании, в случае нагружения поперек волокна, композиты имеют наиболее высокие механические свойства при значительной деформации. Композит ПЭЭК/УВ $[0^\circ/0^\circ]$ (2) обладает модулем упругости при поперечном изгибе 61,7 ГПа. Композит ПИ/УВ $[0^\circ/0^\circ]$ (7) –и 15,6 ГПа.

Для аналитики разрушенных образцов использовали оптический микроскоп Neophot 2 (Carl Zeiss, Германия). На рисунке 2 представлены фотографии разрушенных образцов после испытания на изгиб. Фотографии образцов ненаполненных ПЭЭК и ПИ не приводятся по причине отсутствия трещин (разрушения не происходит).

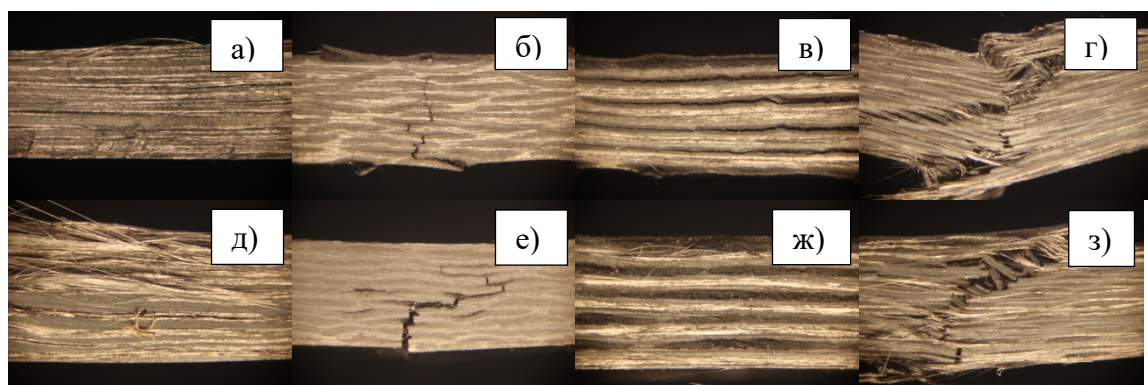


Рисунок 2 – Фотографии разрушенных образцов: а) ПЭЭК/УВ $[0^\circ/0^\circ]$; б) ПЭЭК/УВ $[90^\circ/90^\circ]$; в) ПЭЭК/УВ $[0^\circ/90^\circ]$; г) ПЭЭК/УВ [плетен.]; д) ПИ/УВ $[0^\circ/0^\circ]$; е) ПИ/УВ $[90^\circ/90^\circ]$; ж) ПИ/УВ $[0^\circ/90^\circ]$; з) ПИ/УВ [плетен.]

Установлено, что в случае изготовления образцов по схеме выкладки $[0^\circ/0^\circ]$ трещинообразование проходит наименее выражено. Присутствуют продольные

расслоения и начальные трещины на 1/5 толщины образца. Сквозное прямое трещинообразование происходит при выкладке $[90^\circ/90^\circ]$. Выраженное расслоение «через слой» происходит при схеме $[0^\circ/90^\circ]$. При схеме [плетен.] наблюдаются растягивающие, сдвигающие и сжимающие составляющие трещинообразования.

На основании полученных результатов можно сделать вывод, что полимерная матрица на основе используемого порошка ПИ малоприспособна для изготовления слоистых композиционных материалов по причине низких (в сравнении с композитами на основе ПЭЭК) механических свойств. Вероятной причиной этой разницы может являться низкая текучесть расплава ПИ.

Благодарности. Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект III.23.1.3., и при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-38-60064\19.

Список литературы

1. Hassan A.M., Ge D., Yang L., et al. Highly boosting the interlaminar shear strength of CF/PEEK composites via introduction of PEKK onto activated CF // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2018. – Vol. 112. – P. 155–160.
2. Wang X., Huang Zh., Lai M., et al. Highly enhancing the interfacial strength of CF/PEEK composites by introducing PAIK onto diazonium functionalized carbon fibers // Applied Surface Science. – 2020. – Vol. 510. – P. 145400.

РАЗРАБОТКА МЕТОДИЧЕСКИХ ПОДХОДОВ К НЕРАЗРУШАЮЩЕМУ КОНТРОЛЮ КАЧЕСТВА СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СТАЛЬНЫХ ОРЕБРЁННЫХ ПАНЕЛЕЙ МЕТОДОМ АКТИВНОЙ ТЕРМОГРАФИИ

И.О. КОТОВЩИКОВ^{1,2}, Ю.О. ЯКОВЛЕВ^{3,4}, В.Е. ПРОХОРОВИЧ¹

¹ Университет ИТМО

² Общество с ограниченной ответственностью «Локус»

³ Научно-технический центр «Эталон»

⁴ Балтийский государственный технический университет «ВОЕНМЕХ» им. Д.Ф. Устинова
E-mail: Kotovshchikov.ilya@mail.ru

Актуальность задачи разработки методических подходов и методики неразрушающего контроля (НК) обусловлена особенностями технологии производства оребренных панелей и изделий из них, описанными в данной работе.[1] Исследуемые оребренные панели используются для изготовления систем с разделением воздушных и жидкостных потоков (рекуператоров), из чего следуют следующие основные выводы:

- 1) Особенности эксплуатации объекта контроля (ОК) не допускают наличие сквозных дефектов.
- 2) В процессе эксплуатации, ребра оребренных панелей подвержены неоднородной тангенциальной нагрузке.
- 3) Нагрузка на ребро оребренной панели может привести к излому таврового сварного соединения и сокращению срока службы изделия.

На сегодняшний день, контроль качества сварных соединений оребренных панелей проводится методом капиллярного контроля (проникающими веществами), и только после окончания изготовления теплообменного изделия. С помощью данного метода надёжно выявляются выходящие на поверхность сквозные дефекты с характеристическим размером от 0,1 мм, возникшие при ручной сварке. Данный метод обладает такими недостатками, как низкая производительность контроля, необходимость работы с токсичными веществами, невозможность выявления внутренних дефектов.

В основу разрабатываемой в данной работе методики НК заложен метод активной термографии. Выбранный метод отвечает конструктивным и технологическим особенностям изделия, и функционально превосходит используемые на сегодняшний день средства НК исследуемых оребренных панелей. [2-4]

Целью настоящего исследования является разработка методических подходов к контролю сварных соединений стальных оребренных панелей на наличие внутренних дефектов. Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:

1. Выявить особенности отображения дефектного сварного соединения на термограмме.
2. Выявить параметр, численно характеризующий наличие недопустимых дефектов на термограммах исследуемых сварных соединений.
3. Выявить корреляцию между прочностью исследуемых сварных соединений и их тепловым откликом на термограммах.
4. Разработать алгоритм НК сварных соединений стальных оребренных панелей методом активной термографии, учитывающий особенности ОК и его теплового отклика.

В ходе исследования были выявлены такие особенности отображения исследуемых сварных соединений на термограмме, как: краевой эффект, отражения посторонних объектов на металлической поверхности ОК, влияние поверхностных неоднородностей на тепловой отклик, неоднородность нагрева вдоль сварного шва.

На рисунке 1 показаны термографические снимки исследованных образцов, представляющих собой фрагменты оребренных панелей. Сварные швы 1.2.2 и 1.3.6 имеют неоднородный тепловой отклик, который может быть вызван наличием внутренних дефектов типа несплавления.

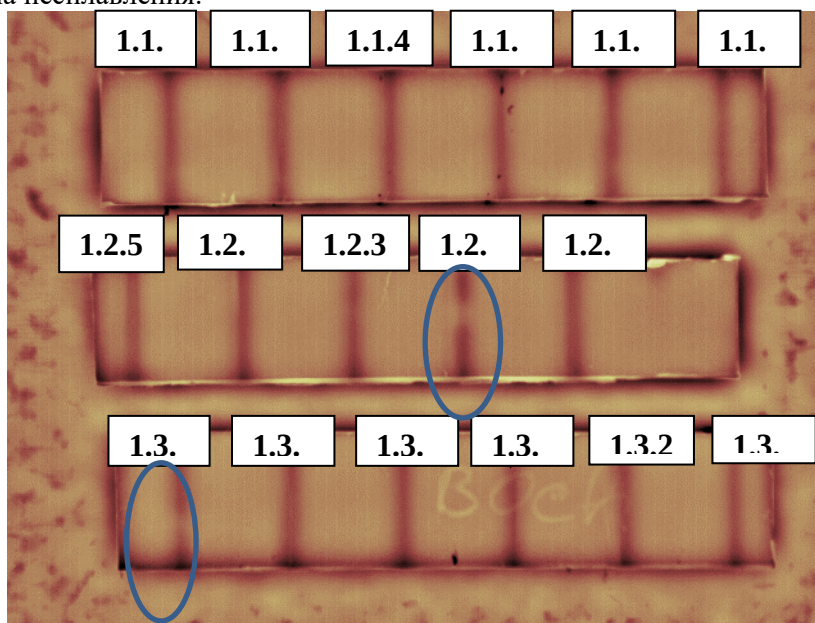


Рисунок 1 – Термограммы образцов-фрагментов 1.1-1.3. Эллипсами выделены сварные швы с неоднородностями, которые могут быть дефектами типа несплавления

Одной из ключевых эксплуатационных характеристик сварных швов оребренных панелей рекуператоров является предел прочности на излом. Оказывая давление на некачественно приваренную стенку, газ или жидкость может разрушить тавровое сварное соединение. Нагрузка, после которой происходит разрушение сварного соединения, соответствует максимальному допустимому напряжению изделия, называемому пределом прочности. Чем выше предел прочности на излом сварных швов исследуемых фрагментов,

характеризующий прочность оребренной панели, тем выше надёжность готового изделия и его срок службы.

Чтобы выявить корреляцию между прочностью исследованных сварных швов на излом и их тепловым откликом на термограммах, была проведена оценка прочности сварных швов разрушающим методом.[5, 6] Полученные значения предела прочности сварных швов на излом подтвердили пониженную прочность, и, как следствие, наличие внутренних дефектов в сварных швах 1.2.2, 1.3.6, и других.

Таким образом, неоднородность теплового отклика сварного шва оребренной панели несёт информацию о наличии внутренних дефектов типа несплавления, которые снижают прочность сварного соединения. Численным параметром, характеризующим наличие недопустимых дефектов на термограммах исследуемых сварных соединений, принят параметр «дельта», являющийся разницей между минимальной и максимальной яркостью сварного шва на термограмме. В работе показана корреляция между параметрами «дельта» и пределом прочности на излом исследованных сварных соединений.

Разработан алгоритм, который ляжет в основу методики НК оребренных панелей методом активной термографии. Разработанный алгоритм учитывает конструктивные и технологические особенности ОК, особенности теплового отклика ОК и технических аспектов аппаратной реализации средств НК рассмотренным методом.

Для завершения разработки методики необходимо определить браковочный уровень параметра «дельта», учитывающий все особенности ОК и допустимые значения предела прочности на излом сварных соединений. После разработки методики, следует этап её апробации на реальных изделиях.

Список литературы

1. Оребренная листовая панель и способ ее изготовления [Текст]: пат. 2279619 Рос. Федерация: МПК: F28F 3/02 (2006.01), B23K 101/18 (2006.01), B21D 53/04 (2006.01) / Виноградов Е. Д.; заявитель и патентообладатель ООО «Научно-производственное предприятие «ЭСТ». - N 2004132789/02; заявл. 10.11.2004; опубл. 10.07.2006, Бюл. N 19.
2. Овечкин Б.Б. Основы теплотехники. Перенос энергии и массы: учебное пособие./Б.Б. Овечкин. – Томск: Изд-во ТПУ, 2006. – 106 с.
3. Будадин О. Н., Вавилов В. П., Абрамова Е. В. Тепловой контроль. – М.: ИД Спектр, – 2011.
4. ГОСТ Р ИСО 18434-1-2013. Контроль состояния и диагностика машин. Термография. Часть 1. Общие методы.
5. ГОСТ Р 53690-2009. Аттестационные испытания сварщиков. Сварка плавлением. Часть 1. Стали.
6. РД 03-495-02 Технологический регламент проведения аттестации сварщиков и специалистов сварочного производства.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДОМ ТЕРМОДЕСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОСКОПИИ ОСОБЕННОСТЕЙ НАКОПЛЕНИЯ ВОДОРОДА В ЦИРКОНИЕВОМ СПЛАВЕ Э110 ПРИ ГАЗОФАЗНОМ ГИДРИРОВАНИИ

А. ЛОМЫГИН, В.Н. КУДИЯРОВ, Р.С. ЛАПТЕВ

Томский политехнический университет

E-mail: lomyginanton141@gmail.com

Проникновение и накопление водорода в металлах и сплавах приводит к изменению их физико-химических и эксплуатационных свойств [1] и может приводить к замедленному разрушению конструкционных материалов по причине водородного охрупчивания [2].

Наиболее простым и точным методом определения состояния и количества водорода в металлах является термодесорбционная спектроскопия (ТДС), при которой осуществляется непрерывное измерение потока десорбированного водорода при постоянном нагреве с заданной скоростью.

Для реализации метода ТДС используется автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller (GRC) LPB фирмы Advanced Materials Corporation. Для возможности проведения экспериментов по ТДС проведена модернизация комплекса квадрупольным масс-спектрометром RGA100 фирмы Stanford Research Systems непосредственно встроенным в вакуумную систему. В настоящей работе проведено исследование процессов сорбции и десорбции водорода циркониевым сплавом Э110 (Zr-1%Nb). Для исследования накопления водорода в циркониевом сплаве Э110 при газофазном гидрировании были подготовлены образцы размерами $20 \times 20 \times 0,7$ мм. Насыщение из газовой атмосферы по методу Сиверта осуществлялось при температурах 350-550 °C при давлении водорода в камере 0,66 атм. в течение 60 минут на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller LPB. Кривые сорбции водорода представлены на рисунке 1а. Скорости сорбции водорода циркониевого сплава Э110 при температурах 350 °C, 450 °C, 550 °C определялись по линейным участкам кривых сорбции и составили $0,5 \cdot 10^{-4}$ масс. %/с, $9,5 \cdot 10^{-4}$ масс. %/с и $23,1 \cdot 10^{-4}$ масс. %/с соответственно. Повышение температуры наводороживания на каждые 100 °C сопровождается увеличением скорости сорбции на один порядок.

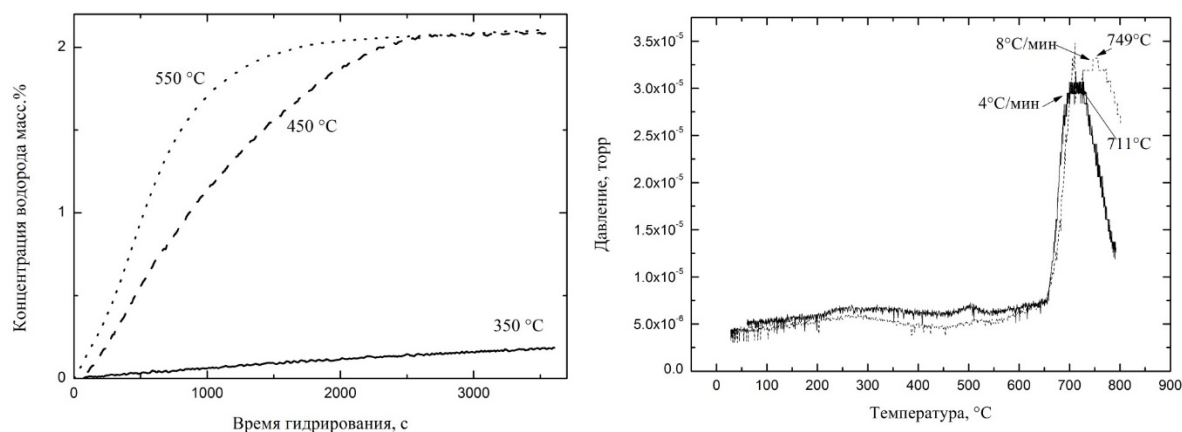


Рисунок 1 – Кривые сорбции водорода при различных температурах (а) и термостимулированной десорбции водорода после газофазного гидрирования до концентрации 0,15 масс.% (б) из циркониевого сплава Э110

Кривые термостимулированной десорбции водорода из образцов циркониевого сплава после гидрирования до концентрации 0,15 масс.% приведены на рисунке 1б.

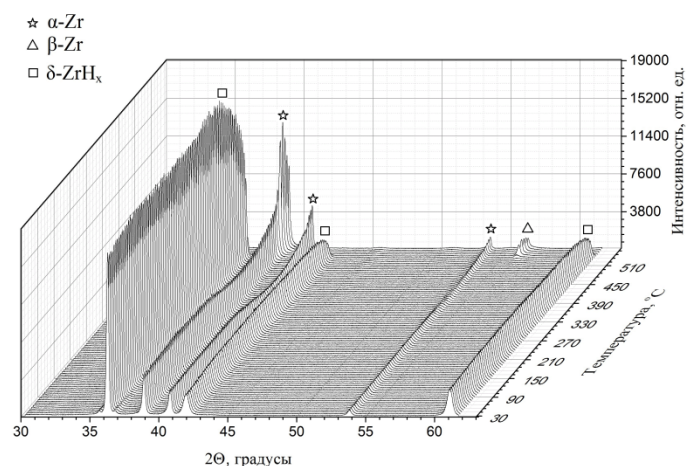


Рисунок 2 – Фазовые переходы в циркониевом сплаве Э110 с концентрацией водорода 0,15 масс.% при линейном нагреве

Используя данные РСА и диаграмму состояния Zr-H можно следующим образом интерпретировать полученные результаты. Как мы видим до насыщения α -фазы водородом наблюдается линейная зависимость скорости поглощения водорода от времени наводороживания. Насыщение происходит по линейному закону до зародышеобразования и роста зерен новой фазы, если оно термодинамически вероятно при данных экспериментальных условиях. «Изломы» на кривых сорбции обусловлены изменением скорости диффузии водорода в материале, за счет фазовых переходов. Так, при температуре насыщения 450 °C изменение скорости поглощения обусловлено переходом α - $\alpha+\delta$ (здесь часть водорода находится в твердом растворе, а избыток в виде гидридной фазы)- δ . При дальнейшем увеличении времени наводороживания скорость диффузии водорода существенно уменьшается. Эти результаты находятся в хорошем согласии с теорией, поскольку хорошо известно, что диффузия водорода в гидридной фазе на два порядка ниже, чем диффузия в α и β фазах циркония. Другая тенденция объясняется тем, что решетка гидроксида циркония, содержащая более 57 % (ат.) водорода, при таких температурах становится термодинамически неустойчивой и стремится к уменьшению в ней содержания водорода. При температуре 550 °C первый «перелом» наблюдается при концентрациях водорода $\sim 0,8$ масс.%, что соответствует фазовому переходу $\alpha+\delta$ в фазу β . Далее следует этап, при котором происходит насыщение β фазы водородом.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Государственного задания «Наука» в рамках научного проекта № FSWW-2020-0017.

Список литературы

1. Laptev R.S., Kudiiarov V.N., Bordulev Y.S., Mikhaylov A.A., Lider A.M. Gas-phase hydrogenation influence on defect behavior in titanium-based hydrogen-storage material //Progress in Natural Science: Materials International. – 2017. – Т. 27. – №. 1. – С. 105-111.
2. Kudiiarov V.N., Lider A.M., Harchenko S.Y. Hydrogen accumulation in technically pure titanium alloy at saturation from gas atmosphere //Advanced Materials Research. – Trans Tech Publications Ltd, 2014. – Т. 880. – С. 68-73.

КОРРЕКЦИЯ ПРОФИЛЕЙ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ИНТЕНСИВНОСТИ ЭЛЕМЕНТОВ С УЧЕТОМ НЕРАВНОМЕРНОСТИ РАСПЫЛЕНИЯ ОПТИЧЕСКОГО ЭМИССИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА ДЛЯ АНАЛИЗА МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ

А. ЛОМЫГИН¹, Р.С. ЛАПТЕВ¹, И.А. ШУЛЕПОВ^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: lomyginanton141@gmail.com

Тонкопленочный анализ методами профилирования глубины основан на эрозии поверхностей в результате бомбардировки частицами с различной энергией, причем вещество непрерывно удаляется в зависимости от времени бомбардировки. Одним из таких методов является оптическая эмиссионная спектроскопия тлеющего разряда (GD-OES) [1]. Существуют методологические проблемы также возникают в профилировании глубины из-за физических и инструментальных артефактов, которые сопровождают ионное распыление ультратонких и тонких мультислойных покрытий [1], [2].

Мультислойное покрытие (МП) CrN/ZrN осаждалось методом магнетронного распыления на подложку из нержавеющей стали 08X18H10T. Общая толщина полученного покрытия составила 17 ± 1 мкм. МП Zr/Nb осаждалась методом магнетронного распыления Zr (чистота 99,99%) и Nb (чистота 99,99%) мишеней на подложку монокристаллического Si (100). Общая толщина полученных покрытий составила $1 \pm 0,1$ мкм, толщина индивидуальных слоев 25 ± 2 нм.

В GD-OES есть несколько путей корректировки спектров, первый – непосредственно подбор режимов распыления, второй – корректировка профилей распределения интенсивностей свечения элементов путем математических аппроксимаций, когда подбирается аппроксимирующая зависимость искажения профиля, в данном случае, использовалась экспоненциальная зависимость:

$$y = (y_0 + Ae^{R_0x}) + Z. \quad (1)$$

Для количественного анализа покрытий использовалась оже-спектроскопия (ОЭС). Концентрации определялись методом элементной чувствительности. Спектры в форме $N(E)$ получены на модернизированном оже-спектрометре 09 – ИОС – 10 в ИФПМ СО РАН.

Профилирование по глубине для 25 ± 2 нм МП Zr/Nb изображено на рисунке 1.

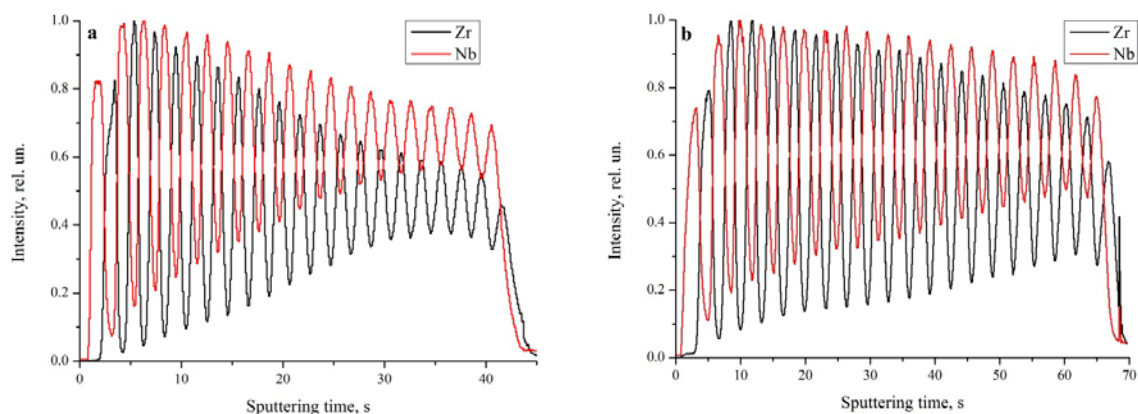


Рисунок 1 - Профили распределения элементов в МП Zr/Nb с толщиной индивидуальных слоев 25 ± 2 : а – исходный профиль, б – профиль после подбора режима распыления

Профилирование на рисунке 1, а и б производилось при следующих параметрах: мощность 20 и 40 Вт, давление 600 и 650 Па, частота импульсов 8 и 1 кГц, коэффициент

заполнения плазмы 50 и 25 %, соответственно. В результате качественного анализа химического состава покрытий, распределения слоев был получен исходный профиль распределения элементов в покрытии CrN/ZrN, изображенный на рисунке 2а. Как видно из рисунка 2а, интенсивности свечения элементов снижаются при приближении к подложке, что связано с различными физическими и инструментальными артефактами, одним из которых является «эффект кратера» [2]. Скорректированный профиль распределения изображен на рисунке 2б.

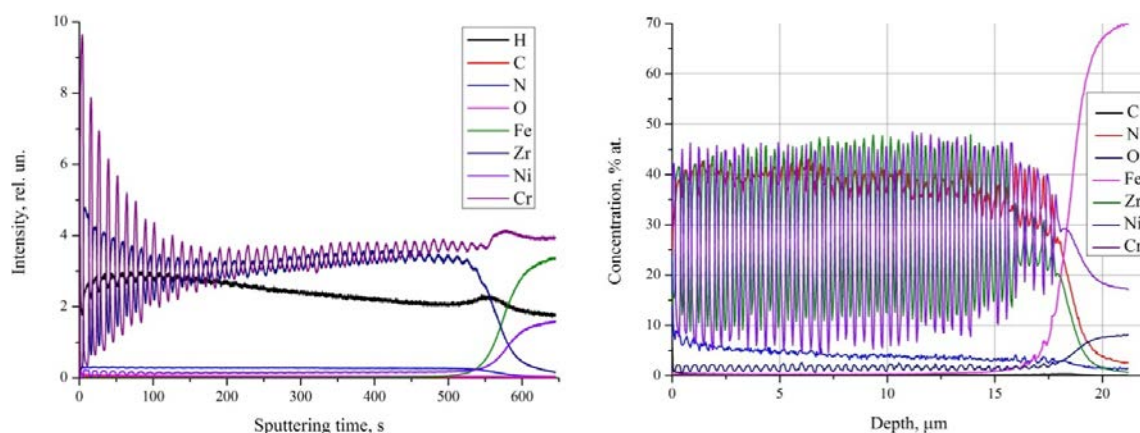


Рисунок 2 - Профили распределения элементов в МП CrN/ZrN: а – исходный профиль, б – скорректированный профиль

Как видно из рисунка 2б, интенсивности свечения каждого слоя одинаковые, что говорит об устранении влияния на профиль распределения элементов некоторых физических и инструментальных артефактов.

В результате данной работы была показана возможность устранения влияния на профиль распределения элементов некоторых физических и инструментальных артефактов путем двух разных корректировок, исходный спектр был скорректирован с помощью подбора режимов распыления и использования радиочастотного источника, следующий метод заключался в использовании экспоненциальной аппроксимации кривых свечения элементов исходного спектра.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Государственного задания «Наука» в рамках научного проекта № FSWW-2020-0017.

Список литературы

1. V. Hoffmann, R. Dorka, L. Wilken, V. D. Hodoroba, and K. Wetzig, "Present possibilities of thin-layer analysis by GDOES," *Surf. Interface Anal.*, 2003, doi: 10.1002/sia.1575.
2. A. B. Tolstoguzov, "Multilayer thin-film coatings based on chromium nitride and aluminum nitride: Comparative depth profiling by secondary ion mass spectrometry and glow-discharge optical emission spectrometry," *J. Anal. Chem.*, 2010, doi: 10.1134/S1061934810130101.

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОИНТЕНСИВНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА УСТАЛОСТНУЮ ДОЛГОВЕЧНОСТЬ, МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРУ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6

А.В. НАСОНОВСКАЯ¹, Ю.И. ПОЧИВАЛОВ^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Е-mail: avn35@tpu.ru

Актуальной задачей в машиностроении является расширение возможностей управления механическими свойствами материалов путем применения специальных обработок, которые воздействуют на их структуру.

Воздействия на структуру материалов могут состоять из традиционных методов обработки в комплексе с различными вибрационными и высокоэнергетическими воздействиями, а также они могут включать в себя новые методы интенсивной пластической деформации. В настоящее время практическое применение нашли способы обработки с использованием ультразвуковых преобразователей большой мощности конструкционных металлических материалов. Ультразвуковая ударная обработка оказывает существенное влияние на структурно-фазовые превращения в поверхностном слое, что приводит к повышению служебных характеристик материалов [1-3].

В настоящей работе проведено исследование влияния ультразвуковой ударной обработки (УУО) и ультразвуковой ударной обработки в сочетании с электропластической деформацией (УУО+ЭПД), на структуру, механические и усталостные характеристики титанового сплава ВТ6.

Для исследования использовали сплав ВТ6 в состоянии поставки в виде проката толщиной 1,5 мм и последующего отжига при 8000С в течении 15 минут. Микроструктура образцов после обработки УУО и УУО+ЭПД и последующего травления после травления представлена на рисунке 1.

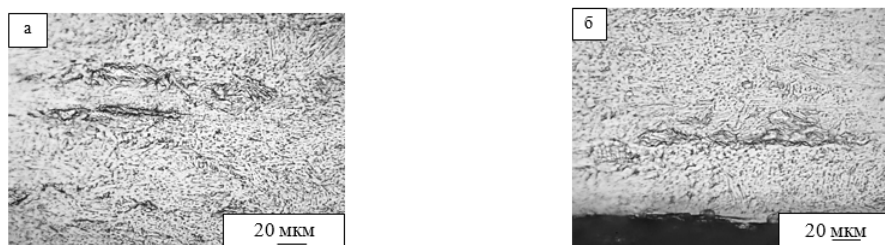


Рисунок 1 - Оптические фотографии поверхности образца:
а) после УУО б) после УУО+ЭПД

Как видно из рисунков после обработки УУО и УУО+ЭПД структура сплава в объеме материала не меняется, она остаётся типичной для прокатанного $\alpha+\beta$ титанового сплава ВТ6 и представляет собой смесь α -фазы в превращенном β -зерне. У обработанной поверхности сплава выявляется тонкая слабо травящаяся зона, толщиной несколько микрометров. Ее образование связано с формированием в поверхностном слое высоко неравновесных структур с высокой плотностью дефектов.

Исследование микротвёрдости были проведены у поверхности исходного образца титанового сплава ВТ6, образца с УУО и образца титанового сплава ВТ6 с УУО+ЭПД. Результаты представлены в таблице 1.

Микротвёрдость образцов измеряли на приборе ПМТ-3 с нагрузкой на пирамидку Виккерса 50 г.

Таблица 1 – Значение микротвёрдости

Режим обработки	H_{μ}^{50} , МПа
Исходный образец	1756
Образец с УУО	2643
Образец с УУО+ЭПД	3545

Исследование микротвердости образцов ВТ6 показало, что микротвердость образца с УУО+ ЭПД значительно больше чем, микротвёрдость исходного образца и образца с УУО. Возможно, это связано с формированием неравновесных структур в поверхностном слое.

Для понимания причин наблюдаемых эффектов, необходимо дальнейшее исследование, в частности, структурные исследования – растровая электронная микроскопия, а также требуется ещё провести испытания на усталостную долговечность и статистическое растяжение.

Список литературы

1. Ильин А.А., Колячёв Б.А., Польшин И.С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. – М.: ВИЛС –МАТИ, 2009. С. 520
2. Лясоцкая В.С. Термическая обработка сварных соединений титановых сплавов, под ред. Б.А. Колачева. М.: Экомет, 2003. С. 352.
3. Панин В.Е., Панин С.В., Почивалов Ю.И., Смирнова А.С., Еремин А.В. Структурно-масштабные уровни пластической деформации и разрушения сварных соединений высокопрочных титановых сплавов // Физическая мезомеханика. 2018. Т.21, №4. С. 33–44.

АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ МАТЕРИАЛОВ И ТОЛЩИНЫ АНТИФРИКЦИОННОЙ ПРОСЛОЙКИ НА КОНТАКТНОЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ЭЛЕМЕНТОВ СФЕРИЧЕСКИХ ОПОРНЫХ ЧАСТЕЙ

А.П. ПАНЬКОВА¹, А.А. АДАМОВ², А.А. КАМЕНСКИХ¹

¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет

²Институт механики сплошных сред УрО РАН

E-mail: anastasia_pankova@mail.ru

Мостовые сооружения являются ответственными узлами транспортно-логистических систем. Многие современные инженерные и научные разработки направлены на оптимизацию и рационализацию конструктивных элементов опорных частей мостов. В исследовании реализованы две актуальные задачи мостостроения связанные с рационализацией работы элементов сферических опорных частей: исследование влияния материалов слоя скольжения и толщины антифрикционной прослойки на деформационное поведение конструкции опорных частей мостов.

Рассмотрено деформационное поведение модели сферической опорной части Л-100 производства ООО «АльфаТех» (г. Пермь, Россия) при номинальной нагрузке 1000 кН.

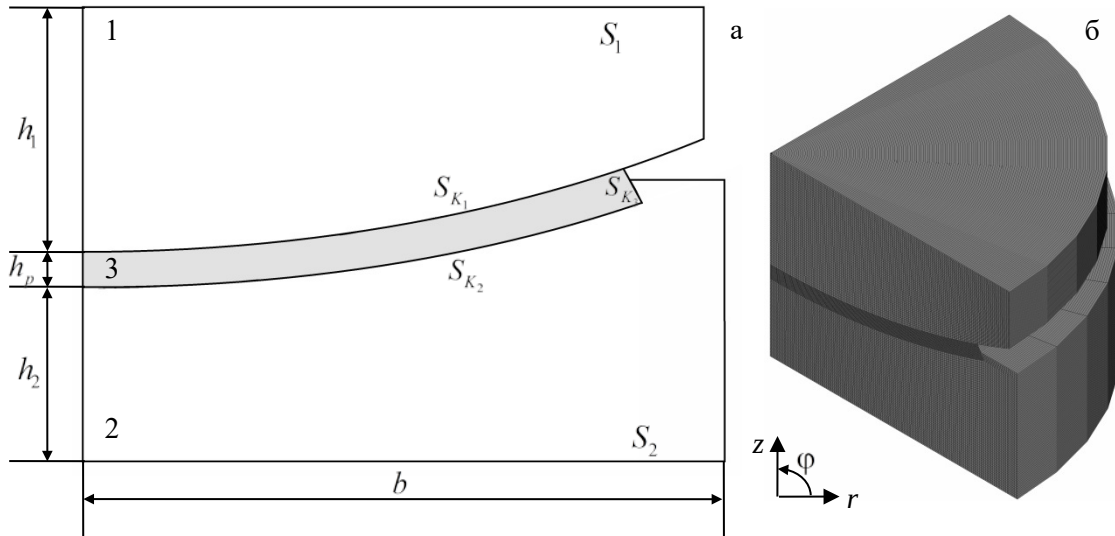


Рисунок 1 – Сферическая опорная часть:
а) расчетная схема; б) конечно-элементная модель

Модель состоит из стальных плит 1-2 и упругопластической полимерной прослойки 3. В рамках работы рассмотрено влияние толщины антифрикционной прослойки $h_p = 4 \div 8$ мм на деформационное поведение конструкции. Математическая постановка задачи приведена в [1], моделирование выполнено с учетом физико-механических свойств материалов, полученных экспериментально [2]. В качестве материалов слоя скольжения рассмотрено 6 полимеров: сверхвысокомолекулярный полиэтилен (СВМПЭ) наполненный углеродом (мат. 1); СВМПЭ производства России (мат. 2); СВМПЭ производства Германии (мат. 3); антифрикционный композиционный материал на основе фторопласта с дендритными и сферическими бронзовыми включениями, и дисульфидом молибдена (мат. 4 и 5 соответственно); модифицированный фторопласт (мат. 6).

Наибольший интерес представляют параметры контакта на поверхности S_{K_1} , по которой возможен поворот сферического сегмента опорной части. Рассмотрим распределение параметров контакта при стандартной толщине прослойки (4 мм) на S_{K_1} , рисунок 2, а также изменение максимального уровня нормальных перемещений относительно свободного торца антифрикционной прослойки при увеличении ее толщины, рисунок 3.

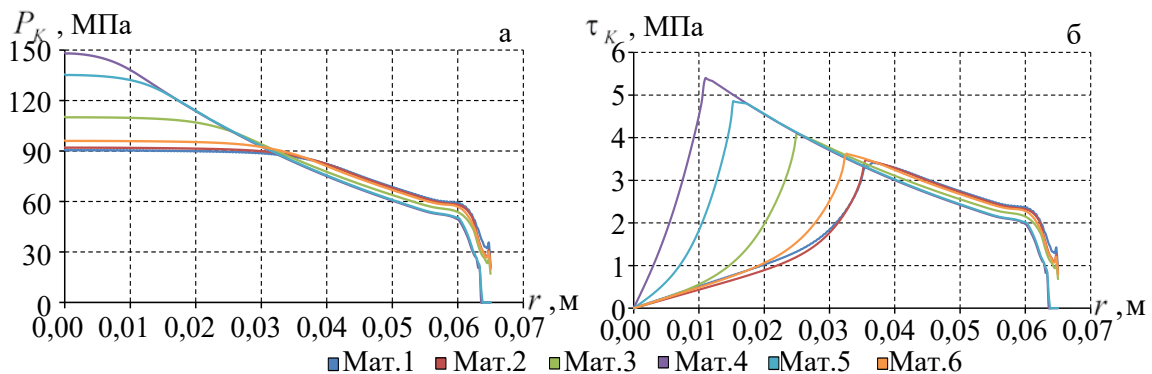


Рисунок 2 – Контактное давление (а) и контактное касательное напряжение (б) на S_{K_1}

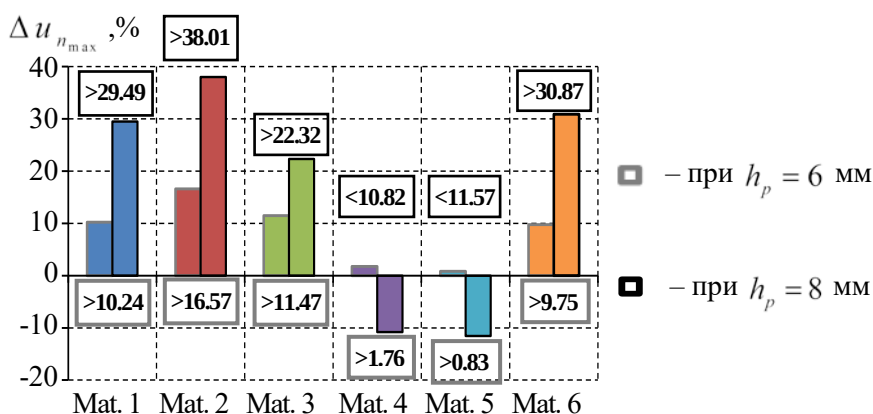


Рисунок 3 – Изменение максимальных перемещений торца прослойки по нормали относительно перемещений при толщине $h_p = 4$ мм на S_{K_3}

В рамках анализа результатов серии численных экспериментов установлено:

- на основных поверхностях контакта наименьший уровень максимальных контактных параметров наблюдается в прослойках из материалов 1, 3, 6 и достигает около 90 МПа, в прослойках из других рассматриваемых материалов максимальный уровень контактного давления больше в среднем в 1,4 раза при толщине 4 мм;
- у прослоек из композиционных материалов наблюдается отлипание контактных поверхностей на 4-5 % от всей поверхности контакта при толщине прослойки 4 мм;
- наименьшая осадка сферической опорной части наблюдаются у опорных частей с антифрикционными прослойками из материалов 1, 2, 3, 6;
- при увеличении толщины антифрикционной прослойки не наблюдается раскрытие контакта вблизи края слоя скольжения при всех вариантах антифрикционных материалов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-79-00147).

Список литературы

1. Kamenskih A.A., Trufanov N.A. Regularities Interaction of Elements Contact Spherical Unit with the Antifrictional Polymeric Interlayer // Friction and Wear. – 2015. – Vol. 36, № 2. – Pp. 170-176.
2. Адамов А.А., Каменских А.А., Носов Ю.О. Математическое моделирование поведения современных антифрикционных полимеров // Прикладная математика и вопросы управления. – 2019. – № 4. – С. 43-56.

ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ЛАЗЕРНОЙ СВАРКИ ДЛЯ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ ПРОМЫШЛЕННОЙ СТАЛИ X80

О.Е. ПЕТРЕНКО¹, А.И., ГОРДИЕНКО²

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: oe4@tpu.ru

Низкоуглеродистые малолегированные стали с высокой прочностью и низкотемпературной вязкостью разрабатываются давно и широко используются в разнообразных сферах, таких как кораблестроение, строительство зданий и морских сооружений. Одна из основных сфер применения низкоуглеродистых сталей – в качестве материала для трубопроводов. В связи с растущими требованиями производителя, повышаются требования к качеству и свойствам сталей. Для достижения необходимого

комплекса свойств используют не только изменение химического состава, но и совершенствование обработок сталей.

Но не менее важным вопросом при постройке трубопроводов является получение качественных сварных швов. Среди многочисленных способов реализации сварочного процесса использование высококонцентрированных потоков энергии лазерного излучения в настоящее время является одним из перспективных направлений развития технологий получения неразъемных соединений.

В связи с этим, цель работы – изучить микроструктуру промышленной трубной стали категории прочности X80 после термомеханической обработки, а также особенности формирования структур в зоне сварного соединения стали X80 под воздействием лазерной сварки и оценить механические свойства полученных сварных соединений.

Для исследования была использована низкоуглеродистая сталь категории прочности X80, образцы которой были поставлены после контролируемой продольной прокатки с окончанием прокатки в $(\gamma+\alpha)$ – области и последующим ускоренным охлаждением.

Таблица 1 – Состав стали категории прочности X80

Элемент	C	Mn	Si	Cr	Ni	V
Масс. доля, %	0,055	1,59	0,073	0,025	0,187	0,005
Элемент	Ti	Nb	Cu	S	P	N
Масс. доля, %	0,019	0,047	0,12	0,0043	0,0062	0,003

Структуру образцов исследовали методами оптической (ОМ) (рисунок 1) и растровой (SEM) микроскопии с помощью микроскопов Zeiss Axiovert 25 и Philips SEM 515, системы с электронным и сфокусированным ионным пучками Quanta 200 3D с приставкой NORDLYS Oxford Instruments HKL Technology для автоматического анализа дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD), а также просвечивающей электронной микроскопии (ТЕМ) на микроскопе HT-7700.

Для изучения механических характеристик проводили измерения микротвердости на приборе ПМТ-3 с нагрузкой на пирамидку Виккерса 100 г, испытания на статическое растяжение на установке типа Поляни и ударные испытания на изгиб образцов с V-образным надрезом проводили на маятниковом копре INSTRON MPX 450 в диапазоне температур испытания $T_{исп}$ от +20 °С до –70 °С.

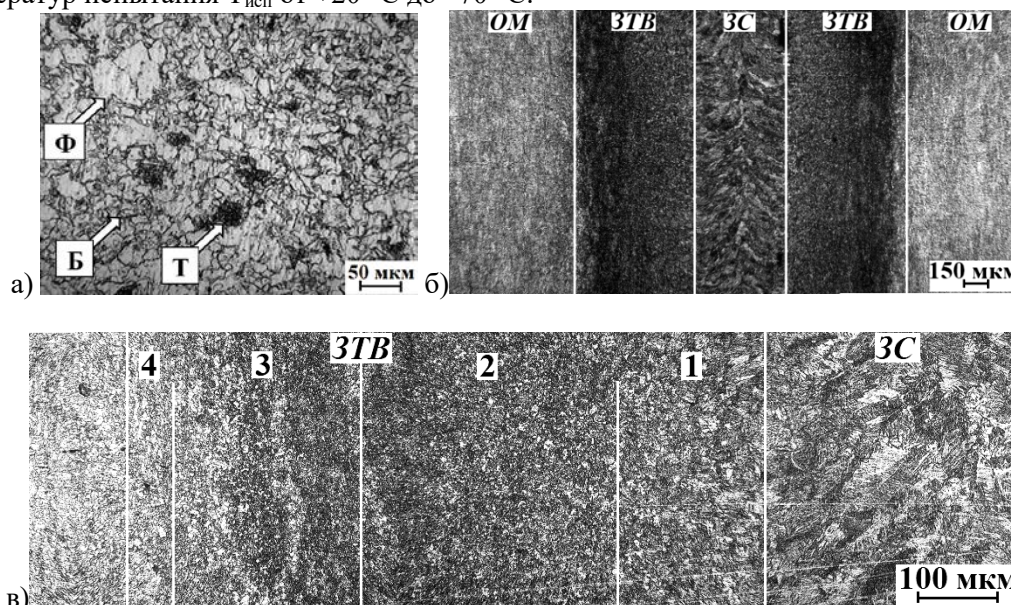


Рисунок 1 - Микроструктура стали X80: а) после контролируемой прокатки; б) сварного шва после лазерной сварки; в) зон термического влияния

По полученным результатам механических испытаний, можно сделать вывод, что полученные структуры позволяют достичь высоких прочностных характеристик и показателей ударной вязкости разрушения при различных температурах (таблица 2). Хотя и наблюдается разница в значениях ударной вязкости примерно в 2 раза.

Таблица 2 – Механические характеристики стали Х80

Сталь Х80	σ_{02} , МПа	σ_B , МПа	ϵ , %	KCV (+20 °C), Дж/см ²	KCV (-40 °C), Дж/см ²	KCV (-70 °C), Дж/см ²
После ТМО	550	680	18	400	382	310
После лазерной сварки	550	670	16,5	180	175	170

Список литературы

1. Счастливцев В. М., Табатчикова Т. И., Яковлева И. Л., Егорова Л. Ю., Гervasьева И. В., Круглова А. А., Хлусова Е. И., Орлов В. В. Влияние термомеханической обработки на хладостойкость низкоуглеродистой низколегированной свариваемой стали // Физика металлов и металловедение. – 2010. – Т. 109. – № 3. – С. 314–325.
2. Шамов Е. М. Технология и оборудование многослойной лазерной сварки неповоротных стыков труб большого диаметра для магистральных трубопроводов: дис. ... канд. техн. наук. – Москва. 2019 – 169 с.
3. Степанов П. П. Оптимизация структуры и свойств сварного соединения толстостенных газопроводных труб класса прочности Х70 для подводных трубопроводов: автореф. дис. ... канд. техн. наук – Москва, 2011. – 24 с.

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ПО РАЗЛИЧНЫМ РЕЖИМАМ НА ПАРАМЕТРЫ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ

М.В. ПИМОНОВ¹, А.А. КРЕЧЕТОВ¹

¹ФГБОУ ВО «Кузбасский государственный технический университет
имени Т. Ф. Горбачева»

e-mail: pimonovmv@kuzstu.ru

Важнейшими задачами современного машиностроения является повышение надежности деталей машин и снижение трудоёмкости их изготовления. Надёжность деталей машин во много определяется показателями физико-механических свойств поверхностного слоя, которые зависят от структурно-фазового и напряжённо-деформированного состояния.

В настоящее время сокращение трудоёмкости осуществляется за счёт интенсификации процесса резания или совмещения нескольких переходов обработки за счёт применения обрабатывающего инструмента сложного профиля. Однако при интенсификации режимов или совмещении переходов рассматриваются лишь показатели точности поверхности обработанной детали, без анализа физико-механических свойств. Большинство существующих подходов не позволяют судить о дальнейших изменениях показателей качества, физико-механического и структурно-фазового состояния поверхностного слоя.

Актуальным становится вопрос выявления взаимосвязи параметров структурно-фазового состояния поверхностного слоя деталей машин с параметрами напряжённо-деформированного состояния при механической обработке, для разработки методики оценки состояния поверхностного слоя в процессах обработки и эксплуатации. Для решения поставленной задачи выполнен ряд исследований, включающий моделирование и

расчёт напряжённо-деформированного состояния в очаге деформации при резании и экспериментальное резание. Режим №1 соответствует черновому, №2 получистовому, №3 чистовому точению. Сочетание режима №1, №2 и №3 имитирует реальные технологические процессы, а именно последовательную обработку изделия по режимам чернового, получистового (режим №4) или режимам чернового, получистового чистового точения (режим №5).

Проведенные исследования структурно-фазового состояния стали 40Х методом ПЭМ показали, что морфологическими составляющими независимо от режима механической обработки являются пластинчатый перлит (бездефектный, дефектный, разрушенный и фрагментированный) и феррит (фрагментированный и нефрагментированный), объемные доли морфологических составляющих зависят от режима механической обработки.

Любой режим механической обработки приводит к увеличению всех количественных параметров дефектной структуры, причем режим №4 «черновая→получистовая» обработка приводит только к пластическому изгибу-кручению кристаллической решетки, все остальные режимы – к упруго-пластическому, при этом упругая составляющая изгиба-кручения после «черновой» (режим №1) механической обработки присутствует как в пластинчатом перлите, так и феррите, после остальных режимов (режим №2, №3, №5) – только в пластинчатом перлите.

Величина амплитуды упругой составляющей ($\chi_{упр}$) изгиба-кручения кристаллической решетки α -фазы во всех морфологических составляющих существенно меньше пластической ($\chi_{пл}$) и, тем не менее, вызывает большие локальные внутренние напряжения, когда $\sigma_d < \sigma_0$ в образцах обработанных по режимам №1 и №5. Большие локальные напряжения могут привести к появлению микротрещин, причем в образцах, обработанных по режиму №1 как в пластинчатом перлите, так и в феррите, а для режима №5 – только в пластинчатом перлите.

Результаты неразрушающего контроля показали сходные результаты с показателями структурно-фазового состояния просвечивающей электронной микроскопией. Установлено что любая механическая обработка приводит к увеличению амплитуды и времени задержки акустического сигнала.

Наибольшее влияние на время задержки акустического сигнала оказывает интенсивность деформации вносимое силами резания. Максимальное значение время задержки в образцах достигает при черновом режиме обработки (режим №1). Режимы обработки №2 и №4 имеют близкие значения времени задержки так как сила резания на проход обработки одинакова. Режим обработки №5 (черновое – получистовое – чистовое) значительно отличается от режима №3 представляющего только чистовой режим обработки, что может объясняться накоплением деформаций поверхностным слоем в ходе последовательной обработки.

Амплитуда акустического сигнала имеет несколько другой характер изменения. Несмотря на то, что обработка так же увеличивает значение данного показателя. Максимальное значение достигается при режиме обработки №2 (получистовая). Для последовательной обработки данная величина показывает постепенное уменьшение с увеличением толщины срезаемого слоя, что может быть связано с явлением накопления деформаций в поверхностном слое.

Как и в случае спектрально-акустического контроля, интенсивность магнитного шума при любых режимах обработки возрастает. В целом данный параметр не показывает резких изменений в зависимости от толщины срезаемого слоя. Значительно отличается значение интенсивности магнитного шума для режима обработки №4, что соотносится с увеличением для данного режима обработки скалярной и избыточной плотности дислокаций, а также величины внутренних напряжений сдвига σ_d в перлите.

Данная зависимость хорошо объясняется принципом работы прибора, основанном на эффекте Баркгаузена, который заключается в изменение намагниченности

ферромагнитного веществ при внешнем воздействии, при котором происходит перестройка доменной структуры материала вызванная наличием различного рода неоднородностей, таких как, инородные включения, дислокации, остаточные механические напряжения.

РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ И МЕХАНИЗМЫ ЛОКАЛЬНОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ ПРИ ТРЕНИИ И ИЗНОСЕ ВЫСОКОПРОЧНЫХ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ КЕРАМИК НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

Т.С.ПИРОЖКОВА, А.О. ЖИГАЧЕВ, В.В. КОРЕНКОВ, А.И. ТЮРИН

ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»

E-mail: t-s-pir@ya.ru

Инженерная керамика на основе диоксида циркония в последнее время привлекает к себе все большее внимание. Это обусловлено уникальным комплексом ее свойств, причем при эксплуатации такой керамики прочностные и трибологические характеристики выходят на первый план. Результат трения и износа, как правило, виден на макроуровне, в то время как взаимодействие сопрягающихся поверхностей происходит в субмикро- и наномасштабе через множественные локальные кратковременные контакты. Они возникают между микровыступами вследствие наличия шероховатости поверхностей с типичными размерами от единиц нм до единиц мкм. Для более детального описания этих явлений целесообразно физически смоделировать процессы, протекающие при сухом трении, в масштабах единичных микро-/наноконтактов, а в дальнейшем – охарактеризовать деформационные процессы, происходящие в локально нагруженных субмикрообъемах, в максимально контролируемых условиях.

Методика, которая позволяет это сделать, уходит своими корнями в технику наноиндентирования [1, 2] и заключается в измерении локальной деформации с нанометровым разрешением, возникающей под действием заданных протоколом испытания нормальных и латеральных сил, приложенных к поверхности испытуемого материала. Такой способ позволяет создавать полностью определенные условия в динамическом нано-/микро- контакте и исследовать механическое поведение материалов в наномасштабной шкале [1-3].

Непрерывная регистрация таких параметров как нормальная и латеральная нагрузка, а также нормальное и латеральное смещение, позволяет оценить поведение материала в условиях зависимости от смещения индентора по поверхности исследуемого образца.

При изменении нормальной нагрузки прикладываемой к индентору, заметны изменения в коэффициенте трения для пар трения (рис. 1. а). Коэффициент трения характеризуется резким падением, а затем незначительным возрастанием и имеет некоторый минимум, соответствующий достижению некоторого критического значения нормальной силы $F_{Nкр}$, которое зависит от типа исследуемого материала. Области докритической нагрузки соответствует упругое взаимодействие, что было подтверждено чисто упругими зависимостями нагрузки от глубины внедрения контртела $P = f(h)$ при перестроении кривых получаемых при трении в стандартные $P-h$ диаграммы (см. врезки на Рис.1а), отсутствием трека при сканировании поверхности с помощью атомносилового и электронного микроскопов, а также отсутствием следов фазовых переходов в области контакта исследуемой с помощью комплекса микрорамановской спектроскопии.

Разложение коэффициента трения получаемого в экспериментах согласно формулам, где процессы трения рассматриваются (Ф. Боуденом, Д. Тейбором, Б.В. Дерягиным) как взаимодействие неровностей поверхностей контактирующих тел, которое происходит всегда дискретно в отдельных пятнах локальных контактов и складывается из механической и молекулярной составляющих, приводит к тому, что суммарная величина силы трения F_f (численно равная измеряемой латеральной

составляющей действующих сил при трении F_L) складывается из молекулярной и деформационной компонент (F_m и F_d), по-разному зависящих от нормальной нагрузки, и определяется выражением вида $F_{fr} = F_m + F_d = \sum_1^{n_i} \Delta F_m + \sum_1^{n_i} \Delta F_d$ (1).

Согласно классическому подходу к трибологии и выражению 1 коэффициент трения содержит в себе молекулярную и деформационную компоненты. Отношение вклада в коэффициент трения зависит от множества факторов, таких как топология поверхности, природа контактирующих тел и др.

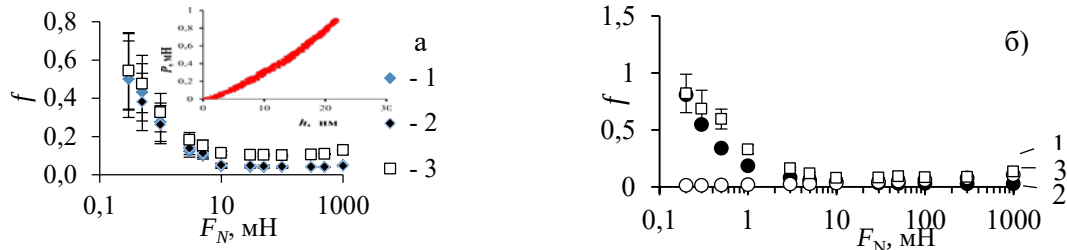


Рисунок 1 – Зависимость коэффициента трения f керамики на основе ZrO_2 от нормальной нагрузки F_N (а) ZrO_2 с различной концентрацией Nb_2O_5 1 – 0%, 2 – 1,5 %, 3 – 5%, (б) ZrO_2 с концентрацией CaO 6,5 % 1 – значения, получаемые в эксперименте; 2 – f_{ad} адгезионная составляющая коэффициента трения; 3 – f_{def} деформационная составляющая коэффициента трения

На рисунке 1б видно, что в процессе трения на наноуровне адгезионная составляющая коэффициента трения является доминирующей f_{mol} для полученных данных коэффициента трения в паре трения TZP керамика–TZP керамика. Деформационная составляющая практически не играет роль при малых нормальных нагрузках и играет значительную роль при больших нагрузках. При 1000 мН вклад деформационной компоненты составляет порядка 80%, в то время как вклад адгезионной составляющей падает с практически 100% при 0,2 мН до 20% при 1000 мН.

Исследования трения и износа в макрошкале моделировали латеральным движением острого индентора (индентор Берковича) под действием относительно больших нагрузок (до 1 Н). Это позволяло создавать достаточно большую зону деформации, в которой дополнительно к наблюдаемому характерному треку от движущегося контртела начинают наблюдаться процессы трещинообразования и разрушения.

При этом при нагрузках до 0,2 Н были выявлены отдельные трещины, а увеличение нагрузок ($F_N \geq 0,5$ Н) приводит к значительному трещинообразованию и выкрашиванию отдельных зерен исследованных керамик. Еще большее увеличение нагрузки приводит к увеличению трещинообразования и при $F_N \geq 1$ Н наблюдается микроэрозия поверхности с выкрашиванием мелкодисперсных частиц в виде отдельных зерен или их срастаний и образованием продуктов износа. Такое поведение материала может быть обусловлено зарождением, перемещением и дальнейшим слиянием точечных дефектов (например, вакансий), разрушением межзеренных границ, а также фазовыми переходами в зоне контакта, что было выявлено методами микрорамановской спектроскопии.

Таким образом, на основании проведенных исследований можно четко выделить типы механизмов и условия при которых те или иные механизмы преобладают при трении и износе.

Работа выполнена при поддержке РФФИ № 18-29-17047 (проведение исследований локальных физико-механических свойств в микро- и наношкале), 19-03-00634 (разработка и получение новых наноструктурированных керамик на основе диоксида циркония).

Список литературы

1. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Воробьев М.О. Локальные физико-механические свойства материалов для проведения калибровки наноиндентометров // Измерительная техника. – 2016. – № 9. – С. 7-10.

2. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Васюков В.М. Физико-механические свойства и микромеханизмы локального деформирования материалов с различной зависимостью твердости от глубины отпечатка // ФТТ. – 2017. – Т. 59. – № 9. – С. 1778 – 1786.
3. Burlakova V.E., Belikova M.A., Tyurin A.I., Pirozhkova T.S., Drozan E.G., Novikova A.A., Sadyrin E.V. Mechanical properties and size effects of self-organized film // Journal of Tribology. – 2019. – P. 141. – No 5. – P. 051601.

МОДЕЛИРОВАНИЕ МЕТОДОМ КОНЕЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ДЕФОРМАЦИИ ЭТАЛОННЫХ ОБЪЕКТОВ ДЛЯ ЦИФРОВОЙ ШИРОГРАФИИ

П.Е. РАСПОПИН¹, М.В. БУРКОВ^{1,2}

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: per2@tpu.ru

В связи с развитием компьютерных технологий, появилась возможность проводить моделирование различных процессов, исключением не стали и процессы неразрушающего контроля. При неразрушающем контроле компьютерное моделирование является удобным инструментом, обеспечивающим глубокое понимание различных методов контроля и наглядную иллюстрацию происходящих процессов, возможность проведения комплексного исследования [1]. Использование компьютерного моделирования позволяет изучать процессы, происходящие при неразрушающем контроле, что позволит подобрать оптимальные параметры для проведения контроля [2]. Другой путь развития цифровой ширографии на основе компьютерного моделирования — это разработка ПО для автоматического обнаружения дефектов. В ходе работы разрабатывалась конечно – элементная модель эталонного образца для цифровой ширографии для детального изучения полей деформации, рисунок 1.

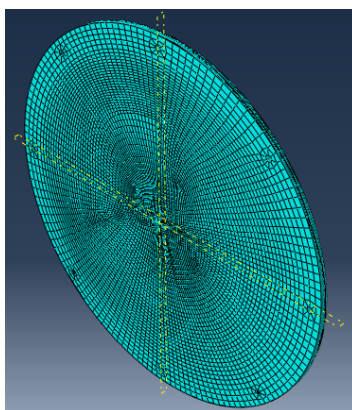


Рисунок 1 – Конечно – элементная модель эталонного образца для цифровой ширографии

Для проведения исследований по изучению полей деформации необходимо было провести количественный анализ по определению значений величин внеплоскостных деформаций. Для этого произведено моделирование процесса приложения механической нагрузки к центру эталонного объекта путем поворота микрометра с шагом 5 мкм. Диапазон нагрузки составил 5-30 мкм. Отображение внеплоскостных деформаций на конечно – элементной модели представлено на рисунке 2.

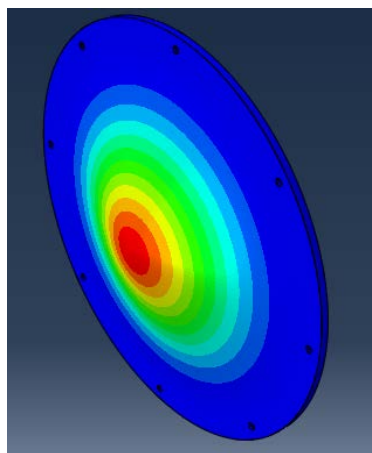


Рисунок 2 – Отображение внеплоскостных деформаций на конечно – элементной модели

Далее производилось моделирование процесса для каждого смещения микрометра, и были получены данные, которые представляют собой значения величины внеплоскостных деформаций. Пример полученных результатов представлен на рисунке 3.

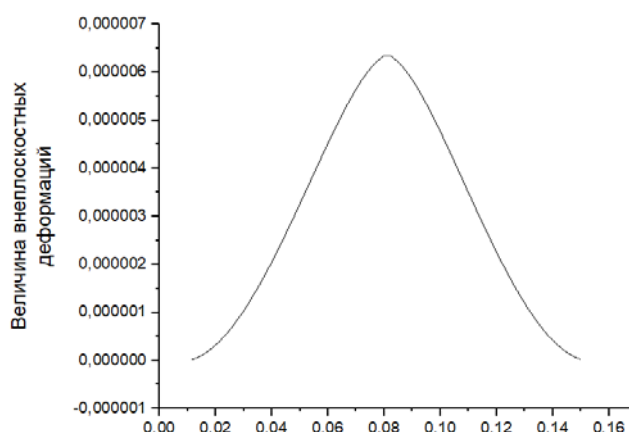


Рисунок 3 – График величины внеплоскостной деформации полученных с помощью FEM

Таким образом, было проведено детальное изучения полей деформации, также в ходе проведения количественного анализа установлено, что внесённые параметры нагружения сопоставимы с полученными значениями внеплоскостных деформаций. Данное исследование показывает, что применение с помощью конечно – элементного моделирования возможно изучения процессов цифровой широкографии, возможно изучения параметров нагружения необходимых для проведения цифровой широкографии, а также полученные данные могут лечь в основу разработки по автоматизированному поиску дефектов.

Список литературы

1. D. Akbari, N. Soltani and M. Farahani, “Numerical and experimental investigation of defect detection in polymer materials by means of digital shearography with thermal loading”, Proc IMechE Part B: J Engineering Manufacture 227(3), 430-442 (2012).
2. X. Chen, M. Khaleghi, I. Dobrev, W. Tie, and C. Furlong, “Structural Health Monitoring by Laser Shearography: Experimental and Numerical Investigations”, Experimental and Applied Mechanics DOI 10.1007/978-3-319-06989-0_20, 148-155 (2015).

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УДАРНОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ТИТАНОВОГО ЦИЛИНДРА

Е.А. РУДЕНЯ, И. В. ИВАНОВ

Новосибирский государственный технический университет

E-mail: katya.rudenia@mail.ru

Известно, что механизмы протекания высокоскоростной и квазистатической пластической деформации значительно различаются. Изучение процесса формирования структур титана и его сплавов при воздействии высокоскоростной деформации имеет важное значение как для технологических процессов, так и для развития теории пластической деформации. Накопление экспериментальных результатов позволит установить общие закономерности и механизмы деформирования, что особенно важно при проектировании ответственных конструкций в различных областях, например, в космической промышленности и авиастроении [1].

Целью исследования являлось изучение воздействия высокоскоростной пластической деформации на структуру и механические свойства титанового цилиндра.

Исходным образцом являлся титановый цилиндр марки *Grade1* (аналог ВТ1-0) с размерами 80×10 мм. Предварительная термообработка – отжиг при 620° С в течение 1 часа. Тест Тейлора проводили с использованием пороховой пушки, скорость удара определялась с использованием высокоскоростной камеры и составила 234 м/с.

На рисунке 1 показаны результаты математического моделирования, которое проводилось в среде *Ansys Autodyn*. Видно, что эффективная пластическая деформация распределяется неравномерно по сечению стержня, рисунок 1а. Так же за передним торцом цилиндра присутствует область, характеризующаяся меньшими значениями деформации, чем в окружающем ее материале. Исходя из данных, представленных на рисунке 1б, температура материала в области, близкой к переднему торцу цилиндра, повышается до 312° С. Это может свидетельствовать об инициации в ударной области цилиндра процесса полигонизации, связанного с дислокационными перестройками. Существуют данные, согласно которым температура в узких областях ударной поверхности может превысить температуру плавления титана (~1670° С) [2].

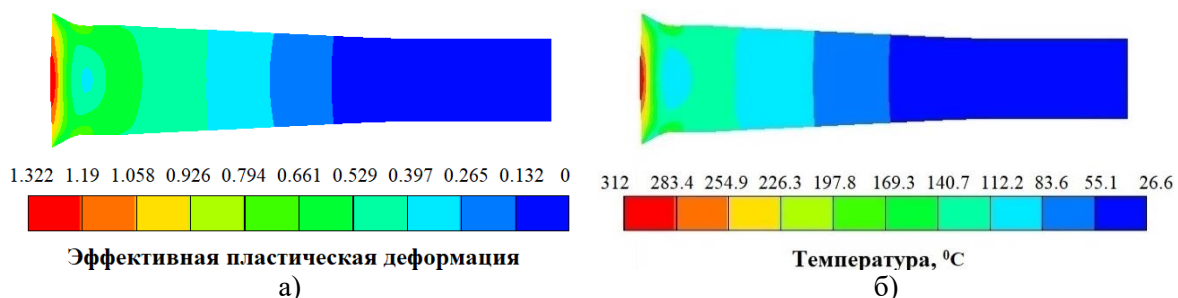


Рисунок 1 – Распределение а) эффективной пластической деформации; б) температуры

В результате динамического испытания цилиндр пластически деформируется, сжимаясь в осевом направлении и расширяясь в радиальном. Изменение формы бокового профиля свидетельствует о резкой неоднородности протекания пластической деформации и неравномерном распределении нормальных и касательных напряжений по длине образца. Согласно полученным результатам оптической металлографии, в ударной области наблюдается наличие большого количества двойников и изменение формы зерен, тогда как вблизи заднего торца форма зерен близка к равноосным.

Для оценки размеров ОКР и микроискажений кристаллической решетки использовался классический метод Вильямсона-Холла, для более корректного определения распределения структурных параметров проводилось картирование образца по всей длине

его оси. Полученные результаты, рисунок 2а, свидетельствуют о том, что микроискажения неравномерно уменьшаются от переднего торца к заднему. В то же время поведение размеров ОКР неоднозначно, что, вероятно, связано с дислокационными перестройками, инициированными повышением температуры при соударении.

Картирование микротвердости показало неравномерное распределение данного параметра по сечению образца: наибольший уровень микротвердости наблюдается на ударной поверхности, а наименьший – на задней, рисунок 2б. Такое поведение напрямую связано со сформированной дефектной структурой материала. При высокоскоростном соударении произошло неравномерное повышение плотности дислокаций и снижение размеров структурных единиц. Кроме того, сформированные внутризеренные двойники также оказывают значительное влияние на твердость материала: они представляют собой практически такие же барьеры для движущихся дислокаций, как и границы зерен. Распределение микротвердости полностью согласуется с результатом моделирования: наибольшие деформации расположены ближе к переднему торцу, рисунок 1а.

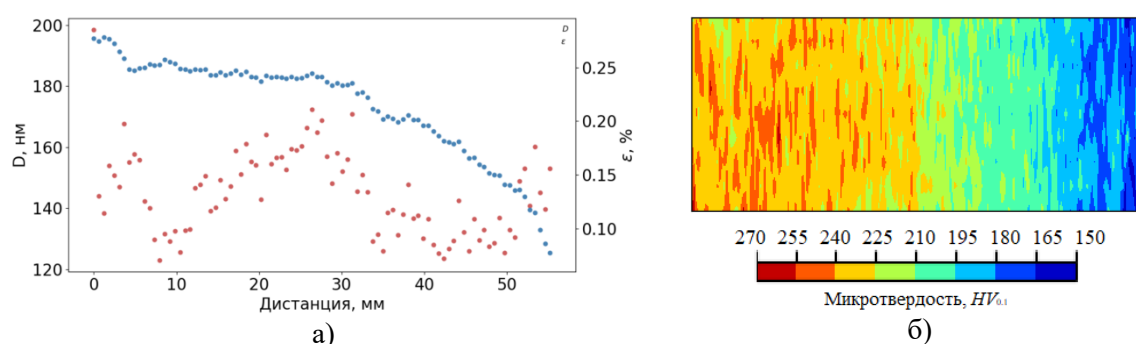


Рисунок 2 – Изменение размеров ОКР и микроискажений кристаллической решетки по длине образца (а); распределение микротвердости по сечению стержня (б)

Выводы:

1. При воздействии на материал высокоскоростной деформации происходит повышение температуры в области удара и инициация процесса дислокационных перестроек, что оказывает влияние на неравномерное распределение пластической деформации и, как следствие, микротвердости и микроискажений кристаллической решетки.
2. Согласно результатам математического моделирования, после высокоскоростного соударения структура титанового цилиндра характеризуется локальными неоднородностями, связанными с распределением полей пластической деформации и температуры.
3. Сравнение результатов моделирования и экспериментальных данных показывает возможность довольно точно описывать поведение α -Ti при высокоскоростных нагрузках. В целом была получена хорошая корреляция теоретических данных с экспериментальными, а также совпадение формы бокового профиля стержня.

Список литературы

1. Revil-Baudard B. et al. Plastic deformation of high-purity α -titanium: model development and validation using the Taylor cylinder impact test // *Mechanics of Materials*. – 2015. – V. 80. – P. 264-275.
2. Holt W. H. et al. Experimental and computational study of the impact deformation of titanium Taylor cylinder specimens // *Mechanics of materials*. – 1994. – V. 17. – №. 2-3. – P. 195-201.

КОНТРОЛЬ КОРРОЗИОННЫХ СВОЙСТВ КОНСТРУКЦИОННОЙ СТАЛИ ПРИМЕНЯЕМОЙ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ВЕРТИКАЛЬНЫХ РЕЗЕРВУАРОВ

Р.А. СОКОЛОВ¹, В.Ф. НОВИКОВ¹

¹ ФГБОУ ВО «Тюменский индустриальный университет»

E-mail: falcon.rs@mail.ru

Оборудование, работающее на опасных производственных объектах, часто используется в агрессивных внешних условиях либо работает с агрессивными средами. В практике эксплуатации стальных вертикальных резервуаров (РВС) нередки случаи, когда через некоторое время (менее расчетного периода эксплуатации) резервуар оказывается полупустым, а вокруг места его установки наблюдается разлив нефтепродукта [1]. Хотя и существуют разнообразные методы, позволяющие контролировать коррозионные характеристики металла, например, по убыли массы, или используя распространение звуковых волн в материале, однако данные методы не лишены недостатков, в числе которых возможность проведения испытаний лишь в лабораторных условиях.

По мнению авторов [2], одним универсальных параметров ферромагнитных материалов, с помощью которого возможно осуществлять контроль свойств стали является релаксационная коэрцитивная сила H_r .

Основываясь на этом предположении в данной работе была поставлена цель рассмотрения применения различных магнитных характеристик (включая релаксационные величины) стали для контроля ее коррозионных свойств.

Исследования проводились на образцах конструкционной стали Ст 3. Образцы были, нагрет до 950 °С, выдержка в течении 5 минут и закалены в воде, затем отпущены при 200, 350, 500, 650 °С в течении 1 часа с последующим охлаждением на воздухе.

Определение величины релаксационной коэрцитивной силы, коэрцитивной силы и других магнитных параметров, производилось с помощью аппаратно-программной системы DJUS-I предназначенной для многопараметровой структуроскопии ферромагнитных изделий.

Коррозионные испытания стальных образцов проводились в лабораторных условиях. В качестве агрессивной среды использовалась морская вода с содержанием соли 34 г на литр [3]. Измерение массы образцов проводилось на лабораторных весах SHIMADZU UW620h с погрешностью измерения 0,001 г. Образцы не находились в прямом контакте друг с другом. Исследование проводилось согласно ГОСТ 9.008-85.ЕСЗКС «Методы коррозионных испытаний. Общие требования» [4]. Критерием, по которому производилась оценка коррозионного разрушения, являлась относительная убыль массы с единицы поверхности. Затем, производился пересчет данного параметра в скорость коррозии.

Сопоставление скорости коррозии происходило с комплексным параметром R , включающим в себя в числителе, сумму величин H_s и H_r , в знаменателе разность величин H_r и B_r (рисунок 1).

Как можно заметить из рисунка 1, комплексный параметр R имеет большую корреляцию со скоростью коррозии, чем коэрцитивная сила. Регрессионная кривая описывается с помощью линейной функции. Однако стоит отметить, что в силу отсутствия статистической информации о скорости коррозии исследуемой стали в морской воде, к предлагаемой гипотезе необходимо относиться с осторожностью. И ответить на вопрос о достоверности приводимых в работе данных возможно утвердительно лишь выполнив дополнительный комплекс исследований.

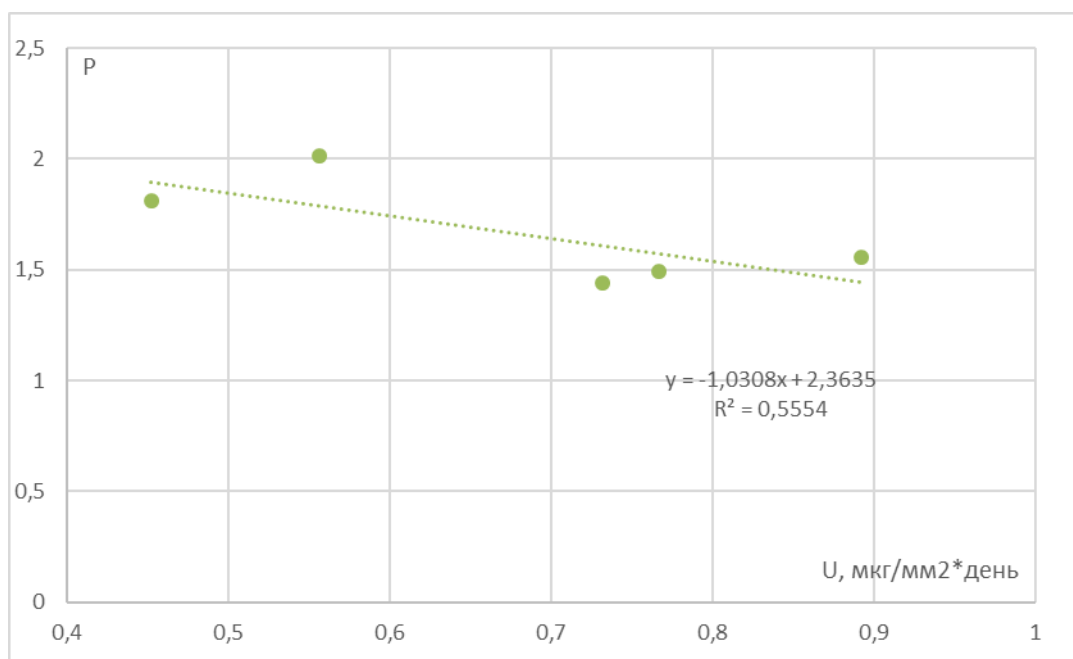


Рисунок 1 - Зависимость комплексного параметра P от скорости коррозии образцов изготовленных из стали Ст3 в морской воде

Список литературы

1. Нестеров Д., Сидорчук М., Миллионщиков В., Беликова Т., Ястребова Н. Коррозия резервуаров для хранения нефти и нефтепродуктов // ТехНадзор. - 2015. - № 11(108). - С. 540 - 541.
2. Михеев, М.Н. Магнитные методы структурного анализа и неразрушающего контроля / М.Н. Михеев, Э.С. Горкунов. – М.: Наука, 1993. – 250 с. – Текст: непосредственный.
3. Atul Tiwari, Lloyd Hihara, James Rawlins Intelligent Coatings for Corrosion Control. - Butterworth-Heinemann, 2014. – P. 746. – ISBN: 9780124114678.
4. ГОСТ 9.008-85.ЕСЗКС. Металлы и сплавы. Методы определения показателей коррозии и коррозионной стойкости. – М.: Изд-во стандартов, 2004. - 44 с.

ПОЗИТРОННАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V ПОСЛЕ ВАКУУМНОГО ОТЖИГА

Е.Н. СТЕПАНОВА¹, Ю.С. БОРДУЛЕВ¹, Р.С. ЛАПТЕВ¹

¹ Томский политехнический университет

E-mail: bus@tpu.ru

Известно, что механические свойства металлических материалов можно существенно повысить с помощью формирования в них субмикроструктурного (СМК) состояния методами интенсивной пластической деформации [1]. В то же время известно, что такие материалы характеризуются наличием большого количества дефектов кристаллической структуры различной размерности.

Известно также, что состояние дефектной структуры твердых тел определяет их механические характеристики. Таким образом, понимание эволюции дефектной структуры

СМК материалов при отжиге позволяет делать выводы о механизмах изменения ключевых характеристик конструкционных материалов при подобных воздействиях. Поэтому целью данной работы было исследование влияния отжига на дефектную структуру сплава Ti-6Al-4V со сформированной СМК структурой.

В качестве материала исследования был использован двухфазный ($\alpha+\beta$) титановый сплав Ti-6Al-4V. СМК состояние в сплаве было получено методом прессования со сменой оси деформации и постепенным понижением температуры в диапазоне 1073–823 К. Один цикл состоял из трех прессований. Деформация за одно прессование составляла ~ 40-50%. В результате прессования в сплаве была сформирована однородная СМК структура со средним размером элементов зеренно-субзеренной структуры 0,24 мкм. Для исследования влияния отжига на состояние дефектной структуры были выполнены дорекристаллизационные часовые отжики в диапазоне температур 300-500 °С. В качестве методов исследования дефектной структуры в данной работе был применен метод спектроскопии времени жизни (ВЖ) позитронов.

Зависимость среднего ВЖ позитронов от температуры отжига представлена на рисунке 1. Известно [2], что ВЖ позитронов в материале зависит от распределения электронной плотности в месте аннигиляции. Будучи захваченным дефектной областью, позитрон аннигилирует в месте с пониженной электронной плотностью, что увеличивает его ВЖ и отражается на экспериментальных спектрах.

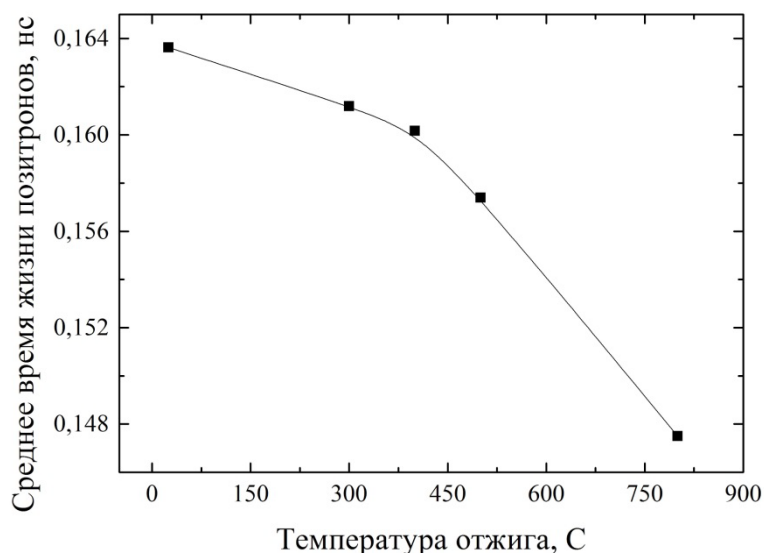


Рисунок 1 - Зависимость среднего ВЖ позитронов от температуры отжига образцов

Из представленных данных, рисунок 1, видно, что с увеличением температуры отжига, среднее ВЖ снижается. Это свидетельствует о снижении дефектности материала. При температуре отжига 800 °С среднее ВЖ позитронов составляет величину 147 пс. Данное значение соответствует ВЖ позитронов в бездефектной решетке титана (143-152 пс) [3]. Из этого можно заключить, что подобная обработка приводит к полной рекристаллизации СМК структуры сплава Ti-6Al-4V и отжигу дефектов.

Математическое разложение спектров ВЖ позитронов на три экспоненциальные компоненты показало, что в данном материале позитрон существует в следующих состояниях: локализация в дивакансиях (с ВЖ 264 пс [4]), дислокациях (161 пс [3]) и делокализованном состоянии в бездефектной решетке (147 пс). Динамика изменения интенсивностей первых двух компонент представлена на рисунке 2.

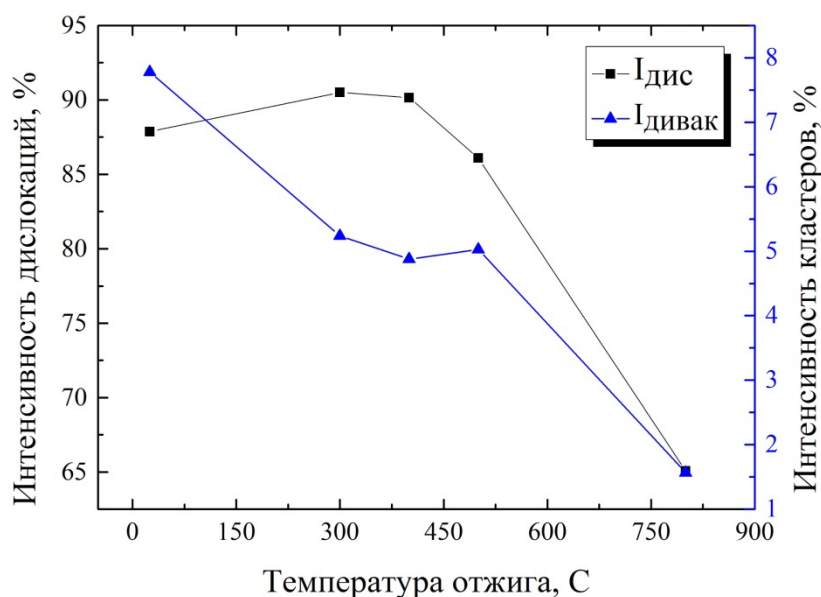


Рисунок 2 - Зависимость относительных интенсивностей дефектных компоненты спектров ВЖ позитронов от температуры отжига

Интенсивность экспоненциальной компоненты прямо пропорциональна концентрации дефектов соответствующего типа. Из представленных данных видно, что подавляющая часть позитронов (85 – 90 %) захватывается в дислокациях. Интенсивность данной компоненты начинает снижаться после отжига при температурах выше 400 °C. В то же время, уже после часового отжига при 300 °C наблюдается резкое снижение величины интенсивности дивакансий с 8 до 5 % и для отжигов в диапазоне температур 300-500 °C эта величина остается примерно постоянной. Дальнейшее сильное снижение наблюдается только после отжига при 800 °C.

Таким образом, в ходе проведенного исследования была показана эволюция дефектной структуры СМК сплава Ti-6Al-4V после часовых отжигов в диапазоне температур (300 - 800) °C. Определены основные типы дефектов, присутствующих в материале, их вклад в захват позитронов а также относительное изменение их концентраций.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Государственного задания «Наука» в рамках научного проекта № FSWW-2020-0017.

Список литературы

1. Koch C.C., Langdon T.G., Lavernia E.J. Bulk Nanostructured Materials // Metall. Mat. Trans. A. – 2017. – № 48. – С. 5181–5199.
2. Krause-Rehberg R., Leipner H.S. Positron Annihilation in Semiconductors. – Berlin: Springer-Verlag, 1999. – 383 с.
3. Nancheva N.M., Saarinen K., Popov G.S. Positron Annihilation in Shock Loaded Titanium // Phys. Stat. sol. (a). – 1986. – № 95. – С. 531.
4. Čížek J., Melikhova O., Barnovská Z., Procházka I., Islamgaliev R.K. Vacancy clusters in ultra fine grained metals prepared by severe plastic deformation // Journal of Physics: Conference Series. – 2013. – № 443. – С. 012008.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ НАКОПЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ И РАЗРУШЕНИЯ ПЕРФОРИРОВАННЫХ КОМПОЗИТНЫХ ПЛАСТИН*Е.М.СТРУНГАРЬ¹, Е.В.ФЕКЛИСТОВА¹, В.Э.ВИЛЬДЕМАН¹, Д.С.ЛОБАНОВ¹*¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет,

Центр экспериментальной механики

E-mail: cem.spaskova@mail.ru

В ответственных конструкциях авиационного назначения соединение композитных элементов в конструкции осуществляется с помощью механического закрепления. Для этого процесса требуется большое количество просверленных отверстий для позиционирования заклепок и болтов. Сборка осуществляется с помощью крепежных элементов. Расположение отверстий для болтовых соединений в шахматном порядке зачастую используется как в металлических конструкциях, так и в композитных, поскольку это позволяет повысить прочность конструкций [1]. Основная цель исследований, представленных в данной работе, заключается в комплексном изучении закономерностей процессов деформирования, накопления повреждений и разрушения современных композиционных материалов в зонах концентрации напряжений. В данной работе также рассматривается влияние нагружающей системы на процессы накопления повреждений [2] и разрушения перфорированных композитных пластин.

Программа исследований включала в себя проведение механических испытаний на одноосное растяжение композитных образцов шириной 100 мм и толщиной 4 мм, с 4 круглыми отверстиями равного диаметра $d=6$ мм и с различной длиной рабочей части $l_{\text{раб}}=150, 200, 240$ мм. Различные длины образцов выбраны для исследования влияния жесткости нагружающей системы. Всего было испытано по два образца каждой длины. Стеклопластиковые пластины были сделаны из материала СТЭФ (1,95 мм), изготовленного по ГОСТ 12652-74. Этот материал состоит из ткани полотняного переплетения (6 слоев) и эпоксидно-фенольной матрицы горячего отверждения. Эксперименты проводились на универсальной электромеханической испытательной системе Instron 5989. Регистрация неоднородных полей деформаций на поверхности образца осуществлялась с помощью трехмерной цифровой оптической системы Vic-3D, основанной на методе корреляции цифровых изображений (КЦИ). Экспериментальные исследования, позволяющие оценить эволюцию полей перемещений и деформаций в зонах концентрации напряжений, а также особенности поведения композитов в этих областях, необходимы для проектирования элементов ответственных конструкций [3,4]. В результате экспериментов получены диаграммы нагружения для перфорированных образцов с различной длиной рабочей части. По полученным данным, рисунок 1, можно отметить, что на кривых для образцов с минимальной рабочей базой на ниспадающей ветви помимо динамического участка разрушения присутствует равновесный, по мере увеличения длины рабочей части происходит постепенное динамическое разрушение образца, равновесный участок практически отсутствует.

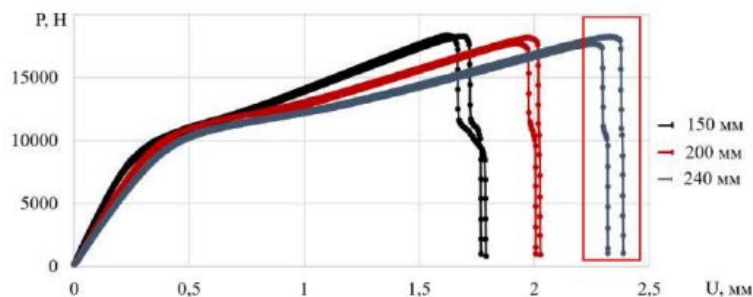


Рисунок 1 – Диаграмма нагружения перфорированных образцов

В работе приведены графики зависимости нагрузки от продольной деформации. Деформация получена с помощью дополнительного инструмента видеосистемы «виртуальный экстензометр». По данным можно отметить, что чем больше длина рабочей части образца, тем раньше происходит обрыв диаграммы. В ходе экспериментов построены эпюры продольных деформаций по линии проходящей через отверстия образца в горизонтальном направлении, по ширине. По полученным данным можно оценить максимальные продольные деформации, возникающие вблизи отверстия. В качестве примера на рисунке 2 представлены неоднородные поля продольных деформаций на поверхности перфорированного образца с длиной рабочей части 240 мм в разные моменты времени. По представленным неоднородным полям можно установить наличие и рост концентрации уровня деформаций вокруг отверстия, что в свою очередь и приводит к прорастанию трещины и последующему разрушению образца.

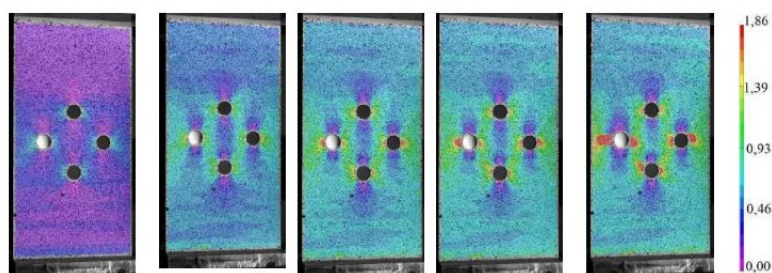


Рисунок 2 – Поля продольных деформаций для образца с длиной рабочей части 240 мм

Кроме того, в работе было проведено численное моделирование процесса деформирования и разрушения перфорированных пластин. В данном случае процесс разрушения моделируется через сравнение наибольших главных напряжений σ_{11} с предельным напряжением $\sigma_{cr}=150$ МПа, которое одинаково для всех конечных элементов и при автоматическом выборе шага нагружения. Численная модель строится в программном инженерном комплексе Ansys. Решение задачи проводится в плоской – напряженной постановке с использованием четырехузлового конечного элемента Plane 182. Материал пластины принимается ортотропным. Нагружение происходило путем приложения перемещения по вертикальной оси к верхней грани пластины, нижняя грань закреплялась по оси нагружения, а нижняя левая точка закреплялась жестко. Фотографии типа разрушения согласуются с расчетными и экспериментальными полями, и соответствуют разрушению волокон в поперечном направлении в области концентратора напряжений. Отмечено, что при снижении жесткости нагружающей системы уменьшается протяженность равновесных площадок на ниспадающих участках кривых растяжения.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ № 16-19-00069.

Список литературы

1. Cunningham D., Harries K. A., Bell A. J. Open-hole tension capacity of pultruded GFRP having staggered hole arrangement // Engineering Structures. – 2015. – Vol. 95. – P. 8–15.
2. Tretyakov M.P., Lobanov D.S., Wildemann V.E. Study of the regularities of postcritical behavior and failure of specimens in the tests of composite materials // Procedia Structural Integrity. – 2019. – Vol.17. – P.865–871.
3. Strungar E. M., Feklistova E.V., Babushkin A.V., Lobanov D. S. Experimental studies of 3D woven composites interweaving types effect on the mechanical properties of a polymer composite material // Procedia Structural Integrity. – 2019. – Vol. 17. – P. 965–970.
4. Strungar E. M., Wildemann V. E. Inelastic deformation and destruction of fiber-laminated polymer composites in stress concentration zones, Frattura ed Integrità Strutturale. – 2020. – Vol. 53. – P. 406-416.

ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ БЕРИЛЛИЕВОЙ БРОНЗЫ

Н. В. ТЕРЮКАЛОВА^{1,2}, О. В. СИЗОВА²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: natali.teryukalova@gmail.com

Бериллиевая бронза совмещает высокую прочность с немагнитными свойствами и высокую теплопроводностью. Основные функциональные свойства изделий из бронзы обеспечиваются в результате их термической обработки - закалки и старения. Формирование структуры бронзы различного состава в процессе термической обработки и ее влияние на прочностные свойства исследованы достаточно подробно, но в отношении выявления структурных аспектов, влияющих на износостойкость бронз, в том числе и при воздействии электрического тока, сведений недостаточно [1].

В настоящей работе исследовали трибологические характеристики бериллиевой бронзы БрБ2 в зависимости от ее структурного состояния, в том числе, в условиях токосяема. Для исследований были взяты цилиндрические образцы бериллиевой бронзы БрБ2 высотой 8,0 мм и диаметром 5 мм, которые подвергали закалке от 800⁰С в воде, а также закалке с последующим старением при 315⁰С в течение 2 часов. Металлографические исследования проводили на лазерно-конфокальном микроскопе «LEXT OLS4000», частицы износа анализировали с помощью растрового электронного микроскопа Philips SEM 515 с энергодисперсионным рентгеновским микроанализатором «Genesis». Трибологические испытания образцов проводили на триботестере фирмы «TRIBOtechnic» (Франция) при нагрузке $P = 20\text{ Н}$ и скорости скольжения $V = 0,1\text{ м/с}$ в течение 4 часов. Скольжение осуществляли в воздушной среде при комнатной температуре без смазки по схеме «диск-палец», контртелом служил закаленный высокохромистый сплав 95X18 (AISI 440B) твердостью 50 HRC. Трение бериллиевой бронзы с наложением переменного электрического тока проводили без смазки по схеме «вал – вкладыш» на машине трения СМТ-1 при тех же параметрах нагружения и скорости скольжения. Плотность электрического тока составляла 5,1 А/см². Контртелом служила закаленная сталь Ст45 (AISI 1045) твердостью 45 HRC. Время испытания составило 4 часа. В процессе испытания автоматически регистрировали момент трения, после чего вычисляли силу трения и коэффициент трения. Потерю массы образца Δm (г) определяли с помощью электронных весов с точностью 0,1 мг. Скорость изнашивания рассчитывали по формуле:

$$I = \Delta m / t, \quad (1)$$

где: Δm – потеря массы образца, г; t – время испытаний, час. Износостойкость W определяли как обратную величину скорости изнашивания:

$$W = 1/I. \quad (2)$$

Результаты измерения весового износа (Δm) и средних значений коэффициента трения (f_{mp}), исследуемых образцов, приведены в таблице 1. Из таблицы видно, что коэффициенты сухого трения различаются незначительно.

Таблица 1 – Износ и коэффициенты трения исследуемых образцов сплава Cu-Be

Плотность тока, А/см ²	Закалка		Закалка + старение	
	Δm , г	f_{mp}	Δm , г	f_{mp}
0	0,0278	0,45	0,0462	0,44
5,1	0,0366	0,41	0,0514	0,39

Из рисунка 1 следует, что износостойкость закаленного образца значительно снижается при пропускании электрического тока через трибосопряжение, тогда как у состаренного образца износостойкость снижается незначительно. В работе [2] показано, что влияние электрического тока обуславливает снижение прочностных свойств медных

сплавов за счет выделения джоулева тепла, тем самым, уменьшая износостойкость. Для состаренных сплавов при небольшой плотности тока это влияние сказывается в меньшей степени.

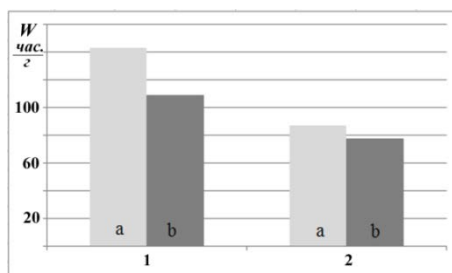


Рисунок 1 – Износостойкость БрБ2 при трении скольжения без тока (а) и с током (б)
1 – закаленное состояние, 2 – состаренное

На рисунке 2 представлены РЭМ-изображения структуры поперечного сечения образцов после испытаний на трение и частицы износа. Наличие следов скольжения у закаленных образцов в результате трения, как показано на рисунке 2 а, свидетельствует о деформировании тонкого поверхностного слоя и, соответственно, его упрочнении. Этот факт косвенно указывает на способность сплава противостоять износу при небольших нагрузках. В структуре состаренной бериллиевой бронзы отсутствовали явные признаки деформационного упрочнения, что соответствует рисунку 2 б.

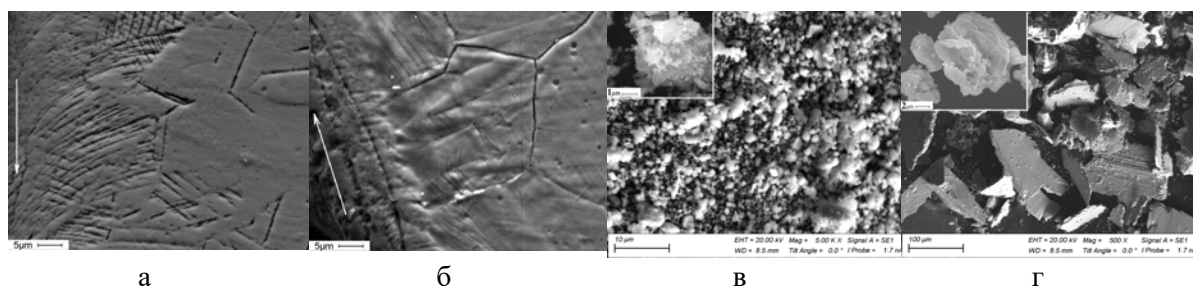


Рисунок 2 - Микрофотографии структуры поперечного сечения образцов бериллиевой бронзы БрБ2 и вид частиц износа после испытаний на трение: а, в – закаленный образец; б, г – образец после закалки и старения

У закаленных образцов при трении с током и без него изнашивание происходило путем отделения с поверхности трения ультрадисперсных частиц преимущественно сферической формы, которые затем объединялись в конгломераты, как показано на рисунке 2 в. Микроанализ частиц износа показал, что они представляют собой оксиды меди, то есть механизм изнашивания является коррозионно-механическим. Изнашивание состаренного образца бериллиевой бронзы происходило по адгезионному механизму, в результате чего имело место отделение фрагментов сплава различных размеров и формы, что соответствует рисунку 2 г. Анализ элементного состава этих частиц показал, что он совпадает с составом основного сплава. Присутствовал также кислород, который образуется на поверхности меди при трении. Отметим, что морфология частиц износа одинакова как при трении без электрического тока, так и при наложении электрического тока.

Список литературы

1. Altunpak Y. Wear behaviour of aged Cu-Be alloy under electrical sliding // Scientific Research and Essays. – 2010, (5), № 19, 2997-3002.
2. Kwok C. T., Wong P. K., Man H.C. and Cheng F.T. Sliding wear and corrosion resistance of copper-based overhead catenary for traction systems // Int. J. Railw. – 2010 (3), №. 1, 19–27.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ СТАРЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ FE-CR-MN СТАЛИ*И.А. ТУМБУСОВА^{1,2}, Г.Г. МАЙЕР², М.Ю. ПАНЧЕНКО², Е.Г. АСТАФУРОВА²*¹ Томский политехнический университет² Институт физики прочности и материаловедения СО РАНE-mail: tumbusova031098@mail.ru

Легирование железо-хром-марганцевых сталей более 0,3 мас. % азота сталей позволило создать новый класс высокопрочных материалов, способных конкурировать по эксплуатационным свойствам с традиционными хромоникелевыми аустенитными сталями, но обладающих повышенными прочностными свойствами. Комплекс механических свойств высокоазотистых аустенитных сталей (ВАС) определяется не только системой легирования, но и режимами термической и термомеханической обработки. Одним из эффективных способов повышения прочностных характеристик ВАС, наряду с холодной пластической деформацией, фазовым наклепом, обусловленным прямым и обратным фазовым превращением ($\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \gamma$), и измельчением зерна является старение. Основной сложностью данного метода является выбор оптимального режима термической обработки для повышения механических свойств стали без потери пластических характеристик.

В работе исследовали влияния продолжительности и температуры старения на фазовый состав и механические свойства высокоазотистой аустенитной стали Fe-23Cr-17Mn-0,18Ni-0,04V-0,1C-0,6N, мас. % (X23AG17). Старение стальных образцов проводили при температурах 600 °C, 700 °C и 800 °C с выдержкой от 10 мин до 50 часов в среде гелия с последующей закалкой в воду комнатной температуры.

Из результатов рентгеноструктурного анализа образцов следует, что исходная структура стали после закалки состоит из зерен азотистого аустенита $\gamma_{\text{Ni-Fe}}$ с параметром решетки $a=3,629 \text{ \AA}$ и δ -феррита с параметром решетки $a=2,88 \text{ \AA}$, рисунок 1 а-в. Старение при температуре 600 °C с выдержкой 0,5 – 2 часа приводит к небольшому изменению интенсивности линии δ -феррита, уширению и смещению рентгеновской линии $\gamma_{\text{Ni-Fe}}$ в сторону меньших углов дифракции. Увеличение продолжительности старения при этой температуре приводит к заметному изменению фазового состава стали. Помимо уменьшения интенсивности рентгеновской линии δ -феррита, смещения и уширения линии (111) $\gamma_{\text{Ni-Fe}}$ в сторону меньших углов, на рентгенограмме идентифицируются отражения от нитридов хрома Cr_2N и интерметаллидной σ -фазы, рисунок 1а. Установлено, что в процессе старения δ -феррит распадается с образованием интерметаллидной σ -фазы и высокоазотистого аустенита $\gamma'_{\text{Ni-Fe}}$ (после 50 часов старения на рентгенограмме видны линии, соответствующие σ -фазе). Появление в фазовом составе стали высокоазотистого аустенита $\gamma'_{\text{Ni-Fe}}$ с содержанием азота отличным от основной $\gamma_{\text{Ni-Fe}}$ -фазы, сопровождается смещением сильной линии (111) $\gamma_{\text{Ni-Fe}}$ в сторону меньших углов дифракции. Параметры решеток аустенита $\gamma_{\text{Ni-Fe}}$ и $\gamma'_{\text{Ni-Fe}}$ близки между собой, но $\gamma'_{\text{Ni-Fe}}$ -фаза содержит большую концентрацию азота, что и вызывает смещение линий аустенита в сторону меньших углов 2θ . Анализ уширения рентгеновской (111) линии $\gamma_{\text{Ni-Fe}}$ после старения в течение 0,5 – 5 ч также свидетельствует о появлении обедненного азотом аустенита $\gamma_{\text{N}_2\text{-Fe}}$ и выделения нитридов хрома Cr_2N в аустенитных зернах. С увеличением продолжительности старения до 50 часов на рентгенограммах появляются линии, соответствующие частицам Cr_2N , что говорит об увеличении объемного содержания нитридов в составе стали с увеличением продолжительности старения. С повышением температуры старения до 700 °C и 800 °C распад δ -феррита, появление частиц Cr_2N и $\gamma_{\text{N}_2\text{-Fe}}$ происходит уже после 30 и 10 минут старения, соответственно, рисунок 1 б, в.

Изменение фазового состава коррелирует с изменением механических свойств стали. Старение до 5 часов при температуре 600 °C не сопровождается изменениями прочностных и пластических характеристик стали, рисунок 2. Дальнейшее увеличение

продолжительности старения приводит к монотонному возрастанию предела текучести стали $\sigma_{0,2}$ и снижению удлинения δ в результате выделения частиц Cr_2N и интерметаллидной σ -фазы. После 50 часов выдержки при температуре 600 °С прочность стали возросла от $\sigma_{0,2} = 615 \pm 31$ МПа до $\sigma_{0,2} = 718 \pm 36$ МПа, в то время как удлинение образцов значительно снизилось с $\delta = 40 \pm 6$ % до $\delta = 17 \pm 2$ %. Увеличение температуры старения до 700 °С, которое сопровождается более интенсивным и быстрым распадом δ -феррита и зерен азотистого аустенита $\gamma_{\text{N1}}\text{-Fe}$, приводит к более резкому изменению прочностных свойств и удлинения по сравнению с меньшей температурой старения. Резкое увеличение прочности стали (736 ± 36 МПа) и такое же резкое уменьшение ее пластичности ($\delta = 14 \pm 2$ %) происходит уже после выдержки в течение 30 минут при температуре 700 °С. С увеличением продолжительности старения стали при этой температуре 700 °С до 50 часов прочность образцов $\sigma_{0,2}$ достигает значения 752 ± 37 МПа, наряду с этим их пластичность падает до значения $\delta = 2$ %. Изменение прочностных и пластических характеристик образцов во время старения при температуре 800 °С происходит так же, как при температуре 700 °С, рисунок 2.

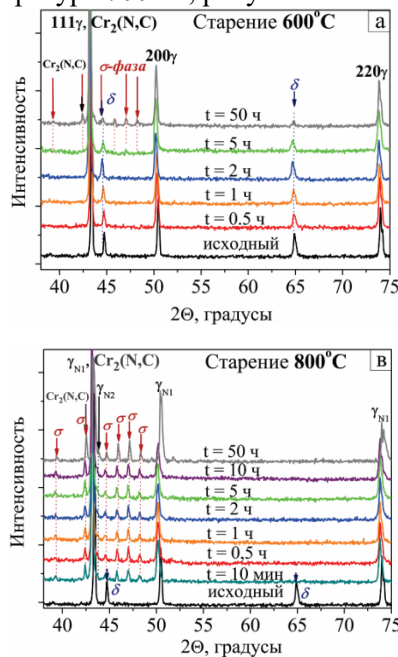


Рисунок 1 – Рентгенограммы стали X23AG17 до и после старения при температурах 600 °С (а), 700 °С (б), 800 °С (в)

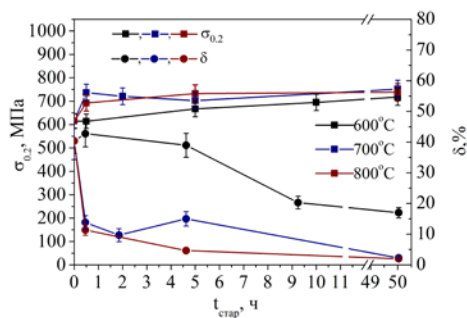


Рисунок 2 – Значения условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ и относительного удлинения δ в зависимости от температуры и продолжительности старения образцов стали X23AG17

Таким образом, в результате старения стали марки X23AG17 (Fe-23Cr-17Mn-0,18Ni-0,04V-0,1C-0,6N) при температурах 600 °С, 700 °С и 800 °С происходит изменение фазового состава стали: протекает фазовый распад аустенита $\gamma_{\text{N1}}\text{-Fe}$ и δ -феррита с выделением Cr_2N и σ -фазы. Независимо от температуры старения с увеличением продолжительности выдержки растет прочность стали и уменьшается ее пластичность.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 17-19-01197).

АНАЛИЗ ДЕФОРМИРОВАНИЯ ЗОНЫ УСТАНОВКИ КОМПОЗИТНОГО БАКА В СЕТЧАТОМ ЦИЛИНДРИЧЕСКОМ КОРПУСЕ КОСМИЧЕСКОГО АППАРАТА

А. А. ХАХЛЕНКОВА^{1,2}, А.Е. БУРОВ¹, А.В. ЛОПАТИН¹

¹Федеральный исследовательский центр информационных и вычислительных технологий

²Сибирский государственный аэрокосмический университет им. акад. М. Ф. Решетнева

Email: sparklea@yandex.ru

Композитные сетчатые оболочки, обладающие высокими удельными показателями прочности и жесткости, широко применяются в ракетной и космической технике [1-2]. Так, современные космические аппараты (КА) имеют в составе модуля служебных систем несущую сетчатую цилиндрическую оболочку, к которой присоединяются приборы и механизмы. Внутри несущей конструкции с помощью вантовой системы закреплен один из основных элементов двигательной установки - композитный бак высокого давления, представляющий собой резервуар в форме эллипсоида вращения для хранения ксенона [3]. При выведении на орбиту силовая конструкция КА испытывает значительные продольные и боковые перегрузки при этом значительный интерес представляет анализ ее деформирования в месте размещения топливного бака.

Рассматриваемая цилиндрическая оболочка диаметром 1,2 м и высотой 3,8 м состоит из 60-ти пар спиральных ребер, наклоненных под углом 14° к образующей, кольцевых ребер и торцевых шпангоутов. Спиральные ребра имеют прямоугольное поперечное сечение со сторонами 15х6мм, кольцевые - 15х2мм. Ребра сетчатой оболочки изготовлены из углепластика на основе волокон М46JB. Торцевые шпангоуты выполнены из алюминиевого сплава В95. На высоте 2 м от нижнего шпангоута внутри оболочки установлен бак массой 340 кг (вместе с рабочим телом), закрепленный с помощью 20-ти равномерно расположенных по окружности строп. Сечение и материал этих элементов подобран таким образом, чтобы значение первой собственной частоты колебаний соответствовало этому параметру реальной конструкции бака.

Анализ деформирования сетчатой оболочки в зоне установки бака выполнен с использованием конечно-элементной модели на основе элементов балочного типа, рисунок 1. Конструкция бака представлена как абсолютно жесткий элемент с сосредоточенной массой в центре. Соединение бака с сетчатой оболочкой осуществляется с помощью балочных элементов, имитирующих систему равномерно натянутых строп. В этих элементах задавалось предварительное натяжение P , принимающее значения от 500 до 2500 Н с шагом 250 Н. На космический аппарат действует продольная и поперечная перегрузки величиной 11g и 3,5g, соответственно. Задача решалась в квазистатической постановке.

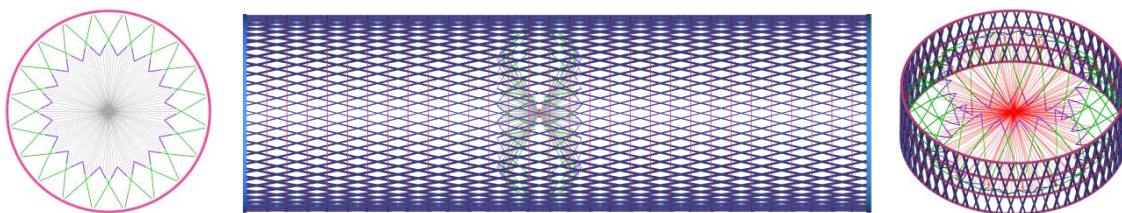


Рисунок 1 - Конечно-элементная модель цилиндрической сетчатой оболочки

Под воздействием внешних воздействий в зоне крепления бака возникают значительные локальные прогибы, рисунок 2а. Для повышения местной прочности и устойчивости сетчатой оболочки зону установки бака можно усилить внесением в сетчатую структуру набора дополнительных кольцевых ребер, рисунок 2б.

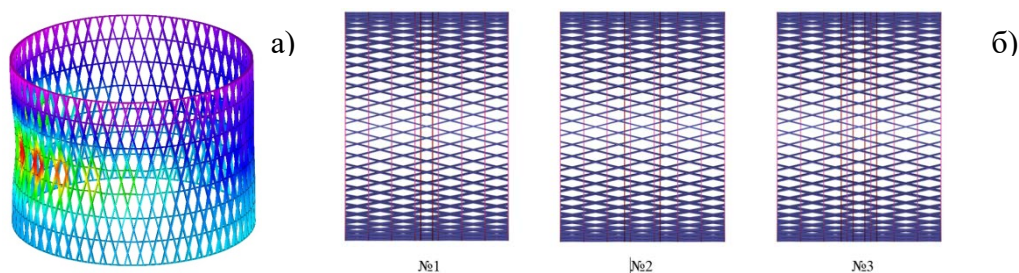


Рисунок 2 – Локальное деформирование сетчатой оболочки (а), схемы усиления в зоне максимальных прогибов (б)

Анализ полученных результатов, приведенных на рисунке 3, показывает, что увеличение усилия натяжения строп P в 5 раз приводит к увеличению прогибов δ в 2 раза для оболочки без дополнительных кольцевых ребер. Введение дополнительных кольцевых ребер в зоне установки бака уменьшает прогибы δ для всех значений P . Наиболее эффективным оказалось введение в сетчатую оболочку дополнительных кольцевых ребер по схеме №3. Такая схема позволяет уменьшить прогиб δ на 21% при $P = 500H$ и на 54% при $P = 2500H$. Представленный метод анализа может быть использован при проектировании сетчатых конструкций для космической отрасли.

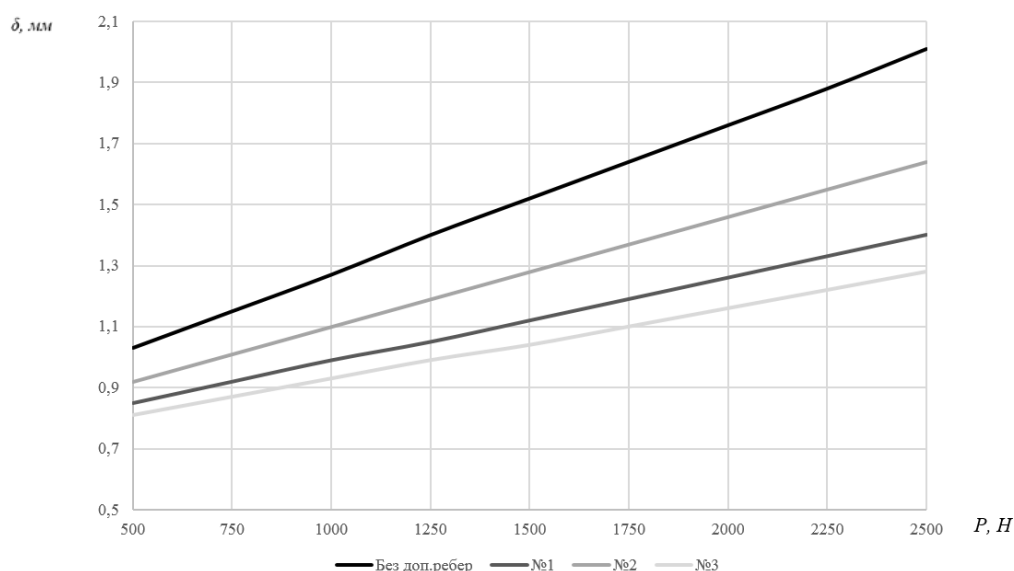


Рисунок 3 - Зависимость максимальных прогибов $\delta(P)$ в зоне установки топливного бака для оболочек с различными схемами усиления

Работа поддержана Министерством образования и науки Российской Федерации, уникальный идентификатор проекта RFMEFI60419X0233.

Список литературы

1. Vasiliev V., Barynin V., Rasin A. Anisogrid lattice structures – survey of development and application // Composite Structures, 2001. Vol. 54. P. 361-370.
2. Васильев В.В., Барынин В.А., Разин А.Ф., Петроковский С.А., Халиманович В.И. Анизогридные композитные сетчатые конструкции – разработка и приложение к космической технике // Композиты и наноструктуры. – 2009. – №3. – С. 38–50.
3. Burov A.E., Burova O.G. Development of digital twin for composite pressure vessel // Journal of Physics: Conference Series. - 2020. - Vol.1441. - Iss. 1. - Art.012133.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАЛОЛЕГИРОВАННЫХ ТРУБНЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ПРОКАТКИ В РЕЖИМЕ ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Н.А.ХИСАМЕТДИНОВ¹, Ю.И.ПОЧИВАЛОВ²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: nizametdin1@gmail.com

Использование электричества для помощи в деформации металлических материалов называется электропластической деформацией (ЭПД). Обнаруженная в металлах электропластичность реализуется путем пропускания коротких импульсов тока высокой плотности 10^3 А/мм^2 длительностью 10^{-4} с при пластической деформации через электропроводящие материалы, что известно как электропластический эффект. Этот эффект стимулирует деформационные процессы, снижает энергозатраты и улучшает физико-механические характеристики материала[1].

В настоящей работе исследовали влияние прокатки в плоских и асимметричных валках в режиме электропластической деформации на механические свойства и структуру низколегированной стали 10Г2ФБЮ. Сталь данной марки имеет определенные преимущества перед использованием других ее видов. Прежде всего, ее свойства существенно улучшены благодаря проведению упрочнения с использованием ванадия и ниобия[2].

Образцы для исследований получали прокаткой до 1 мм заготовки толщиной 10 мм на лабораторном прокатном стане в обычных условиях и при подводе к заготовке импульсов тока. Для исследований после асимметричной прокатки образцы получали прокаткой в валках с кольцевыми проточками по режиму – с 10 мм до 3 мм в плоских валках, с 3 мм до 1,6 мм в валках с проточками, с 1,6 мм до 1 мм в плоских валках.

Поверхность образцов стали 10Г2ФБЮ исследовали на оптическом микроскопе Axiovert 25, рисунок 1.

Из рисунка видно, что размеры и морфология островков цементита значительно различаются в зависимости от применяемой прокатки. Острова, образующиеся при прокатке с ЭПД, рисунок 1а, характеризуются своими большими размерами, так средняя ширина цементита составляет 3,5 мкм. Для образца стали 10Г2ФБЮ после асимметричной прокатки с ЭПД, рисунок 1б, характерна более тонкая полосчатость, средняя ширина пластин цементита 2,2 мкм. Следовательно, сочетание асимметричной прокатки с ЭПД отображает явное измельчение структуры материала.

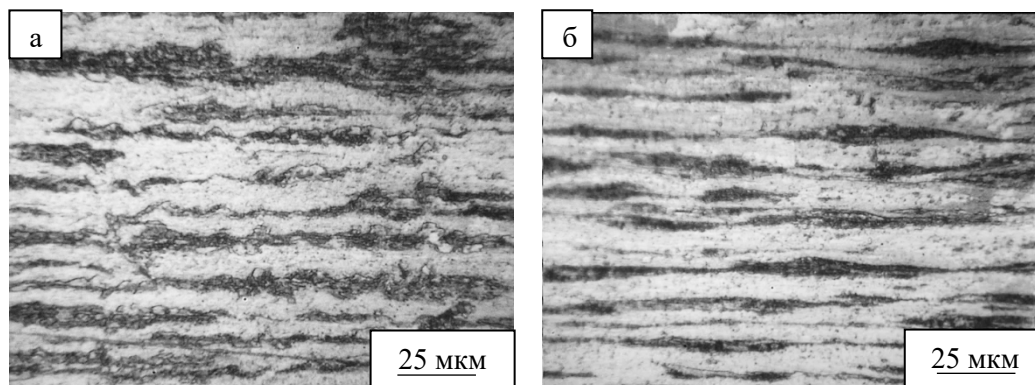


Рисунок 1 – Структура стали 10Г2ФБЮ при увеличении в 1000 раз:
а) после прокатки в плоских валках с ЭПД; б) после прокатки в асимметричных валках с ЭПД

Механизм разрушения стали 10Г2ФБЮ после прокатки с ЭПД – вязко-хрупкий, рисунок 2 а, б. На поверхности разрушения наблюдаются карбидные фазы размером 4-30мкм и неметаллические включения размером 1-2 мкм, рисунок 2б. Для прокатки с ЭПД характерны участки с большой степенью расщепления металла, рисунок 2а.

Образование зоны разрушения на рисунке 2в после асимметричной прокатки с ЭПД сопровождается выделением участка с квази-вязким разрушением. В этой области сформировалась картина параболического вязкого отрыва с момента образования впадины до границ нижней трещины.

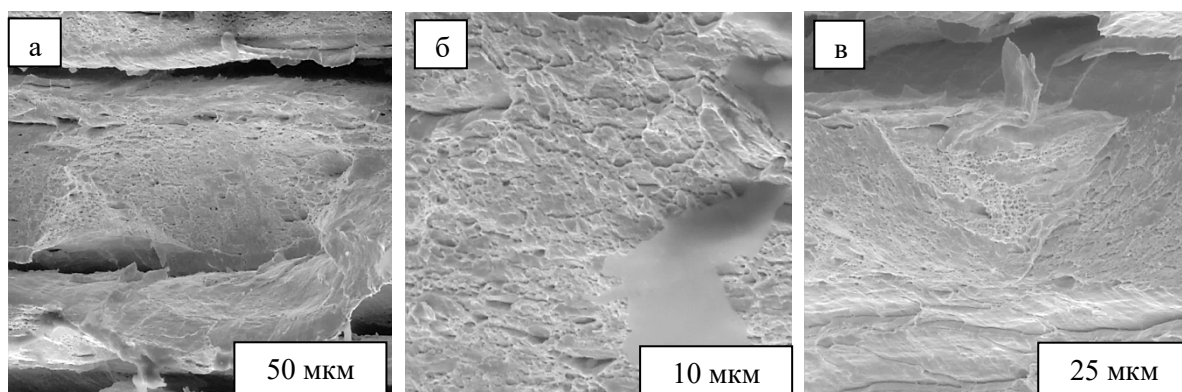


Рисунок 2 – Фрактограммы поверхности разрушения образцов стали 10Г2ФБЮ после испытания на растяжение: а), б) после прокатки в плоских валках с ЭПД; в) после прокатки в асимметричных валках с ЭПД

Механические испытания выполнены путем растяжения на универсальной испытательной машине “Instron-5582”, рисунок 3

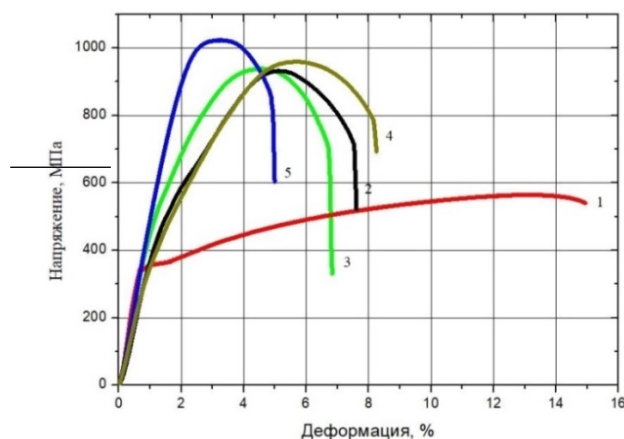


Рисунок 3 – Диаграммы растяжения стали 10Г2ФБЮ:

1 - в состоянии поставки; 2 – после прокатки; 3 – после асимметричной прокатки; 4 – после прокатки с ЭПД; 5 – после асимметричной прокатки с ЭПД

Список литературы

1. A review of electrically-assisted manufacturing with emphasis on modeling and understanding of the electroplastic effect / B.J. Ruszkiewicz, T. Grimm, I. Ragai, L. Mears, J.T. Roth. //ASME. J. Manuf. Sci. Eng. – 2017. –Vol. 139. - №11. –110801 (15 pages).
2. Якушев Е. В. Исследование и разработка экономнолегированной трубной стали класса прочности К60 для стана 2800 - М.: ОАО «Уральская сталь», 2014. - С. 18-19.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАВИСМОСТИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТРИЖДЫ ПЕРИОДИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ С МИНИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИЕЙ ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПЛАВЛЕНИЯ ОТ ПОРИСТОСТИ

Д. ХРАПОВ¹, А.В. КОПТЮГ², Т. МИШУРОВА³, С. ЕВСЕВЛЕЕВ³, ДЖ. БРУНО³, М. А. СУРМЕНЕВА¹, Р. А. СУРМЕНЕВ

¹Национальный исследовательский Томский Политехнический Университет

²Mid Sweden University

³Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung

E-mail: dah8@tpu.ru

Решетчатые конструкции представляют собой класс метаматериалов, которые обладают многими преимуществами, такими как возможность производства легких деталей с индивидуальными механическими и другими свойствами. Такие метаматериалы имеют много потенциальных применений в медицинской области. Оптимизация пористых структур, используемых для биомедицинского применения направлена на увеличение усталостной долговечности, улучшение массообменных и геометрических свойств, уменьшение вероятности возникновения инфекций и резорбции костной ткани [1]. Резорбция костной ткани может быть вызвана различием модулей Юнга кости и металлического имплантата, и может быть предотвращена путем оптимизации модуля Юнга имплантата за счёт изменения его структуры (пористости) [2]. Расчетная пористость в системах с правильной периодичной геометрией в основном зависит от типа элементарной ячейки, которая может использоваться для проектирования пористого материала. При двух основных подходах к формированию элементарной ячейки, удовлетворяющих требованию, используются либо стержневые, либо листовые элементы. Последние представляют собой трижды периодические поверхности с минимальной энергией (ТППМЭ), которые в силу сложности геометрии таких структур возможно изготовить только аддитивными методами [3].

Решетчатые конструкции на основе стержневых элементов могут испытывать серьезные концентрации напряжений под нагрузкой, особенно в местах сочленения стержней или изгиба под острыми углами [4]. Сильная перегрузка и увеличение усталостного разрушения в зонах концентрации напряжений могут привести к полному разрушению соответствующих элементов конструкции. Структуры ТППМЭ состоят из полукруглых элементов и характеризуются нулевой средней кривизной в каждой точке. Это свойство признано большим преимуществом, улучшающим несущую способность конструкции и одновременно способствующим прорастанию костных клеток [5].

Для исследования механических свойств был выбран один из видов ТППМЭ - гироид (Gyroid, Schwartz-G), описываемый уравнением:

$$\sin(kx)\cos(ky) + \sin(ky)\cos(kz) + \sin(kz)\cos(kx) = 0$$

Предварительно были изготовлены модели с разной пористостью, которая варьировалась за счёт изменения толщины стенок гироида. Образцы были получены методом электронно-лучевого плавления.

В результате механических испытаний были установлены механические свойства такие как квази-эластический градиент (аналог модуля Юнга для высокопористых материалов), предел текучести, предел прочности, поглощенная энергия, удельная поглощенная энергия и эффективность поглощения энергии. Квази-эластичный градиент (модуль Юнга) для образцов с разной пористостью варьируется от 1,5 ГПа до 7 ГПа, от что удовлетворяет требованиям для кортикальной кости [6]. Относительный модуль Юнга и относительный предел текучести имеют степенную зависимость от относительной плотности. Установлено, что при увеличении пористости возрастает эффективность поглощения энергии. Исследован механизм деформации гироида в процессе сжатия.

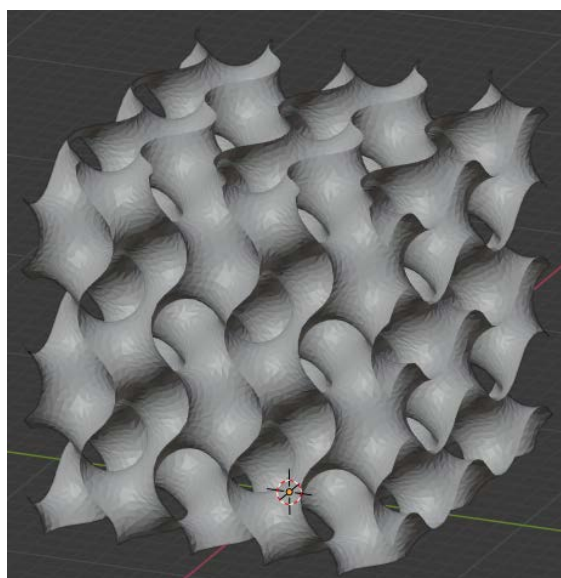


Рисунок 1 – Внешний вид гироида

Исследование выполнено при поддержке Российско-Немецкого Междисциплинарного Научного Центра (G-RISC). Решение о финансировании № М-2020а-6.

Список литературы

1. Zadpoor A. A. Additively manufactured porous metallic biomaterials // J Mater Chem B. – 2019. – № 7. – С.4081– 4226.
2. Niinomi M, Nakai M. Titanium-Based Biomaterials for Preventing Stress Shielding between Implant Devices and Bone // Int J Biomater. – 2011. – 201. – С.10.
3. Bobbert FSL, Lietaert K, Eftekhari AA, Pouran B, Ahmadi SM, Weinans H, et al. Additively manufactured metallic porous biomaterials based on minimal surfaces: A unique combination of topological, mechanical, and mass transport properties // Acta Biomater. – 2017. – № 53. – С.572–584.
4. Ahmadi SM, Yavari SA, Wauthle R, Pouran B, Schrooten J, Weinans H, et al. Additively Manufactured Open-Cell Porous Biomaterials Made from Six Different Space-Filling Unit Cells: The Mechanical and Morphological Properties // Materials (Basel). – 2015. – № 8. – С. 1871–1896.
5. Liu F, Zhang DZ, Zhang P, Zhao M, Jafar S. Mechanical Properties of Optimized Diamond Lattice Structure for Bone Scaffolds Fabricated via Selective // Materials (Basel). – 2018. – № 11. – С.17.
6. Reilly DT, Burstein AH. The elastic and ultimate properties of compact bone tissue // Biomechanics. – 1975. – № 3. – С. 393–405.

СЕКЦИЯ 2

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

PIEZOELECTRIC RESPONSE IN HYBRID MICROPILLAR ARRAYS OF POLY(VINYLDENE FLUORIDE) AND REDUCED GRAPHENE OXIDE

I.O. PARIY¹, V.V. SHVARTSMAN², D. C. LUPASCU², G. B. SUKHORUKOV³, T. LUDWIG⁴, S. MATHUR⁴, M.A. SURMENEVA¹, R.A. SURMENEV^{1,4}

¹Physical Materials Science and Composite Materials Centre, National Research Tomsk Polytechnic University, 634050 Tomsk, Russia

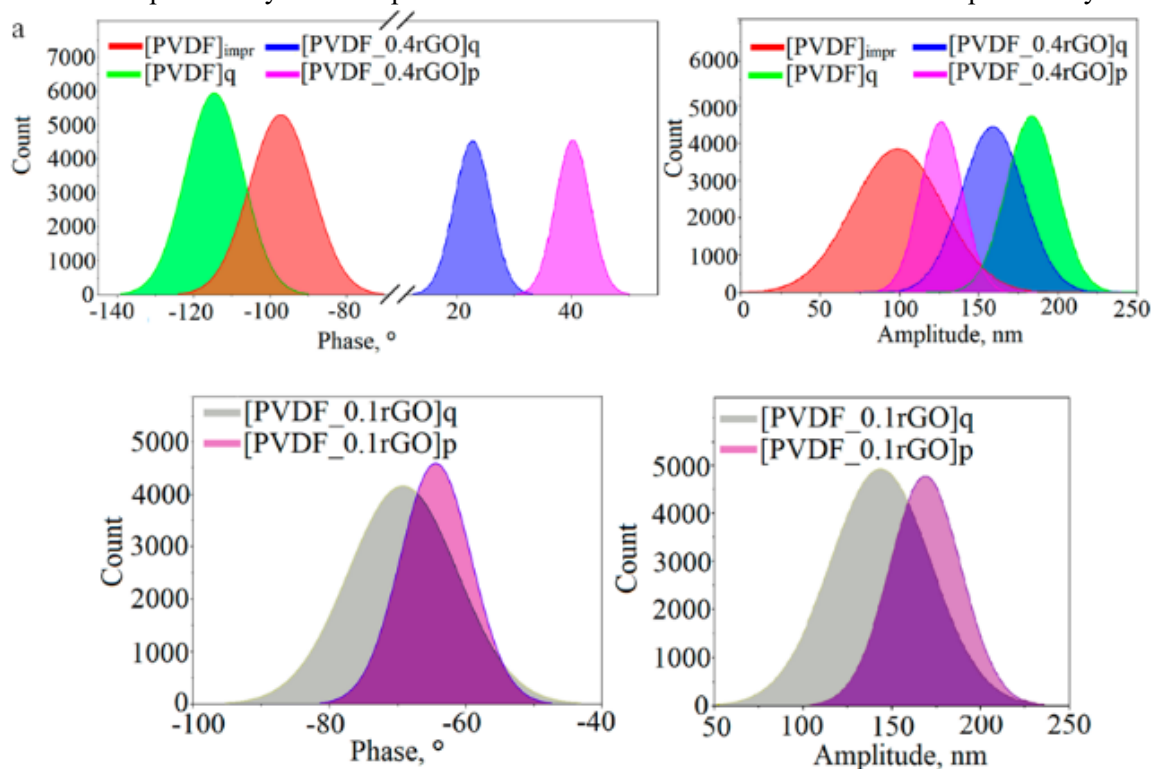
²Institute for Materials Science and Center for Nanointegration Duisburg-Essen (CENIDE), University of Duisburg-Essen, 45141 Essen, Germany

³School of Engineering and Materials Science, Queen Mary University of London, London E1 4NS, UK

⁴University of Cologne, 50923 Cologne, Germany

E-mail: rsurmenev@mail.ru

This work was dedicated to study poly(vinylidene fluoride) (PVDF) micropillar arrays obtained by soft lithography followed by phase inversion at a low temperature. Reduced graphene oxide (rGO) nanoflakes were incorporated into PVDF thin films as a nucleating filler. The effect of the treatment conditions on the crystallization behaviour and the piezoelectric properties of the patterned PVDF films was investigated by differential scanning calorimetry (DSC), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and piezoresponse force microscopy (PFM). Figure 1 shows the statistical distribution of the PFM phase and amplitude values for the PVDF micropillar arrays and the piezoelectric characterization of the PVDF micropillar arrays.



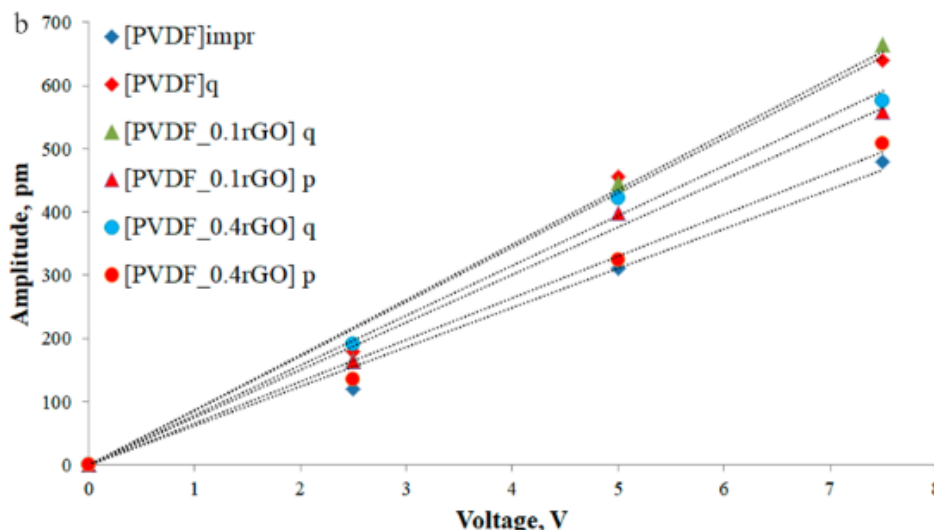


Figure 1 – The statistical distribution of the PFM phase and amplitude values of the imprinted and quenched PVDF micropillars, micropillars with 0.4 wt % rGO and micropillars with 0.1 wt % rGO (a) and the measured piezoelectric signal versus the amplitude of the applied ac voltage (b)

The results of this study provided a qualitative indication of the enhancement of the piezoelectric response of PVDF micropillar arrays loaded with rGO and quenched at -20°C . The obtained PFM data displayed that the maximum piezoelectricity of the developed PVDF-patterned films was 86 and 87 pm/V for the quenched neat PVDF sample and that loaded with 0.1 wt % of rGO respectively, which is substantially higher than a $|d_{33}^{\text{eff}}|$ of 64 pm/V for the imprinted PVDF. The presence of 0.1 wt % of rGO increased the degree of crystallinity by 15 % and decreased the α -phase content compared with neat PVDF. The addition of rGO into the PVDF matrix resulted in a change in the preferred polarization direction, and the piezo-response phase angle changed from -120° to 20° – 40° . Piezoelectricity was induced by the domain orientation alignment, which was induced in the PVDF micropillars without the application of a strain or an electric field during the synthesis. The samples with 0.1 wt % of rGO has the highest degree of crystallinity, the largest amount of electroactive phase, and the highest piezoelectric coefficient $|d_{33}^{\text{eff}}|$ among all of the studied samples. The approach used in this work enables one-step printing of ferroelectric patterns without any harsh post-processing steps, which could degrade the functional properties of PVDF. Thus, the fabricated piezoelectric PVDF micropillars can be used in different applications, including tissue engineering scaffolds, vital sign transducers, biomedical energy harvesters, and dynamic sensors at the cellular and subcellular levels.

Acknowledgments. The present study was supported by Russian Science Foundation (№18-73-10050) and Tomsk Polytechnic University Competitiveness Enhancement Program grant. The support from Humboldt foundation is acknowledged.

References:

1. Song J., Lu H., Foreman K., Li S., Tan L., Adenwalla S., Gruverman A., Ducharme S. // J. Mater. Chem. – 2016. – № 4. – C. 5914-5921.
2. Yang S.M., Mazet L., Okatan M.B., Jesse S., Niu G., Schroeder T., Schamm-Chardon S., Dubourdieu C., Baddorf A.P., Kalinin S. V. // Appl. Phys. Lett. – 2016. – № 108. – C. 252902.
3. Zubko P., Catalan G., Tagantsev A.K. // Annu. Rev. Mater. Res. – 2013. – № 43. – C. 387-421.

STUDY OF THE MORPHOLOGY AND STRUCTURE OF HYBRID BIODEGRADABLE 3D SCAFFOLDS BASED ON PIEZOELECTRIC POLY(L-LACTIC ACID) AND rGO/GO FOR BONE TISSUE ENGINEERING

*A.M.S. JEKHAN¹, R.V. CHERNOZEM^{1,2}, Y.R. MUKHORTOVA¹, M.A. SURMENEVA¹,
A.G. SKIRTACH², R.A. SURMENEV¹*

¹ National Research Tomsk Polytechnic University, Russia

² Ghent University, Belgium

E-mail: rsurmenev@mail.ru

Introduction. Tissue engineering and regenerative medicine (TERM) aim to repair or replace damaged or diseased tissues/organs using artificial materials, including biodegradable ones in intended cases. Also, a bioactive charged surface can provide enhanced cell adhesion/proliferation [1]. Poly(l-lactic acid) (PLLA) polymer is well studied for diverse biomedical applications due to its biocompatibility, biodegradability and simple manufacturing [2]. In addition, PLLA possesses piezoelectric response, which is lower compared to piezoelectric ceramics or non-biodegradable polymers. However, dielectric graphene oxide (GO) and reduced graphene oxide (rGO) nanofillers can improve piezoelectric properties of polymers, as shown for PVDF [3]. Moreover, GO and rGO possess unique physicochemical properties, flexibility and biocompatibility [4]. Thus, the present study aims to investigate the influence of GO/rGO fillers on the morphology and structure of piezoelectric biodegradable PLLA scaffolds.

Materials and methods. The rGO and GO nanoflakes were fabricated by improved Hummers method [4]. To fabricate electrospun hybrid scaffolds (**Table 1**), the different weight concentrations (0.2%, 0.7% and 1.0 wt.%) of rGO and GO were dispersed by ultrasonication (Skymen Cleaning Equipment Shenzhen Co. Ltd, China) at room temperature for 2 hours in chloroform. Afterwards, 10 wt.% of PLLA powder (PL-18, Corbion) was added into rGO/GO solution and subjected under shaking at room temperature for 3 hours for a homogenous mixture. Then, 1 ml of acetone was added into solutions to increase conductivity and viscosity, and mixed for uniform dispersion. Electrospinning was performed using the following parameters: voltage 5-7 kV, tip-collector distance 6-8 cm, room temperature.

The morphology of the prepared scaffolds was examined using scanning electron microscopy (SEM) Quanta 600 (Thermo Fisher, Japan) operated at an accelerating voltage of 10 kV. To study the crystalline structure changes induced by rGO/GO dopants, X-ray diffraction analysis was performed using XRD-6000 diffractometer (Shimadzu Corporation, Japan) operated at 40 kV / 30 mA. XRD patterns were recorded in the automatic mode in the range from 5 to 80°.

Results and discussion. SEM analysis revealed that the addition of GO/rGO led to the formation of defect-free scaffolds (e.g. without beads), thereby resulting in achieved GO/rGO homogenous distribution in fibers. Furthermore, it was found that a high concentration of GO/rGO led to the formation of thinner fibers (**Table 1**). The decrease of the fiber diameter could be attributed to the charge accumulation on the GO/rGO surface in a polymer solution jet while electrospinning, i.e. leading to electrostatic repulsions [5].

Table 1 - The average fiber diameters for GO/rGO-PLLA scaffolds

Scaffold composite	Mean fiber diameter $\pm$ standard deviation
PLLA	1.64 $\pm$ 0.36 μ m
0.2%GO/PLLA	1.35 $\pm$ 0.37 μ m
0.7%GO/PLLA	1.26 $\pm$ 0.37 μ m
1.0%GO/PLLA	1.12 $\pm$ 0.25 μ m
0.2%rGO/PLLA	1.56 $\pm$ 0.33 μ m
0.7%rGO/PLLA	1.73 $\pm$ 0.34 μ m
1.0%rGO/PLLA	1.02 $\pm$ 0.40 μ m

The analysis of XRD patterns of PLLA scaffolds revealed the absence of sharp peaks (**Figure 1a-b**), likely indicating the presence of amorphous or nanocrystalline structure [6]. In

turn, the addition of 0.7 wt.% and 1 wt.% rGO/GO nanofillers in scaffolds led to the appearance of the crystalline reflections of PLLA. The observed reflections at 15.0°, 16.6° and 18.9-19.1° was assigned to (010), (200/110) and (014/203) planes of α -phase, respectively. While reflections located at 16.7-16.8°, 19.2-19.3° and 22.3° can be assigned to (200/110), (201/111) and (210) planes of β -phase, respectively [7]. Thus, the addition of both rGO and GO nanofillers at 0.7 wt.% and 1 wt.% indicate a possible presence of reorganization and formation of new crystal structure in PLLA scaffolds [3]. However, it is worth mentioning that the intensity of XRD peaks was higher in the case of 1 wt.% addition of rGO/GO. This can be explained by the increased number of sites for crystallization or the stretching of fiber upon ES due to enhanced electrostatic repulsion, which resulted in decreased fiber diameter (**Table 1**).

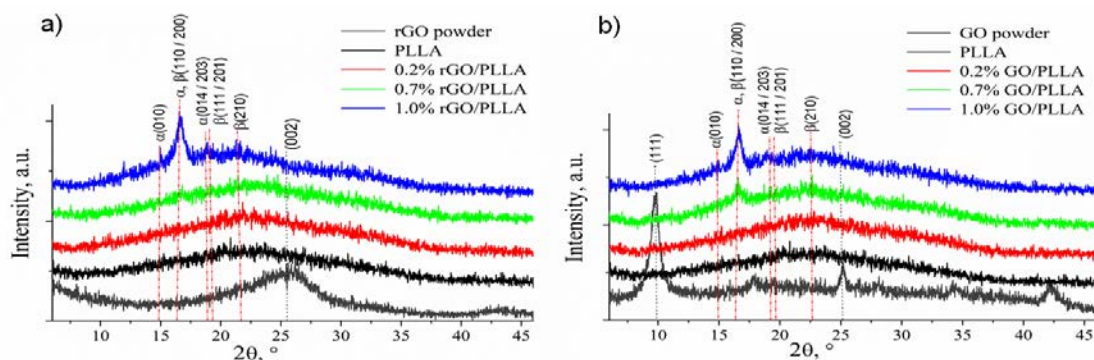


Figure 1 - XRD patterns of (a) rGO/PLLA and (b) GO/PLLA scaffolds

Conclusion. Defect-free PLLA fibers with GO/rGO doping up 1.0 wt.% were successfully fabricated using electrospinning. SEM analysis showed that the increase of GO/rGO content resulted in the formation of thinner fibers due to the electrostatic repulsion. In turn, XRD analysis demonstrated that both GO/rGO dopants at 0.7 wt.% and 1 wt.% induce the formation of the α -phase and β -phase in the electrospun PLLA scaffolds.

In the future, the characterization of the piezoelectric properties of fabricated hybrid GO/rGO-PLAA scaffolds via piezoresponse force microscopy will be performed.

Acknowledgment. The present study was supported by Russian Science Foundation (№18-73-10050) and Tomsk Polytechnic University Competitiveness Enhancement Program grant.

Reference

1. Chernozem R.V., Surmeneva M.A., Surmenev R.A. Hybrid biodegradable scaffolds of piezoelectric polyhydroxybutyrate and conductive polyaniline: Piezocharge constants and electric potential study // *Materials Letters*. – 2018. – V. 220. – P. 257-260.
2. Hutmacher D. W. Scaffolds in tissue engineering bone and cartilage // *Biomaterials*. – 2000. – V. 21. – № 24. – P. 2529-2543.
3. Wu D., Samanta A., Srivastava R. K., Hakkarainen M. Nano-graphene oxide functionalized bioactive poly (lactic acid) and poly (ϵ -caprolactone) nanofibrous scaffolds // *Materials*. – 2018. – V. 11. – №. 4. – P. 566.
4. Wang H., Qiu Z. Crystallization kinetics and morphology of biodegradable poly (l-lactic acid)/graphene oxide nanocomposites: Influences of graphene oxide loading and crystallization temperature // *Thermochimica Acta*. – 2012. – V. 527. – P. 40-46.
5. Si Y., Samulski E. T. Synthesis of water soluble graphene // *Nano letters*. – 2008. – V. 8. – №. 6. – P. 1679-1682.
6. Yuan M., Chen, Y., Yuan, M. et al. Functionalization of graphene oxide with low molecular weight poly (lactic acid) // *Polymers*. – 2018. – V. 10. – №. 2. – P. 177.
7. Bayer I. S. Thermomechanical properties of polylactic acid-graphene composites: a state-of-the-art review for biomedical applications // *Materials*. – 2017. – V. 10. – №. 7. – P. 748.

О ДВУХ ВАРИАНТАХ ГЕОМЕТРИЧЕСКОЙ КОНФИГУРАЦИИ ОПОРНЫХ ЧАСТЕЙ ПРОЛЕТНЫХ СТРОЕНИЙ МОСТОВ

А.А. АДАМОВ^{1, а}, А.А. КАМЕНСКИХ^{2, б}, В.И. ЛОБАНОВА^{2, в}

¹ Институт механики сплошных сред УрО РАН

² Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: ^аadamov.aa@ya.ru, ^бanna_kamenskih@mail.ru, ^вveloiv_pstu@mail.ru

На настоящий момент можно отметить увеличение инженерных решений по конструкционному оформлению опорных частей мостовых строений, направленных на изменение геометрической конфигурации элементов конструкции с целью оптимизации ее работы. Можно отметить значительный рост патентов на изменения классических конструкций опорных частей мостов, воспринимающих широкий спектр температурно-силовых нагрузок, являющихся несущими элементами мостовых сооружений. Многие мостостроительные предприятия ведут активные разработки, направленные на оптимизацию работы опорных частей. Одним из направлений исследований является рационализация геометрической конфигурации слоев скольжения мостовых опор [1, 2]: толщина и положение антифрикционных прослоек; геометрическое оформление углублений под смазочный материал; геометрическое оформление торца прослойки и т.д.

В работе рассмотрено фрикционное контактное взаимодействие верхней (1) и нижней стальной плиты (2) сферической опорной части через упругопластическую полимерную прослойку (3). Рассматривается два варианта геометрической конфигурации опорной части: с антифрикционной прослойкой, расположенной в нижней стальной плите – модель А; с антифрикционной прослойкой, нанесенной на сферический сегмент – модель Б.

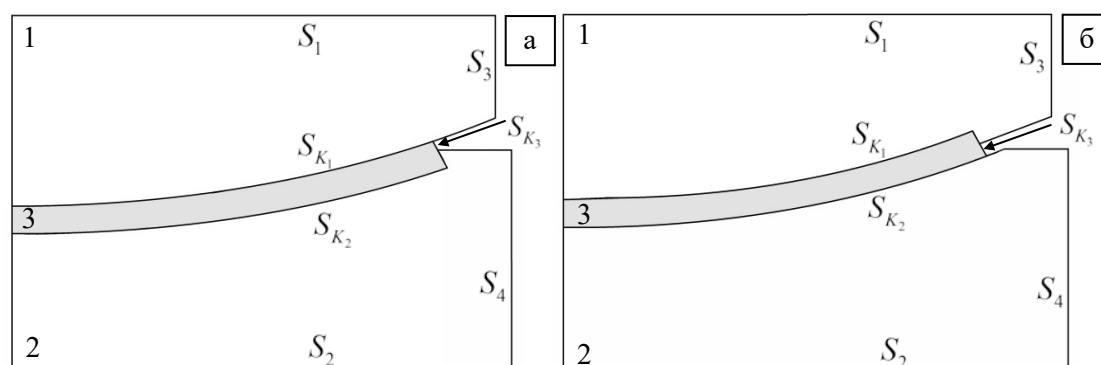


Рисунок 1 – Расчетные схемы сферических опорных частей: а) модель А; б) модель Б

Математическая постановка задачи описана в [2] и дополняется учетом больших деформаций в упругопластической прослойке 3. Материал прослойки – модифицированный фторопласт, плиты 1-2 выполнены из стали. Толщина прослойки постоянная 4 мм.

Для антифрикционных прослоек возможны разные варианты оформления геометрической конфигурации торца, связанные с углом наклона слоя скольжения относительно плит сферической опорной части α_p (рис. 2).

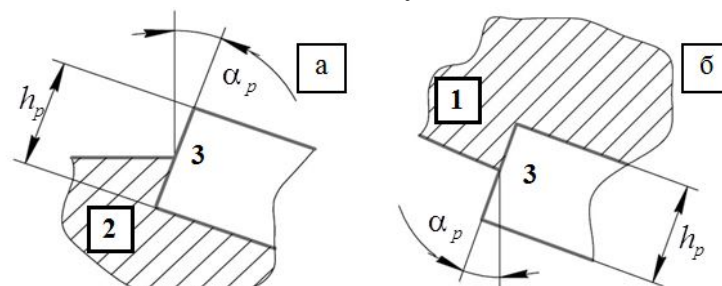


Рисунок 2 – Геометрия торца прослойки: а) Модель А; б) Модель Б

В рамках работы рассмотрено четыре варианта угла наклона антифрикционной прослойки из модифицированного фторопласта $\alpha_p = 0, 10, 20, 30$ градусов.

На рис. 3 показано сравнение изменения максимального уровня параметров контакта на поверхностях скольжения, по которой возможен поворот сферического сегмента опорной части (S_{K_1} для модели А, S_{K_2} для модели Б) при разных углах наклона торца, а так же параметры контакта края прослойки.

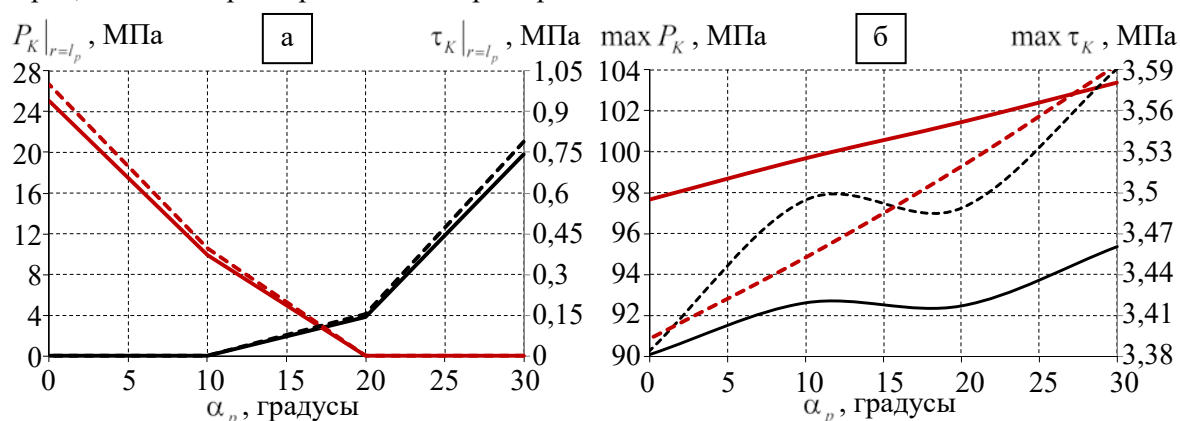


Рисунок 3 – Параметры контакта: а) край прослойки; б) максимальный уровень
черная линия – модель А; красная линия – модель Б;
сплошная линия – P_K ; пунктирная линия – τ_K

У модели А, при углах наклона торца прослойки от 0 до 10 градусов наблюдается отлипание контактных поверхностей вблизи края прослойки, при этом при уменьшении площади контакта максимальный уровень контактного давления ниже $\sim$ в 1,1 раза чем у модели Б. При этом у модели Б, отлипание контактных поверхностей вблизи края прослойки наблюдается при углах наклона торца прослойки от 20 до 30 градусов. Можно отметить, что максимальный уровень контактного давления на краю прослойки модели А на 20 % ниже, чем у модели Б. Максимальный уровень контактного касательного напряжения модели А ниже $\sim$ на 25 %, чем у модели Б. Распределение максимальных значений контактных параметров для модели А имеет нелинейный характер, по сравнению с моделью Б. Максимальный уровень контактного давления для модели А ниже в среднем на 7-8%, значения контактного касательного напряжения в среднем ниже на 1-1,5%, чем у модели Б. При этом при 10 градусах угла наклона максимальное значение контактного касательного напряжения в модели А превышают на 1,5%, чем у модели Б.

В целом при вертикальных нагрузках лучшими деформационными характеристиками обладает сферическая опорная часть с прослойкой в нижней плите. А для выявления качественных и количественных закономерностей влияния угла наклона торца прослойки на деформационное поведение узла требуется ряд дополнительных исследований.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-08-00903).

Список литературы

1. Xing C., Wang H., Li A., Wu J. Design and experimental verification of a new multi-functional bridge seismic isolation bearing // Journal of Zhejiang University – Science A: Applied Physics & Engineering. – 2012. – № 13(12). – Pp. 904–914.
2. Каменских А.А., Адамов А.А. Численное исследование сферического контактного узла с полимерной антифрикционной прослойкой // Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии – 2012. – №3. – С. 54-61.

КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ПОЛИКАПРОЛАКТОНА И ГИДРОКСИАПАТИТА ДЛЯ 3D ПЕЧАТИ ПЕРСОНАЛИЗИРОВАННЫХ ОСТЕОСТИМУЛИРУЮЩИХ СКАФФОЛДОВ

И.О. АКИМЧЕНКО, Г.Е. ДУБИНЕНКО, Е.Н. БОЛЬБАСОВ, С.И. ТВЕРДОХЛЕБОВ

Томский политехнический университет

E-mail: akimchenko.igor@gmail.com

На сегодняшний день аддитивные технологии нашли своё применение в различных сферах промышленности и жизни человека, в том числе и в медицине. Так, одним из наиболее перспективных методов создания медицинских скаффолдов для инженерии костной ткани на данный момент являются технологии 3D печати, позволяющие изготавливать сложные по структуре изделия с точностью до десятков и единиц микронов [1-2]. С помощью технологии моделирования методом послойного наплавления (FDM) изготавливаются биodeградируемые скаффолды на основе биорезорбируемых полимеров: полилактид, поликапролактон, полигидроксibuтират, полигликолид [3]. Проблема таких имплантатов заключается в низкой функциональной активности полимерных материалов, что затрудняет дифференцировку ММСК в остеобласты, ограничивая продукцию костной ткани и снижая прочность фиксации скаффолда в костном ложе. Одним из путей решения такой проблемы является разработка композиционных материалов на основе биорезорбируемых полиэфиров и биологически активных наполнителей.

Целью данной работы являлась разработка метода изготовления высоконаполненного композиционного филамента на основе поликапролактонa и гидроксиапатита для 3D печати биodeградируемых, персонализированных, остеостимулирующих скаффолдов, а также исследование влияния дисперсного наполнителя гидроксиапатита на физико-химические свойства полимерной матрицы.

В работе изготавливались композиционные материалы с наполнением до 40 вес. %, таблица 1. Композиционные материалы изготавливали путем смешения в низкоскоростной шаровой мельнице ГАП и раствора PCL в ацетоне, после чего ацетон удалялся выпариванием при температуре 130 °С в течение 20 минут. Полученный композит измельчали и перерабатывали методом экструзии для получения филамента диаметром 2,8 мм.

Таблица 1 – Составы композиционных материалов

Состав	PCL, вес. %	ГАП, вес. %
PCL	100	0
PCL20	80	20
PCL40	60	40

По результатам термогравиметрического анализа была определена массовая доля остаточного неорганического наполнителя в полученных филаментах, таблица 2.

Таблица 2 – Массовая доля остаточного наполнителя

Состав	PCL	PCL20	PCL40
Массовая доля, вес. %	0	17,72	38,84

На снимках СЭМ представлена макроструктура опытных образцов скаффолдов, рисунок 1. Макроструктура представлена пересекающимися под прямым углом двойными полосами материала. Среднее расстояние между соседними полосами PCL скаффолда составило $1,47 \pm 0,01$ мм. Это расстояние незначительно уменьшилось при печати композитами и имело значения $1,41 \pm 0,2$ мм и $1,39 \pm 0,2$ мм для PCL20 и PCL40 соответственно. Такое уменьшение расстояния между соседними волокнами можно объяснить уменьшением шейки утонения полос материала в области между их пересечениями под прямым углом, обусловленное изменением реологии расплава композитов. На поверхностях волокон композиционных скаффолдов не наблюдалось явно выраженной шероховатости в результате выхода на поверхность частиц ГАП. На снимках

композиционных скафолдов в режиме детектирования обратно-рассеянных электронов, рисунок 1 з, и, можно отметить отсутствие формирования значительных агломератов ГАП в приповерхностном слое. В совокупности, исследования структуры скафолдов подтверждают гомогенное распределение ГАП в PCL матрице.

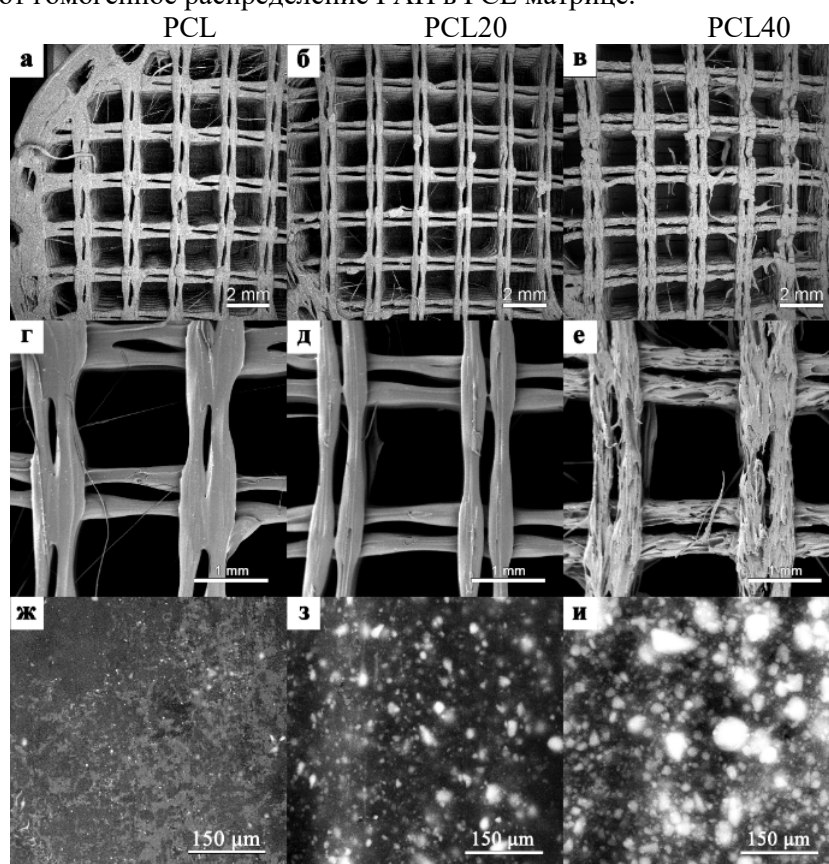


Рисунок 1 – СЭМ-изображения структуры: скафолдов – а,б,в; структурных элементов скафолдов – г,д,е; приповерхностного слоя скафолдов – ж,з,и

Исследования химического и фазового состава полученных композитов показали химическую стабильность материалов на всех технологических этапах. Термический анализ показал высокую эффективность наполнения полимерной матрицы ГАП и высокую термическую стабильность материалов в диапазоне технологических температур. В дальнейшей работе будет проведено исследование на наличие остаточного растворителя в материалах, а также оценка изменения молекулярно-массового распределения PCL матрицы на всех технологических этапах.

Список литературы

1. Do A. V. et al. 3D printing of scaffolds for tissue regeneration applications //Advanced healthcare materials. – 2015. – Т. 4. – №. 12. – С. 1742-1762.
2. Xin Y. et al. Influence of aggressive ions on the degradation behavior of biomedical magnesium alloy in physiological environment //Acta Biomaterialia. – 2008. – Т. 4. – №. 6.
3. Ikada Y, Tsuji H. Biodegradable polyesters for medical and ecological applications. Macromol. Rapid Commun. 2000; 21(3): 117-132.

ОДНООСНОЕ НАГРУЖЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКОГО МЕТАМАТЕРИАЛА С ПОВОРОТОМ

Л.Р.АХМЕТШИН, И.Ю.СМОЛИН

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: Akhmetshin.lr@gmail.com

Механические метаматериалы представляют собой специальным образом структурированные среды, обладающие необычными эффективными свойствами. К необычным свойствам можно отнести нулевое или отрицательное значение коэффициента Пуассона или приобретение дополнительной степени свободы. Развитие и применение механических метаматериалов с необычными механическими свойствами является многообещающим для различных инженерных приложений. Особую актуальность разработке механических метаматериалов придают успехи в развитии современных аддитивных технологий. Технологии аддитивного производства являются перспективными и конкурентоспособными по сравнению с традиционными благодаря высокой производительности и возможностью создания функциональных деталей [1].

Целью данной работы является исследование параметров хиральной структуры механического метаматериала для соответствующего механического отклика.

Для создания механического метаматериала (рис. 1), необходимо соединить двумерные структуры таким образом, чтобы они составляли грани куба. Таким образом получится элементарная ячейка метаматериала. Стержень механического метаматериала состоит из $3 \times 3 \times 9$ элементарных ячеек по трем ортогональным осям.

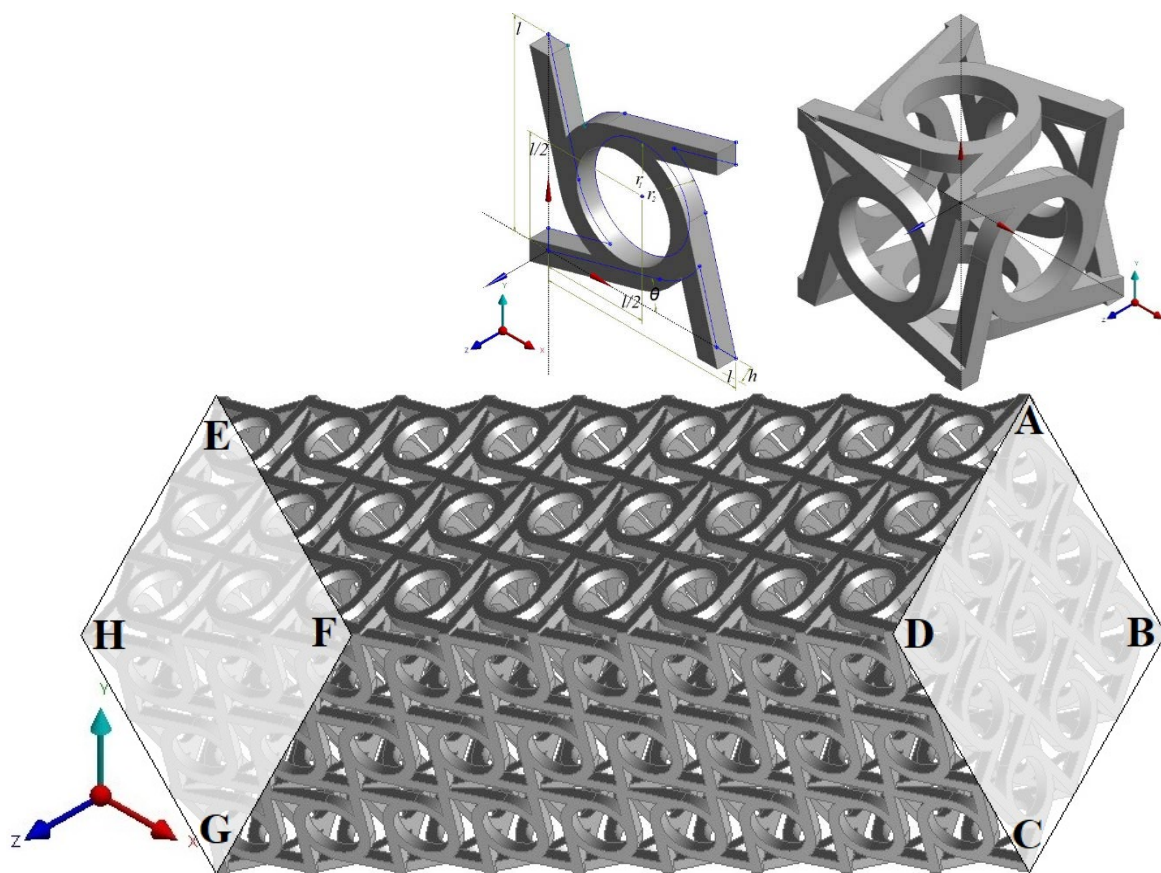


Рисунок 1 – Построение механического метаматериала

Параметры элементарной ячейки метаматериала принимали следующие значения: $l = 50$ мм, $t = h = 5$ мм, $r_1 = 12,5$ мм, $r_2 = 17,5$ мм.

Данная структура выбрана за счет своих конструкторских особенностей, заключающихся в том, что метаматериал будет скручиваться при приложении граничных условий:

$$U_{x,y,z}|_{EFGH} = 0, U_y|_{ABCD} = -15 \text{ мм}$$

Где U – перемещения на соответствующих гранях. Знак минус говорит о том, что образец будет сжиматься.

Упругие постоянные материала, из которого состоит образец механического метаматериала, принимали следующие значения: $E = 200$ ГПа – модуль Юнга; $\nu = 0,3$ – коэффициент Пуассона.

В качестве основного отклика для исследования параметров хиральной структуры механического метаматериала для соответствующего механического отклика были рассмотрены 1) α_{ABCD} – угол поворота грани $ABCD$ и 2) F_{EFGH} – силовая реакция опоры.

На рисунке 2 представлены результаты одноосного нагружения механического метаматериала. Нас интересуют экстремумы зависимостей, а именно максимальное значение угла поворота и минимальное усилие. Из зависимости видно, что угол поворота изменяется по параболическому закону, в то время как усилия изменяются почти линейно. Рост угла поворота α связан с наличием кольца у элементарной ячейки метаматериала, появляется возможность вращения, чем больше радиус кольца, тем больше угол закручивания и угол поворота образца метаматериала.

Наиболее эффективные значения для $\alpha = 25,69^\circ$ и $F = 1,56$ МН получаем при $r_2 = 17,5$ мм.

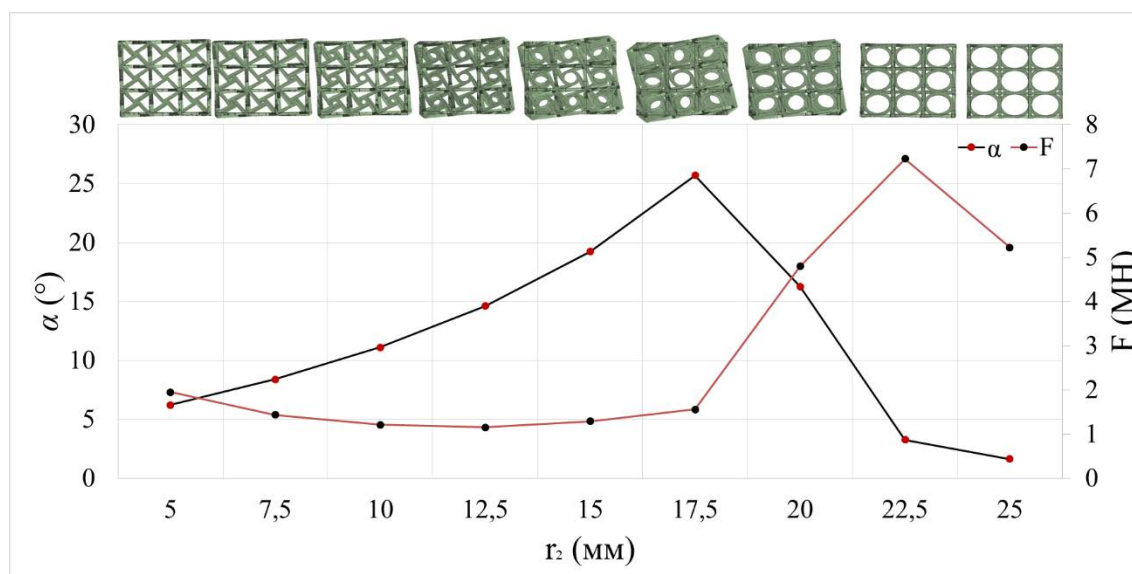


Рисунок 2 – Зависимость угла поворота и реакции опоры от внешнего радиуса

Данное научное исследование выполнено при частичной поддержке Российского научного Фонда (грант № 16-19-10264).

Список литературы

1. Колубаев А.В., Тарасов С.Ю., Филиппов А.В., Денисова Ю.А., Колубаев Е.А., Потекаев А.И. Особенности формирования структуры хромоникелевой стали, полученной с использованием электронно-лучевой аддитивной технологии // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2018. – Т. 61. – № 8. – С. 110–116.

PCL и PCL/PVP СКАФФОЛДЫ, СФОРМОВАННЫЕ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОСПИННИНГА, ДЛЯ БИМЕДИЦИНСКИХ ПРИМЕНЕНИЙ

А.Д. БАДАРАЕВ, В. БУКАЛ

Томский политехнический университет

E-mail: vrb2@tpu.ru

Поликапролактон (PCL) нашел свое широкое применение в медицине благодаря высоким механическим свойствам. Однако, медленная деградация и гидрофобные свойства ограничивают область его применения [1]. Поливинилпирролидон (PVP) обладает высокой смачиваемостью и биосовместимостью [2], однако имеет низкие показатели механической прочности [3]. Создание композиционных материалов из PCL/PVP позволяет нивелировать указанные недостатки полимеров. Таким образом, создание скаффолдов из PCL/PVP является актуальной задачей, и они могут найти применение в биомедицине.

Для изготовления скаффолдов использовали 8 % растворы PCL (Sigma-Aldrich, Великобритания) и PCL/PVP в хлороформе (CHCl_3 , Fisher Scientific, Великобритания). Содержание PVP (BASF, Германия) относительно PCL в растворе составляло 5 %. Электропрядение (электроспиннинг) растворов осуществляли на установке NANON-01A (MECC Co, Япония) при следующих режимах: скорость расхода растворов – 4 мл/ч; напряжение между коллектором и иглой – 22 кВ, расстояние между коллектором и иглой – 140 см.

Оценка различий диаметров волокон осуществлялась с помощью U-критерия Манна-Уитни. Механические свойства были оценены на различия тестом one-way ANOVA. Различия считались статистически значимыми при $p < 0,05$. Статистическая обработка данных была проведена в программе OriginPro® 2019 (OriginLab, Northampton, США).

На приборе JCM-6000Plus (Jeol, Япония) методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) были получены изображения волокон PCL и PCL/PVP скаффолдов при 1000× увеличении. Гистограммы распределения волокон по диаметрам были получены в программе Image J 1.48 (National Institutes of Health, США) с использованием плагина Diameter J v. 1.018. Краевые углы смачивания скаффолдов водой были оценены методом «сидячей капли» на приборе DSA-25 (KRUSS, Германия), рисунок 1.

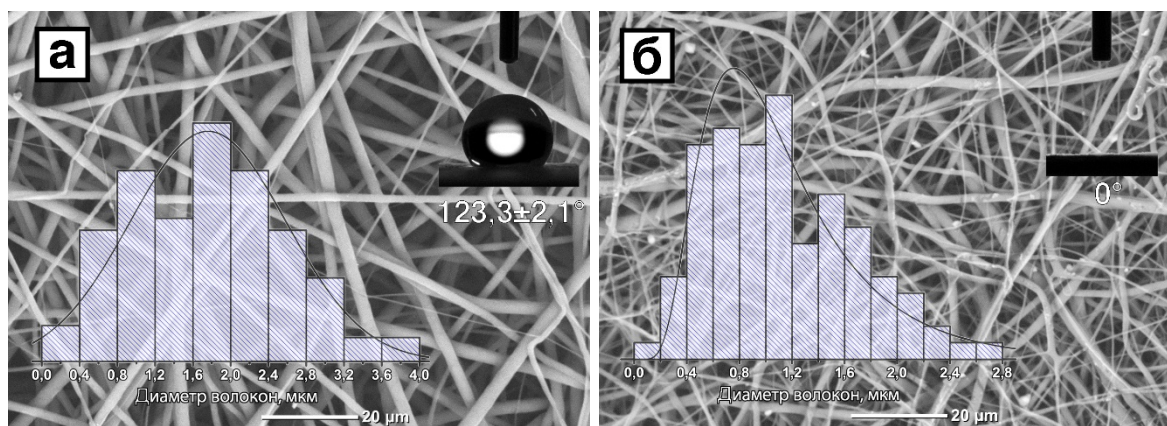


Рисунок 1 – СЭМ изображения, гистограммы распределения диаметров и смачиваемость скаффолдов: а) PCL; б) PCL/PVP

Скаффолды имеют нетканую структуру, которая характеризуется хаотично переплетенными волокнами. Средний диаметр волокон у PCL скаффолда составляет $1,73 \pm 0,81$ мкм, для PCL/PVP – $1,12 \pm 0,52$ мкм. PCL скаффолды характеризуются гидрофобными свойствами, средний краевой угол смачивания их водой составляет

123,3±2,1°, угол смачивания не изменялся в течении 1 минуты. PCL-PVP скаффолды обладают гидрофильными и сорбирующими свойствами, в течении 2-5 секунд капля с водой полностью впитывается.

Меньшие значения диаметров волокон у PCL/PVP скаффолдов по сравнению с PCL согласуются с литературными источниками [4]. Высокая смачиваемость и сорбирующие свойства у PCL/PVP скаффолдов связаны с гидрофильной природой PVP [3].

Механические свойства скаффолдов были исследованы на приборе Instron 3343 (Illinois Tool Works, США), оснащенный сенсором Instron 2519-102 (Illinois Tool Works, США), таблица 1.

Таблица 1 – Механические свойства скаффолдов

Скаффолд	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Модуль Юнга, МПа
PCL	3,1±0,3	870±50	6,5±0,5
PCL/PVP	2,8±0,4	295±13	7,9±0,3

Пределы прочности и модули Юнга исследуемых скаффолдов достоверно не отличаются. У PCL/PVP скаффолда относительное удлинение достоверно меньше (в ~ 3 раза) по сравнению с PCL скаффолдом. Снижение значения относительного удлинения у PCL/PVP скаффолда связано с отсутствием эластичности у PVP [3].

Методом электроспиннинга были изготовлены PCL и PCL/PVP скаффолды. PCL скаффолд обладает гидрофобными свойствами. Добавление 5 % PVP в прядильный раствор на основе PCL позволяет изготавливать композитные PCL/PVP скаффолды с гидрофильными и сорбирующими свойствами, обладающими прочностными свойствами и модулем Юнга, сопоставимыми с PCL скаффолдами. А благодаря гидрофильным свойствам PCL/PVP скаффолды могут успешно применяться в медицине.

Список литературы

1. Cipitria A., Skelton A. Dargaville TR и др. Design, fabrication and characterization of PCL electrospun scaffolds—a review // Journal of Materials Chemistry. – 2011. – Т. 21. – №. 26. – С. 9419–9453.
2. Wu J., Wang Z., Yan W. и др. Improving the hydrophilicity and fouling resistance of RO membranes by surface immobilization of PVP based on a metal-polyphenol precursor layer // Journal of Membrane Science. – 2015. – Т. 496. – С. 58–69.
3. Li J., Zivanovic S., Davidson P.M. и др. Characterization and comparison of chitosan/PVP and chitosan/PEO blend films // Carbohydrate Polymers. – 2010. – Т. 79. – №. 3. – С. 786–791.
4. Jia Y., Huang G., Dong F. и др. Preparation and characterization of electrospun poly (ϵ -caprolactone)/poly (vinyl pyrrolidone) nanofiber composites containing silver particles // Polymer Composites. – 2016. – Т. 37. – №. 9. – С. 2847–2854.

ИССЛЕДОВАНИЕ САМОВОССТАНОВЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ МЕТАЛЛОВ ПОСЛЕ САМОЗАЛЕЧИВАНИЯ МАКРОДЕФЕКТОВ

*М.Е. БАШКЕЕВА¹, А. НАРУЦКАЯ¹, Ю.А. МИРОВОЙ^{1,2}, А.Г. БУРЛАЧЕНКО²,
Е.С. ДЕДОВА^{1,2}, С.П. БУЯКОВА^{1,2}*

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: bashkeeva.maria@yandex.ru

Керамические материалы, имеющие температуру плавления выше 3000 °С и подходящие для конструкционных применений при температуре выше 2000 °С, широко известны как сверхвысокотемпературные керамические материалы (Ultra-high-temperature ceramics (UHTCs)). Из-за растущих потребностей в гиперзвуковых аэрокосмических аппаратах, транспортных средствах для повторного входа в атмосферу и применениях в энергетике за последние пару десятилетий возрос интерес к UHTCs в целом и к диборидам переходных металлов в частности. Это обусловлено тем, что борид циркония обладает относительно высокой теплопроводностью и стойкостью к высокотемпературному окислению, но вместе с этим низкой вязкостью разрушения и высокой хрупкостью [1].

Целью работы является изучение механических свойств керамики на основе диборида циркония после самозалечивания макродефектов.

Материалами для исследований служили керамические композиты ZrB₂-ZrC-SiC с добавкой ZrO₂ от 0, 5, 10, 15 объёмн. %. Композиционные материалы были получены спеканием под давлением 50 МПа при температуре 1900 °С с изотермической выдержкой в течение 10 минут в среде аргона. Фазовый состав композитов анализировался по рентгеновским дифрактограммам, полученным при CuKα излучении.

Вязкость разрушения керамических материалов осуществлялась по методу SEVNB (Singleedge V-notch beam), согласно которому разрушение прямоугольной балки с V-образным надрезом осуществляется при трехточечном изгибе в соответствии со стандартом ISO 23146:2008 [2]. Расчет коэффициента трещиностойкости (K_{Ic}) керамических материалов осуществлялся по формуле:

$$K_{Ic} = \frac{F}{B\sqrt{W}} * \frac{S_1 - S_2}{W} * \frac{3\sqrt{a}}{2(1-\alpha)^{1.5}} * Y,$$

$$\text{где } Y = 1,9887 - 1,326\alpha - \frac{(3,49 - 0,68\alpha + 1,35\alpha^2)\alpha(1-\alpha)}{(1+\alpha)^2}$$

α – относительная глубина надреза, $\alpha = a/W$; F – нагрузка разрушения, МН; S_1 – расстояние между центрами нижних опор, м; S_2 – расстояние между центрами верхних опор, м; B – ширина образца, м; W – толщина образца, м; a – среднее значение глубины концентратора, м.

Зависимость изменения относительной плотности от содержания диоксида циркония представлены на рисунке 1. Видно, что плотность увеличивалась по мере увеличения объемной доли диоксида циркония. Для керамики ZrB₂-ZrC-SiC относительная плотность составила $0,9 \pm 0,006$, а при содержании диоксида циркония 15 об. % плотность составила $0,95 \pm 0,005$. [3].

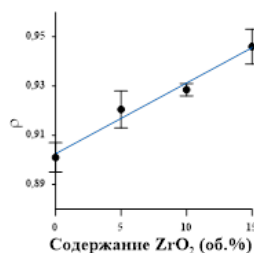
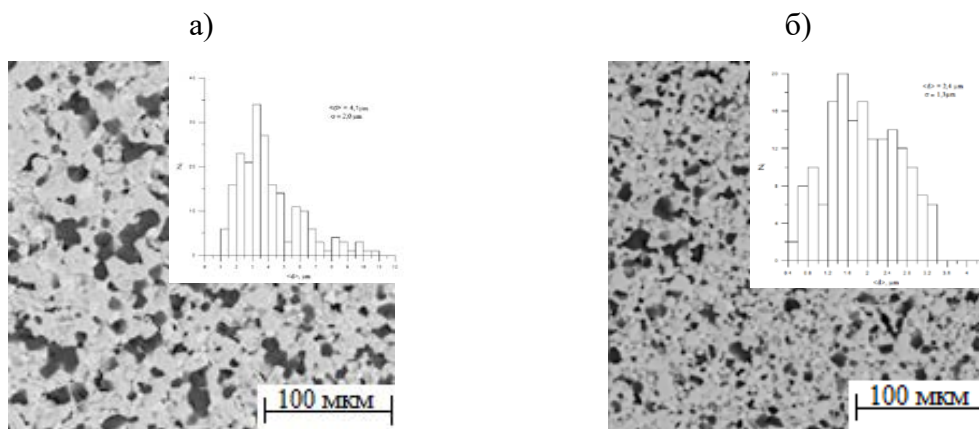


Рисунок 1 – Зависимость относительной плотности керамики ZrB₂-ZrC-SiC от содержания ZrO₂

На рисунке 2 представлены изображения микроструктуры композитов $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC}$, отличных содержанием диоксида циркония. Средний размер зерен в композите $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC}$ составил $4,4 \pm 0,14$ мкм, в композите, с добавкой 15 об. % диоксида циркония, $2,4 \pm 0,1$ мкм. Распределение частиц по размерам носило унимодальный характер для композитов всех составов. Рентгенофазовый анализ показал, что полученные композиционные материалы были представлены ZrB_2 в гексагональной фазе, ZrC в кубической модификации и SiC в гексагональной сингонии. По мере введения диоксида циркония в состав исследуемых композитов, рефлексы тетрагонального ZrO_2 появлялись и их интенсивность росла.



а) $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC}$, б) $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC -15 об.}\% \text{ZrO}_2$

Рисунок 2 – Изображение и распределение частиц по размерам композитов на основе $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC}$

Увеличение содержания диоксида циркония привело к росту K_{IC} , так, например, для керамики $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC}$ составил $4,2 \pm 0,08$ МПа*м^{1/2}, а для композита с содержанием 15 об. % ZrO_2 трещиностойкость составляла $5,7 \pm 0,1$ МПа*м^{1/2}.

Коэффициент трещиностойкости керамики $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC-ZrO}_2$ после термического воздействия увеличивался. Так, величина коэффициента трещиностойкости составила $5,9 \pm 0,1$ МПа*м^{1/2} для керамики $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC}$, нагретой до 1400 °С. По мере роста объемного содержания ZrO_2 вязкость разрушения увеличивалась и составила $11 \pm 0,25$ МПа*м^{1/2} для керамики $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC-15 об.}\% \text{ZrO}_2$ после нагрева до 1600 °С.

Механические испытания композитов $\text{ZrB}_2\text{-ZrC-SiC-ZrO}_2$, проведенные до и после нагрева при различных температурах и, как следствие, самозалечивания дефектов, показали, что реализуется механизм самовосстановления свойств.

Исследования выполнены в рамках Государственного задания ИФПМ СО РАН, проект III.23.2.3.

Список литературы

1. Justin, J.F. Ultra high temperature ceramics: densification, properties and thermal stability/ J.F. Justin, A. Jankowiak // AerospaceLab Journal. – 2011. – Iss. 3., AL03-08. – P. 1-11.
2. ISO 23146:2008 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics — Single-edge V-notch beam (SEVNB) method.
3. Ryo I. et al. Oxidation of ZrB_2 and its composites: a review// J Mater Sci. 2018. 53. Pp. 14885–14906.

ОСОБЕННОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ЭНЕРГИИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ ДЛЯ СИНТЕЗА МУЛЛИТА

К.А. БЕЗУХОВ¹, В.А. ВЛАСОВ¹, А.А. КЛОПОТОВ¹, Г.Г. ВОЛОКИТИН¹,

¹Томский государственный архитектурно-строительный университет,
bezuhov_k@mail.ru

Муллит–минерал подкласса островных силикатов с суммарной формулой $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$, при этом химический состав муллита колеблется от $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ до Al_4SiO_8 (или от $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ до $2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$). Муллит относится к ромбической кристаллической системе; габитус кристаллов призматический, игольчатый, волокнистый. Размер кристаллов муллита разнообразен: от 2 до 500 нм. Кристаллическая структура муллита очень похожа на силлиманитовую, т.е. состоит из спаренных цепочек $[\text{Si}_2\text{O}_5]$, в которых Si^{4+} частично изоморфно замещен на Al^{3+} . В настоящее время, муллит, получают разнообразными высокотехнологичными методами, включающими гель-золь-технологию, химический синтез, гидролиз и др. Однако, синтез муллита практически не встречается при помощи использования электродуговых плазмотронов. Одним из направлений, муллитобразования, является использование концентрированных потоков энергии, которые получают с использованием генераторов низкотемпературной плазмы (плазмотронов)

В то же время способ получения муллитовой керамики с использованием плазменных генераторов позволяет находить ответы на фундаментальные вопросы в разных областях науки: исследование несоразмерных фаз в многомерной кристаллографии; в теории фазовых переходов и в изо- и гетеровалентном изоморфизме, а также механизмах роста и образования кристаллов при высоких скоростях нагрева и охлаждения. Низкотемпературная плазма является мощным усиливающим фактором и способствует значительному ускорению физико-химических процессов при синтезе муллитовой керамики. В качестве исходных материалов был использован кремний содержащий порошок кварца «маршалит» и алюминиевая пудра. Синтез муллитовой керамики был проведен с помощью оригинальной установки на основе низкотемпературного плазменного генератора [1].

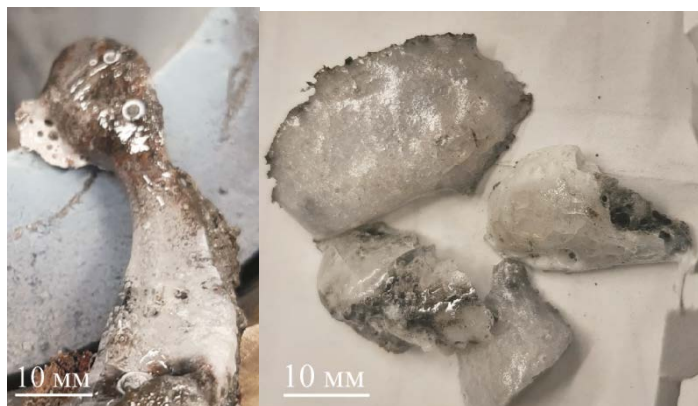


Рисунок 1 – Микрофотографии слитков, полученных в результате синтеза после воздействия энергии низкотемпературной плазмы на шихту

Для рентгеноструктурного исследования часть полученного слитка была механически раздроблена и перемолота в порошок. Рентгеноструктурные исследования приготовленного порошка проводили на дифрактометре «Дрон 4М» с использованием $\text{Cu}_{K\alpha}$ излучения. Оптические исследования проводили на оптическом микроскопе Axiovert 40 MAT с системой отображения объекта AXIOCAM MRC5. В результате воздействия высокотемпературной плазменной струей на шихту были получены слитки, рисунок 1. Видно, что по своему строению слитки имеют сложное неоднородное строение. Слитки содержит серый пористый материал, покрытый стекловидной поверхностью, рисунок 1. В

процессе плавления шихты наблюдается выделение газообразной фазы, содержащей легкоплавкие силикаты и кремнезем, рисунок 2. На микрофотографии видны стеклообразные круглые шарики.



Рисунок 2 - Микрофотографии со слитка, полученного воздействием высокотемпературной плазмы на шихту

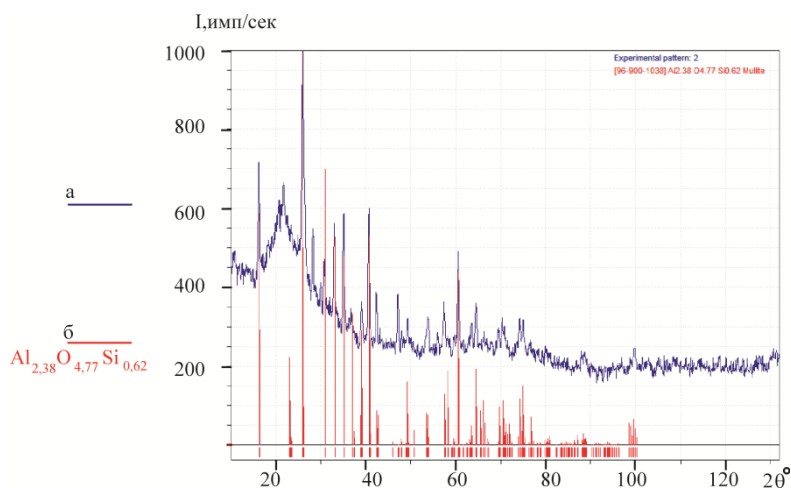


Рисунок 3 - Дифрактограмма образца (а), синтезированного при помощи дуговой плазмы и штрих диаграммы (б) соединений муллита $Al_{2.38}Si_{4.77}O_{0.62}$

На рисунке 3 приведена дифрактограмма материала, синтезированного при помощи плазменного генератора. На дифрактограмме присутствуют структурные линии, отражающие наличие кристаллических фаз и рентгеноаморфные диффузные максимумы. Наличие аморфной фазы подтверждается наличием стеклообразных фрагментов в слитке (рисунок 1 и 2). Расшифровка дифрактограммы позволило установить, что кристаллической фазой является муллит с орторомбической сингонией ($D_{2h}^9=Pbam$) с химическим составом $Al_{2.38}Si_{4.77}O_{0.62}$. На дифрактограмме также присутствуют структурные линии, кристаллических фаз, которые не расшифрованы. Таким образом, в результате высокотемпературного воздействия на шихту получен слиток, в состав которого входят кристаллические и аморфные фазы.

Список литературы

1. V.A. Vlasov, G.G.Volokitin, N.K. Skripnikova, O.G. Volokitin, « Plasma Technologies for Creating and Processing Construction Materials», NTL, Tomsk, 2019.

Благодарность

Работа выполнена при поддержке государственного задания Министерств науки и высшего образования РФ (номер проекта FEMN-2020-0004).

ПРОБЛЕМЫ ПОЛУЧЕНИЯ МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ ДИБОРИДА ГАФНИЯ И АЛЮМИНИЯ

С.А. БЕЛЯКОВИЧ¹, А.П. ИЛЬИН¹

¹ Томский политехнический университет

E-mail: sab41@tpu.ru

В настоящее время имеется необходимость в создании материалов для защиты от ионизирующего и нейтронного излучений, что связано с развитием ядерных технологий и увеличением объемов их применения. Новые материалы должны обладать невысокой плотностью и, как следствие, низкими массогабаритными характеристиками получаемых изделий. В работе в качестве решения предложен материал на основе диборида гафния и алюминия, так как последний характеризуется высокой поглощающей способностью нейтронов, γ -излучения и рекомендуется в системах защиты персонала от излучений. Вместе с тем, диборид гафния является тугоплавким и хрупким материалом, поэтому для исследования поглощающих способностей предложен его сплав с алюминием.

Целью работы являлось получение металлокерамического материала на основе диборида гафния и микропорошка алюминия: в том числе с использованием порошка алюминия, активированного СВЧ – излучением [1].

В работе использованы различные методики термообработки образцов, полученных в результате смешения навесок исходных порошков и последующим прессованием их в гидравлическом прессе. В поисковой части работы, целью которой было определение ограниченного числа значений соотношения компонентного состава смесей, было применено твердофазное спекание. Полученные смеси прессовали с помощью гидравлического пресса. Давление прессования – 1,5 МПа. Спекание прессованных таблеток осуществляли в муфельной печи при 550 °С в условиях ограниченного доступа кислорода в течение 4 часов. В таблице 1 приведены составы смесей порошков, спеченных в условиях твердофазного спекания. Смеси с идентичными составами были использованы для получения образцов на основе СВЧ-активированного алюминия.

Таблица 1 – Состав исходных смесей порошков HfB_2 и Al

№ п/п	Содержание HfB_2 , мас. %	Содержание Al , мас. %	Содержание добавки, мас. %	Масса смеси, г.
1	90	10	0	5,5
2	50	50	0	10
3	10	90	0	9,5
4	50	20	30	8

Механическая прочность, а также внешний вид полученных образцов был оценен как неудовлетворительный. Материал, обладающий требуемыми прочностными характеристика, методом твердофазного спекания получен не был, плотность образцов снизилась, наиболее вероятно протекание окислительных процессов.

Во второй экспериментальной части работы были использованы следующие методы термической обработки: горячее прессование (ГП) с предварительным жидкофазным спеканием и горячее прессование без предварительного спекания.

Компонентный состав навесок смесей порошков для ГП с предварительным жидкофазным спеканием приведены в таблице 2. Одинаковые составы и масса навесок были использованы для создания образцов как на основе СВЧ – активированных порошков Al , так и на основе неактивированных порошков. Полученные навески были подвергнуты прессованию в гидравлическом прессе с давлением прессования 3 МПа. ГП проводили в графитовой пресс-форме в атмосфере аргона [2]. Прессование проведено в атмосфере аргона с величиной давления 1 атм при предварительной вакуумировании до 0,1 атм. Спекание и горячее прессование образцов осуществляли в несколько этапов. Первый этап:

жидкофазное спекание в вакуумной печи при температуре 700 °С, время выдержки 60 минут. Затем горячее прессование со следующим температурным режимом: нагрев линейно осуществлялся в течение 15 минут; выдержка в течении 20 минут при температуре ~850 °С; охлаждение в течение 15 минут до температуры около 400 °С; естественное охлаждение в течение 15 минут в рабочей камере. Параллельно выполнен режим прессования. Спеченные образцы имели цилиндрическую форму с диаметром $1,5 \pm 0,02$ мм.

Таблица 2 – Состав смеси порошков HfB_2 и Al для горячего прессования с предварительным спеканием

№ п/п	HfB_2 содержание, мас. %	Al АСД-6М содержание, мас. %	Al нанопорошок содержание, мас. %	Масса смеси, г.
1	90	10	–	20
2	80	20	–	20
3	90	–	10	20
4	80	–	20	20

Компонентный состав навесок смесей порошков для гп с предварительным жидкофазным спеканием приведены в таблице 3. Одинаковые составы и масса навесок были использованы для создания образцов как на основе СВЧ – активированных порошков Al, так и на основе неактивированных порошков. Горячее прессование осуществлялось согласно методике, описанной выше.

Таблица 3 – Состав смеси порошков HfB_2 и Al для горячего прессования без предварительного спекания

№ п/п	HfB_2 содержание, мас. %	Al АСД-6М содержание, мас. %	Al нанопорошок содержание, мас. %	Масса смеси, г.
5	90	10	–	20
6	90	–	10	20

Были проанализированы плотности полученных образцов, а также замерена их твердость методом индентирования. В совокупности полученных данных, сделан вывод о том, что СВЧ-активирование порошка алюминия позволяет повысить механические свойства материала. Метод горячего прессования с предварительным жидкофазным спеканием позволил получить образцы с наиболее подходящими механическими характеристиками.

На основании проанализированных данных о плотности и пористости, а также данных наноиндентирования, образец, полученный методом горячего прессования с предварительным спеканием, и, содержащий 20 % порошка алюминия АСД-6М, активированного СВЧ-излучением, имеет в совокупности наиболее высокие механические свойства, что делает перспективным повышение активности порошков металлов.

Список литературы

1. Мостовщиков А.В., Ильин А.П., Чумерин П.Ю. Влияние СВЧ-излучения на термическую стабильность нанопорошка алюминия // Письма в Журнал Технической Физики. – Т. 42,– № 7. – С. 17–22
2. Хасанов О.Л. Методы компактирования и консолидации наноструктурных материалов и изделий. Томск: ТПУ, 2008. – 212 с.

ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА ФТОРПОЛИМЕРНОЙ МАТРИЦЫ НА ПРОЧНОСТЬ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА

Д.А. БУЛАТНИКОВ, А.В. ИШУТИН

Институт физической химии и электрохимии имени А.Н. Фрумкина РАН

Лаборатория физико-химической механики и механохимии ИФХЭ РАН

E-mail: bulat46@outlook.com

Изучено влияние термообработки порошка фторполимера торговой марки «ФЛУРАЛИТ» на прочностные показатели энергетического композиционного материала состава «Ti-2В-Ф4».

Энергетические наноккомпозиты являются новыми материалами, востребованными в ряде отраслей промышленности: порошковая металлургия, космическая энергетика, нефтехимическая промышленность и т.д. Отличительной особенностью таких композитов является возможность управления не только их механическими свойствами, но и реакционной способностью.

Композиционный порошок – наполнитель состава «Ti-2В» получали совместной механической обработкой порошков титана и бора в планетарной мельнице – активаторе «АГО-2У». Механическая обработка проводилась в течение 15 минут; при таком времени активации достигаются оптимальные технологические характеристики порошка. Затем наполнитель смешивался с фторполимерным порошком марки «ФЛУРАЛИТ», образующий при прессовании матрицу. Материал полимерной матрицы обеспечивает прессуемость композита, требуемые механические свойства и заданную скорость послойного горения.

В результате проведенных исследований выявлена зависимость между технологией введения порошка фторопласта марки «ФЛУРАЛИТ» и прочностью пресованных образцов [1].

Фторопласт торговой марки «ФЛУРАЛИТ» вводился двумя способами: в первом вводили исходный порошок в состоянии поставки за несколько минут до окончания механической обработки порошковой смеси «Ti-2В» с последующей дополнительной обработкой. Во втором случае введению фторопласта предшествовала стадия термообработки, позволяющая удалить низкомолекулярную фракцию и другие летучие примеси [2]. Отжиг производился при температуре 150 °С в течение 4 часов в атмосфере воздуха.

После выделения и сушки из композиционного порошка были отпрессованы образцы в форме таблеток для оценки прочностных характеристик. Изучались образцы с содержанием порошка фторполимера 5, 7,5 и 10 % соответственно, что соответствует объемному содержанию материала матрицы 8,8, 13,6 и 18,6 %. Для определения прочности образцов на одноосное сжатие использовался прибор МП-2С [3].

В результате измерений были получены значения прочности пресованных таблеток. Усредненные параметры прочности приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Прочность на одноосное сжатие энергетических композитов с отожженным и неотожженным фторполимером

Содержание фторполимерной матрицы		Прочность на одноосное сжатие, МПа		Изменение прочности, %
% масс.	% об.	ФЛУРАЛИТ исходный	ФЛУРАЛИТ после отжига	
5,0	8,1	1,02 ± 0,05	1,31 ± 0,01	28,0
7,5	12,0	1,15 ± 0,05	1,33 ± 0,01	15,4
10	1,25	1,25 ± 0,05	1,36 ± 0,01	9,4

Установлено, что предварительный отжиг фторполимера позволяет увеличить прочность пресовок при изготовлении композита «Ti-2В-Ф-4»

Список литературы

1. Выбор фторполимера для синтеза композиционного материала «титан-бор-фторполимер» с заданными физико-химическими характеристиками [Текст] : ВКР : 18.03.01 : защищена 13.06.19 / Булатников Дмитрий Александрович. – М., 2019. – 54 с.
2. Хромато-масс-спектрометрическое и термодесорбционное масс-спектрометрическое исследование продуктов механохимической активации тефлона в смеси с металлами / А. В. Ульянов [и др.] // Журнал аналитической химии. Т. 74. Химия. – 2019. – №5. – С. 373-380.
3. Шукин Е.Д., Бессонов А.И., Паранский С.А. Механические испытания катализаторов и сорбентов. – М.: Издательство «Наука», 1971. – С. 28.

ОСОБЕННОСТИ ЭВОЛЮЦИИ СПЕКЛ-СТРУКТУРЫ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ В СЛОИСТОМ КОМПОЗИТЕ СТАЛЬ/УГЛЕПЛАСТИК ПРИ ДЕФОРМАЦИИ

В.Е. БУНЬКОВ¹, А.С. ПЛЯСКИН¹, А.А. КЛОПОТОВ¹, А.М. УСТИНОВ¹

¹Томский государственный архитектурно-строительный университет, г. Томск

E-mail: viktorbunkov@inbox.ru

Исследования распределений деформационных полей в композитных материалах, позволяющие регистрировать изменения непосредственно в процессе нагружения *in situ* можно довольно успешно проводить при помощи бесконтактного метода трехмерной цифровой оптической системы. Конструкции и элементы конструкций, в которых используются композитные материалы, относятся к такому классу конструкций, в которых существуют протяженные области с источниками концентраторов напряжений [1,2]. Поэтому необходимы экспериментальные исследования деформационных полей в композитных материалах для оценки прочности узлов и элементов конструкций из композиционных материалов. В настоящее время для решения таких задач достаточно плодотворно используют цифровую оптическую систему VIC-3D Correlated Solutions [3].

Целью настоящей работы является изучение *in situ* непрерывной эволюции в пространстве и во времени распределений напряженно-деформированных состояний в слоистом композите сталь/углепластик при деформации

Для испытаний были изготовлены слоистые образцы в виде стальной заготовки из стали 09Г2С и наклеенной полосы углепластика прямоугольного сечения. Для испытаний были приготовлены плоские слоистые образцы сталь 09Г2С/углепластик с размерами в поперечном сечении от 6 мм до 10 мм. Углепластик представлял собой композит из армированной углеродной однонаправленной ткани с поверхностной плотностью 530 г/м² «Таре 530» и матрицей из двухкомпонентного эпоксидного связующего «Resin 530». Пластина углепластика представляет собой полосы прямоугольного сечения 20×2 мм.

Механические испытания образцов на растяжение проводили на приборе «INSTRON 3386» с постоянной скоростью деформирования 0,0021 с⁻¹. Исследования непрерывной эволюции в пространстве и во времени деформационной картины на поверхности образца проводили при помощи цифровой оптической системой Vic-3D на основе метода корреляции цифровых стереоскопических изображений. В процессе испытания были определены геометрические параметры поверхности (координаты X, Y, Z для каждой анализируемой точки), а также относительные деформации (ϵ_{xx} – по оси OX, ϵ_{yy} – по оси OY, ϵ_{xy} – деформации сдвига) [3,4].

На рисунке 1 приведены фотографии образца до испытаний и после разрушения. Видно, что разрушение пластин углепластика произошло на боковых гранях образца.

На рисунке 2 приведены картины распределений горизонтальных относительных деформаций ϵ_{xx} на поверхности образца сталь /углепластик при разных деформациях. Видно, что боковые грани образца являются концентраторами напряжений. В этих местах наблюдается квазипериодическое слоистое локализация очагов пластической деформации.

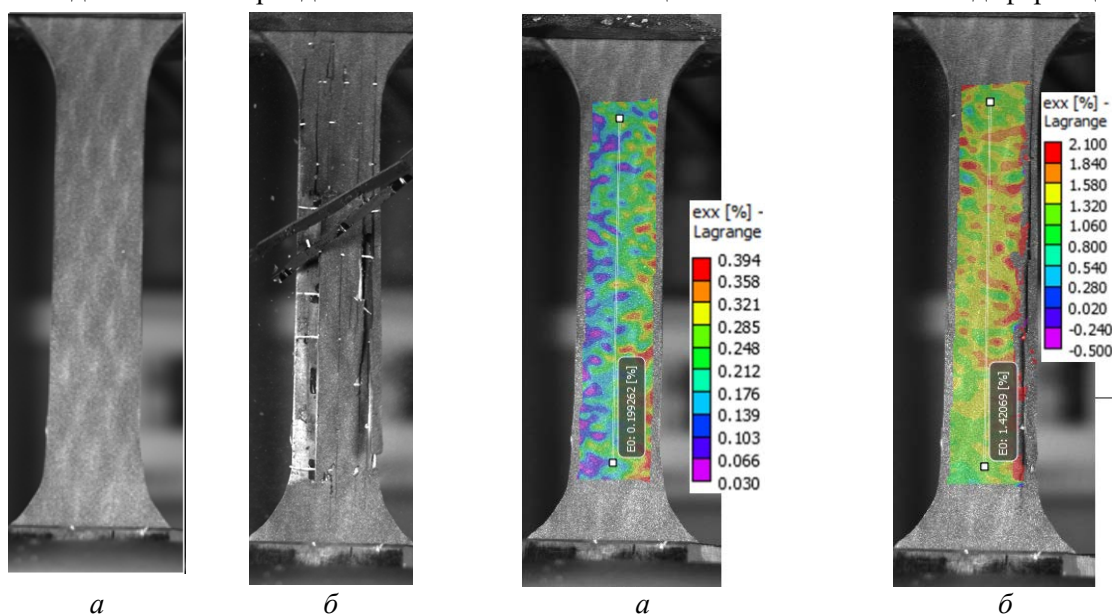


Рисунок 1 - Фотография образца до испытаний (а) и после испытаний (б)

Рисунок 2 - Картины распределений горизонтальных относительных деформаций ϵ_{xx} на поверхности образца сталь /углепластик при разных деформациях: а – $\epsilon \sim 0.199\%$; б – $\epsilon \sim 1.42\%$

По данным испытаний слоистого образца получена деформационная кривая растяжения слоистого композита сталь/углепластик в координатах «напряжение-деформация», рисунок 3. На этой кривой хорошо видна стадийность развития деформационных процессов.

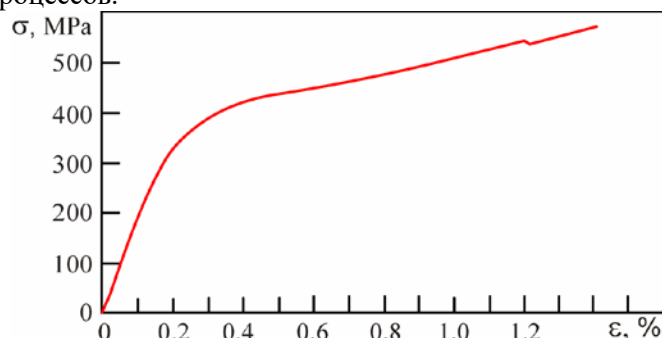


Рисунок 3 - Деформационная кривая растяжения слоистого композита сталь/углепластик

Применение системы VIC-3D позволяет получать картины, детально отражающие непрерывную эволюцию в пространстве и во времени распределения изополей относительных деформаций на поверхности слоистого композита сталь/углепластик, а также характер распределений деформационных полей на каждой стадии деформационной кривой.

Работа выполнена при поддержке государственного задания Министерств науки и высшего образования РФ (номер проекта FEMN-2020-0004).

Список литературы

1. Устинов А.М., Копаница Д.Г., Клопотов А.А. Экспериментальное исследование методом корреляции цифровых изображений напряженно-деформированных

- состояний поверхности прокатного двутавра, усиленного углепластиком. Сборник трудов VIII Международной научно-практической конференции «Инновационные технологии в машиностроении». Юрга. ТПУ. 2017. С. 39-41.
2. Wang, H. Determination of the bond-slip behavior of CFRP-to-steel bonded interfaces using digital image correlation / H. Wang, G. Wu, Y. Dai and X. He // Journal of Reinforced Plastics and Composites. –Vol. 35(18). – 2016. P. 1353–1367.
 3. Sutton M.A., Orteu J.J., Schreier H. Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements. University of South Carolina, Columbia, SC, USA, 2009. 364 p.
 4. Д.Г. Копаница, А.М. Устинов, А.И. Потекаев, А.А. Клопотов, Е.С. Марченко. Изменения напряженно-деформированных состояний приповерхностных слоев стали в процессе нагружения. Известия ВУЗов. Физика. 2017. Т.60, №9. С.105-113

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ БУРОВОГО ШЛАМА В КАЧЕСТВЕ ЧАСТИЧНОЙ ЗАМЕНЫ ЦЕМЕНТА В БЕТОННОЙ СМЕСИ

В.Р. ГАЛЕЕВ

Томский политехнический университет

E-mail: wilym@sibmail.com

Увеличение мирового спроса на энергоносители, компенсируется за счет бурения большего количества нефтяных скважин, что в свою очередь приводит к неизбежному увеличению отходов бурения. Одной из экологических последствий увеличенной добычи нефти является формирование загрязненного нефтью бурового шлама.

Так как буровой шлам состоит в том числе из порообразующих компонентов его применение в строительной отрасли, является рациональным решением его утилизации, а так же поможет снизить объемы природных ресурсов, используемых в строительстве, и улучшить экологическую обстановку в районах добычи нефти и газа.

Актуальной задачей при обращении с буровыми шламами является обоснование и разработка технологии их утилизации с получением безопасной продукции с требуемым набором эксплуатационных характеристик.

Цель исследования – разработать состав бетона с частичной заменой цемента на порошок бурового шлама. Объект исследования – буровой шлам образующийся на месторождении «Сургутнефтегаз».

По фазовому составу буровой шлам представлен такими соединениями как диоксид кремния, карбонат кальция, фосфат алюминия, рисунок 1.

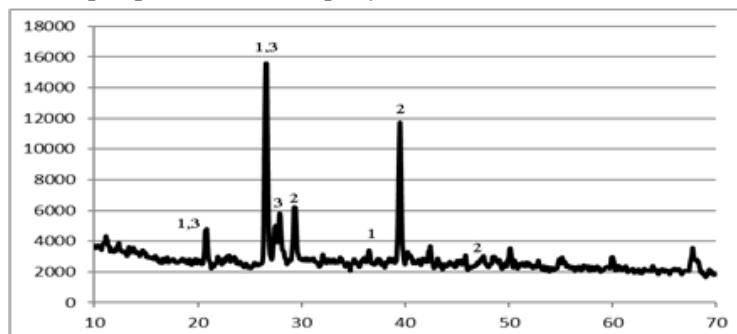


Рисунок 1 - Рентгенограмма порошка бурового шлама «Сургутнефтегаз»
(1 - SiO₂, 2 - CaCO₃, 3- AlPO₄)

На рисунке 2 представлено распределение бурового шлама по гранулометрическому составу представленного размерами частиц от 50 до 0,5 мкм.

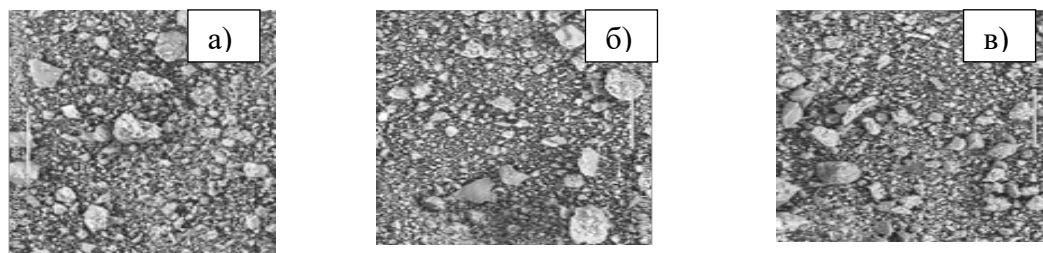


Рисунок 2 – Электронная микроскопия частиц порошка бурового шлама
«Сургутнефтегаз»

За базовый состав взяли состава бетона без добавок, который делают на ТДСК. В качестве контрольных были приготовлены три образца строительной смеси состоящей из цемента класса I 22,5 Б, песка Туганского месторождения, гравия из отсева щебня ТДСК. Все компоненты смеси были тщательно перемешаны до образования однородной массы, после чего добавляли воду с перемешиванием и образованием удобоукладываемой массы, которую переносили в формы. Через сутки застывшие в формах образцы были помещены в ванну с гидравлическим затвором для протекания процессов твердения в течение семи дней. По такой же технологии были приготовлены смеси в которых цемент был частично заменен порошкообразным буровым шламом. Для определения прочностных характеристик было изготовлено по три образца каждого состава размером 10 *10 *10 мм. Для анализа прочностных характеристик полученного материала в зависимости от различного содержания бурового шлама, определены свойства образцов содержащих 10, 20, 30, 40 и 50 % бурового шлама. Указанные значения прочности представляют среднюю прочность трех образцов. Составы смесей и результаты определения прочности, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Компонентный состав раствора

№ состава	Содержание компонентов, мас. %					Прочность на сжатие, МПа
	цемент	песок	гравий	отход	вода	
базовый	16,5	33	43,3	0	7,2	94
1	14,85	33	43,3	1,65	7,2	86
2	13,2	33	43,3	3,30	7,2	49
3	11,55	33	43,3	4,95	7,2	43
4	9,9	33	43,3	6,60	7,2	40
5	8,25	33	43,3	8,25	7,2	31

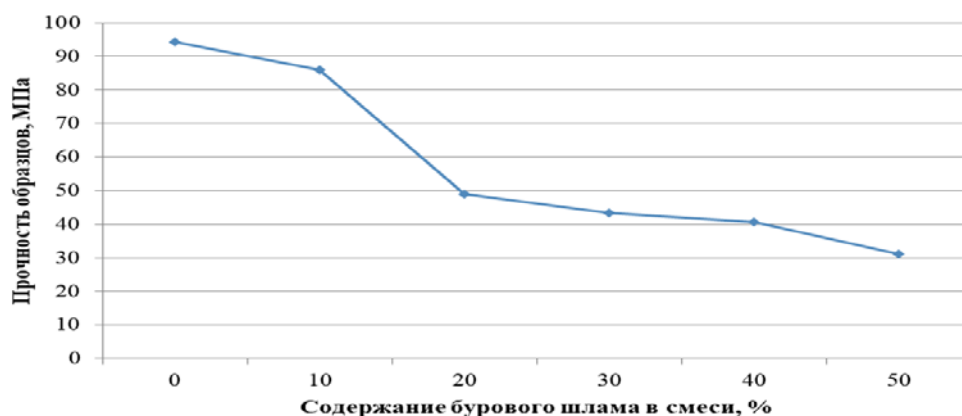


Рисунок 3 - График зависимости прочности образцов от содержания в них бурового шлама

В результате проведенных экспериментов была оценена возможность использования бурового шлама в качестве частичной замены цемента в бетонной смеси. Использование бурового шлама в качестве частичной замены цемента приводит к снижению прочности образцов. Исследования показали, что прочность изделий содержащих 10 % бурового шлама снижается незначительно на 8 %. Однако, замена большего количества цемента буровым шламом вызывает резкое падение прочности на сжатие на 48 %. Таким образом, замена 10 % цемент с буровым шламом рассматривается в качестве оптимального варианта.

Список литературы

1. Mostavi E., Asadi S., Ugochukwu E. Feasibility Study of the Potential Use of Drill Cuttings in Concrete// Procedia Engineering 118, – С. 1015 – 1023.

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ФЕРРИТОСОДЕРЖАЩИХ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ В СУБ-ТГц ДИАПАЗОНЕ

М.О. ГЕРИНГ, А.В. БАДЫН, Г.Е. КУЛЕШОВ, Т.Н. ШЕМАТИЛО

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: thzlab@mail.ru

В настоящее время основными пластиками для 3D-печати методом послойного наплавления являются: акрилонитрилстиролакрилат, ударопрочный полистирол, полиэтиленгликольтерефталат (ПЭТГ), полилактид, акрилонитрилбутadiенстирол и др. Среди них ПЭТГ отличается высокой прочностью химической стойкостью к щелочам, кислотам, воде и практически не дает усадки, поэтому идеально подходит для создания объектов любых размеров. За последние пять лет отмечается рост публикаций, посвященных усовершенствованию полимерных композиционных материалов для аддитивных технологий [1-4]. Так, традиционные радиоматериалы используются в качестве активной фазы при модификации композитных материалов для 3D-печати. Углеродные включения (технический углерод, графиты, реже углеродные наноструктурные соединения) [7], ферромагнетики, ультрадисперсные порошки металлов (чаще всего карбонильного железа) [4], сегнетоэлектрики [5] активно используются в качестве активной фазы при модификации композиционных материалов для 3D-печати. При этом в Суб-ТГц (100-300 ГГц) диапазоне электромагнитные характеристики композитных радиоматериалов, полученных с помощью аддитивной технологии, мало исследованы. Активно осваиваемые сегодня Суб-ТГц диапазон частот нуждается в разработке и создании элементной базы, основой которой могут стать аддитивные технологии с использованием магнитных пластиков.

Среди магнитных наполнителей для создания пластиков для 3D-печати выделяются ферриты. Ферриты - это твердые растворы магнитных оксидов, содержащие железо в качестве основного металлического компонента. Их главная особенность, благодаря которой они нашли широкое применение в радиоэлектронике, - низкие значения электропроводности при наличии ферромагнитного упорядочения, спонтанной намагниченности [6]. Большинство радиотехнических ферритов работают на частотах, не превышающих нескольких ГГц. В этом аспекте пристальное внимание уделяется ферритам с гексагональной кристаллической структурой (гексаферритам), поскольку их область естественного ферромагнитного резонанса находится в микроволновом диапазоне [7]. Поэтому высокие значения магнитной проницаемости этих материалов сохраняются на высоких частотах.

Использование аддитивной технологии с композитными нитями позволяет значительно ускорить и удешевить производство радиоматериалов и защитных покрытий

для конечных устройств, а также дает возможность создавать совершенно новые элементы и композитные конструкции.

В данной работе представлено исследование в Суб-ТГц диапазоне электромагнитных характеристик полученных методом 3D-печати композиционных полимерных материалов, содержащих гексаферрит М-типа. Изготовление композиционной нити для 3D принтера производилось методом горячего экструдирования. В таблице 1 приведены концентрации наполнителя в ПЭТГ, толщина исследованных образцов композитов, напечатанных на 3D принтере.

Таблица 1 – Концентрация $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ в композитах на основе ПЭТГ

№ образца	Наполнитель	Толщина
1	нет	0,82 мм
2	40 масс.% $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$	2,28 мм
3	50 масс.% $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$	2,04 мм
4	60 масс.% $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$	1,91 мм

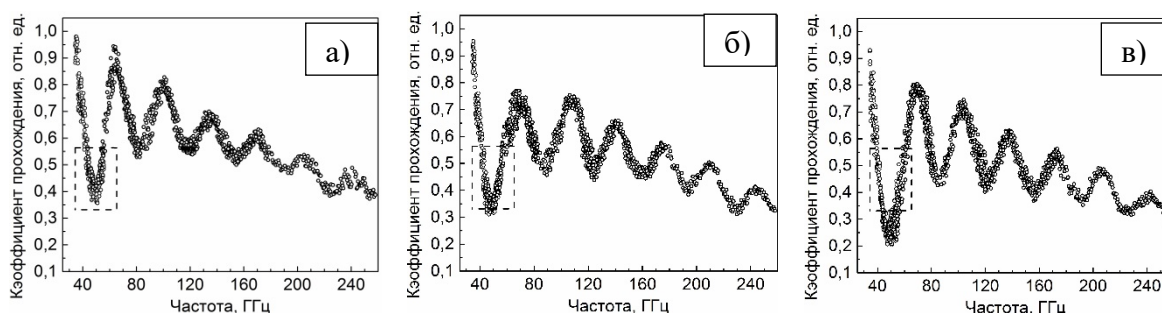


Рисунок 1 – Частотная зависимость коэффициента прохождения для композита на основе ПЭТГ и: а) 40 масс. % $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$; б) 50 масс. % $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$; в) 60 масс. % $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$

Анализ частотных зависимостей коэффициента передачи, рисунок 1, показывает наличие резкого избирательного поглощения электромагнитного излучения в КВЧ диапазоне на частоте около 49 ГГц. Это связано с ферромагнитным резонансом в феррите $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$. Добавка феррита значительно увеличивает диэлектрическую проницаемость. Чистый ПЭТГ имеет реальную диэлектрическую проницаемость в Суб-ТГц диапазоне 2,5. Добавление 60% феррита бария удваивает диэлектрическую проницаемость композита. Величина мнимой части диэлектрической проницаемости изменяется незначительно: 0,08 для 40 мас. % и 0,12 для 60 мас. %.

Полученный результат показывает перспективность использования данного композита в аддитивной технологии, основанной на методе послойного наплавления. В случае необходимости печати конструкции с частотно-избирательным поглощением около 49 ГГц можно использовать этот композит. В этом случае варьируя массовую концентрацию феррита, можно изменять степень поглощения электромагнитного излучения. Другое возможное применение этого композита - это материал с повышенным показателем преломления и относительно низкими диэлектрическими потерями в КВЧ диапазоне.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта президента РФ для государственной поддержки молодых российских ученых МК-1709.2020.8.

Список литературы

1. Parandoush P., Lin D. A review on additive manufacturing of polymer-fiber composites // Compos. Struct. – 2017. – № 182. – P. 36–53.
2. Ravi Prakash M., Anuj S., Balasubramanian K. Terpolymer (ABS) cermet ($\text{Ni-NiFe}_2\text{O}_4$) hybrid nanocomposite engineered 3D-carbon fabric mat as a X-band electromagnetic interference shielding material // Materials Letters. – 2019. – №238. – P. 214-217.

3. Mishra S., Katti P., Kumar S., Bose S. Macroporous epoxy-carbon fiber structures with a sacrificial 3D printed polymeric mesh suppresses electromagnetic radiation // Chemical Engineering Journal – № 357. – P. 384-394.
4. Badin A.V., Simonova K.V., Kuleshov G.E., Suslyayev V.I., Dunaevskii G.E., Dorozhkin K.V., Pidotova D.A., Bodazhkov D.S. Absorption properties of 3D-printing MWCNT composites at the THz frequency range // IRMMW-THz 2019 – 2019. – P. 74-80.
5. Ji K., Li Y., Cao M. Mn, Ti substituted barium ferrite to tune electromagnetic properties and enhanced microwave absorption // Journal of Materials Science, Materials in Electronics. – 2016. – T. 27. – № 5. – P. 5128-5135.
6. Credi C., Fiorese A., Tironi M., Bernasconi R., Magagnin L., Levi M., Turri S. 3D Printing of cantilever-type microstructures by stereolithography of ferromagnetic photopolymers // ACS Appl. Mater. Interfaces – T. 8. – № 39. – P. 26332–26342.
7. Badin A.V., Dorozhkin K.V., Kuleshov G.E., Zhuravlev V.A., Suslyayev V.I., Dunaevskii G.E., Bilinskii K.V. Ferromagnetic resonance in hexagonal ferrite $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ at the EHF frequency range // IRMMW-THz 2018 – 2018. – P. 372-376.

ФАЗООБРАЗОВАНИЕ, СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ КВАЗИБИНАРНОЙ СИСТЕМЫ НА ОСНОВЕ $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ И $\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$

Е. В. ГЛАЗУНОВА, И. А. ВЕРБЕНКО, Д.М. ВЕРБОВАТЫЙ, Л.А.РЕЗНИЧЕНКО

Южный федеральный университет, Научно-исследовательский институт физики

E-mail: kate93g@mail.ru

Ввиду осознания важности сохранения окружающей среды была принята директива запрещающие применение токсичных элементов (RoHS 2002/95/EC) [1] в некоторых областях науки и техники. В связи с этим, бессвинцовая пьезокерамика в последние годы стала набирать все большую популярность среди исследователей. Одной из наиболее перспективных основ для создания бессвинцовых пьезоматериалов, является система ниобата калия-натрия $(\text{K},\text{Na})\text{NbO}_3$ (KNN). В последние десятилетия она интенсивно исследуется, благодаря близости пьезоэлектрических характеристик данной системы к используемым в промышленности $\text{PbZr}_{1-x}\text{Ti}_x\text{O}_3$ (ЦТС) материалам [2]. Однако получение качественной KNN керамики осложняется сильной зависимостью свойств материала от его термодинамической предыстории. Из литературы известно, что получение керамики на основе системы KNN сопряжено с рядом кристаллохимических и технологических трудностей: гидролиз исходных веществ, узкий интервал оптимальных температур синтеза и спекания, высокая летучесть щелочных компонентов при относительно невысоких температурах. Что приводит к получению керамики с низкой экспериментальной плотностью и высокой электропроводимостью. Указанные проблемы пытаются устранить путем введения в систему различных модификаторов [3]. Так как пирониобат кальция $\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$ имеет очень высокие значения температуры фазового перехода 1700 К [4], а ТР системы KNN обладают относительно высокими значениями пьезоэлектрической активности, в сочетании друг с другом они могут обеспечить необходимое сочетание свойств для разработки нового поколения высокотемпературных устройств.

Таким образом, актуальным является установление закономерностей в ряду фазообразование-структура-свойства в системе ТР $(1-x)\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3-x\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$.

Объектами исследования стали ТР системы $(1-x)\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3-x\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$, $0,0 \leq x \leq 0,1$, $\Delta x = 0,025$, изготовленные путем двухстадийных твердофазных реакций с последующим спеканием по обычной керамической технологии. В качестве реагентов были использованы: Nb_2O_5 (ч.), гидрокарбонаты NaHCO_3 (х.ч.) и KHCO_3 (ч.д.а.) и предварительно синтезированный пирониобат кальция $\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_7$.

Рентгенофазовый анализ проводили методом порошковой рентгеновской дифракции на дифрактометре ДРОН-3. Исследование микроструктуры сколов образцов осуществляли с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM-6390L. Диэлектрические спектры измеряли в интервале $T=(300-900)$ К на частотах 1кГц-1МГц с помощью специально сконструированного стенда(НИИ физики ЮФУ), включающего LCR-meter Agilent 4980A.

Рентгенофазовый анализ ТР системы $(1-x)K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3 - xCa_2Nb_2O_7$, $0,0 \leq x \leq 0,1$, $\Delta y=0,025$, показал, что все образцы имеют структуру типа перовскита. При увеличении концентрации $Ca_2Nb_2O_7$ в интервале $0,0 \leq x \leq 0,1$ в системе возникает ряд фазовых переходов: $P(M) \rightarrow P(M)+P_{ск} \rightarrow P_{ск}+K$.

По мере увеличения концентрации $Ca_2Nb_2O_7$ в исследуемой системе размер зерен существенно уменьшается и наблюдается разрыхление микроструктуры объектов, что сказывается на относительной плотности керамики.

На диэлектрических спектрах исследуемых объектов при $x=0.0$ наблюдается два экстремума в интервалах температур $\sim 480-550$ и $680-750$ К, которые соответствуют фазовым переходам: ромбоэдрическая $\rightarrow$ тетрагональная и тетрагональная $\rightarrow$ кубическая, соответственно. Также для всех ТР системы характерна сильная частотная дисперсия диэлектрической проницаемости. При введении в систему $Ca_2Nb_2O_7$, уже при $x=0.025$ аномалии в температурной области фазовых переходов исчезают, а значения ϵ'' свидетельствуют о высокой электропроводности ТР.

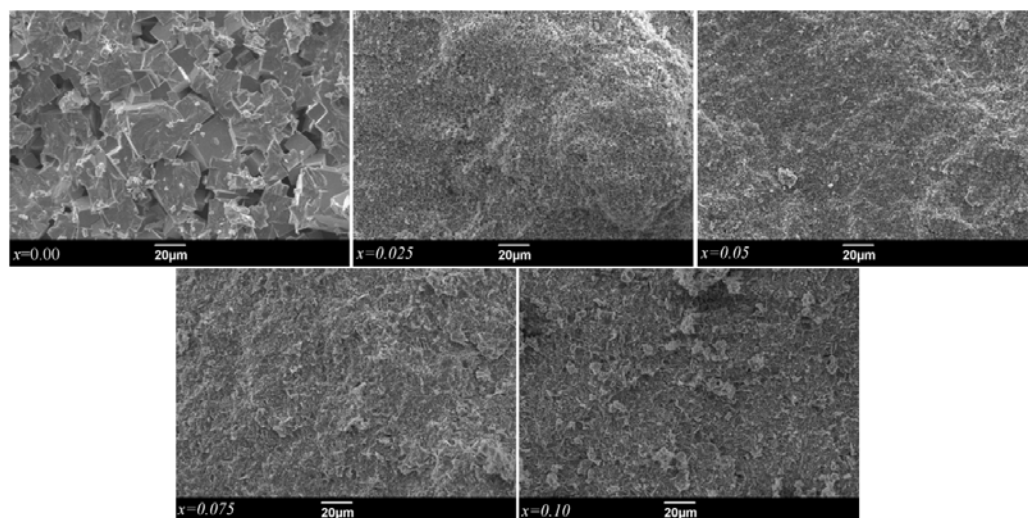


Рисунок – Фрагменты микроструктуры керамик ТР системы $(1-x)K_{0.5}Na_{0.5}NbO_3 - xCa_2Nb_2O_7$

Такое поведение, вероятно, связано с увеличением количества свободных носителей заряда на границах доменов, за счет введения в систему двухвалентного кальция. Заряженные границы зерен взаимодействуют с переменным электрическим полем, что приводит к возникновению поляризации по типу Максвелл-Вагнера. Дополнительный вклад в поляризационный механизм может оказываться за счет возникновения межфазных границ керамика-воздух при порообразовании.

В дальнейшей работе планируется исследование пьезоэлектрических и сегнетоэластических характеристик изучаемых объектов.

Research was financially supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (State assignment in the field of scientific activity, Southern Federal University, 2020) topics № 0110/20-3-07 IP" using the equipment of the Collective Use Center "Electromagnetic, Electromechanical and Thermal Properties of Solids" of the Research Institute of Physics.

Список литературы

1. Directive 2002/95/EC of the European Parliament and of the Council of 27 January 2003 on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment // Official Journal of the European Union. – 2003. – V. 13. – P. 10-24.
2. Lee M.-K., Yang S.-A., Park J.-J., Lee G.-J. Proposal of a rhombohedral-tetragonal phase composition for maximizing piezoelectricity of (K,Na)NbO₃ ceramics // Scientific Reports. – 2019. – V. 9. – № 1. – P. 4195.
3. B. Malic, J. Bernard, J. Holc, D. Jenko, M. Kosec Alkaline-earth doping in (K,Na)NbO₃ based piezoceramics // Journal of the European Ceramic Society. – 2005. – V. 25. – PP. 2707–2711.
4. Yu. Ya. Tomashpolsky, V. M. Matyuk, and N. V. Sadovskaya. Mechanisms of the Formation of a Surface Phase with the Matrix Composition in a Ca₂Nb₂O₇ Single Crystal // Inorganic Materials. – 2016. – V. 52. – №. 8. – P. 791–795.

ДИЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА В СИСТЕМЕ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ НА ОСНОВЕ PFN

Е.В. ГЛАЗУНОВА, И. А. ВЕРБЕНКО, Л.А. ШИЛКИНА, Л.А. РЕЗНИЧЕНКО

Южный федеральный университет, Научно-исследовательский институт физики

E-mail: kate93g@mail.ru

В последнее время особый интерес в области материаловедения вызывают вещества со сложным характером упорядочения дипольных и магнитных моментов (мультиферроики). Одним из наиболее перспективных мультиферроиков является феррониобат свинца PbFe_{1/2}Nb_{1/2}O₃ (PFN). В нем наблюдаются два сегнетоэлектрических фазовых перехода при T_c ≈ 380 К и T ≈ 350 К [1, 2] и два магнитных фазовых перехода при T_N ≈ 150 К и T ≈ 10 К [3, 4]. Известно также, что такие соединения, имеющие структуру типа перовскита (AB'B''O₃) могут быть полностью либо частично разупорядочены в В –позиции, что обуславливает их необычные физические свойства и определяет перспективность их применения в таких многообещающих областях, как спинтроника и стрейнтроника [5-7].

В связи с этим представляются актуальными исследования, направленные на установление закономерностей структурообразования и формирования диэлектрических откликов в твердых растворах (ТР) на основе высокотемпературного мультиферроика PbFe_{1/2}Nb_{1/2}O₃.

Синтез объектов (1-х)Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O₃—хPb(Fe_{2/3}W_{1/3})O₃, где 0.0≤х≤1.0 осуществляли по твердофазной технологии с использованием следующего сырья: PbO(ч.), Fe₂O₃(ч.д.а.), WO₃(х.ч.), Nb₂O₅(ч.), при температурах T₁=1073 К, τ₁=4, 10 ч, T₂=(1123÷1173) К, τ₂=4, 10 ч. Спекание проводили по традиционной керамической технологии при температурах T_{сп.}=(1143÷1373) К в зависимости от состава в течение 2 ч..

Рентгенографические исследования проводили с использованием дифрактометра ДРОН-3 (отфильтрованное CoK_α-излучение, схема фокусировки по Брэггу-Брентано). Содержание примесных фаз оценивалось по относительной интенсивности их сильной линии I/I₁·100, где I-интенсивность сильной линии примесной фазы, I₁-интенсивность сильной линии перовскитной фазы. Исследование микроструктуры сколов образцов осуществляли с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM–6390L. Измерения диэлектрических проницаемостей ε'/ε₀(0), ε''/ε₀(0) проводились на механически свободных образцах Ø10х1 мм в интервале частот 20Гц-10⁶ Гц и в интервале температур 300–600 К с помощью LCR-метра Agilent E4980A, на специально сконструированном в НИИ физики автоматическом стенде, а также специально разработанном программном комплексе

«Kalipso». Перед измерениями образцы отжигались в течение 6 часов. Измерительный шаг составлял 2 К.

По результатам рентгенографического анализа получены практически беспримесные ТР ($x=0.6$ содержит примесную фазу Pb_2WO_5 , имеющую интенсивность максимума на рентгенограмме - 2%). Все образцы имеют при комнатной температуре кубическую структуру.

Анализ микроструктуры исследуемых объектов показал, что по мере увеличения в системе количества $Pb(Fe_{2/3}W_{1/3})O_3$ размер зерен сначала увеличивается, а при достижении $x=0.5$ начинает уменьшаться. При этом на микрофотографиях полученных керамик явно прослеживается наличие жидкой фазы.

На рисунке 1 представлены зависимости ϵ'/ϵ_0 и ϵ''/ϵ_0 от температуры для ТР с $x=0,0$ (рисунок 1а) и $x=0,4$, рисунок 1б. Анализ представленных зависимостей показывает, что в ТР с $x = 0.0$, в области фазового перехода (ФП) зависимости ϵ'/ϵ_0 и ϵ''/ϵ_0 проходят через максимум.

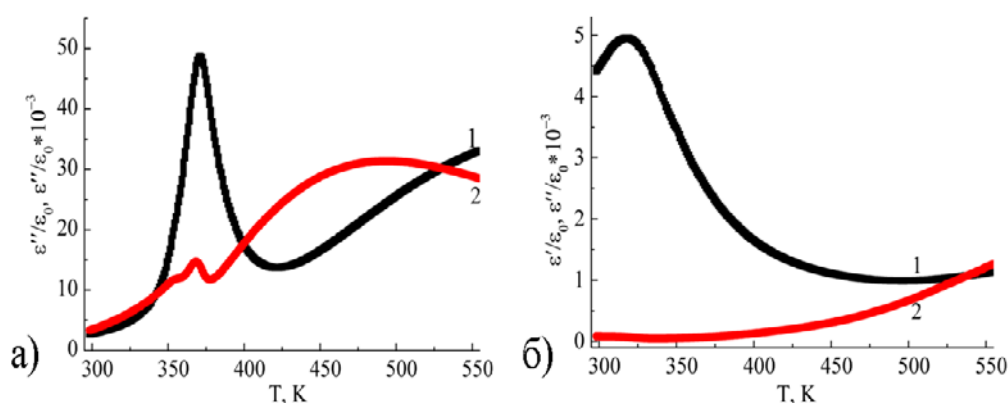


Рисунок 1 – Зависимости (ϵ'/ϵ_0 (1) и ϵ''/ϵ_0 (2)) от температуры для ТР $(1-x)Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3-xPb(Fe_{2/3}W_{1/3})O_3$ при $x=0.0$ (а), $x= 0.4$ (б), на частоте $f = 1$ МГц

При увеличении в системе концентрации $Pb(Fe_{2/3}W_{1/3})O_3$ значения максимумов диэлектрических величин снижаются, и смещаются в более низкотемпературную область, рисунок 1б. Экспериментальные значения мнимой части диэлектрической проницаемости позволяют сделать вывод о высокой сквозной электропроводности ТР системы при достижении концентрации $x>0.6$.

В ходе работы установлены корреляции между фазообразованием, динамикой формирования микроструктуры, а также диэлектрическими откликами в ТР системы $(1-x)Pb(Fe_{1/2}Nb_{1/2})O_3-xPb(Fe_{2/3}W_{1/3})O_3$. Выявлено критическое влияние жидкой фазы на кристаллизацию и макроскопические отклики в исследуемых ТР.

Полученные результаты целесообразно использовать при разработке мультиферроиков на основе $PbFe_{1/2}Nb_{1/2}O_3$ и $Pb(Fe_{2/3}W_{1/3})O_3$.

Работа выполнена в рамках проекта РФФИ 19-32-90099\19 при использовании оборудования Центра коллективного пользования НИИ физики ЮФУ.

Список литературы

1. Lampis N, Sciau P, Lehmann A. G. Rietveld refinements of the paraelectric and ferroelectric structures of $PbFe_{0.5}Nb_{0.5}O_3$ // J Phys Condens.: Matter. – 1999. – V. 11(17). – PP.3489–500.
2. Коротков Л.Н., Кожухарь С.Н., Посметьев В.В., Роговой Д.Ф., Бармин Ю.Б., Кубрин С.П., Раевская С.И., Раевский И.П. // ЖТФ. – 2009. – Т. 79. – № 8. – С. 62.

3. W. Kleemann, V.V. Shvartsman, P. Borisov, A. Kania. // Phys. Rev. Lett. – 2010. – V. 105. – P. 202-257.
4. I. Gruszka, A. Kania, E. Talik, M. Szubka, S. Miga, J. Klimontko, J. Suchanicz. Characterization of multiferroic $\text{PbFe}_{0.5}\text{Nb}_{0.5}\text{O}_3$ and $\text{PbFe}_{0.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_3$ ceramics derived from citrate polymeric Precursors // J.American Ceramic Society. – 2018. – 15998 (DOI: 10.1111/jace.15998).
5. R. Ramesh and N.A. Spaldin. Multiferroics: progress and prospects in thin film // Nature Materials. 2007. V. 6. PP. 21.
6. Koji Kimura, Kohei Yokochi, Rikuya Kondo, Daisuke Urushihara, Yuta Yamamoto, Artoni Kevin R. Ang, Naohisa Happpo, Koji Ohara, Tomohiro Matsushita, Toru Asaka, Makoto Iwata, and Kouichi Hayashi. Local structural analysis of $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ multiferroic material using X-ray fluorescence holography // Japanese Journal of Applied Physics. – 2019. – V. 58. – 100601.
7. D. Bochenek, P. Kruk, R. Skulski, P. Wawrzala. Multiferroic ceramics $\text{Pb}(\text{Fe}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ doped by Li. // J. Electroceram. – 2011. – V. 26. – P. 8-13.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СЛОИСТОГО МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА $\text{Ti}/(\text{ZrB}_2\text{-SiC})$

¹Е.В. ДЕГТЯРЕВА, ¹О.Ю. ВАУЛИНА, ^{1,2}Е.С. ДЕДОВА, ^{1,2,3}С.П. БУЯКОВА

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

³Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: evd13@tpu.ru

Разработка слоистых металлокерамических материалов с принципиально новым комплексом свойств имеет важное значение для таких отраслей современной промышленности, как станкостроение, машиностроение, авиастроение. Слоистые металлокерамические материалы характеризуются резким изменением физических, механических, химических свойств в объеме материала, что определяет их функциональные характеристики. Чередование слоев из металла и керамики позволяет добиться в таких материалах термомеханической стабильности и, что немаловажно, устойчивости к термоударным воздействиям. В этой связи особый интерес представляют слоистые металлокерамические композиты $\text{Ti}/(\text{ZrB}_2\text{-SiC})$. Керамика $\text{ZrB}_2\text{-SiC}$ идеально подходит для высокотемпературных применений. Однако эти материалы могут подвергаться разрушению в результате резких изменений температурного поля. Использование концепции слоистых материалов при изготовлении керамических композитов дает новый подход к улучшению их термических и механических свойств.

Целью настоящей работы явилось изучение структуры функционального слоистого композита $\text{Ti}/(\text{ZrB}_2\text{-SiC})$.

Образцы слоистого композита, рисунок 1а, получены горячим прессованием в течение 15 минут при температуре 1300 °С и давлении 35 МПа в атмосфере аргона пластин керамики ZrB_2 – 15 об.% SiC и титана марки BT1-00. Материалом для исследований выступил функционально-градиентный композиционный материал на основе диборида циркония на титановой подложке. Изучение микроструктуры осуществлялось на растровом электронном микроскопе Vega Tescan 3. EDS-анализ проводился с помощью безазотного ADD детектора Inca x-ACT. Рентгеновские исследования проводились на дифрактометре XRD-7000S Shimadzu с $\text{CuK}\alpha$ излучением в угловом диапазоне от 10 до 120 °.

На рисунке 1а представлена микроструктура поперечного сечения слоистого композиционного материала $\text{Ti}/(\text{ZrB}_2\text{-SiC})$. Видно, что при взаимодействии титановой и керамической пластин сформировалась довольно сложная градиентная структура, в которой

выделяются пять областей, отличающихся количественным элементным составом и пористостью. Трещины на межслойных границах не наблюдались, что может свидетельствовать о хорошей адгезии между керамикой и титаном.

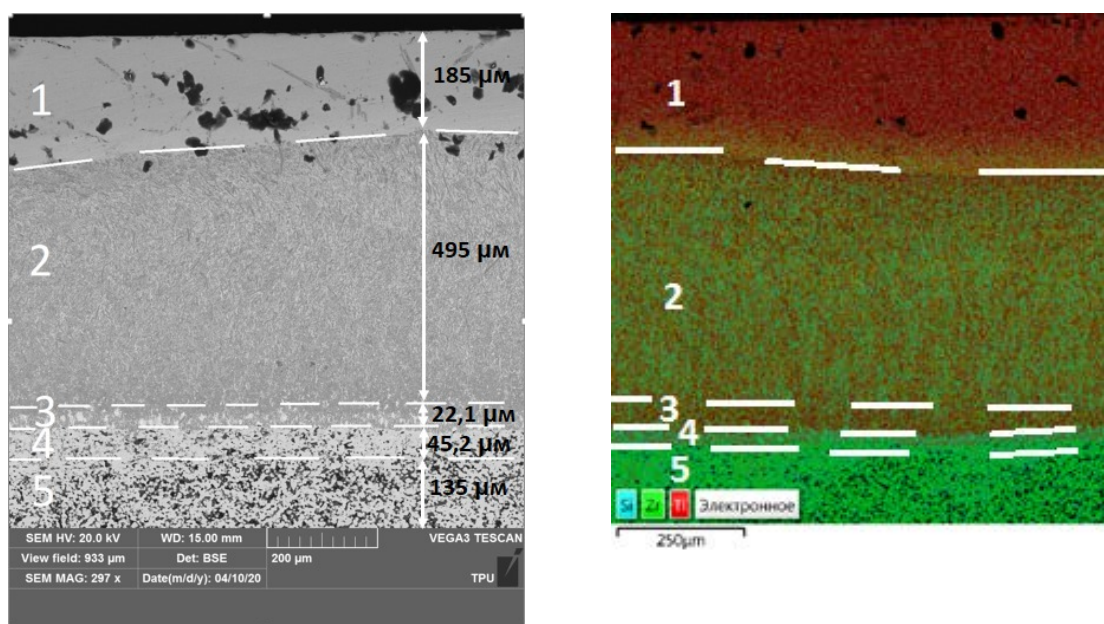


Рисунок 1 – Слоистый материал Ti/(ZrB₂-SiC): а) микроструктура, б) EDS анализ

Согласно проведенному EDS-анализу, рисунок 1б, верхний слой является монофазным титаном. Присутствие атомов углерода связано с предварительным напылением образца углеродом. Второй и третий слои состоят из титана, циркония и бора. Содержание атомов титана уменьшалось по мере приближения к керамическому слою. В таблице 1 приведено количественное содержание элементов в композите Ti/(ZrB₂-SiC).

Таблица 1 - Количественное содержание элементов в композите Ti/(ZrB₂-SiC)

Слой	Название элемента				
	Zr, ат., %	B, ат., %	Si, ат., %	Ti, ат., %	C, ат., %
№ 1	-	-	-	86,77	13,23
№ 2	5,7	33,09	1,44	41,6	18,17
№ 3	15,44	21,52	8,14	22,39	32,52
№ 4	16,00	58,17	0,29	0,66	24,88
№ 5	9,72	40,46	0,44	0,1	49,28

Рентгеновские исследования показали, что фазовый состав первого слоя был представлен гексагональной фазой титана. Переходная область со второго по четвертый слой состояла из гексагональных модификаций ZrB₂, SiC, Ti и Ti₃SiC₂. Фазовый состав пятого слоя был представлен фазами ZrB₂ и SiC.

Работа проводилась в соответствии с Программой фундаментальных научных исследований Государственных академий наук на 2013-2020 годы (программа III.23.2.3).

СОЗДАНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ МЕТОДОМ РЕПЛИК

В.В. ДИЧЕНСКОВ, Т.Д. ЕГОРОВА, Е.Д.РЯБКОВ, Н.К.ЗАЙЦЕВ

МИРЭА – Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия

Email: dady1994@yandex.ru

На сегодняшний день остается очень актуальной тема создания различных наноструктурированных материалов для использования в самых различных областях. Примером такого применения может быть использования наноструктурированных медных и никелевых поверхностей в качестве электродных материалов для создания высокоэффективных электродных частей для химических источников тока и для создания высокочувствительных и миниатюризированных электрохимических сенсоров.

Существуют различные способы получения высокоразвитой поверхности электродного материала и придания ей электрокаталитических свойств для создания электрохимических датчиков и электрокаталитических систем. Среди наиболее часто применяемых:

1. Создание полиэлектrolитных композитных пленок, наполненных наночастицами [1];
2. Фотолитография с осаждением металлического слоя на маску [2];
3. Создание массивов наночастиц с различными функциональными группами (в основном для получения биосенсоров) [3];
4. Модификация различных углеродных материалов (графен, нанотрубки, фуллерены) комплексами металлов (медь, платина, палладий, золото и др.) и различными функциональными группами [4].
5. Создание наноструктурированных металлических поверхностей на подложках электрохимическим осаждением через наноперфорированную маску [5,6].

Первый способ не может быть универсальным, поскольку получаемые полиэлектrolитные пленки имеют специфические требования к условиям эксплуатации, а значит и сенсоры будут значительно ограничены в сфере применения. В качестве примера такого материала можно привести Нафион, который используется только в деионизированных растворителях. А также важно отметить, что проводимость полиэлектrolита намного ниже, чем металлического электродного материала. Второй способ требует сложного дорогого оборудования и специальных (стерильных) помещений. Третий способ требует использования достаточно большого количества дорогостоящих металлов и сложных инструментальных методов. Четвертый способ использует дорогие углеродные материалы и сложные способы иммобилизации модифицированных наночастиц на подложках. Пятый способ потенциально является самым технически простым и эффективным методом для создания высокоразвитой поверхности. Он лишен вышеперечисленных недостатков других методов, однако при этом в литературе не встречается исследований, посвященных модификации получаемых высокоразвитых поверхностей металлосодержащими наночастицами с целью повышения электрокаталитической активности материала. В статье Bernardo Patella и др. в качестве маски для электроосаждения используют коммерческую поликарбонатную трековую мембрану для фильтрации с диаметром отверстий 200 нм. Данная маска имеет нерегулярную сетку отверстий, что обусловлено самим методом её получения. Для обеспечения максимальной плотности создаваемых наноструктур необходимо использовать маски с регулярными отверстиями [4]. Также в литературе описана технология создания наноструктурированных электродных материалов методом электрохимического осаждения с использованием тонкой пленки из оксида алюминия со сквозными наноразмерными отверстиями и использования в качестве подложки пластину со слоем оксида индия-олова (электрод ИТО)[6].

В данной работе описывается новый метод наноструктурирования, рисунок 1, который заключается в использовании в качестве шаблонного материала тонкой алюминиевой фольги с нанесенными на поверхность регулярными наноотверстиями. На эту фольгу физико-химически наносится слой интересующего металла, сверху наносится контактный слой и после этого алюминий физически или химически удаляется. Таким образом открывается внутренняя сторона созданного слоя, которая по форме повторяет морфологию поверхности алюминия и имеет на поверхности регулярные перпендикулярно направленные цилиндрические наноструктуры. Размер и распределение получаемых структур можно варьировать с помощью морфологии алюминиевого шаблона.

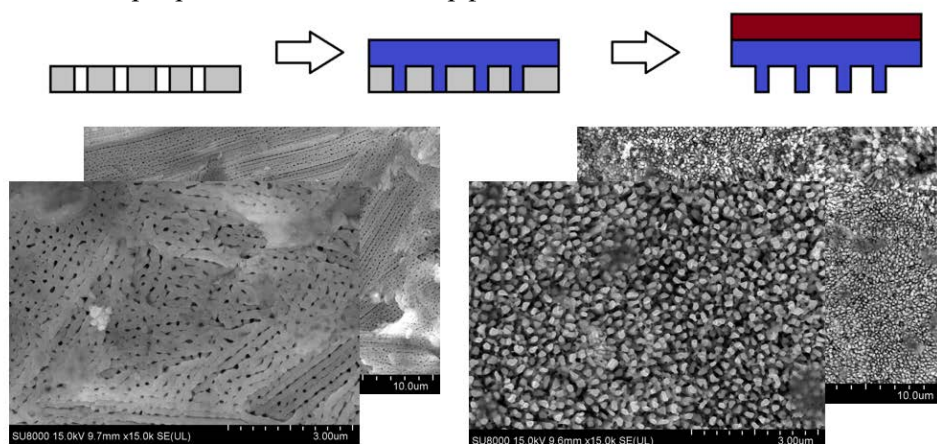


Рисунок 1 – Принципиальная схема процесса наноструктурирования методом реплик (сверху). Снимки сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) наноперфорированной поверхности алюминия (внизу слева). Снимки СЭМ наноструктурированной медной поверхности (внизу справа)

Этот метод очень прост в реализации по сравнению с аналогичными описанными в литературе, так как позволяет отказаться от ИТО-подложек и использовать в качестве подложки тот же материал, из которого состоят наноструктуры или же наносить поверх любой другой удобный металл. Благодаря наноструктурированию этим методом можно добиться значительного увеличения рабочей площади поверхности электродного материала. Это в свою очередь позволяет значительно увеличить эффективность электродного материала сохранив прежние габариты, что актуально для химических источников тока, или значительно уменьшить размер электродной части, что актуально для электрохимических сенсоров. Также в процессе создания электродного материала его можно модифицировать различными электрокаталическими веществами или системами электрокатализаторов.

В дальнейшем эти исследования планируется продолжить в сторону разработки эффективной методики модификации электродного материала электрокаталическими наночастицами для значительно увеличения их эксплуатационных характеристик при сохранении относительно низкой стоимости.

Список литературы

1. Aimin Yu, Zhijian Liang, Jinhan Cho, Frank Caruso. Nanostructured Electrochemical Sensor Based on Dense Gold Nanoparticle Films // Nano Letters. 2003. Vol. 3. No. 9. pp. 1203-1207.
2. Jasbir N. Patel, Bonnie L. Gray, Bozena Kaminska, Byron D. Gates. Flexible Three-Dimensional Electrochemical Glucose Sensor with Improved Sensitivity Realized in Hybrid Polymer Microelectromechanical Systems Technique // Journal of Diabetes Science and Technology. Vol. 5. Issue 5. 2011. pp. 1036-1043.

3. Chengzhou Zhu, Guohai Yang, He Li, Dan Du, Yuehe Lin. Electrochemical Sensors and Biosensors Based on Nanomaterials and Nanostructures // Anal. Chem. 2015. Vol. 87. pp. 230–249.
4. Tiago Almeida Silva, Fernando Cruz Moraes, Bruno Campos Janegitz, Orlando Fatibello-Filho. Electrochemical Biosensors Based on Nanostructured Carbon Black: A Review // Hindawi Journal of Nanomaterials. Vol. 2017. Article ID 4571614, 14 pages. DOI: 10.1155/2017/4571614.
5. Bernardo Patella, Carmelo Sunseri, Rosalinda Inguanta. Nanostructured Based Electrochemical Sensors // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. Vol. 19. 2019. pp. 3459–3470.
6. D. Bruggemann, B. Wolfrum, V. Maybeck, Y. Mourzina, M. Jansen, A. Offenhausser. Nanostructured gold microelectrodes for extracellular recording from electrogenic cells // Nanotechnology. Vol. 22. 2011. № 265104. 7 pages. DOI:10.1088/0957-4484/22/26/265104.

ФОРМИРОВАНИЕ ГКР-ПОДЛОЖКИ НА ОСНОВЕ МАССИВОВ НАНОЧАСТИЦ СЕРЕБРА ДЛЯ ДЕТЕКТИРОВАНИЯ ТРИМЕТИЛАМИНОКСИДА МИКРОМОЛЯРНОЙ КОНЦЕТРЦИИ

С.В. ДУБКОВ¹, А.И. САВИЦКИЙ^{1,2}, Д.В. НОВИКОВ¹, Д.Г. ГРОМОВ¹

¹Национальный исследовательский университет «МИЭТ»

²Научно-производственный комплекс «Технологический центр»

E-mail: sv.dubkov@gmail.com

По статистике ВОЗ на сегодняшний день более трети от общего количества смертей приходится на сердечнососудистые заболевания и инсульт [1]. В работе [2,3] было показано, что одним из факторов, повышающих риск появления этих заболеваний, является триметиламиноксид (ТМАО). В крови здорового человека ТМАО, как правило, находится на уровне 0,5-2 мкмоль/л, но в крови человека, страдающего от дисбаланса кишечной микробиоты, концентрация может пересекать порог риска 2,26 мкмоль/л и увеличиваться вплоть до ~18,3 мкмоль/л [2,3]. Превышающий пороговые значения уровень триметиламинооксида является предшественником ряда заболеваний, приводящих к инвалидизации и летальному исходу, в связи с этим контроль и нормализация его уровня в организме является одним из важных этапов профилактической медицины. Целью данной работы является проверка возможности определения микромолярных концентраций ТМАО с помощью спектроскопии гигантского комбинационного рассеяния (ГКР), а так же выявление основных пиков спектра, которые могут быть использованы для разработки экспресс-метода диагностики сверхмалых концентраций ТМАО в биологическом материале человека с помощью ГКР-подложек.

Для формирования ГКР-подложек использовались пластины кремния(100). Перед нанесением слоёв подложка проходила стандартную отмывку в растворах Каро и ПАР с последующую промывкой в деионизованной воде и сушку в парах изопропилового спирта. Методом вакуум-термического формировался отражающий слой Ag толщиной 100 нм. Затем на полученную структуру Si/Ag наносился слой оптически прозрачного SiO₂ толщиной 20 нм методом электронно-лучевого напыления. На завершающей стадии формирования планарной ГКР-подложки проводилось формирование металлических наночастиц Ag методом вакуум-термического испарения навески 5 мг серебра с последующим проведением отжига в вакууме 3×10⁻⁵ Торр при 230 °С в течение 30 минут. Средний диаметр наночастиц составил порядка 40 нм. В качестве аналита был использован

триметиламинооксид (Sigma-Aldrich, Номер 1184-78-7) переведённый в растворы 0,5 микро-, мили- и нормальной концентрации.

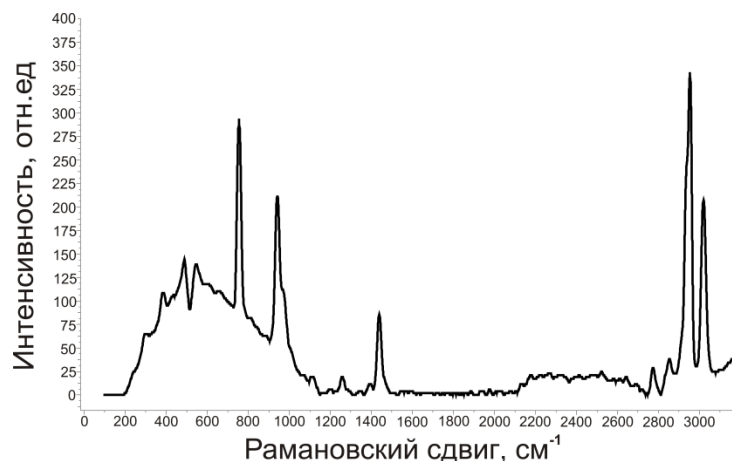


Рисунок 1 – Рамановский спектр 0,5 М ТМАО при длине волны лазера 514 нм

На рисунке 1 представлен рамановский спектр для 0,5 М триметиламинооксида, полученный для разработанной ГКР-подложки на основе наночастиц серебра. Как можно видеть из рисунка 1 на спектре присутствуют следующие пики характерные для чистого вещества ТМАО[4, 5]: 390 см^{-1} , 490 см^{-1} , 750 см^{-1} , 950 см^{-1} , 1250 см^{-1} , 1450 см^{-1} , 2950 см^{-1} , 3030 см^{-1} .

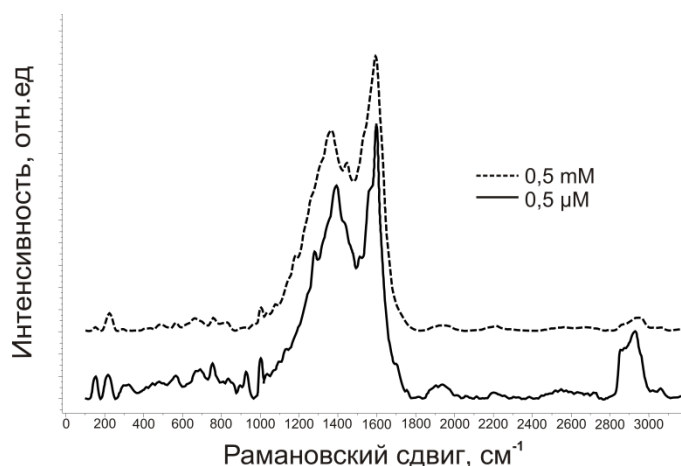


Рисунок 2 - Рамановский спектр ТМАО с концентрацией 0,5 mM и 0,5 мкM при длине волны лазера 514 нм

На рисунке 2 представлен рамановский спектр для ТМАО с 0,5 мили- и микромолярной концентрацией. Как можно видеть из рисунка 2 интенсивность пиков характерных для ТМАО снижается с уменьшением концентрации. Наибольшая интенсивность при концентрациях 0,5 ммоль и 0,5 мкмоль имеют пики в диапазоне $1000\text{--}1500\text{ см}^{-1}$, отвечающие за колебание радикала CH_3 . Пики 490 и 760 см^{-1} , характерные для связей N-O и C-N соответственно, имеются на графиках всех концентраций, но обладают малой относительной интенсивностью по сравнению с ТМАО 0,5 М.

В результате данной работы была разработана планарная ГКР-подложка на основе массива наночастиц серебра, средний диаметр которых составлял 40 нм. Проведенные эксперименты подтвердили возможность детектирования ТМАО в малой концентрации.

Работа выполнена в рамках гранта Президента Российской Федерации (проект МК-2222.2019.8).

Список литературы

1. Всемирная организация здравоохранения. 10 ведущих причин смерти в мире [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.who.int/ru/news-room/fact-sheets/detail/the-top-10-causes-of-death>.
2. Al-Obaide M. Gut Microbiota-Dependent Trimethylamine-N-oxide and Serum Biomarkers in Patients with T2DM and Advanced CKD // Journal of Clinical Medicine. – 2017. – Vol. 6. – № 9. – P. 86.
3. Subramaniam S. Trimethylamine N-oxide (TMAO): Breathe new life // British Journal of Pharmacology. – 2018. – Vol. 175. – № 8. – P. 1344-1353.
4. Haaland A. Trimethylamine N-oxide, structure and bonding investigated by gas electron diffraction and ab initio MO calculations // Journal of Molecular Structure. – 1991. – Vol. 263. – P. 299-310.
5. Munroe K.L. Raman Spectroscopic Signatures of Noncovalent Interactions Between Trimethylamine N-oxide (TMAO) and Water // The Journal of Physical Chemistry B. – 2011. – Vol. 115. – № 23. – P. 7699-7707.

ОСОБЕННОСТИ ГКР-СПЕКТРОСКОПИИ АНАЛИТОВ В ПРИСУТСТВИИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО КОМПОЗИТА Ag/Cu

С.В. ДУБКОВ¹, А.И. САВИЦКИЙ^{1,2}, А.М. ТАРАСОВ¹, Д.Г. ГРОМОВ¹

¹Национальный исследовательский университет «МИЭТ»

²Научно-производственный комплекс «Технологический центр»

E-mail: sv.dubkov@gmail.com

Спектроскопия комбинационного рассеяния света (КРС) является методом химического анализа предоставляющим информацию о составе и строении исследуемого вещества. Присутствие плазмонных наноструктур вблизи поверхности аналита может приводить к значительным усилениям (до $\sim 10^{12}$) рамановского сигнала исследуемых веществ. Эффект гигантского комбинационного рассеяния (ГКР) света возникает благодаря возбуждению плазмонного резонанса в металлических наноструктурах. ГКР-спектроскопия может быть использована для детектирования веществ малой концентрации, что делает ее перспективным методом для таких областей как материаловедение (определение состава и структуры наноразмерных объектов), фармакология (контроль состава лекарственных форм), криминалистика (определение взрывчатых или наркотических веществ), ранняя диагностики множества заболеваний, в том числе сердечно-сосудистых и вирусных, а также злокачественных опухолей [1-3]. Традиционными материалами, используемыми при формировании ГКР-подложек, благодаря своим уникальным оптическим свойствам, являются Ag, Au и Cu.

В данной работе при помощи ГКР-подложек на основе массивов композитных наночастиц Ag/Cu исследовались растворы красителей метиленовый голубой и метиленовый оранжевый в различных концентрациях (нормальная, мили- и микромолярная), являющихся стандартными маркерами для оценки коэффициента усиления. ГКР-подложки представляли собой планарные структуры на кремнии, содержащие отражающий металлический слой, тонкий диэлектрический слой и ГКР-активный слой, представленный массивом наночастиц Ag/Cu. Процесс изготовления ГКР-подложек и их сечение схематично представлены на рисунке 1.

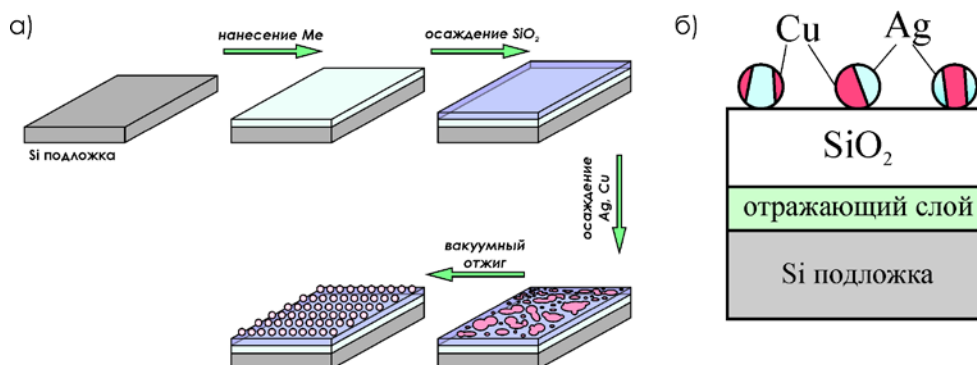


Рисунок 1- а) цикл изготовления планарных ГКР-подложек и б) сечение ГКР-структуры на основе массива композитных наночастиц Ag/Cu

Массивы наночастиц Ag/Cu формировались с помощью вакуум-термического испарения и конденсации вещества на подложки с последующим термическим отжигом в вакууме при 300 °С. При этом соотношение весовых порций испаряемых металлов выбиралось таким образом, чтобы формируемый конденсат соответствовал эвтектическому составу (Ag - 5,0 мг; Cu - 2,0 мг). На рисунке 2 представлены ПЭМ-микрофотография отожженного массива наночастиц Ag/Cu и соответствующая данному участку дифрактограмма. Исследования в работе [4] показывают, что полученные таким способом частицы являются именно композитными и состоят из частей Cu и Ag с совершенной границей.

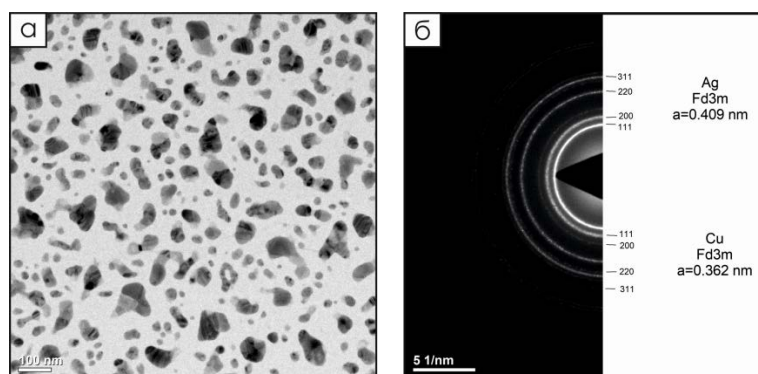


Рисунок 2 - ПЭМ-изображение а) и дифрактограмма б) участка массива композитных наночастиц Ag/Cu, полученного методом вакуум-термического испарения с последующей термообработкой

Исследования красителей на ГКР-подложках проводились с использованием двух длин волн возбуждающего излучения: 514 и 633 нм. Максимальное усиление рамановского рассеяния при использовании данных подложек происходит в красной области спектра. Величина усиления для таких структур оценивается в 10^3 - 10^4 , что сопоставимо с увеличением сигнала, получаемым при использовании массивов чистых наночастиц серебра в голубой области спектра. Композитные массивы, несмотря на сложные геометрические формы частиц, с точки зрения КРС-спектроскопии можно считать однородными, о чем свидетельствует не превышающее 18% значение относительного стандартного отклонения интенсивностей рамановского сигнала исследуемых аналитов. Изучение деградации коэффициента усиления для ГКР-структур на основе композитных Ag/Cu частиц показало значительное преимущество в сроке службе таких структур перед ГКР-подложками на основе чистых серебряных наночастиц. Так например, 10% снижение коэффициента

усиления для Ag наночастиц было зафиксировано уже спустя двухнедельного хранения образцов «на воздухе», в то время как для композитных Ag/Cu частиц этот срок составил ~ 350 дней.

Таким образом, с точки зрения применений для гигантского комбинационного рассеяния света, использование массивов наночастиц Ag-Cu расширяет возможности данного метода в красной области спектра. При этом приведенные исследования показывают, что полученный композитный сплав имеет преимущества по сравнению с чистым серебром в сроках эксплуатации таких ГКР-структур.

Работа выполнена в рамках гранта Президента Российской Федерации (проект МК-2222.2019.8).

Список литературы

1. Subramaniam S. Trimethylamine N-oxide (TMAO): Breathe new life // British Journal of Pharmacology. – 2018. – Vol. 175. – № 8. – P. 1344-1353.
2. Kukushkin V.I. Highly sensitive detection of influenza virus with SERS aptasensor // Plos One. – 2019. – Vol. 14. – № 4. – P. e0216247.
3. Tan Y. Surface-enhanced Raman spectroscopy of blood serum based on gold nanoparticles for the diagnosis of the oral squamous cell carcinoma // Lipids in Health and Disease. – 2017. – Vol. 16. – № 1.
4. Dubkov S.V. SERS in red spectrum region through array of Ag–Cu composite nanoparticles formed by vacuum-thermal evaporation // Optical Materials: X. – 2020. – Vol. 7. – P. 100055.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЯЗКОУПРУГИХ СВОЙСТВ РАСТВОРОВ ПАВ ПРИ КВАЗИСТАТИЧЕСКИХ И ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗКАХ

Д.В. ЕФРЕМОВ¹, И.А. БАННИКОВА², Ю.В. БАЯНДИН²

¹Пермский федеральный исследовательский центр УрО РАН

²Институт механики сплошных сред УрО РАН

E-mail: efremov.d@icmm.ru

Работа посвящена исследованию реологического поведения растворов вязкоупругих ПАВ в широком диапазоне скоростей деформирования с помощью вискозиметров различной конструкции. Вязкоупругие ПАВ применяются в качестве пропантоудерживающей жидкости для гидроразрыва пласта (ГРП) с целью повышения нефтеотдачи, в том числе с трудноизвлекаемыми запасами нефти и газа. Исследованию реологических свойств подвергались жидкости пропантоносители на основе гуара и Сурфогель с сопоставимой вязкостью.

Вискозиметр с падающим шаром (по методу Стокса) используется для измерения вязкости прозрачных систем в диапазоне от газов до жидкостей с низкой или средней вязкостью [1]. Схема такого вискозиметра показана на рисунке 1. Исследуемую жидкость 1 помещают в стеклянную измерительную трубку 2, на которой нанесены отметки А и В на расстоянии ΔL друг от друга. Шар (пропант) 3 опускают в трубку с жидкостью. При движении от исходного положения, в начале трубки, шар ускоряет движение на участке L_v , а затем начинает двигаться равномерно с постоянной скоростью. Измеряют время Δt , необходимое шару для прохождения расстояния между отметками А и В. Измеренную величину Δt используют для расчёта динамической вязкости по формуле:

$$\eta = \frac{2}{9}(\rho_1 - \rho_2)g \frac{R^2}{\Delta L} \Delta t,$$

где R – радиус шара; ρ_1 – плотность шара; ρ_2 – плотность исследуемой жидкости, g – ускорение свободного падения.

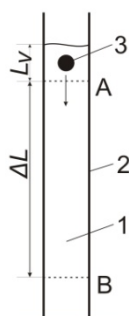


Рисунок 1 – Схема вискозиметра с падающим шаром

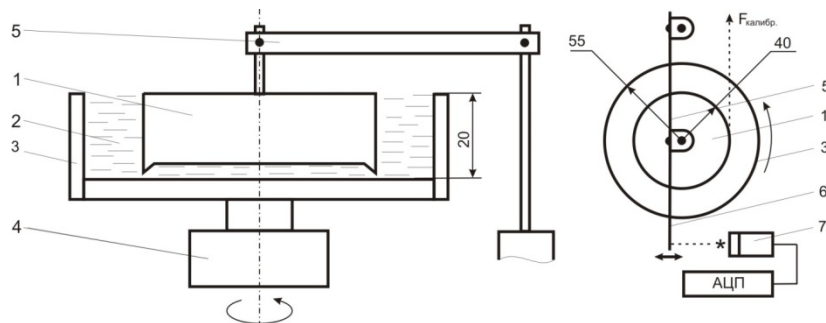


Рисунок 2 – Схема вискозиметра по типу коаксиальных цилиндров. 1 – внутренний неподвижный цилиндр; 2 – исследуемая жидкость; 3 – внешний подвижный цилиндр; 4 – электропривод внешнего цилиндра; 5 – упругий элемент; 6 – шторка; 7 – высокоточный лазерный дальномер

Проводилось исследование вязкости Сурфогеля с помощью системы коаксиальных цилиндров (вискозиметр куэтовского типа) [1], которое осуществлялось с помощью установки собственного изготовления. Схема установки представлена на рисунке 2.

Вискозиметры, построенные по типу «плоскость-плоскость», применяют для измерения зависимости вязкости от скорости сдвига у вязкоупругих жидкостей, т.е. проявляющих ярко выраженный неньютоновский характер течения [1]. Так, с помощью реометра Physica MCR501 производства компании Anton Paar, имеющего такую измерительную систему «плоскость-плоскость» и позволяющего проводить реологические исследования в ротационном и осцилляционном режимах, были измерены вязкоупругие свойства жидкостей пропантоносителей.

Результаты измерения динамической вязкости η Сурфогеля и ГУАРа, полученные разными методами, представлены на рисунке 3 в зависимости от скорости деформации $\dot{\epsilon}$, хорошо согласуются. С увеличением скорости деформации вязкость уменьшается. Для значений динамической вязкости по «методу Стокса» скорость деформации $\dot{\epsilon}$ в жидкостях оценивалась как dv/dx (в начале пути падения).

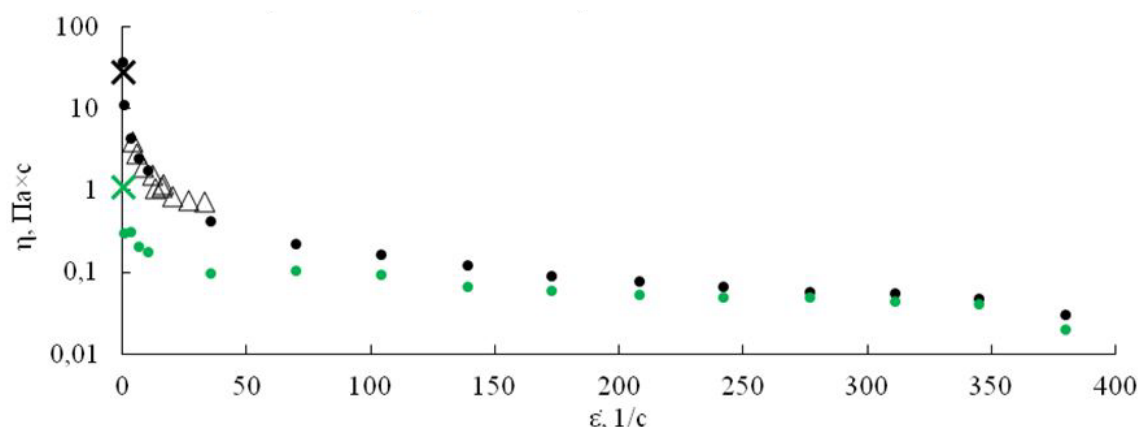


Рисунок 3 – Зависимость динамической вязкости Сурфогеля (● – реометр Physica MCR501; X – метод Стокса; Δ – метод измерения вязкости с помощью коаксиальных цилиндров) и ГУАРа (● – реометр Physica MCR501; X – метод Стокса) от скорости деформации (ось «у» логарифмическая)

На рисунке 4 представлены кривые текучести (сдвиговое напряжение σ – скорость деформации $\dot{\epsilon}$), которые иллюстрируют формирование устойчивого расслоения жидкости при скорости деформации более 380 1/с.

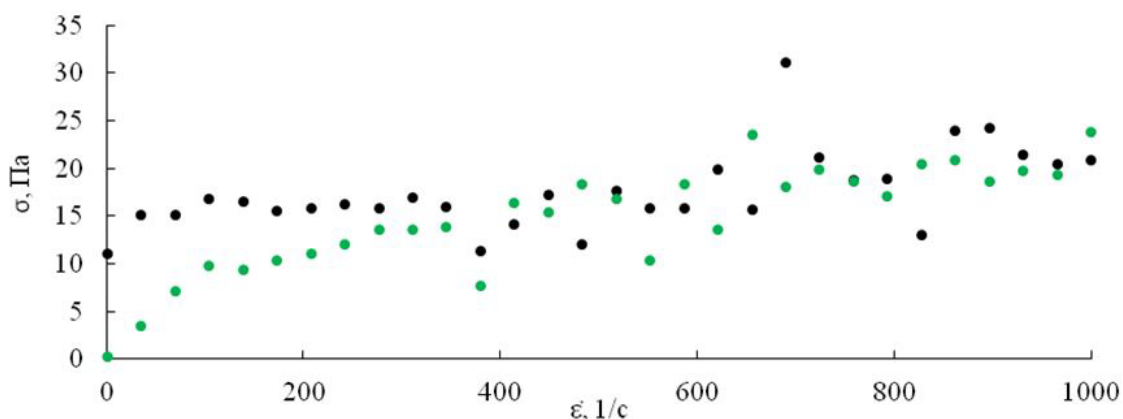


Рисунок 4 – Кривые деформирования (текучести) Сурфогеля (отмеченная ●) и гуара (отмеченная ●)

Исследование реологического поведения вязкоупругих ПАВ в широком диапазоне скоростей деформирования важны для дальнейшего определения параметров разрабатываемой математической модели, описывающей поведения ПАВ [2].

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Пермского края в рамках научного проекта № 19-48-590016.

Список литературы

1. Шрамм Г. Основы практической реологии и реометрии. – М.: КолосС, 2003. – 312 с.
2. Rheological Model of Viscoelastic Surfactants under Quasistatic and Dynamic Influences / Bayandin Y. [et al.] // AIP Conference Proceedings. – 2020. – С. 020001-1-020001-4. DOI: <https://doi.org/10.1063/5.0005279>

ВЛИЯНИЕ ЦИКЛИЧЕСКИХ НАГРУЗОК НА СВЕРХЭЛАСТИЧНЫЕ СВОЙСТВА В СОСТАРЕННЫХ МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$

А.С. ЕФТИФЕЕВА, Э.И. ЯНУШОНИТЕ, Е.Ю. ПАНЧЕНКО, Ю.И. ЧУМЛЯКОВ

Национальный исследовательский Томский государственный университет

E-mail: anna_efiteeva@rambler.ru

Ферромагнитные сплавы Гейслера с памятью формы разрабатывают для изготовления регулирующих и исполнительных устройств (актуаторы и датчики), выполняющих большое число рабочих циклов до 10^5 без деградации функциональных свойств. Ферромагнитный сплав CoNiAl испытывает термоупругие B2-L1_0 мартенситные превращения (МП), имеет высокую температуру плавления ($> 1773 \text{ K}$), является легким ($\sim 7,3 \text{ г/см}^3$) и коррозионностойким [1]. Известно, что в сплавах CoNiAl за счет старения при $T > 473 \text{ K}$ можно управлять температурами МП, прочностными свойствами и функциональными свойствами благодаря выделению дисперсных частиц [2, 3]. Однако циклическая стабильность функциональных свойств состаренных сплавов CoNiAl не исследована. Поэтому цель данной работы – исследование влияния сверхэластичных свойств и их циклическую стабильность в состаренных при 573 K монокристаллах ферромагнитного сплава $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$.

Монокристаллы ферромагнитного сплава $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$ (ат. %) выращены методом Бриджмена. Ось сжатия образцов имеет кристаллографическую ориентацию $[001]_{\text{B2}}$. Исследования проводили в двух структурных состояниях.

На исходных образцах проведен гомогенизационный отжиг при 1613 K , $0,5 \text{ ч}$ в атмосфере инертного газа с последующей закалкой в воду комнатной температуры

(закаленное состояние). В закаленных кристаллах температура начала прямого МП составляет $M_s = 271$ К, температура конца обратного МП равна $A_f = 287$ К, а СЭ наблюдается в температурном интервале от 373 К до 473 К ($\Delta T_{CЭ} = 100$ К), рисунок 1.

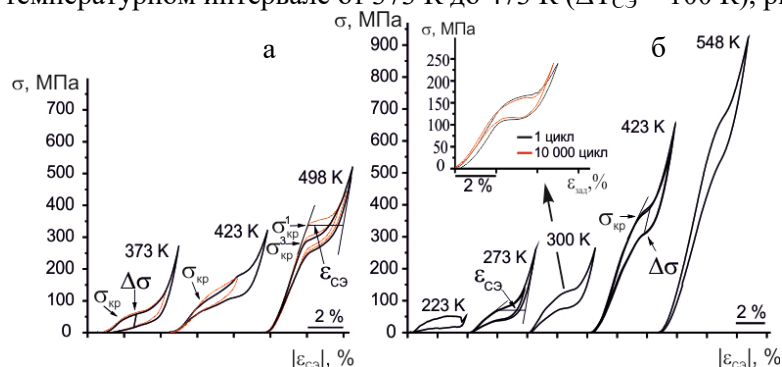


Рисунок 1 – СЭ в монокристаллах $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$: а) кривые $\sigma(\epsilon_{CЭ})$ для закаленного состояния; б) кривые $\sigma(\epsilon_{CЭ})$ для состаренного состояния

После закалки проводили старение при 573 К, 0,5 ч (состаренное состояние). Оно приводит к упрочнению В2-матрицы за счет выделения наноразмерных частиц со сверхструктурой типа A_5B_3 (Ni_5Al_3) и частиц $\square-Co$ с ГПУ решеткой, которые также не испытывают МП. Старение приводит к расширению температурного интервала СЭ за счет снижения температуры M_s и упрочнения В2-аустенитной матрицы дисперсными частицами. Температура прямого МП в состаренных кристаллах снижается на 52 К, а температурный интервал СЭ расширяется в 2 раза. В состаренных кристаллах наблюдается низко- и высокотемпературная СЭ от 223 К до 548 К ($\Delta T_{CЭ} = 325$ К), рисунок 1 б. На рисунке 2, демонстрирующем зависимость критических напряжений от температуры $\sigma_{кр}(T)$, видно, что в температурном интервале СЭ коэффициент $\alpha = d\sigma_{кр}/dT$ близок для двух исследуемых состояний $\alpha = 1,5-1,7$ МПа. Критические напряжения для развития МП под нагрузкой $\sigma_{кр}$ в состаренных кристаллах в 2,5 раза выше, чем в закаленных.

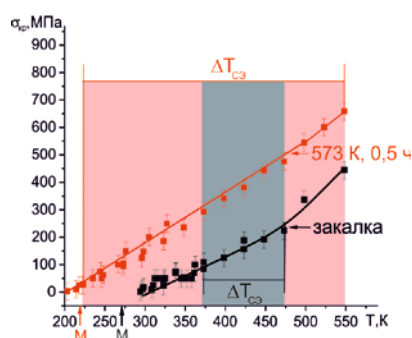


Рисунок 2 – Зависимость $\sigma_{кр}(T)$ в монокристаллах $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ для закаленного и состаренного состояний

На состаренных монокристаллах $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ проведено исследование циклической стабильности СЭ в изотермических циклах нагрузка/разгрузка: при комнатной температуре в условиях максимальной заданной нагрузки 240 МПа и частоте 0,7 Гц. Обратимая деформация $\epsilon_{CЭ} = 2,0$ % не зависит от числа циклов нагрузка/разгрузка и изменяется только в пределах погрешности $\pm 0,3$ %, рисунок 3 а. Однако происходит деградация критических напряжений $\sigma_{кр}$ и механического гистерезиса $\Delta\sigma$ с 1 по 10 циклы, рисунок 3 б, в. В первом цикле значения составляют $\sigma_{кр} = 144$ МПа и $\Delta\sigma = 54$ МПа, а в 10 цикле $\sigma_{кр} = 133$ МПа и $\Delta\sigma = 46$ МПа. Данная деградация происходит за счёт накопления дислокаций, которые при последующих циклах способствуют более легкому зарождению кристаллов мартенсита и

уменьшению диссипации энергии за счёт дислокационного упрочнения, что приводит к снижению $\sigma_{кр}$ и $\Delta\sigma$. При дальнейшем циклировании $n = 10-10\,000$ механический гистерезис $\Delta\sigma = 46$ МПа и критические напряжения $\sigma_{кр} = 128$ МПа остаются постоянными.

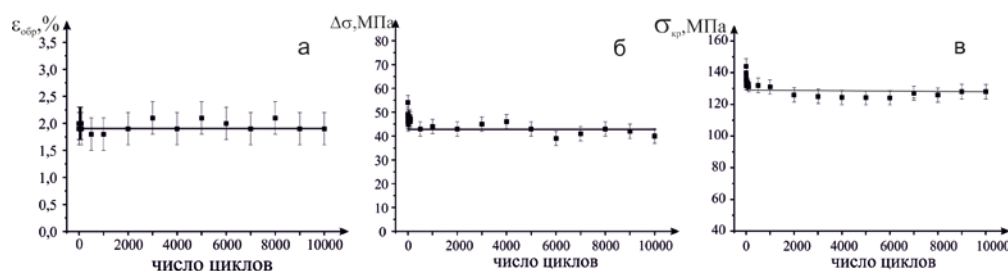


Рисунок 3 – Функциональные характеристики СЭ от числа циклов нагрузка/разгрузка для состаренных монокристаллов $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$: а) $\Delta\sigma(n)$; б) $\sigma_{кр}(n)$; в) $\varepsilon_{обр}(n)$.

Таким образом, за счет выделения наноразмерных частиц в состаренных $[001]_{B2}$ -монокристаллах $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$, получено высокопрочное состояние, которое характеризуется СЭ в широком интервале температур от 190 К до 553 К (360 К) и ее высокой циклической стабильностью (10^4 циклов нагрузка/разгрузка при комнатной температуре).

Список литературы

1. Поварова К. Б. и др. Влияние легирования на структуру и механические свойства деформированных ($\square+\square$)-сплавов системы NiCoAl // *Металлы*. – 1999. – № 2. – С. 1–13.
2. Dadda J., Maier H.J., Karaman I., Chumlyakov Y.I. Cyclic deformation and austenite stabilization $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$ single crystalline high-temperature shape memory alloys // *ActaMaterialia*. – 2009. – V. 57. – P. 6123-6134.
3. Eftifeeva A.S. et al. Compressive response of high-strength $[001]$ -oriented single crystals of a $\text{Co}_{35}\text{Ni}_{35}\text{Al}_{30}$ shape memory alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2019. – V. 787. – P. 963–971.

ОСОБЕННОСТИ РЕАКЦИОННОГО ИПС БИФАЗНОЙ КЕРАМИКИ $\text{SrTiO}_3\text{--TiO}_2$

А.П. ЗАВЬЯЛОВ^{1,2}, Д.Ю. КОСЬЯНОВ¹, С.А. ТИХОНОВ^{1,3}, О.О. ШИЧАЛИН^{1,4}

¹Дальневосточный федеральный университет, Владивосток, Россия

²Институт химии твёрдого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, Россия

³Камчатский филиал Федерального исследовательского центра "Единая геофизическая служба РАН", Петропавловск-Камчатский, Россия

⁴Институт химии ДВО РАН, Владивосток, Россия

E-mail: Zav_Alexey@list.ru

Значительная доля получаемой Человечеством электроэнергии ограничена эффективностью тепловых машин, что приводит к энергопотерям в виде рассеянного тепла. Один из способов повысить эффективность работы энергетических установок это прямое потребление бросового тепла, например, для обогрева. Однако важной также является задача его переработки для получения дополнительной электроэнергии. Прямая конверсия тепла в электричество возможна с помощью термоэлектрических материалов, которые используются, например, в системах РИТЭГ для обеспечения автономной работы различных систем – спутников, маяков и пр.

Ключевой характеристикой этих материалов является термоэлектрическая добротность ZT . Её значение около 1 и выше легко достигается широко используемыми

материалами на основе Si–Ge и Bi–Sb–Te при сравнительно невысоких температурах (300–500 К) [1, 2]. При температурах 800–1300 К высокие значения ZT (до $\sim 1,5$) достигаются с использованием соединений с тяжёлыми металлами [2]. При высоких температурах (≥ 1300 К) для таких материалов наступает опасность разрушения, поэтому наиболее перспективными рассматриваются оксидные соединения. Однако для них добиться значения $ZT \sim 1$ довольно трудная задача.

Благодаря особенностям функции плотности состояний, высокими термоэлектрическими характеристиками обладают электронные системы пониженной размерности [3]. Опираясь на данные для тонких слоёв $\text{Sr}(\text{Ti}_{0,8}\text{Nb}_{0,2})\text{O}_3$ в объёме SrTiO_3 [4] и другие литературные значения параметров, в работе [5] методами численного моделирования было показано, что структура, состоящая из кубических зёрен $(\text{Sr}_{1-x}\text{La}_x)\text{TiO}_3$ размером в 16 элементарных ячеек, разделённых слоями $\text{Sr}(\text{Ti}_{0,8}\text{Nb}_{0,2})\text{O}_3$ в 1 элементарную ячейку, может достигать значений $ZT \sim 1,15$ – $1,2$ при комнатной температуре. Достигается это благодаря свойствам двумерного электронного газа (2DEG) в тонких слоях, а также их влияния на транспортные свойства всего материала. Создание такой структуры потребовало бы применения сложных техник наноконструирования. В работе [6] получены кубические частицы такого состава, но они слишком велики и неясно каким образом провести консолидацию без разрушения тонких слоёв.

Однако в работе [4] также было продемонстрировано спонтанное возникновение 2DEG на границе SrTiO_3 и TiO_2 . Поэтому в обзоре [7] мы предложили бифазную керамику SrTiO_3 – TiO_2 с шахматной структурой зёрен компонент. Чередование фаз должно сформировать связанную сеть 2DEG, пронизывающую весь материал. Подобная структура зёрен плотной керамики получена нами ранее для системы Y_2O_3 – MgO методом искрового плазменного спекания (ИПС) [8]. В настоящей работе представлены особенности получения бифазной керамики SrTiO_3 – TiO_2 (50:50 по об.%) при реакционном ИПС порошковых смесей SrCO_3 и TiO_2 .

Коммерческие порошки (Sigma-Aldrich) диоксида титана TiO_2 (анатаз, 99,8%) и карбоната стронция SrCO_3 (99,9%) использовались для приготовления смесей двух типов. Первый тип рассчитан для получения однофазной керамики по реакции $\text{SrCO}_3 + \text{TiO}_2 \rightarrow \text{SrTiO}_3 + \text{CO}_2\uparrow$. Второй тип имеет избыток TiO_2 для получения бифазной керамики SrTiO_3 – TiO_2 (50:50 по об.% с учётом перехода анатаза в рутил при ИПС). Смеси готовились путём высокоэнергетического помола на планетарной мельнице Pulverisette 6 (Fritsch, Германия) в среде изопропанола при 280 об./мин. в течение 10 часов с последующими стадиями сушки, грануляции и прокаливания для удаления примесных органических компонент. Эксперименты по реакционному спеканию проводились на ИПС установке SPS-515S (Dr. Sinter*LAB, Япония) в графитовом тигле Ø15 мм (навеска 2 г) в вакууме (~ 6 Па) и механической нагрузке 3,8 кН ($\sim 21,5$ МПа) в диапазоне температур 1000–1400 С и изотермической выдержке 5 мин. Микроструктура образцов исследовалась после полировки (алмазная суспензия до 1 мкм) на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss Ultra 55+ (Carl Zeiss, Германия) с EDX детектором X-Max (Oxford Instruments, Великобритания).

На рисунке 1 представлена микроструктура и данные элементного анализа (ат. %) керамик, полученных при 1200 С для однофазной и 1250 С для бифазной. Показано формирование однородной микроструктуры со средним размером зёрен $1\div 2$ мкм фазового состава SrTiO_3 и SrTiO_3 – TiO_2 , примесных фаз не выявлено. На рисунке 1б, тёмные зерна соответствуют составу TiO_2 , а светлые – SrTiO_3 .

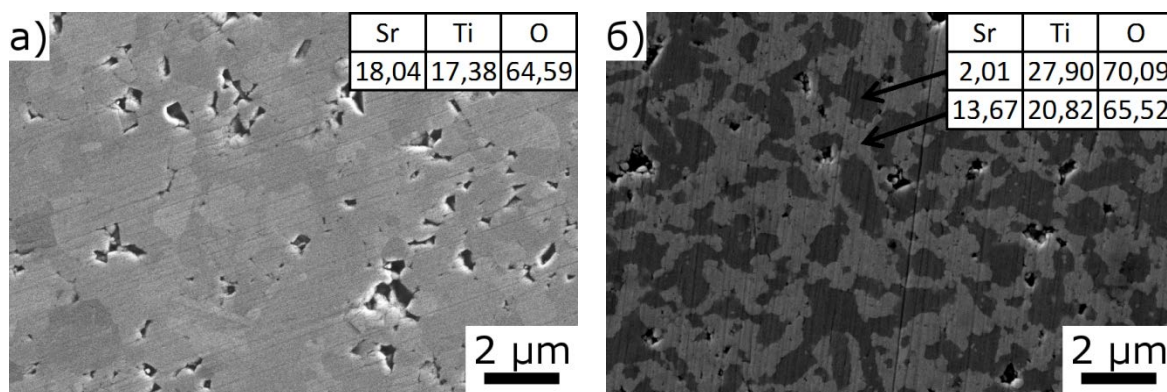


Рисунок 1 – SEM-изображения поверхности керамик, полученных методом реакционного ИПС порошковых смесей $\text{SrCO}_3\text{--TiO}_2$: а) SrTiO_3 ; б) $\text{SrTiO}_3\text{--TiO}_2$ (50:50 по об.%)

Список литературы

1. Nolas G.S., Sharp J., Goldsmid J. Thermoelectrics. Basic Principles and New Materials Developments. – Berlin, Heidelberg: Springer, 2001. – 293 p.
2. Raj B. (Eds.), Van de Voorde M. (Eds.), Mahajan, Y. (Eds.) Nanotechnology for Energy Sustainability. – Weinheim, Germany : Wiley-VCH, 2017. – 1221 p.
3. Heremans J.P. Low-dimensional thermoelectricity // Acta Physica Polonica A. – 2005. – V. 108. – P. 609–634.
4. Ohta H., Kim S., Mune Y., et al. Giant thermoelectric Seebeck coefficient of a two-dimensional electron gas in SrTiO_3 // Nature Materials. – 2007. – V. 6. – P. 129–134.
5. Zhang R., Wang C., Li J., Koumoto K. Simulation of thermoelectric performance of bulk SrTiO_3 with two-dimensional electron gas grain boundaries // Journal of the American Ceramic Society. – 2010. – V. 93. – P. 1677–1681.
6. Park N.-H., Akamatsu T., Itoh T., et al. Rapid synthesis and formation mechanism of core-shell-structured La-doped SrTiO_3 with a Nb-doped shell // Materials. – 2015. – V. 8. – № 7. – P. 3992–4003.
7. Zavjalov A., Tikhonov S., Kosyanov D. $\text{TiO}_2\text{--SrTiO}_3$ biphasе nanoceramics as advanced thermoelectric materials // Materials. – 2019. – V. 2. – № 18. – P. 2895–2925.
8. Safronova N.A., Kryzhanovska O.S., Dobrotvorska M.V., et al. Influence of sintering temperature on structural and optical properties of $\text{Y}_2\text{O}_3\text{--MgO}$ composite SPS ceramics // Ceramics International. – 2020. – V. 46. – P. 6537–6543.

Благодарности

Исследование выполнено за счёт гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-29-11044).

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИТА $\text{ZrO}_2\text{--MgO}$ МЕТОДОМ ФРАКТАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Ю.А. ЗЕНКИНА¹, А.С. БУЯКОВ²

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: yaz10@tpu.ru

Морфологические свойства поверхности пористых материалов определяют их применение. Шероховатость поверхности, форма и размер пор, их взаимное расположение и обуславливаемая ими проницаемость – наиболее важные характеристики, которые оказывают существенное влияние на возможность использования пористого материала в

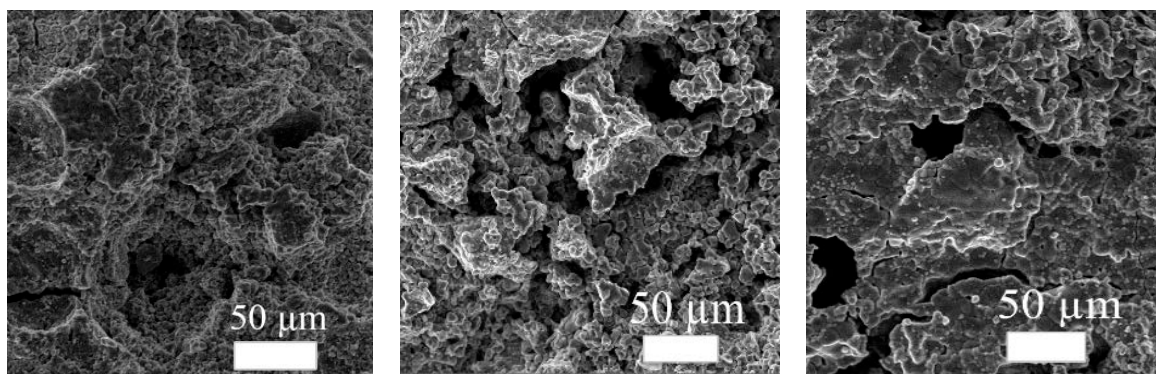
биомедицинском направлении. Поэтому задача описания структуры поверхности и ее трансформации в процессе изготовления остается актуальной.

Для описания структуры в настоящее время широкое распространение получил аппарат фрактальной геометрии, который оперирует параметром, описывающим развитость поверхности и взаимное расположение элементов структуры единым параметром – фрактальной размерностью (D). Анализ поведения фрактальной размерности позволит определить наиболее оптимальные параметры спекания для формирования наиболее развитой поверхности.

Итак, в работе была исследована зависимость фрактальной размерности от состава пористого керамического композита $ZrO_2(MgO) - MgO$ и длительности изотермической выдержки при температуре спекания $1600\text{ }^{\circ}C$.

Традиционно, процесс спекания проходит через три основные стадии – начальную, промежуточную и завершающую (рисунок 1). Каждой стадии присущи свои характерные особенности [1]:

- начальная стадия характеризуется увеличением площади контакта между частицами за счет припекания их друг к другу, т.е. формируются развитые контактные поверхности, при этом частицы могут сохранять свою обособленность;
- при переходе от начальной к промежуточной стадии происходит формирование и рост «шеек» на месте межчастичных контактов, далее происходит миграция границ с их начального положения и сфероидизация пор;
- для заключительной характерно продолжение процесса сфероидизации пор и их коалесценции, уменьшается общее количество макро- и микропор.



Начальная (10 мин)
75% MgO

Промежуточная (180 мин)
75% MgO

Завершающая (600 мин)
75% MgO

Рисунок 1 – Микроструктура образцов, содержащих 75 % MgO

Для характеристики рельефа поверхности разрушения после испытания на сжатие образцов цилиндрической формы использовалась фрактальная размерность, вычисленная с помощью метода вертикальных сечений. Метод основан на измерении отношения длины линии профиля к длине его проекции. После обработки растровых снимков получается набор вертикальных сечений, которые описывают профиль поверхности с точностью, определяемой величиной измерительного масштаба ϵ . Под масштабом подразумевается величина шага, которая определяет длину линии вертикального сечения [2]. Для определения зависимости в логарифмических координатах необходимо построить обратную s – образную кривую $\ln(\epsilon) = D(\ln(\epsilon))$. Линейный участок кривой аппроксимируется по методу наименьших квадратов, где тангенс угла наклона аппроксимирующей линейной функции определяет значение фрактальной размерности в виде $D = 1 + |\alpha|$, подробнее метод описан в работе [3].

На рисунке 2 представлена зависимость фрактальной размерности от состава и длительности изотермической выдержки.

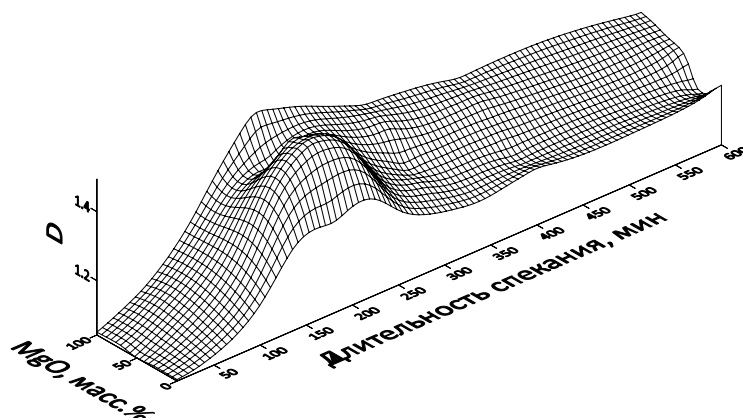


Рисунок 2 – Зависимость фрактальной размерности от состава и длительности спекания

Рост значения фрактальной размерности наблюдался при спекании образцов в интервале от 10 до 180 минут, изменяясь от $\sim 1,05$ до своего максимального значения $\sim 1,48$, последующее спекание с выдержкой до 300 минут приводит к снижению $D \approx 1,3$ без существенных изменений при дальнейшем спекании.

Из проделанной работы можно сделать вывод о том, что изменение фрактальной размерности в зависимости от состава и длительности изотермической выдержки согласуется со стадиями твердофазного спекания: увеличение D происходит во время стадий зарождения межзеренных связей и интенсивной объемной усадки, достигает своего максимального значения к 180 минутам (промежуточной стадии), что свидетельствует о формировании наиболее развитого рельефа. К завершающей стадии спекания фрактальная размерность незначительно снижается и остается приблизительно одинаковой. Фрактальная размерность увеличивается с увеличением концентрации MgO в составе образцов: на полученных РЭМ-изображениях можно отметить появление большого количества микротрещин и фрагментов зерен.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, проект III.23.2.3

Список литературы

1. Осокин Е.Н. Процессы порошковой металлургии. - Красноярск: ИПК СФУ. – 2008. – С. 317.
2. Mandelbrot B. B. The fractal geometry of nature. N.Y.: WH freeman, 1982, 480 p.
3. Ивонин И.В., Новиков В.А. Определение фрактальной размерности поверхности эпитаксиального n -GaAs в локальном пределе, Физика и техника полупроводников, 2009, том 43, вып. 1, - 40 с.

ВЛИЯНИЕ ГЕОМЕТРИИ ПРОСЛОЙКИ ПРОТЕТИЧЕСКОЙ КОНСТРУКЦИИ НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ БИОМЕХАНИЧЕСКОГО УЗЛА

А.А. КАМЕНСКИХ^а, А.Д. ПУШКАРЕВА^б

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: ^аanna_kamenskih@mail.ru, ^бvmm@pstu.ru

В настоящий момент отмечен рост исследований связанных с изменением классических конструкций зубных шин в России и мире [1, 2]. Исследования направлены на рационализацию и оптимизацию работы конструкции защитных капп. Одним из

актуальных направлений исследований является анализ влиянием геометрических конфигураций элементов зубных шин на функциональные напряжения и деформационное поведение элементов зубочелюстной системы.

В рамках работы построена параметризированная модель биомеханического узла, включающего пару зубов-антагонистов и трехслойную капу (рисунок 1). Выполнено исследования влияния положения, толщины и длины прослойки из А-силикона на деформационное поведение узла со сравнением контактного взаимодействия пары зубов без учета и с учетом однослойной каппы.

Расчетная схема включает: 1 – зуб верхнего зубного ряда, 2 – зуб нижнего зубного ряда, 3 – протетическая конструкция с прослойкой из А-силикона 4. Максимальная высота биомеханического узла 39,5 мм, ширина – 26 мм. Прослойка расположена в капке из материала Eva на расстоянии y_p равном 1,35 и 2,35 мм от поверхности контакта каппы с зубом верхнего зубного ряда, толщина прослойки h_p изменяется от 2 до 4 мм, длина прослойки l_p варьируется от 3 до 11 мм. В области смыкания зубов S_{K_1} и S_{K_2} реализовано фрикционное контактное взаимодействие с заранее не известными площадками контакта. На S_σ действует постоянная сила индентирования 100 Н и запрещен изгиб, на S_U запрещены вертикальные перемещения. Математическая постановка и свойства материалов биомеханического узла описаны в [3].

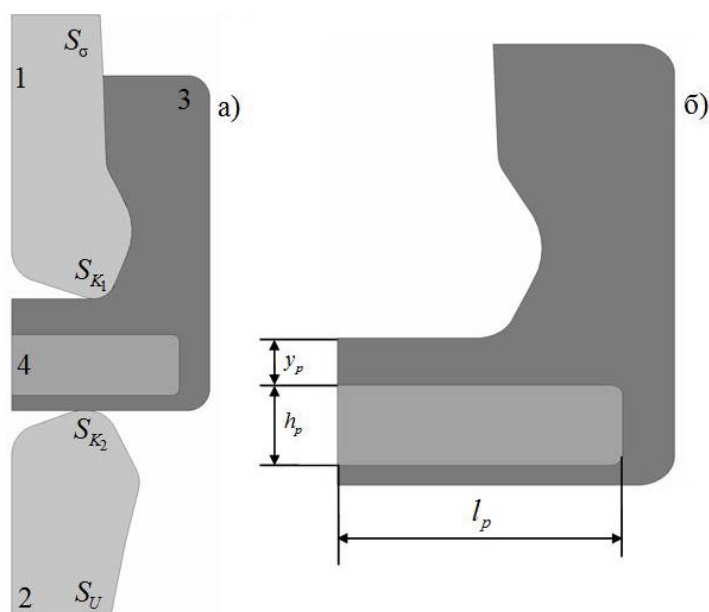


Рисунок 1 – Контакт пары зубов-антагонистов через трехслойную капу:
а) расчетная схема; б) трехслойная каппа

В рамках исследования выполнен анализ влияния геометрических характеристик прослойки на деформационное поведение биомеханического узла: поля интенсивности напряжений и деформаций зубов-антагонистов и каппы, распределение и уровень контактного давления и контактного касательного напряжения, характер распределения зон контактных состояний и т.д. На рисунке 2 представлены зависимости максимальной интенсивности напряжений от длины прослойки зубов-антагонистов.

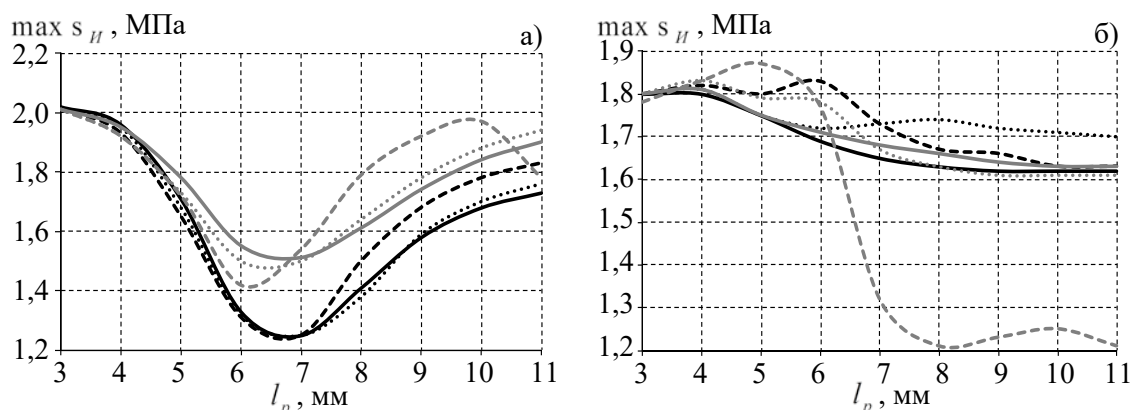


Рисунок 2 – Зависимость $\max s_H$ от l_p для зубов верхнего (а) и нижнего (б) зубного ряда:

черные линии – $y_p = 1,35$ мм; серые линии – $y_p = 2,35$ мм;

сплошная линия – $h_p = 2$ мм; точки – $h_p = 3$ мм; пунктир – $h_p = 4$ мм

В рамках анализа результатов серии численных экспериментов установлено:

- Наибольшее снижение деформационных характеристик наблюдается при использовании трехслойной каппы с длиной прослойки 6-7 мм и толщиной 2 мм. Можно отметить снижение уровня интенсивности напряжений в твердых тканях зубов до прослойки длиной 6-7 мм, при этом максимальный уровень интенсивности напряжений минимален и распределен на большем объеме материала зуба, без локализации вблизи зоны контакта.

- Каппа с 4 мм толщиной прослойки при положении 2,35 мм от зоны контакта с зубом верхнего зубного ряда имеет значительные отличия от других вариантов геометрической конфигурации каппы, что требует дополнительных исследований.

- При использовании трехслойной каппы наблюдается максимальное снижение уровня интенсивности напряжений в твердых тканях зубов ~ на 96 %, что больше на 0,5 и 2,5 % в зубе нижнего и верхнего зубного ряда соответственно, чем при использовании однослойной каппы. При этом при использовании однослойной каппы в зубе верхнего зубного ряда локализация интенсивности напряжений в зоне смыкания зубов близка к точечной.

Исследование выполнено при поддержке гранта Правительства Пермского края на развитие научной школы «Компьютерная биомеханика и цифровые технологии в биомедицине» и РФФИ (проект № 17-48-590411 p_a).

Список литературы

1. Kamenskih A., Astashina N.B., Lesnikova Y., Sergeeva E., Kuchumov A.G. Numerical and experimental study of the functional loads distribution in the dental system to evaluate the new design of the sports dental splint // Series on Biomechanics. – 2018. – Vol.32, №1. – Pp. 3-15..
2. Mills S., Canal E. Prevention of athletic dental injuries: the mouthguard // Modern sports dentistry. – 2018. – Pp. 111-133.
3. Kamenskikh A.A., Ustjugova T.N., Kuchumov A.G. Modelling of the tooth contact through one-layered mouthguard // Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – Vol. 1129. – Pp. 1-6.

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ ПОРОШКОВОЙ КОМПОЗИЦИИ Fe-Ni НА СТРУКТУРУ СПЕЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ

М.А. ПАРАМОНОВА¹, Е.В. ИГНАТЕНЯ², О.Ю. ВАУЛИНА¹

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск

²Областное государственное бюджетное профессиональное образовательное учреждение
"Томский экономико-промышленный колледж"

Е-mail: maria-kolesova1@mail.ru

Композиция железа и никеля, получила название инвар. Данный сплав обладает удивительным свойством - низким коэффициентом теплового расширения в широком диапазоне температур. Однако, изделия, полученные литейным способом, обладают низкими механическими свойствами. Следовательно, повысить свойства порошкового инвара можно путем упрочнения исходных частиц (например, механической активацией [1, 2]) или путем введения в порошковую смесь упрочняющих частиц [3].

Материалы и методы исследования. В работе была исследована порошковая смесь железа и никеля состава 36% никеля и 64% железа. Часть порошка была подвергнута механической активации в планетарной мельнице - активаторе "АГО-2" в течении 60 секунд, остальная использовалась в исходном состоянии. Исследовали две партии образцов: образцы из исходного порошка и образцы из предварительно механически активированного порошка, давление прессования составляло 390 МПа. Порошковую композицию подвергали тепловому прессованию, предварительно нагревая пресс-форму до 100°C и спеканию при температуре 1300°C в течении 2 часов в вакууме. Структуру образцов исследовали с помощью оптического микроскопа Лабомет-И и электронно-растрового микроскопа. Микротвердость измеряли с помощью микротвердомера ПМТ-3.

На рисунке 1 представлены РЭМ-изображения исходного и механически активированного порошка. Порошок инвара неоднороден по размеру и по форме частиц. Встречаются как крупные, так и мелкие частицы (красный контур). Большинство частиц имеют сферическую форму (синий контур) и можно наблюдать частицы округлой формы (жёлтый контур). Однако, в порошке после 60 секунд активации начинают образовываться агломераты (фиолетовый контур).

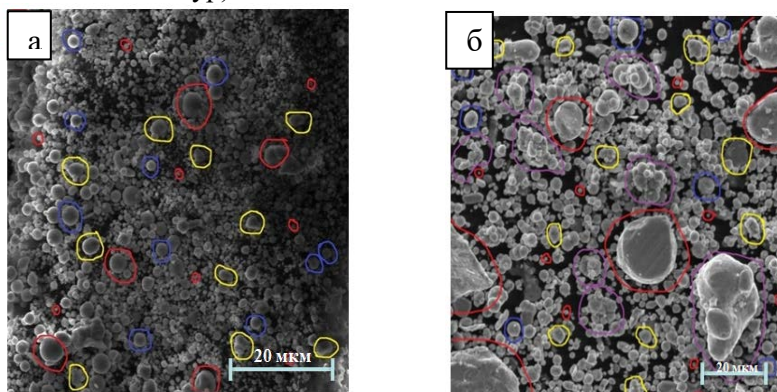


Рисунок 1 – РЭМ-изображения порошков Fe-Ni: а) исходный, б) после механической активации в течение 60 секунд

При механической активации порошка инвара в течение 60 секунд средний размер частиц увеличивается в 2 раза ($2,2 \pm 0,3$ мкм) по сравнению с исходным порошком ($1,3 \pm 0,2$ мкм). Средняя усадка по объему для исходных образцов составила $(27 \pm 2) \%$. Образцы из предварительно активированного порошка в течение 60 секунд – $(31 \pm 3) \%$. Средний диаметр пор у исходных образцов составил (16 ± 3) мкм, для образцов из механоактивированного порошка – (5 ± 1) мкм.

Для металлографического исследования поверхность образцов подвергли травлению «царской водкой». На рисунке 2 представлены микроструктуры образцов. Из рисунков

видно, что структура спеченных образцов довольно однородная. На структурах видны двойники, что характерно для аустенитной структуры. Средний размер зерна уменьшился после механической активации. Для исходных образцов при давлении прессования 390 МПа он составил (37 ± 3) мкм, у образцов из механоактивированного порошка – (21 ± 2) мкм.

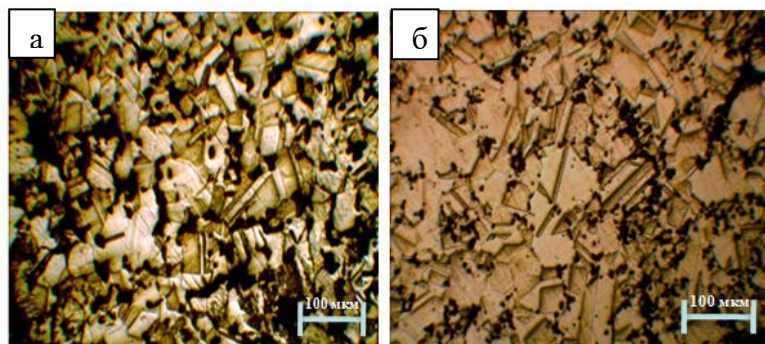


Рисунок 2 - Структура поверхности образцов после травления: а) образец из исходного порошка, б) образец из механоактивированного порошка

Микротвердость измеряли с помощью микротвердомера ПМТ-3. Предварительная механическая активация порошка привела к повышению микротвердости спеченных образцов до (1662 ± 18) МПа, что 1,7 раз выше, чем у исходных образцов (956 ± 23) МПа).

Исходя из сказанного, можно сделать вывод, что лучшими физическими свойствами обладают образцы, изготовленные из порошка инвара предварительно механоактивированного в течение 60 секунд.

Список литературы

1. Vaulina, O. Y., Darenskaya, E. A. [et al.] (2017). Influence of mechanical activation of steel powder on its properties. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 175(1), [012038]. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/175/1/012038>
2. Хань Лян, Ваулина О. Ю. Влияние механической активации на свойства и морфологию порошка инвара // VIII Всероссийская научно-практическая конференция «Научная инициатива иностранных студентов и аспирантов российских вузов» - 2018. - С. 108-112
3. Гюлиханданов Е.Л. Механохимический синтез высоколегированных порошковых сплавов системы Fe-Cr-Ni-Mn-N // Перспективные материалы. - 2011. № 13. - С. 742– 745.
4. Дегтярева Е.В., Масалитина М.М. и др. Исследование влияния упрочняющих частиц карбида титана, введенных в порошковую композицию Fe-Ni на структуру и свойства спеченных изделий // Современные материалы и технологии новых поколений: сборник научных трудов II Международного молодежного конгресса - 2019. -С. 27-29

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА С БИНЕПРЕРЫВНОЙ СТРУКТУРОЙ

М.Д. КОРМАШОВА¹, А.С. БУЯКОВ², В.Ф. ВОЙЦИК², Ю.А. МИРОВОЙ², С.П. БУЯКОВА²

Томский политехнический университет, Томск

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

E-mail: kormashova0310@gmail.com

В настоящее время керамические материалы на основе карбидов и боридов переходных металлов широко применяются в качестве теплоизоляционных материалов в аэрокосмических транспортных аппаратах, деталей ракетных двигателей, элементов печей, защитных покрытий и т.д. Существенным ограничением широкого применения данных материалов является их хрупкость. Керамики обладают низкой вязкостью разрушения, то есть способностью сопротивляться образованию и распространению трещин. В связи с этим, одним из главных направлений в исследовании керамических материалов является повышение их трещиностойкости, что позволит увеличить область применения и длительность их работы.

Диборид циркония (ZrB_2) обладает относительно низкой плотностью, высокими механическими свойствами в результате сильной ковалентной связи и химической инертностью. ZrB_2 легируют карбидом кремния (SiC), с целью увеличения его прочности при высоких температурах и износостойкости [1-2]. Дисилицид молибдена ($MoSi_2$) добавляют в качестве спекающего средства, обеспечивающего уплотнение керамики на основе ZrB_2 . Также, добавки $MoSi_2$ улучшают стойкость к окислению, способствуя образованию боросиликатного стекла. Образование боросиликатных соединений также способствует самовосстановлению дефектов в керамических композитах. Наконец, $MoSi_2$ придает пластичность ZrB_2 за счет пластической деформации при температуре выше 900 °C [3-4]. Таким образом, керамический композит системы ZrB_2 -SiC- $MoSi_2$ является перспективным материалом для различных высокотемпературных применений ввиду высокой механической прочности, стойкости к окислению при повышенных температурах и способности к самозалечиванию дефектов.

Одной из возможностей обеспечения превосходных механических, электрических, тепловых и других свойств является проектирование структуры материалов. В данной работе проводилось исследование двойных композиционных структур, обусловленное целью увеличения вязкости разрушения и плотности керамических материалов с сохранением их прочности и твердости. Двойной композит представляет собой гибридный керамический композиционный материал в виде частиц, состоящий из гранул, содержащих одну пропорцию составляющих компонентов, распределенных в непрерывной взаимосвязанной матрице, содержащей составляющие, смешанные в различной пропорции. То есть отдельно матрица и включения уже представляют собой простые композиционные материалы.

Целью работы является создание керамических композитов с взаимопроникающей кластерной структурой, изучение их микроструктуры и механических свойств.

В ходе работы было создано два двойных композита с различным соотношением матрицы (ZrB_2 – 82,6 об.%, SiC – 17,4 об.%) и включений (ZrB_2 – 80,5 об.%, $MoSi_2$ – 19,5 об.%) : 60/40 и 50/50 об. %. В качестве контрольного образца выступал композит того же состава, но с гомогенным распределением частиц.

Исходные порошки были подвергнуты высокоэнергетической механической активации в планетарном смесителе типа АГО-2 в течение 3 мин. Гранулы были получены методом распылительной сушки и затем спечены при температуре 1600 °C. Образцы получены методом горячего прессования при температуре 1900 °C (нагрузка – 40 МПа, 20 мин). Морфология образцов исследована с помощью растровой электронной микроскопии. Вязкость разрушения измерена методом V-образного надреза при 3-х точечном изгибе.

Средний размер гранул составил $157,31 \pm 84,96$ мкм, твердость по Виккерсу – 13 ГПа. Твердость матрицы в композите выше и равна 17 ГПа, что объяснимо отсутствием в ней MoSi_2 . Изучение микроструктуры образцов показало, что гранулы имеют форму близкую к сферической и равномерно распределены в объеме композита (рисунок 1). Согласно рентгеноструктурному анализу, ZrB_2 , SiC и MoSi_2 в исследуемых образцах представлены гексагональной кристаллической структурой.

Относительная пористость двойных композитов ниже, чем у контрольного образца, что свидетельствует о получении более плотных керамических материалов при создании двойных композиционных структур.

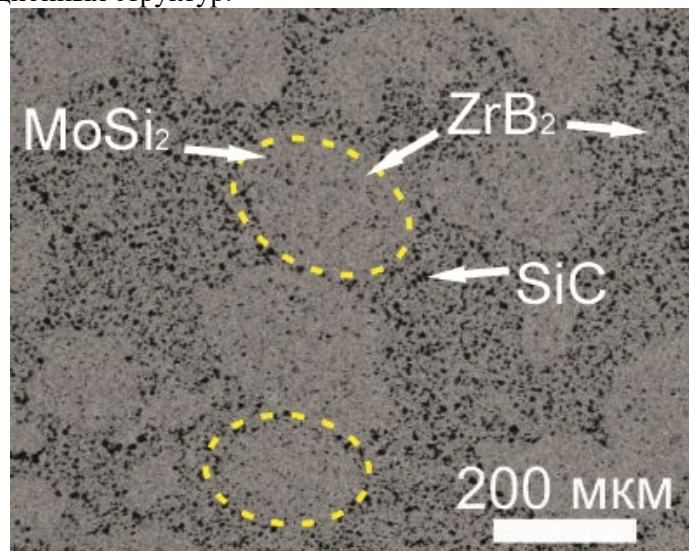


Рисунок 1 – Микроструктура двойного композита (соотношение матрицы и включений 60/40)

Вязкость разрушения двойного композита с соотношением матрицы и включений 60/40 равна $3,54 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$, данный результат на 19,62 % выше, чем у контрольного образца. Это доказывает, что создание непрерывной структуры в композите позволяет увеличить трещиностойкость керамических материалов без особого снижения их твердости.

Список литературы

1. Zhu S. et al. Pressureless sintering of carbon-coated zirconium diboride powders // Materials Science and Engineering: A. – 2007. – Т. 459. – №. 1-2. – С. 167-171.
2. Zimmermann J. W. et al. Thermophysical properties of ZrB_2 and ZrB_2 - SiC ceramics // Journal of the American Ceramic Society. – 2008. – Т. 91. – №. 5. – С. 1405-1411.
3. Monteverde F. et al. Escape from the strength-to-toughness paradox: Bulk ceramics through dual composite architectures // Journal of the European Ceramic Society. – 2018. – Т. 38. – №. 8. – С. 2961-2970.
4. Srinivasan S. R., Schwarz R. B., Embury J. D. Ductile-to-brittle transition in MoSi_2 // MRS Online Proceedings Library Archive. – 1992. – Т. 288.

НЕКОТОРЫЕ ПОДХОДЫ ПО ОЦЕНКЕ ОСТАТОЧНОЙ ПОРИСТОСТИ

Д.Ю. КОСЬЯНОВ¹, А.П. ЗАВЬЯЛОВ^{1,2}, А.А. ВОРНОВСКИХ¹, JIANG LI^{3,4}¹Дальневосточный федеральный университет, Владивосток, Россия²Институт химии твёрдого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, Россия³Шанхайский институт керамики КАН, Шанхай, Китай⁴Университет КАН, Пекин, КитайE-mail: vornovskikh.aa@gmail.com

Рассмотрение частного вопроса о получении информации об истинной пористости материала согласно данным, полученным при исследовании его среза, является актуальной материаловедческой задачей. В качестве ключевых дефектов на поверхности/срезах плотных материалов (монокристаллов, стёкол, керамик) обнаруживаются поры (их срезы), а потому встаёт вопрос о расчёте их концентрации и общей доли в объёме материала [1, 2].

Простейший вариант решения данного вопроса – вписать в обнаруживаемые срезы поры и посчитать их объём. Однако маловероятно, чтобы срез проходил в точности по центрам пор. В работе [3] показано, что размер среза примерно в $4/\pi$ раза меньше, чем размер поры. Авторы заменяют все обнаруженные срезы пор на поры среднего размера $\langle d \rangle$, дополнительно увеличивая его множителем $4/\pi$. Однако и такое рассмотрение является довольно грубым. Поры размера D оказываются представлены на срезе только в том случае, если их центры находятся не далее, чем на расстоянии $D/2$ от плоскости среза. В результате, более мелкие фракции пор представлены на срезе в меньшей доле от содержания фракции в объёме, чем более крупные [4]. Этот момент можно учесть множителем вида $1/D$ и перенормировкой полученного при исследовании материала распределения по размерам. Более существенный момент, при котором поры размера D могут иметь срезы различного размера d , оказывается невозможно учесть на пути простых рассуждений. Поэтому оценки объёмной доли пор θ оказываются грубыми в различных вариантах подобных построений.

В предыдущей работе [4] нами проведены более последовательные рассуждения и получено выражение для связи плотности распределения сечений пор по размерам $f(d)$ и плотности распределения пор по размерам в объёме материала $g(D)$ (1):

$$f(d) = \frac{d}{L} \int_d^{+\infty} \frac{g(D) dD}{\sqrt{D^2 - d^2}} \quad (1)$$

Развитие этого рассмотрения (1) позволило прийти к выводу, что нормирующий множитель L должен быть равен среднему размеру пор в объёме материала $\langle D \rangle$. При этом, численная концентрация пор n и их объёмная доля θ могут быть рассчитаны по данным, полученным на исследуемом сечении, без необходимости прямого вычисления функции $g(D)$ (2-3):

$$n = \frac{N_V}{V} = \frac{N_S}{S \langle D \rangle} = \frac{2}{\pi} \left\langle \frac{1}{d} \right\rangle \frac{N_S}{S} \quad (2)$$

$$\theta = \frac{V_p}{V} = \frac{\pi}{6} n \langle D^3 \rangle = \frac{\pi}{6} \frac{N_S}{S} \frac{\langle D^3 \rangle}{\langle D \rangle} = \frac{N_S}{S} \frac{\pi \langle d^2 \rangle}{4} = \frac{S_p}{S} \quad (3)$$

Для выражений (2-3): V – объём материала; N_V – общее количество пор в объёме V ; S – площадь исследуемого сечения материала; N_S – общее количество пор, обнаруженных на сечении S ; V_p – общий объём пор, находящихся в объёме материала V ; S_p – общая площадь срезов пор, находящихся на исследуемом сечении материала; скобки $\langle \dots \rangle$ обозначают среднее по распределению значение величины.

Теоретические результаты проиллюстрированы на модельных сериях керамических люминофоров $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ce:YAG}$ и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--Ce:(Y,Gd)AG}$. Образцы синтезированы методом

реакционного вакуумного спекания порошков исходных оксидов при температуре 1765°C в течение 4-12 часов. Молярное соотношение $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ составило 0,75, содержание легирующих ионов церия Ce^{3+} и гадолиния Gd^{3+} – 0,1 и 0,25 ат.%, соответственно. Характеризация поровой структуры керамик проведена на конфокальном лазерном сканирующем микроскопе LSM 800 (Zeiss, Германия) при длине волны $\lambda=642$ нм и увеличении 63х. Набор данных по каждому образцу проведен при анализе объема $100 \times 100 \times 15 \text{ мкм}^3$ с разбиением на эквидистантные фокальные плоскости по оси z.

Полученные нами выражения (2-3) и *модифицированный* подход, основанный на выводах работы [3], дают наиболее точные значения n и θ . И все же, оценка пористости θ по *модифицированному* согласно работе [3] подходу имеет завышенные на ~8% значения, тогда как по *простейшему* подходу – заниженные на ~33% значения, рисунок 1.

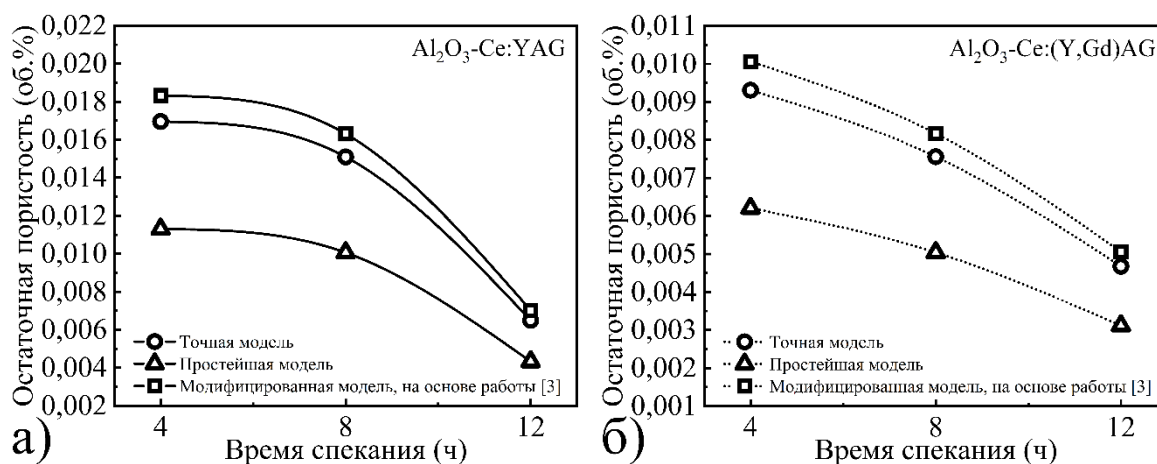


Рисунок 1 – Зависимости величин пористости θ образцов керамических люминофоров $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ce:YAG}$ (а) и $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ce:(Y,Gd)AG}$ (б) от времени спекания при температуре 1765°C (согласно трём рассмотренным моделям)

Список литературы

1. Rice R.W. The porosity dependence of physical properties of materials: A summary review // Key Engineering Materials. – 1995. – V. 115. – P. 1-20.
2. Messing G.L., Stevenson A.J. Materials science: Toward pore-free ceramics // Science. – 2008. – V. 322. – I. 5900. – P. 383-384.
3. Zhang W., Lu T., Wei N. et al. Assessment of light scattering by pores in Nd:YAG transparent ceramics // Journal of Alloys and Compounds. – 2012. – V. 520. – P. 36–41.
4. Kosyanov D.Yu., Yavetskiy R.P., Parkhomenko S.V. et al. A new method for calculating the residual porosity of transparent materials // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – V. 781. – P. 892–897.

Благодарности

Авторы выражают благодарность А.М. Захаренко и Xin Liu за помощь в получении и анализе образцов керамик. Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-73-10242).

ФОРМИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЁВ НА ОСНОВЕ ПОРИСТОГО КРЕМНИЯ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ РОЛЬ КОНТЕЙНЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛЕКАРСТВЕННЫХ СРЕДСТВ

А.В.ЛУЧИН^{1,2}

¹ Томский политехнический университет

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: luchin250398@yandex.ru

В настоящей работе исследовались технологии получения кремниевых поверхностных слоев, а также формирование пористой структуры на них с помощью электрохимического травления.

Нанесение кремния чистотой 99,999 на нитиноловую подложку с содержанием никеля 50,9 ат. % проводилось двумя методами: плазменно-иммерсионной ионной имплантацией (ПИИИ) и магнетронным напылением. Для обоих методов были составлены режимы, представленные в таблицах 1 и 2. С целью выявления элементного состава полученных кремниевых поверхностных слоев был проведен рентгеноспектральный микроанализ. Для метода ПИИИ показано, что наибольшее содержание Si в поверхностных слоях (а следовательно толщина кремниевого слоя) соответствует режиму с наименьшим импульсным напряжением $U_s = 200$ В. При магнетронном напылении возможно получение кремниевого покрытия толщиной 5 мкм при времени обработки 120 мин. Такой толщины вполне достаточно для формирования пор. В методе магнетронного нанесения покрытия ключевым фактором, влияющим на толщину, является – время обработки, мощность оказывается менее значима.

Таблица 1 – Режимы ПИИИ

Эксперимент, №	Образцы, №		U_s , В
1	209	210	200
2	201	203	400
3	204	205	600

Таблица 2 – Режимы магнетронного напыления

Режим	Образец	W, Вт	t, мин	h, мм
I (М 88)	№1	250	120	70
II (М 89)	№2	250	15	70
III (М 90)	№3	100	15	70
IV (М 91)	№4	150	15	70

Отработана технология получения пористого кремния (100) р-типа (0,005 Ом·см) электрохимическим методом, изучена полученная морфология пористой поверхности, а также ее твердость и трещиностойкость. Электрохимическое травление позволяет получать поры диаметром 12 нм, рисунок 1а. Общая пористость слоя толщиной 170 мкм составляет 72%. При получении образцов пористого кремния было замечено появление трещин, что, наиболее вероятно, является следствием поверхностного натяжения при высыхании электролита, рисунок 1б. Микротвёрдость пористого кремния более чем на порядок ниже таковой для монокристаллического кремния, что, очевидно, связано с более низкой плотностью пористого кремния и его специфической структурной анизотропией, рисунки 2,3. Микротвердость монокристалла кремния составила $H_{\mu} = 10,058 \pm 0,053$ ГПа, для пористого кремния $H_{\mu} = 0,916 \pm 0,123$ ГПа.

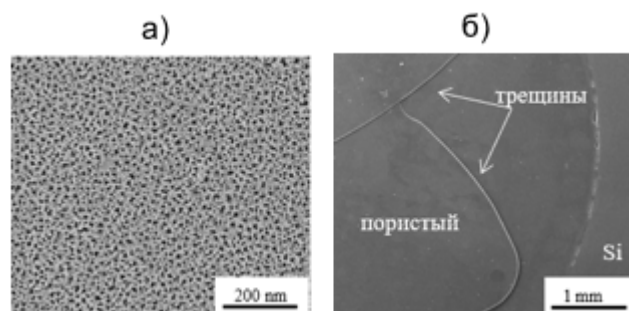


Рисунок 1 – СЭМ-изображения пористого кремния: а – пористая структура; б - трещины

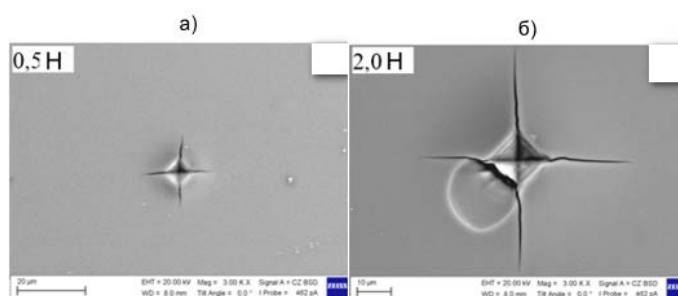


Рисунок 2 - Микрофотографии отпечатков индентора на монокристаллическом кремнии:
а) нагрузка 0,5Н; б) нагрузка 2,0Н

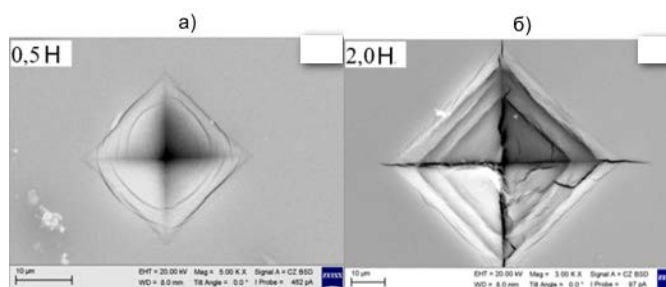


Рисунок 3 - Микрофотографии отпечатков индентора на пористом кремнии:
а) нагрузка 0,5Н; б) нагрузка 2,0Н

Рассмотренная совокупность технологий позволит в будущем формировать пористые кремниевые покрытия, которые смогут быть использованы в качестве носителей для лекарственных средств.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УПРОЧНЯЮЩИХ ЧАСТИЦ КАРБИДА ТИТАНА, ВВЕДЕННЫХ В ПОРОШКОВУЮ КОМПОЗИЦИЮ Fe-Ni, НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЕЧЕННЫХ ИЗДЕЛИЙ

М.М. МАСАЛИТИНА, Н.С. ЛЮТЫЙ, О.Ю. ВАУЛИНА

Национальный Исследовательский Томский Политехнический Университет,
kolgay@tpu.ru

Существуют области, в которых необходимо применение сплавов, которые при изменении температур, не должны изменять своих линейных размеров. Один из таких сплавов – инвар, это сплав, содержащий 36% Ni и 64% Fe. Особенность данного сплава в том, что он имеет аномально низкий температурный коэффициент линейного расширения (далее ТКЛР) при температурах от -80 до 100°C. Но из-за низких механических и прочностных свойств применение инвара ограничено [1, 2].

В работе для повышения механических и прочностных свойств, без изменения ТКЛР, в инвар вводят упрочняющие частицы карбида титана. Целью работы было исследование влияния упрочняющих частиц карбида титана, введенных в порошковую композицию Fe-Ni, на структуру и свойства инвара [3].

Объектами исследования являлись 4 партии образцов, изготовленных методом порошковой металлургии, состоящих из 64% масс. Fe, 36% масс. Ni с добавлением 1%, 5% и 10% масс. TiC. Порошки смешивали, формовали и спекали при температуре 1300°C в течение двух часов, с промежуточной выдержкой 2 часа при температуре 600 °C. Образцы были отшлифованы, отполированы на пасте ГОИ и алмазной пасте и протравлены царской водкой. На рисунке 1 представлены микроструктуры подготовленных поверхностей образцов после травления.

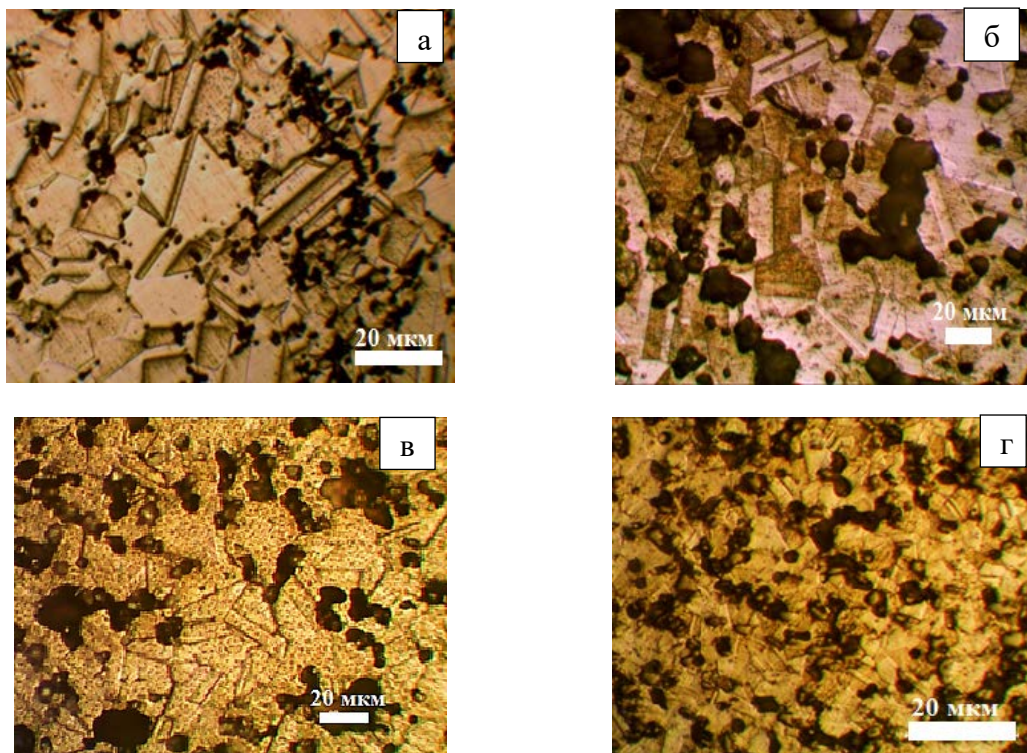


Рисунок 1 – Микроструктура образцов после травления:
а - Fe-Ni; б - Fe-Ni + 1% TiC; в - Fe-Ni + 5% TiC; г - Fe-Ni + 10% TiC

Из рисунка 1а видно, что структура спеченного образца инвара довольно однородная. Зерна достаточно крупные, наблюдается эффект двойникования. При добавлении карбида титана зерно становится значительно мельче, рисунок 1, так как карбид титана блокирует границы зерен. Эффект двойникования сохраняется для всех образцов. Границы зерен не ровные, угловатые. Структура похожа на аустенитную.

На рисунке 2 представлена совмещенная рентгенограмма для четырех спеченных образцов. Из рентгенограмм видно, что после спекания формируется структура инварного сплава состоящая из аустенитной γ -фазы (ГЦК), характерной для $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}$. С увеличением концентрации фазы TiC от 5 до 10% масс. на рентгенограмме обнаружались пики, соответствующие фазе TiC. Параметры решёток представлены в таблице 1.

Микротвердость инвара без карбида титана составляла $(867 \pm 69,4)$ МПа, а после введения 10% масс. TiC составила (1998 ± 160) МПа, т.е. увеличилась более чем в 2 раза. Сравнивая с исследованиями в [4] порошкового инвара, можем увидеть, что наш способ изготовления детали является более эффективным.

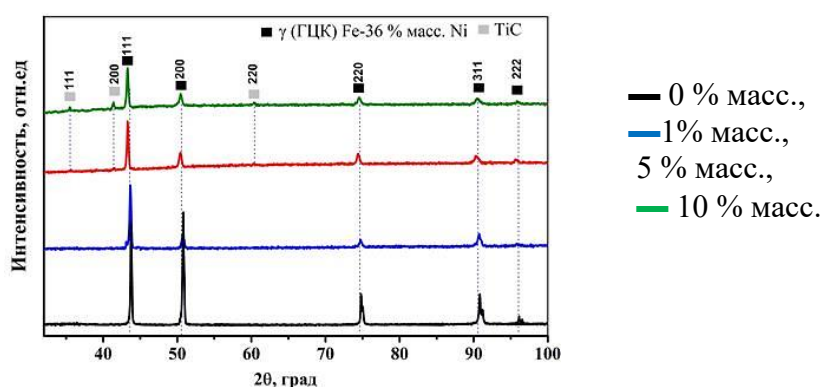


Рисунок 2 – Фрагменты рентгенограмм спечённых образцов при температуре спекания 1300 °C Fe-36 % масс. Ni с разной концентрации TiC

Таблица 1 - Параметры решеток Fe-Ni и TiC

Характеристика	Параметр решетки γ (ГЦК) Fe-36%Ni, Å	Параметр решетки TiC, Å
0% TiC	3,595	-
1% TiC	3,594	-
5% TiC	3,595	4,346
10% TiC	3,594	4,350
[1]	-	4,318

Таким образом, результаты исследований подтвердили влияние упрочняющих частиц TiC на структуру и свойства спеченных образцов порошковой композиции Fe-Ni.

Список литературы

1. Гуляев А.П. Металловедение. - 6-е изд., перераб. и доп. - М.: Металлургия, 1986. - 538с.
2. Shiga, M. (1996). Invar alloys. Current Opinion in Solid State and Materials Science, 1(3), 340 - 48.
3. Cherepova, T. S., Dmytrieva, H. P., Dukhota, O. I., & Kindrachuk, M. V. (2016). Properties of Nickel Powder Alloys Hardened with Titanium Carbide. Materials Science, 52(2), 173 - 179.
4. Григорьев М.В., Молчунова Л.М. и др. Влияние механической обработки на структуру и свойства порошка нестехиометрического карбида титана / Известия ВУЗ. Физика, 2013, Т.56, № 7/2, С. 206-210.

**Р-Е ЭФФЕКТЫ В РЬ – И НЬ – СОДЕРЖАЩИХ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ
МАТЕРИАЛАХ: ТЕРМОЭВОЛЮЦИЯ, МОДЕЛИРОВАНИЕ ПЕТЕЛЬ
ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ГИСТЕРЕЗИСА, ВОЗМОЖНОСТИ ПРАКТИЧЕСКОГО
ПРИМЕНЕНИЯ**

М.О. МОЙСА, К.П. АНДРЮШИН, И.Н. АНДРЮШИНА

Научно-исследовательский институт физики ЮФУ

E-mail: maksim.moysa@mail.ru

Основу подавляющего большинства сегнетоактивных материалов, освоенных на практике, составляют твёрдые растворы (ТР) системы ЦТС ($\text{Pb}(\text{Ti}, \text{Zr})\text{O}_3$). Систематические работы по их созданию ведутся в Южном федеральном университете (ранее – Ростовском государственном университете) с начала 1970-х годов. Разработано и внедрено в промышленность более 100 таких материалов, защищённых охранными документами. В последнее же время основным современным материаловедческим трендом стало направление, связанное с экологизацией производства подобной продукции. Кроме того, по-прежнему актуальными остаются вопросы получения новых знаний о фундаментальных свойствах активных сред, к коим, в первую очередь, относятся указанные.

В связи с вышесказанным целью работы явилось установление влияния температурного фактора на поляризационные свойства двух представителей Рь-содержащих и бессвинцовых материалов. Это пьезокерамика ПКРЗ на основе системы $\text{Pb}(\text{Ti}, \text{Zr}, \text{W}, \text{Cd})\text{O}_3$ (ТР1) [1] и один из ТР системы $(\text{Na}, \text{K}, \text{Cd})\text{NbO}_3$ (ТР2) [2].

Образцы получены традиционным методом, включающим двухстадийный твердофазный синтез и спекание по обычной керамической технологии. Петли диэлектрического гистерезиса исследовались осциллографическим методом Сойера – Тауэра ($f = 50$ Гц, $T = (300 \div 430)$ К). При этом были рассчитаны спонтанная, P_s , и остаточная, P_r , поляризации, а также напряженность коэрцитивного поля, E_c . Зависимости (P_s , P_r , E_c)(T) были аппроксимированы полиномом седьмой степени. Численное моделирование Р-Е петель для вышеуказанных ТР при различных температурах проводилось уравнением

$$P = k * U * \sinh(U * E \pm d)/h + \cosh(U * E \pm d) \quad (1)$$

где E и P – координаты осей внешнего электрического поля и поляризации сегнетоэлектрика; k, h, d – параметры, связанные с поляризацией насыщения, коэрцитивным полем и наклоном петли гистерезиса; U – параметр, который характеризует вклад температуры, механического и электрического поля в плотность свободной энергии [3].

В ТР1 мгновенное (~ 1 сек) формирование насыщенных Р-Е петель происходит при напряжении $U = 2300\text{В}$ в диапазоне температур $T = (300 \div 340)$ К. При температурах $T = (340 \div 430)$ К для мгновенного формирования насыщенных Р-Е петель требуется уже гораздо меньшее напряжение $U = 1500\text{В}$. Помимо наблюдаемого явно выраженного температурного гистерезиса величин P_s , P_r , E_c при нагреве и охлаждении во всём исследовательском диапазоне температур (рис. 1а), отмечается некоторая изрезанность зависимости $E_c(T)$ вблизи температур 314 и 367 К.

В ТР2 формирование насыщенных Р-Е петель происходит при напряжении $U = 1500\text{В}$ во всем исследовательском диапазоне температур. Превышение указанного U вызывает расширение петли по оси ординат, и, как следствие, увеличение потерь энергии за цикл переполяризации. При нагреве и охлаждении в диапазоне температур $(300 \div 355)$ К наблюдался температурный гистерезис, рисунок 1, величин P_r , E_c .

Полагаясь на метод, описанный выше, рассмотрим петли диэлектрического гистерезиса ТР1 и ТР2 при температурах 300, 330, 360, 390, 420 К. Установлено, что с увеличением температуры сходимость экспериментальных точек и аппроксимирующей функции улучшается. Оценка сходимости осуществлялась с помощью коэффициента

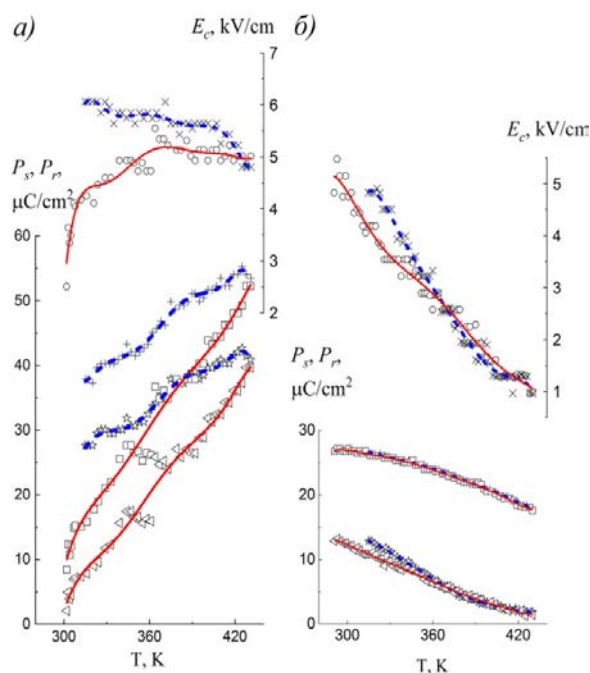


Рисунок 1 - Зависимости $(P_s, P_{\text{ост.}}, E_c)(T)$ ТР состава
(а) $0.65\text{NaNbO}_3 - 0.1\text{KNbO}_3 - 0.25\text{CdNb}_2\text{O}_6$ (б)
 $\text{PbTiO}_3\text{-PbZrO}_3\text{-PbW}_{1/2}\text{Cd}_{1/2}\text{O}_3$

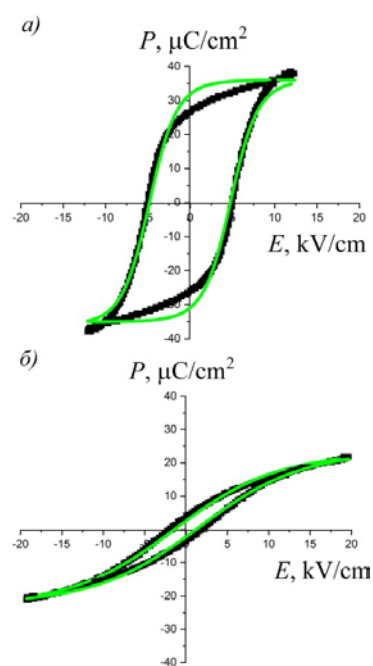


Рисунок 2 - Р-Е петли
исследованных ТР1 (а) и ТР2 (б)
($T=390\text{K}$). Результаты расчетов по
модели (зелёная кривая) в сравнении
с экспериментальными данными
(чёрная кривая)

детерминации. У Р-Е петль ТР2 вышеуказанный показатель был ближе к 1, чем у Р-Е петль ТР1, рисунок 2. Заметим, что данным методом не удалось описать петлю гистерезиса ТР1 при 300 К. Это связано с тем, что она является петлей диэлектрического гистерезиса типа «Лист», чего не поддерживает данная модель.

Полученные результаты целесообразно учитывать при разработке устройств пьезотехники, которые эксплуатируются в условиях критических внешних воздействий (температура, переменное электрическое поле).

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (Государственное задание в области научной деятельности, Южный федеральный университет, 2020 г.)

Список литературы

1. Данцигер А.Я., и др. Многокомпонентные системы сегнетоэлектрических сложных оксидов: физика, кристаллохимия, технология. Аспекты дизайна сегнетоэлектрических материалов. Ростов-на-Дону: Изд-во РГУ. 2001-2002.- 800с. Т.1,2. (монография)
2. Andryushin K.P. et al. Sodium solutions of sodium- potassium-cadmium. Preparation, structure, electrophysical and thermofrequency properties //LAP LAMBERT Academic Publishing 61, 2012.
3. Zhi MA, et al. Modeling of hysteresis loop and its applications in ferroelectric materials // Ceramics International – 2018. DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.12.027

ОСОБЕННОСТИ ПРОТОЛИТИЧЕСКИХ РЕАКЦИЙ В ОСНОВНОМ И ВОЗБУЖДЕННОМ СОСТОЯНИИ В ПРИСУТСТВИИ КАТИОННОГО ПОЛИЭЛЕКТРОЛИТА

А.С. МУГАБУТАЕВА, А.О. НАУМОВА, П.В. МЕЛЬНИКОВ

МИРЭА – Российский технологический университет

E-mail: mugabutaeva@yandex.ru

Кислотно-основными индикаторами, как правило, являются органические красители, молекулы которых содержат кислотные или основные функциональные группы. Обычно индикаторы используют в виде водных или спиртовых растворов, добавляемых к анализируемой пробе. Известны также индикаторные тест-системы, в состав которых входят индикатор или смесь индикаторов в адсорбированном состоянии, позволяющие быстро определять кислотно-основные свойства растворов [1-3].

Разработка флуоресцентных индикаторных материалов для определения различных аналитов является бурно развивающимся научным направлением. Как правило, в случае кислотно-основных реакций иммобилизация приводит к сдвигу pK_a перехода, и изучение физико-химических основ таких процессов является актуальным [4].

В данной работе на примере ряда типичных фотокислот, содержащих отрицательно заряженные сульфогруппы, рассмотрены особенности протекания протолитических реакций при воздействии поля, создаваемого катионным полиэлектролитом. В перспективе такого рода системы могут использоваться для создания проточных датчиков контроля кислотности среды. В качестве индикаторов использовали 2-нафтол, натриевую соль 2-нафтол-6-сульфокислоты, динатриевую соль 2-нафтол-3,6-дисульфокислоты и динатриевую соль 2-нафтол-3,6,8-трисульфокислоты, катионный полиэлектролит – полидиаллилдиметиламмония хлорид (ПДДА). Для поддержания заданного значения кислотности среды использовали фосфатные буферные растворы, доводимые до требуемой величины pH с помощью HCl или KOH. Контроль осуществляли pH-метром «Эксперт-001». Для изучения флуоресценции в растворе был использован спектрофлуориметр Cary Eclipse и лабораторная установка, состоящая из USB-микроскопа, подставки для кюветы, матрицы светодиодов с $\lambda_{\max} = 375$ нм и компьютера с программным обеспечением.

Пример эволюции спектра люминесценции при варьировании pH среды показан на рисунке 1. Видно, что отношение амплитуд пиков протонированной ($\lambda = 356$ нм) и депротонированной ($\lambda = 431$ нм) форм сильно меняется при изменении pH (врезка рисунок 1). Аналогичная зависимость наблюдается и на спектрах люминесценции сульфопроизводных 2-нафтола, при этом происходит постепенное смещение соотношения амплитуд двух форм в сторону увеличения пика депротонированной формы.

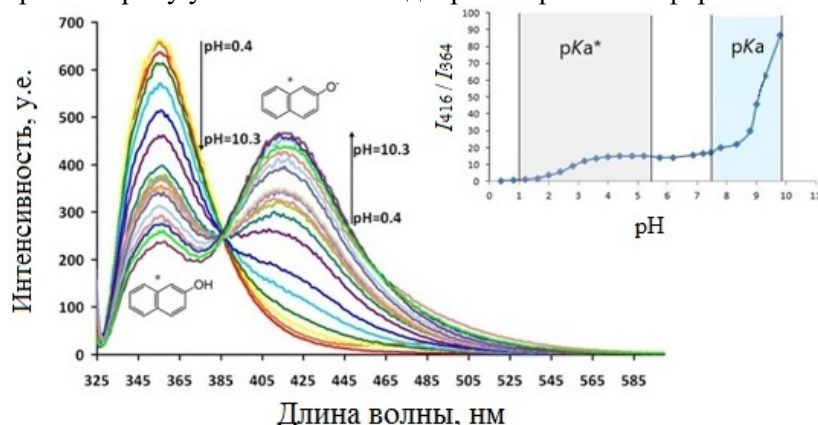


Рисунок 1 - Спектры люминесценции 2-нафтола в зависимости от pH среды. Врезка: зависимость амплитуд пиков протонированной и депротонированной форм от pH среды

При облучении раствора массивом светодиодов с $\lambda_{\max} = 375$ нм наблюдается флуоресценция только депротонированных форм рассматриваемых индикаторов, поэтому лабораторная установка использовалась для определения влияния ПДДА на реакцию диссоциации в основном состоянии. С помощью USB-микроскопа фиксировали изменение цвета образца в виде цифровых микрофотографий. Каждый пиксель изображения представляет совокупность из трёх базовых цветов: красного, зеленого и синего (red, green, blue или RGB). Депротонированные формы окрашены в синий или сине-зеленый цвет, поэтому аналитическим сигналом может служить относительное изменение интенсивности синего цветового канала. Причем такая оценка может проводиться для каждого пикселя изображения независимо, давая в перспективе возможность количественно оценивать локальные изменения pH.

Влияние ПДДА на величину константы кислотности в основном состоянии показано на рисунке 2 а. Видно, что чем больше SO_3^- -заместителей в молекуле, тем сильнее сказывается влияние катионного полиэлектролита систему. Это свидетельствует о специфическом взаимодействии положительно заряженных центров с отрицательно заряженными сульфогруппами, приводящему к частичной или полной компенсации отрицательного заряда, что в свою очередь приводит к облегчению выброса протона молекулой производных нафтола.

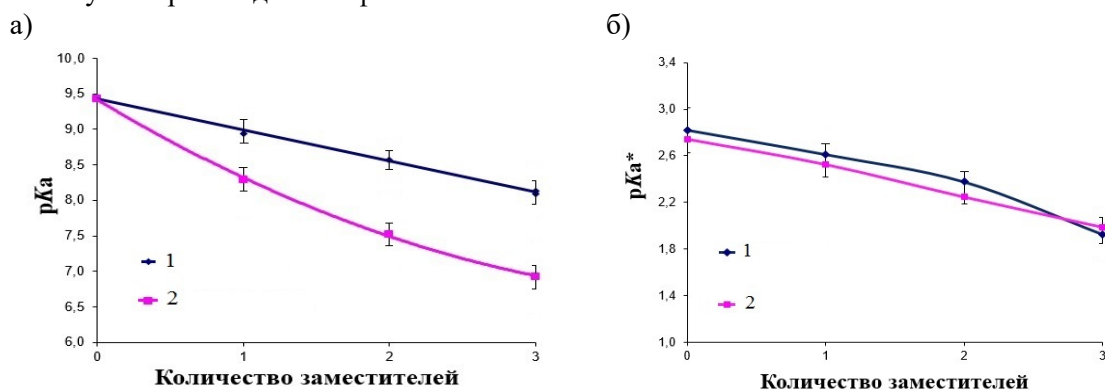


Рисунок 2 - Зависимость величин pK_a (а) и pK_a^* (б) от количества сульфогрупп для изученных индикаторов без ПДДА (1) и при концентрации ПДДА 0,05%вес. (2)

При этом для константы кислотности в возбужденном состоянии pK_a^* значимого влияния полиэлектролита не наблюдается, рисунок 2 б. Причина, по-видимому, в том, что фотовозбуждение настолько увеличивает кислотность молекулы (pK_a^* отличается от pK_a на 5 порядков), что локальным полем заряженного полимера в случае фотопротолитической реакции можно пренебречь.

Работа выполнена при поддержке Госзадания РФ в соответствии с тематикой № 0706-2020-0020.

Список литературы

1. Золотов Ю.А., Иванов В. М., Амелин В. Г. Химические методы анализа. – М. Едиториал УРСС, 2002, - 304 с.
2. Петрухин О.М. Аналитическая химия. Химические методы анализа: Уч. пос. — М.: Альянс, 2016. — 400 с.
3. Пахомов А.А., Черткова Р.В., Мартынов В. И. pH-сенсорные свойства флуоресцентного белка dendronephthya sp. // Биоорганическая химия. – 2015. – Т.41. - № 6. – С. 602 – 606.
4. Gerasimova M.A., Tomilin F.N., Malyar E.Yu., Varganov S.A. Fluorescence and photoinduced proton transfer in the protolytic forms of fluorescein: Experimental and computational study // Dyes and Pigments. 2020. V.17.

ОСОБЕННОСТИ ПРОЦЕССА АНОДИРОВАНИЯ АЛЮМИНИЯ ДЛЯ СОЗДАНИЯ НАНОПЕРФОРИРОВАННОГО ШАБЛОННОГО МАТЕРИАЛА

П.Н. МУДРАКОВА, Е.Д. РЯБКОВ, Н.К. ЗАЙЦЕВ

МИРЭА – Российский технологический университет, Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия

Email: polinapolin97@gmail.com

Впервые удалось создать сетку регулярных наноразмерных отверстий на поверхности алюминия в начале 1980-х годов методом электрохимического анодирования. Такие наноперфорированные алюминиевые поверхности нашли применение в транспортной промышленности - наноперфорирование алюминиевой поверхности деталей кузова значительно увеличивает адгезионную способность лакокрасочных покрытий, что приводит к улучшению эксплуатационных характеристик покрытия: долговечности, равномерности, стойкости. Таким образом, электрохимическое анодирование алюминия и сегодня широко используется в автомобилестроении.

На сегодняшний день наноперфорированные алюминиевые поверхности находят все более широкое применение в различных отраслях. Например, в аналитической химии их используют в качестве подложки, усиливающей комбинационное рассеивание, в методе рамановской спектроскопии. Также наноперфорированная алюминиевая поверхность, модифицированная, например, перфторированными полиалкоксисиланами, приобретает супергидрофобные свойства. В этом случае происходит усиление гидрофобных свойств модифицирующего вещества благодаря присутствию на поверхности регулярных наноразмерных шероховатостей. Еще одно актуальное на сегодняшний день применение – это использование наноперфорированного алюминия в качестве шаблонного материала для создания различных наноструктурированных полимерных и металлических поверхностей.

При наложении на алюминиевый электрод анодного напряжения сначала формируется компактная оксидная пленка, наружная часть которой в электролитах, растворяющих оксид, начинает растворяться в дефектных местах и переходить в пористое покрытие. Дальнейший рост анодно-оксидного покрытия происходит на дне образовавшихся пор за счет превращения все более глубоких слоев металла в оксид. Прилегающий к металлу оксидный слой состоит из регулярных ячеек, рисунок 1. Диаметр пор и их число зависят от природы электролита и режима анодирования.

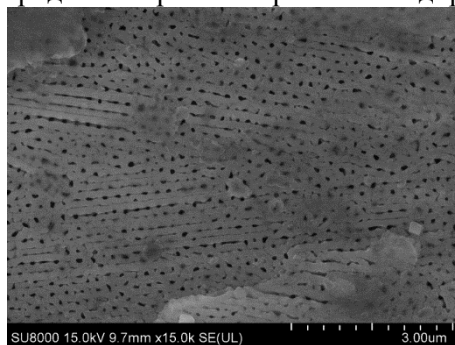


Рисунок 1 – Снимок СЭМ поверхности алюминиевого образца, полученного при анодировании ($t_{\text{анод}} = 15$ мин, $T_{\text{эл-та}} = 21^\circ\text{C}$, $U = 90$ В, $0,3$ М H_3PO_4)

Существует множество публикаций, посвященных теме электрохимического наноперфорирования алюминия, в которых этот процесс описан достаточно полно. В статье Tatsuya Masuda и др. описывается процесс электрохимического наноперфорирования алюминия в растворах фосфорной и шавелевой кислот, полученные мембраны из оксида алюминия с регулярными гексагональными наноразмерными отверстиями сравниваются между собой [1]. В статье Daiki Nakajima и др. описываются подробности процесса

анодирования алюминия в растворах глутаровой кислоты и её производных [2]. В работе Akimasa Takenaga и др. сравниваются структурные различия получаемых покрытий на анодированном алюминии [3]. В этих и еще множестве других подобных работах описываются параметры анодирования для получения наноразмерных отверстий различных размеров и с различной регулярностью. Эту информацию можно использовать, но для полноценного моделирования технологического процесса по созданию наноперфорированных матриц с необходимыми параметрами для их дальнейшего использования, например, в качестве шаблона в методе реплик не хватает комплексного функционального описания процесса.

В данной работе приводится часть функциональных зависимостей, построенных по экспериментальным данным. По построенной поверхности зависимостей среднего диаметра образующихся отверстий от подаваемого напряжения и времени экспозиции ($T_{\text{эл-та}} = 21^\circ\text{C}$, $0,3 \text{ M H}_3\text{PO}_4$) хорошо видно, что при увеличении данных параметров происходит увеличение среднего диаметра отверстий, рисунок.2.

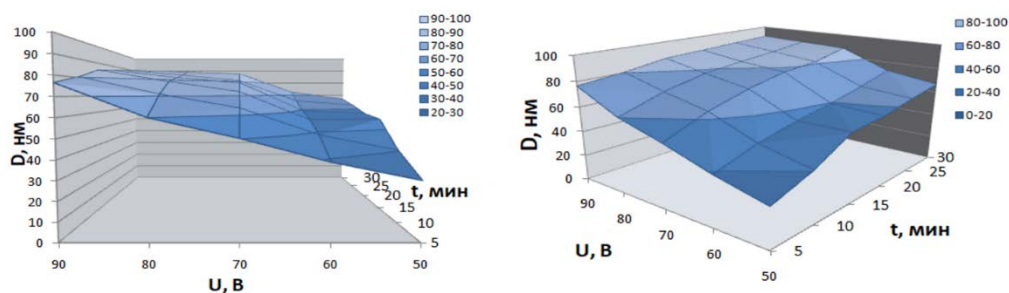


Рисунок 2 – График поверхности зависимостей среднего диаметра отверстий, образующихся на поверхности алюминия в процессе анодирования от напряжения и времени анодирования ($T_{\text{эл-та}} = 21^\circ\text{C}$, $0,3 \text{ M H}_3\text{PO}_4$)

Увеличение среднего диаметра отверстий при увеличении напряжения хорошо описывается линейной зависимостью, а вот увеличение среднего диаметра отверстий при увеличении времени анодирования хорошо описывается уже логарифмической зависимостью. Это объясняется тем, что в начале процесса происходит активный рост отверстий как в ширину, так и в глубину, когда достигается предельный размер отверстий для данного напряжения, дальнейший рост происходит только в глубину.

Интересно, что для каждого состава электролита существует определенный диапазон значений средних диаметров отверстий и плотностей упаковки, который определяется именно природой электролита. Например, для электролита, который состоит из фосфорной кислоты, диапазон значений средних диаметров отверстий составляет 40 – 300 нм (рис.3). Для щавелевой кислоты такой диапазон будет 10 – 90 нм, а для серной кислоты 4 -15 нм.



Рисунок 3 – Снимки СЭМ поверхностей образцов алюминия, полученных при анодировании в электролитах $0,3 \text{ M H}_3\text{PO}_4$ (слева), $0,3 \text{ M C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ (по центру) и $0,2 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ (справа)

Таким образом, в настоящей работе впервые описывается часть созданной модели процесса наноперфорирования алюминия, получаемого методом высоковольтного анодирования. Данная модель используется при создании наноструктурированных материалов с заданными параметрами методом репликации.

Список литературы

1. Daiki Nakajima, Tatsuya Kikuchi, Shungo Natsui, Ryosuke O. Suzuki. Growth behavior of anodic oxide formed by aluminum anodizing in glutaric and its derivative acid electrolytes // *Applied Surface Science*. Vol. 321. 2014. pp. 364–370.
2. Tatsuya Masuda, Hidetaka Asoh, Satoshi Haraguchi, Sachiko Ono. Fabrication and Characterization of Single Phase α -Alumina Membranes with Tunable Pore Diameters // *Materials*. 2015. Vol. 8. pp. 1350-1368.
3. Akimasa Takenaga, Tatsuya Kikuchi, Shungo Natsui, and Ryosuke O. Suzuki. Self-Ordered Aluminum Anodizing in Phosphonoacetic Acid and Its Structural Coloration // *ECS Solid State Letters*. № 4 (8). 2015. pp. 55-58.

САМОЗАЛЕЧИВАНИЕ ДЕФЕКТОВ В КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ НА ОСНОВЕ ДИБОРИДА ЦИРКОНИЯ

¹НАРУЦКАЯ А.С., ¹БАШКЕЕВА М.Е., ^{1,2}ДЕДОВА Е.С., ^{1,2}МИРОВОЙ Ю.А., ²БУРЛАЧЕНКО А.Г.,
^{1,2}БУЯКОВА С.П.

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Высокотемпературная керамика на основе ZrB_2 вызывает большой научный интерес из-за растущей потребности в материалах, которые могут использоваться в аэрокосмической и ядерной средах, вследствие высоких температур плавления, отличных термомеханических свойств и хорошей химической стойкости в условиях повышенных температур. Однако появление дефектов в керамических изделиях в процессе эксплуатации может привести к развитию катастрофических повреждений, существенно ограничивает широкое применение керамик. Одним из подходов, позволяющих расширить температурный интервал самозалечивания, может стать создание в керамиках структурно-фазового состояния, обеспечивающего реализацию комбинированного механизма.

Целью данной работы являлось исследование реализации эффекта самозалечивания дефектов в керамике $ZrB_2 - ZrC - SiC - ZrO_2$.

Материалами для исследований служили композиционные материалы (60 об.% ZrB_2 – 15 об.% ZrC – 25 об.% SiC) – x об.% ZrO_2 ($x = 0, 5, 10, 15$ об.%). Керамические композиты были получены спеканием при температуре 1900 °С под давлением 50 МПа в течение 10 минут в атмосфере аргона. Рентгенофазовые исследования проводились на дифрактометре типа ДРОН с $CuK\alpha$ излучением. Микроструктура керамических образцов исследовалась на растровом электронном микроскопе Vega Tescan и LEO EVO 50. Организация дефектной структуры осуществлялась формированием пропилов лезвием с использованием алмазной пасты. Кинетика самозалечивания дефектов в керамических образцах изучалась после их нагрева до температур 1200, 1400 и 1600 °С в атмосфере воздуха. Процент самозалечивания (H) рассчитывался из выражения $H = \frac{L_0 - L_n}{L_0} \times 100\%$, где L – глубина дефектов до и после нагрева [1].

Рентгеновский анализ показал, что фазовый состав композитов $ZrB_2 - SiC - ZrC - 15\% ZrO_2$ был представлен гексагональными фазами ZrB_2 и SiC , кубической модификацией ZrC и тетрагональной сингонией ZrO_2 . Установлено, что увеличение объемного содержания ZrO_2 приводит к уплотнению керамических композитов $ZrB_2 - ZrC - SiC - ZrO_2$ и активации процесса окисления дефектов. В процессе нагрева на поверхности керамических

композитов формируется оксидный слой, толщина которого и химический состав меняется по мере увеличения температуры нагрева. По мере роста температуры нагрева от 1200 до 1600 °С изменяются продукты окисления, которые оказывают решающую роль за самозалечивание дефектов. В целом, более эффективное самозалечивание дефектов произошло при нагреве керамики до температуры 1600 °С, процент самозалечивания составил, в среднем, 90 % для всех составов композитов $ZrB_2 - ZrC - SiC - ZrO_2$. Нагрев керамики до температуры 1400 °С обеспечил самозалечивание дефектов в среднем на 60 – 90 % в зависимости от количества добавки диоксида циркония. Нагрев до температуры 1200 °С привел только к частичному самозалечиванию дефектов композитов всех составов. Однако процент самозалечивания дефектов в образцах композита $ZrB_2-ZrC-SiC$ не превышал 60 %, а для композита с содержанием 15 об.% диоксида циркония он составил 80 %.

Исследования выполнены в рамках Государственного задания ИФПМ СО РАН, проект III.23.2.3.

Список литературы

1. PePei R. et al. Crack healing behaviour of Cr_2AlC MAX phase studied by X-ray tomography //Journal of the European Ceramic Society. –2017. –Vol. 37. –№2. –Р. 441-450.

ПРИМЕНЕНИЕ ЧУВСТВИТЕЛЬНОГО К КИСЛОРОДУ КОМПОЗИТНОГО МАТЕРИАЛА В СИСТЕМЕ ПРОТОЧНО-ИНЖЕКЦИОННОГО АНАЛИЗА ДЛЯ МОНИТОРИНГА ИНТЕНСИВНОСТИ ДЫХАНИЯ КЛЕТОК

А. С. НИКИТИНА, А.Ю. АЛЕКСАНДРОВСКАЯ, П. В. МЕЛЬНИКОВ, Н.К. ЗАЙЦЕВ

МИРЭА – Российский технологический университет (РТУ МИРЭА, Институт тонких химических технологий имени М.В. Ломоносова)

Москва, Россия

E-mail: nikinanka@gmail.com

Измерение концентрации растворенного кислорода в реальном времени является важным видом анализа в различных микробиологических, экологических, биотехнологических направлениях исследований. При этом одним из важнейших параметров является интенсивность дыхания аэробных микроорганизмов и основанная на ней оценка физиологического состояния. Для её измерения в настоящее время используются датчики оптического или электрохимического (например, электрод Кларка) типов. При этом существующие сегодня биосенсоры, как правило, не позволяют получать воспроизводимые во времени результаты.

Настоящая работа посвящена апробации ранее созданного нашей научной группой чувствительного к кислороду композитного материала [1] в качестве чувствительного элемента системы проточно-инжекционного анализа, применимой для оценки интенсивности дыхания клеток. В качестве биологического объекта выбрали дрожжи *Saccharomyces cerevisiae*. В основе системы лежит разработанная нами проточно-инжекционная установка (ПИУ), состоящая из ВЭЖХ наноса, инжекторной части (с петлей ввода регулируемого объема) и проточной ячейки, в которой располагается биорецептор. Измерение концентрации кислорода в ячейке происходит синхронно двумя типами датчиков – электродом Кларка и оптическим сенсором, которые смонтированы соосно максимально близко друг к другу.

Провели предварительные модельные эксперименты для выявления рабочих характеристик сенсора в составе ПИУ (без нанесения биологического материала). Варьировали скорость потока жидкости в интервале от 0,5 до 2 см³/мин и объем петли

ввода от 0,02 до 0,2 см³, а в качестве имитатора пробы вводили раствор сульфита натрия концентрацией 0,5 - 5 г/дм³. Регистрируемые параметры для оптического сенсора – время жизни возбуждённого состояния индикаторного красителя (мкс), для электрода Кларка – сила тока (мкА). Пример получаемых зависимостей представлен на рисунке 1. Сигнал для обоих типов датчиков имеет форму хроматографического пика. Обработка проводилась по высоте регистрируемого пика, площади и угловому коэффициенту (наклону) зависимости после попадания пробы в ячейку.

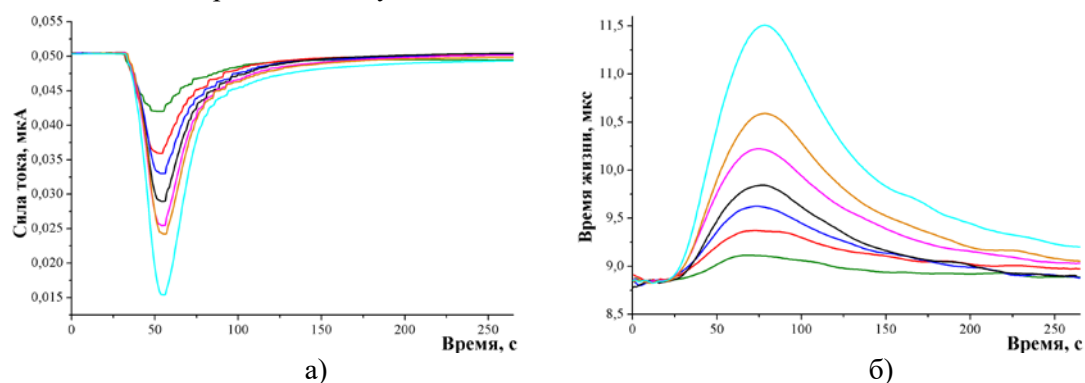


Рисунок 1 - Влияние концентрации сульфита натрия на отклик сенсора: а) электрод Кларка (сила тока, мкА), б) оптический сенсор (время жизни, мкс)

Меньшим временем отклика на внесение пробы обладает оптический датчик, однако регистрируемый пик более протяжен во времени. При оценке воспроизводимости квадратов смешанной корреляции (r^2) градуировочных зависимостей выяснилось, что результаты, полученные при оценке высоты пика, в целом более воспроизводимы, а оптический датчик, в целом, показывает меньшую дисперсию значений, чем электрод Кларка. Таким образом, для дальнейших экспериментов с биорецептором был выбран оптический сенсор.

Биорецептор представляет собой дрожжевые клетки *saccharomyces cerevisiae*, нанесённые непосредственно на чувствительный элемент оптического кислородного датчика, покрытый для улучшения адгезии наноалмазами, содержащими хлорангидридные и аминогруппы [2]. В качестве субстрата использовали растворы глюкозы 0,5 - 2 г/дм³. Скорость потока жидкости и объем петли ввода варьировали в тех же диапазонах, что и в предварительном опыте. Оптимальный режим измерения для созданного модельного биорецептора - объем петли ввода пробы 0,2 см³, скорость потока жидкости - 1 см³/мин. Пример отклика биорецептора на внесение глюкозы представлен на рисунке 2а. По форме регистрируемые кривые аналогичны наблюдавшимся в предварительном эксперименте.

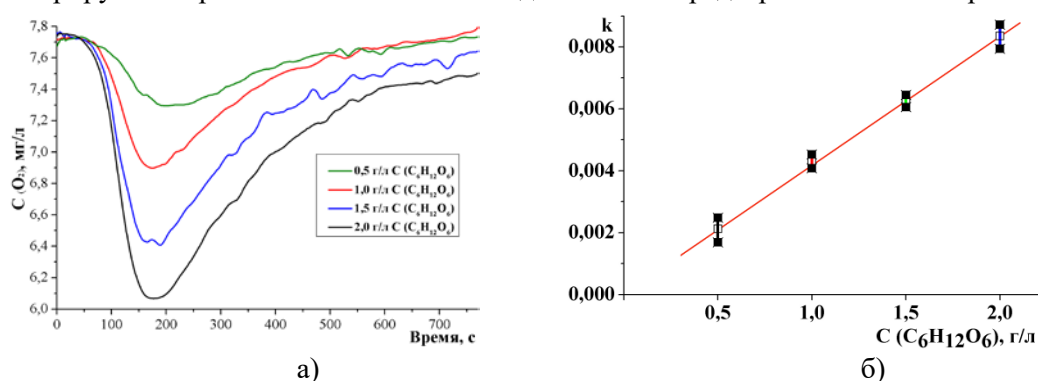


Рисунок 2 - Влияние добавок глюкозы: а) изменение локальной концентрации $C(O_2)$, зафиксированное биорецептором на основе *Saccharomyces cerevisiae*, б) зависимость углового коэффициента от концентрации $C_6H_{12}O_6$

Наибольшая воспроизводимость наблюдалась при использовании в качестве аналитического сигнала угловых коэффициентов участков кривых, регистрируемых сразу после попадания пробы в ячейку, рисунок 2б, квадрат смешанной корреляции $R^2 = 0,999$.

Таким образом, в настоящей работе продемонстрирована возможность создания ПИУ с оптическим методом детектирования концентрации кислорода, использующей биорецепторный элемент на базе разработанного нами композитного материала. В дальнейшем данная система может использоваться для оценки субстратной специфичности или токсического воздействия с применением различных групп микроорганизмов.

Работа выполнена при поддержке гранта Госзадания РФ в соответствии с тематикой №0706-2020-0020

Список литературы

1. Мельников П.В., Наумова А.О., Александровская А.Ю., Зайцев Н.К.. Оптимизация условий изготовления композитного оптического кислородного сенсора с применением мезопористого SiO_2 // Российские нанотехнологии. 2018. Т. 13. № 11–12. – С. 47–53.
2. Александровская А.Ю., Мельников П.В., Сафонов, А.В. Абатурова Н.А., Спицын Б.В., Наумова А. О., Зайцев Н.К.. Влияние модифицирования наноалмаза на смачиваемость поверхности оптического кислородного датчика и биологическое обрастание при длительных измерениях *in situ* // Российские нанотехнологии. 2019, Т. 14, №7–8, С. 81–90.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКОЙ АНАЛОГИИ ДЛЯ ОПИСАНИЯ ДЕМПИРУЮЩИХ ХАРАКТЕРИСТИК МФС АКТУАТОРА

А.А. ПАНЬКОВ, П.В. ПИСАРЕВ, С.Р. БАЯНДИН

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: krd2874@mail.ru

В рамках настоящей работы в качестве объектов исследования рассматриваются МФС актуаторы. Двухфазная ячейка актуатора представлена в виде пьезоэлектрического волокна в оболочке «корпусе» из эпоксидной смолы. Когерентные электромеханические колебания задаются в виде механического напряжения $\sigma \equiv \sigma_{zz}^*(t)$ на внешней торцевой поверхности актуатора и управляющего электрического напряжения $U_{\text{упр}}(t)$ на электродах, при этом величины

$$\sigma = \tilde{\sigma} e^{i\omega t}, U_{\text{упр}} = \tilde{U}_{\text{упр}} e^{i\omega t} \quad (1)$$

пропорциональны экспоненте $e^{i\omega t}$ и имеют некоторый угол сдвига фаз $\Delta_{U\sigma}$. Учет электрических проводимостей фаз актуатора осуществляется через комплексную форму записи диэлектрических проницаемостей фаз $\lambda_f = \lambda'_f - i\gamma_f / \omega$, где действительные части диэлектрических проницаемостей λ'_f , удельные электрические проводимости γ_f фаз, $f = \overline{1,2}$, круговая частота ω , что приводит, во-первых, к комплексным значениям и зависимостям от круговой частоты ω электроупругих полей в фазах и результирующих характеристик актуатора и, во-вторых, к возникновению у актуатора дисперсии и энергетических потерь, известных под названием «максвелл-вагнеровская релаксация» [1].

Для гомогенизированной элементарной составной двухфазной ячейки периодичности комплексные значения «полной» диэлектрической осевой проницаемости

$$\lambda_{zz}^* \equiv \lambda_{zz}^{(\sigma)*} = \lambda_{zz}^{**} - i\gamma_{zz}^* / \omega \quad (3)$$

с действительным значением проницаемости λ_{zz}^{**} и проводимостью γ_{zz}^* , которая рассчитывается

$$\lambda_{zz}^* = \alpha_D l \quad (4)$$

по значениям коэффициента α_D (4) с учетом равенств

$$\hat{D}_z = \lambda_{zz}^* \hat{E}_z, \quad \hat{E}_z = U_{\text{упр}} / l, \quad (5)$$

где «макронапряженность» электрического поля $\hat{E}_z$ между торцевыми поперечными сечениями актуатора, расстояние между сечениями l - «рабочая» длина ячейки актуатора. Результирующий электрический заряд на торцевых поперечных сечениях актуатора

$$q = \hat{D}_z S, \quad (6)$$

где площадь торцевых поперечных сечений S и сила тока (между торцевыми сечениями или между электродами актуатора)

$$I = \frac{dq}{dt} = S \frac{d\hat{D}_z}{dt} = S \tilde{D}_z \frac{d}{dt} e^{i\omega t} = i\omega S \tilde{D}_z \quad (7)$$

или в виде $I = \tilde{I} e^{i\omega t}$ с амплитудой

$$\tilde{I} = i\omega S \alpha_D \tilde{U}_{\text{упр}} \quad (8)$$

Комплексные величины полного сопротивления (электрический импеданс) $\tilde{z}$ и полной проводимости (адмиттанс) $\tilde{g}$

$$\tilde{z} \equiv \frac{\tilde{U}_{\text{упр}}}{\tilde{I}} = Z e^{i\delta_{\text{IU}}}, \quad \tilde{g} \equiv 1 / \tilde{z} = G e^{-i\delta_{\text{IU}}} \quad (9)$$

где сдвиг фазы δ_{IU} между силой тока и управляющим электрическим напряжением на электродах, полное сопротивление $Z = \bar{U}_{\text{упр}} / \bar{I}$ и проводимость $G = 1 / Z$ в осевом направлении элементарной составной двухфазной ячейки «пьезоэлектрик/корпус (эпоксидная смола)», которые рассчитываются на основе разложения величины

$$J \equiv i\omega S \alpha_D = Z^{-1} e^{-i\delta_{\text{IU}}} \quad (10)$$

с учетом равенства (8), где абсолютные значения $\bar{U}_{\text{упр}}$, $\bar{I}$.

Для расчета полного сопротивления проведено численное моделирование двухфазной ячейки с объемной долей трансверсально-изотропных волокон $v_1 = 0.53$ из пьезокерамики PZT-4 в изотропной эпоксидной матрице с модулем Юнга $E = 2.5 \text{ ГПа}$ и коэффициентом Пуассона $\nu = 0.42$. На рисунке 1 представлены результаты расчета полного сопротивления $Z(\odot)$, рисунок 1 б, и котангенса угла сдвига фаз $\text{ctg} \delta_{\text{IU}}$, рисунок 1 в, электрической цепи переменного тока в датчике в сравнении с приближенными решениями для параллельного $Z_1(\blacktriangle)$, рисунок 1 а, соединения частотно зависимых элементов: активного сопротивления $R(\omega)$ и электрической емкости $C(\omega)$ в зависимости от круговой частоты ω , полученные на основе известных решений [2].

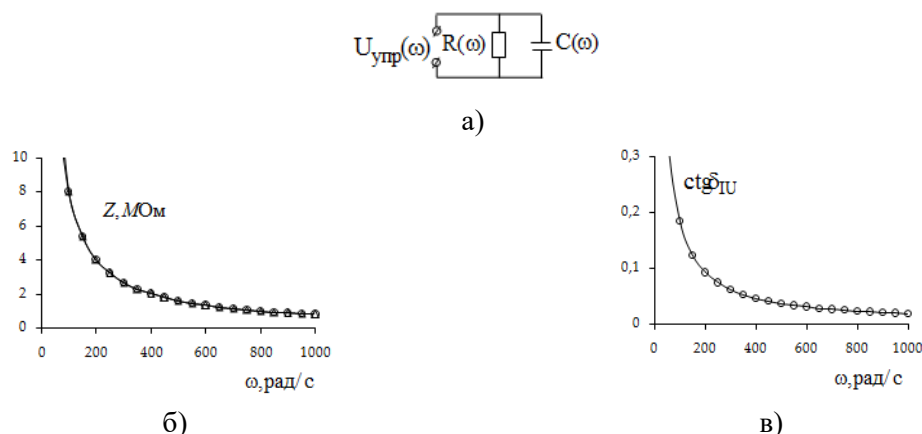


Рисунок 1 – Полное сопротивление Z (б) и котангенс угла сдвига фаз $ctg \delta_U$ (в) в зависимости от круговой частоты ω при амплитудах $\bar{\sigma} = 1 \text{ МПа}$, $\bar{U}_{упр} = 1 \text{ В}$, сдвиге фаз $\Delta_{U\sigma} = 0$ в сравнении с приближением по электромеханической аналогии (а)

Таким образом, по результатам проведенных исследований предложена электромеханическая аналогия для описания демпфирующих характеристик актуатора. Осуществлено прогнозирование комплексных значений «полной» диэлектрической проницаемости составной двухфазной ячейки. Полученные значения полного сопротивления соответствуют значениям приближения по электромеханической аналогии.

Исследование выполнено в Пермском национальном исследовательском политехническом университете при поддержке Российского научного фонда (проект № 18-19-00722).

Список литературы

1. Петров В.М., Бичурин М.И., Srinivasan G. Максвелл-вагнеровская релаксация в магнитоэлектрических композиционных материалах // Письма в ЖТФ. – 2004. – Т.30, №8. – С. 81–87.
2. Долгинов А.И. Резонанс в электрических цепях и системах. – Изд.-во: Москва; Ленинград: Госэнергоиздат, 1957. – 328 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТЕЙ СТАБИЛИЗАЦИИ КУБИЧЕСКОЙ РЕШЕТКИ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА Al_3Ti , ВХОДЯЩЕГО В СОСТАВ КОМПОЗИТА ТИПА « $\text{Ti-Al}_3\text{Ti}$ », ПУТЕМ ЛЕГИРОВАНИЯ СЕРЕБРОМ

И.Ю. ПЕТРОВ¹, Д.В. ЛАЗУРЕНКО¹

¹ Новосибирский государственный технический университет

E-mail: petrov.2017@stud.nstu.ru

В последние десятилетия интерес к интерметаллидам и сплавам на их основе непрерывно возрастает, что обусловлено уникальным сочетанием их свойств. Однако широкое их применение ограничено низкими значениями пластичности и вязкости разрушения [1]. Одним из подходов к решению данной проблемы является создание металл-интерметаллидных композитных материалов, содержащих вязкую металлическую матрицу и твердый армирующий компонент. Такой подход был реализован в работе [2], в которой рассматриваются многослойные композиты, состоящие из чередующихся прослоек титана и интерметаллида Al_3Ti . Несмотря на очевидные преимущества композитов такого типа, которые заключаются в повышенной удельной жесткости, твердости, сопротивлении

ударному нагружению, их надежность остается неудовлетворительной, что обусловлено крайне низкой пластичностью и вязкостью разрушения фазы Al_3Ti . Решить отмеченную проблему можно путем повышения низкотемпературной пластичности и трещиностойкости триалюминид титана путем модифицирования его структуры. При добавлении элемента-стабилизатора из группы переходных металлов тетрагональная решетка Al_3Ti типа DO_{22} трансформируется в более симметричную кубическую структуру типа $L1_2$ с большим числом независимых систем скольжений, что в свою очередь приводит к увеличению пластичности.

В данной работе проводится оценка возможности модифицирования решетки соединения Al_3Ti , входящего в состав композита типа «Ti- Al_3Ti », за счет легирования серебром и исследование фазовых превращений в данной системе. На основании полученных данных будут выбраны режимы получения слоистого композита методом искрового плазменного спекания.

Данные о фазовых превращениях в системе были получены методом дифракции рентгеновского синхротронного излучения. Эксперименты проводили на Немецком электронном синхротроне (DESY), г. Гамбург, Германия. Титановый контейнер диаметром 5 мм, заполненный порошковой смесью с избытком титана – Ti46-Al48,2-Ag5,8 (ат. %), помещали в печь модифицированного дилатометра DIL805A/D, нагревали до температуры 1250 °C, выдерживали в течение 5 минут, а затем охлаждали до комнатной температуры. Данные о фазовых превращениях в процессе нагрева, выдержки и охлаждения были получены в виде кольцевых дифрактограмм Дебая-Шеррера, которые для анализа были азимутально интегрированы и построены в координатах « 2θ – интенсивность». Расшифровка дифракционных картин проводилась с использованием базы данных PDF-4 и программного кода, написанного на языке программирования Python.

Процессы, происходящие при нагреве, выдержке и охлаждении наглядно отображены на карте, рисунок 1 а, показывающей изменение интенсивности при различных температурах на определенных углах 2θ . Интенсивность отраженного рентгеновского излучения показана цветом. Изменение интенсивностей отдельных рефлексов при нагреве показаны на рисунке 2.

Вплоть до температуры ~625°C фазовых превращений в системе не происходит. После ~625°C пропадают рефлексы, соответствующие серебру, рисунок 2 а, и алюминию, повышается уровень фона и возникают рефлексы от соединения Al_3Ti , рисунок 2 г. Интенсивность фона начинает падать при достижении температуры ~700°C. Этой же температуре соответствует максимум интенсивности рефлексов Al_3Ti . После ~700°C интенсивность рефлексов Al_3Ti падает, что в свою очередь, сопровождается появлением рефлексов искомой фазы с $L1_2$ структурой – $Ti(Al_{1-x}Ag_x)_3$, рисунок 2 в. Также после ~700°C начинает формироваться соединение $TiAl$, рисунок 2 д, и Ti_3Al . Рефлексы Al_3Ti пропадают при ~980°C. Фаза – $Ti(Al_{1-x}Ag_x)_3$ существует в системе до ~1150°C. В интервале температур ~840-870°C происходит полиморфное $\alpha \rightarrow \beta$ превращение титана, рисунок 2 е. В процессе выдержки при температуре 1250°C в системе присутствовали три кристаллические фазы: $TiAl$, Ti_3Al и β -Ti. При охлаждении титан претерпел обратное превращение, а соединения $TiAl$ и Ti_3Al зафиксировались в образце после охлаждения. Для наглядности отображения фазовых превращений была построена схема, рисунок 1 б, на которой отчетливо видно, что $L1_2$ -фаза присутствует в системе в диапазоне температур от 700 до 1150°C. При этом максимум интенсивности пиков, соответствующих данной фазе приходится на температурный диапазон 700-930°C. Учитывая, что при 930 °C интенсивность рефлексов тетрагонального триалюминид титана близка к минимуму, данная температура является рациональной для формирования многослойного композита типа «Ti- $Ti(Al_{1-x}Ag_x)_3$ ».

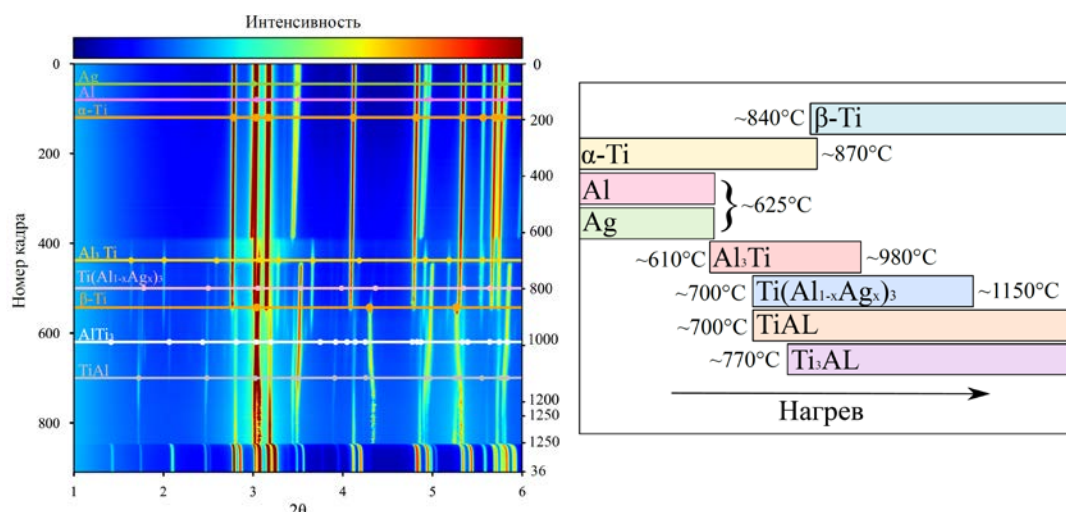


Рисунок 1 – а) карта, иллюстрирующая фазовые превращения в процессе нагрева и выдержки; б) схема превращений в системе

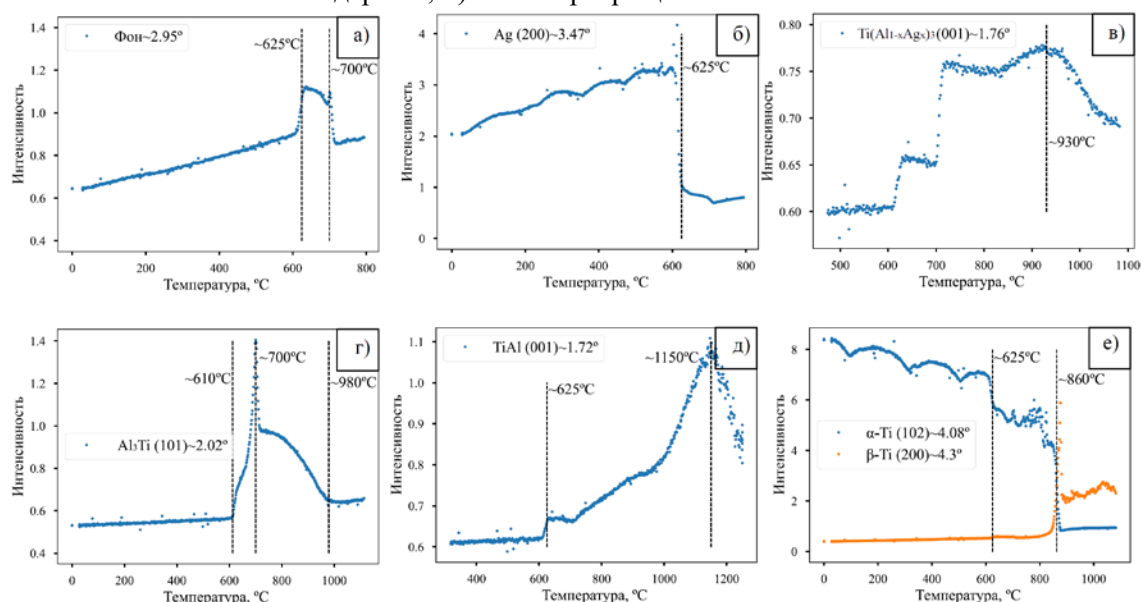


Рисунок 2 –изменение интенсивности а) фона; б) рефлекса, соответствующего Ag; в) – $Ti(Al_{1-x}Ag_x)_3$; г) Al_3Ti ; д) $TiAl$; е) βTi .

Список литературы

1. Гринберг Б.А., Иванов М.А. Интерметаллиды Ni_3Al и $TiAl$: микроструктура и деформационное поведение. – Екатеринбург: УрО РАН, 2002. – 360 с.
2. Vecchio K.S., Synthetic multifunctional metallic-intermetallic laminate composites // JOM. Journal of the minerals, metals and materials society, 2005. Vol. 57. Iss. 3. P. 25–31.

ФОРМИРОВАНИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА МЕТОДАМИ ИОННО-ПЛАЗМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Н.А. ПРОКОПЕНКО¹, М.С. ПЕТЮКЕВИЧ², В.В. ШУТУРОВ¹, Е.А. ПЕТРИКОВА¹

¹Институт сильноточной электроники СО РАН

²Томский политехнический университет

E-mail: nick08_phantom@mail.ru

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) являются многоэлементными эквиатомными однофазными термодинамически стабильными твердыми растворами замещения на основе, преимущественно, ОЦК или ГЦК кристаллической решетки, обладающими уникальным сочетанием механических, трибологических, физических и т.д. свойств, что позволяет рекомендовать их использование в экстремальных условиях в различных отраслях промышленности [1-3]. К недостаткам ВЭС можно отнести результаты, представленные в работе [4], в которой показано, что ВЭС из тугоплавких элементов обладают высокой плотностью (высокий удельный вес) и хрупкостью. Существующие жаропрочные ВЭС с низкой плотностью не обладают высокой прочностью при высоких температурах, за исключением соединения NbMoCrTiAl, продемонстрировавшего предел текучести 600 МПа при температуре 1000 °С, но этот сплав оказался очень хрупким при комнатной температуре. Одним из перспективных путей улучшения пластических свойств жаропрочных ВЭС без потери их прочности является, как показано в работах [5, 6], наноструктурирование материала. Композиции сплавов с высокой энтропией в настоящее время получают преимущественно методами вакуумно-дугового плавления и механического легирования. Для создания жаропрочных сплавов из тугоплавких элементов практически значимыми представляются методы порошковой металлургии [4].

Целью настоящих исследований является разработка электронно-ионно-плазменного метода формирования ВЭС, синтезированных в виде тонких пленок, заключающегося в осаждении многоэлементной металлической плазмы, созданной электродуговым плазменно ассистированным одновременным независимым распылением катодов выбранных элементов и дополнительном облучении сформированного материала интенсивным импульсным электронным пучком.

Плёнка ВЭС осаждается с помощью метода плазменно-ассистированного дугового напыления на установке КВИНТА (входит, в составе комплекса «УНИКУУМ», в каталог уникальных научных установок, <http://ckp-rf.ru/usu/434216/>). Схема эксперимента представлена на рисунке 1.

Для напыления используются катоды из меди МЗ, циркония, ниобия, а также композиционный катод состава (Ti-Al 50/50) либо (Ti-Al-Si 45/45/10). Циркониевый и медный катоды устанавливаются на Y-образный фильтр с двумя отдельными катодными узлами, ниобиевый катод – на дуговой испаритель ДИ100, а композиционный Ti-Al либо Ti-Al-Si катод устанавливается на магнитный фильтр с углом поворота плазменного потока 120 град. Напыление осуществляется на подложки, выполненные из технически чистого титана BT1-0, стали нержавеющей класса 12X18H10T и твердого сплава ВК8.

После установки образцов (подложки) на оснастку, вакуумная камера откачивается до давления $6,6 \cdot 10^{-3}$ Па. Затем происходит напуск аргона до давления 0,3 Па, включается генератор газовой плазмы ПИНК-П и происходит ионно-плазменная очистка поверхности образцов. После очистки запускаются генераторы металлической плазмы и происходит нанесение покрытия ВЭС. После окончания напыления образцы остужаются в вакуумной камере до температуры ниже 100 °С.

Неоспоримым достоинством данного метода является экологическая чистота процесса, возможность полной автоматизации ионно-плазменного напыления и формирования ВЭС наперед заданного элементного состава, а также допустимость поэтапного формирования покрытий со строго контролируемым элементным составом (двух, трех, четырех, пяти и т.д. элементные покрытия).

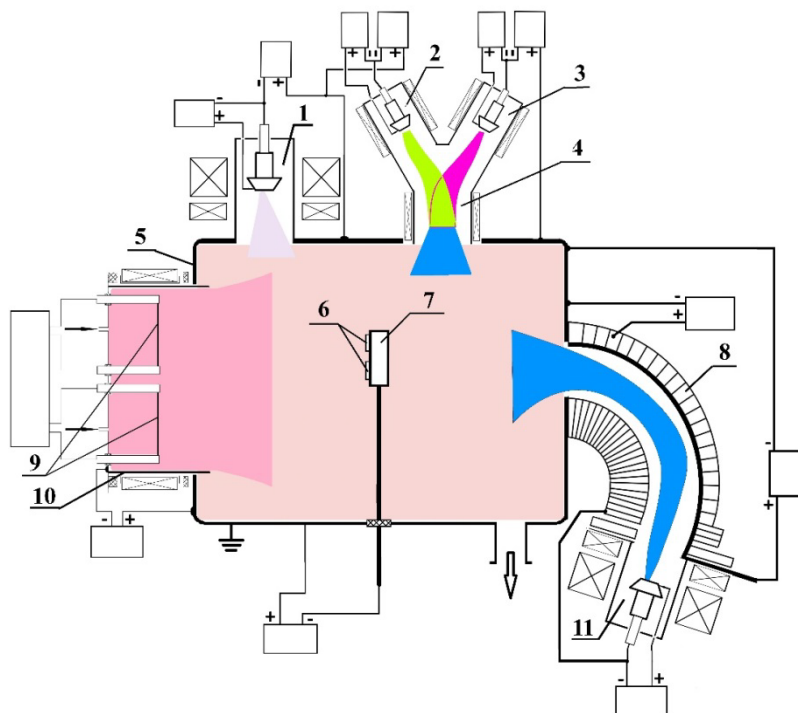


Рисунок 1 - Схема эксперимента по получению ВЭС: 1- дуговой испаритель ДИ100 с Nb катодом, 2 – дуговой испаритель ДИ80 с Cu катодом, 3 - дуговой испаритель ДИ80 с Zr катодом, 4 – Y-образный магнитный фильтр, 5 – вакуумная камера, 6 – образцы, 7 – оснастка, 8 – 120 град. магнитный фильтр, 9 – накалинные катоды, 10 – генератор газовой плазмы ПИНК-П, 11 - дуговой испаритель ДИ100 с Ti-Al либо Ti-Al-Si катодом.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ-БРФФИ (проект № 20-58-00006).

Список литературы

1. Ye Y.F., Wang Q., Lu J., Liu C.T. and Yang Y. High-entropy alloy: challenges and prospects // *Materials Today*. – 2016. – V. 19, №6 (July/August). – P. 349-362.
2. Погребняк А.Д., Багдасарян А.А., Якущенко И.В., Береснев В.М. Структура и свойства высокоэнтروпийных сплавов и нитридных покрытий на их основе // *Успехи химии*. – 2014. – Т. 83, №11. – С. 1027-1061.
3. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts // *Acta Materialia*. – 2017. – V. 122. – P. 448-511.
4. Pickering E. J., Jones N. G. High-entropy alloys: a critical assessment of their founding principles and future prospects // *International Materials Reviews*. – 2016. – V. 61, № 3. – P. 183-202.
5. Трофименко Н.Н., Ефимочкин И.Ю., Большакова А.Н. Проблемы создания и перспективы использования жаропрочных высокоэнтропийных сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. – 2018. – №2 (51). – С. 3-8.
6. Juan C.C., Tsai M.H., Tsai C.W. e.a. Enhanced mechanical properties of HfMoTaTiZr and HfMoNbTaTiZr refractory high-entropy alloys // *Intermetallics*. – 2015. – V. 62. – P. 76-83.
7. Schuh B., Mendez-Martin F., Volker B., George E.P., Clemens H., Pippan R., Hohenwarter A. Mechanical properties, microstructure and thermal stability of a nanocrystalline CoCrFeMnNi high-entropy alloy after severe plastic deformation // *Acta Materialia*. – 2015. – V. 96. – P. 258-268.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ КВАРЦА ШУНГИТОВЫХ ПОРОД

Ю.Л. РИГАЕВА^{1,2}, Н.Н. РОЖКОВА², Т.А. ЕКИМОВА¹

¹ Петрозаводский государственный университет

² Институт геологии КарНЦ РАН

E-mail: juliarigaeva@gmail.com

Кварцевое сырье востребовано в таких видах промышленности как оптическая, химическая, при производстве монокристаллического кремния и карбида кремния и др. Помимо этого развивающееся нанотехнологическое направление требует кварца высокой частоты и структурной однородности. Синтезирование искусственных материалов в большинстве случаев является затратным мероприятием, поэтому в настоящее время ведется поиск и исследование природного кварца из новых источников [1, 2]. Одним из таких источников выступают шунгитовые породы.

Кварц является основным минералом в составе шунгитовых пород Карелии. Однако шунгитовые породы не являются традиционным кварцевым сырьем. Этот факт приводит к разработке новых методических подходов. В работах ИГ КарНЦ РАН было показано [3, 4], что на одном месторождении кварц представлен тремя морфологическими разновидностями, отражающими процессы его преобразования: кварц массивных пород, жильный и кварц цемента брекчий. При этом независимо от состава шунгитовых пород кварц хорошо закристаллизован и характеризуется наноразмерностью кристаллитов [4].

Основным объектом изучения был кварц второй морфологической разновидности – жильный. На разрабатываемом в настоящее время Зажогинском месторождении кварц концентрируется в жилах и имеет зоны контакта с углеродом и сульфидами.

Для изучения кварца необходимо знать фазовый состав образца. С этой целью был проведен качественный фазовый анализ (КФА). КФА показал, что три из четырех образцов содержат в себе только одну фазу – SiO_2 , один образец помимо SiO_2 содержит небольшое количество С.

Зная фазовый состав, было проведено уточнение структурных и профильных характеристик рентгенограмм методом Ритвельда. Стартовые данные о кристаллографических характеристиках, координатах и тепловых параметрах колебаний атомов для образцов были взяты из базы данных ICSD. Для этого этапа была выбрана программа MRIA.

На полученных после съемки образцов рентгенограммах наблюдается перераспределение интенсивности. Ввод параметра текстуры и/или примесных атомов в процессе уточнения в иных программных пакетах приводила к увеличению факторов недоверности (R-факторы), а также к еще большему перераспределению интенсивностей на рентгенограммах.

Программа MRIA имеет ряд преимуществ по сравнению с другими программами. Во-первых, связано с использованием модифицированной функции Пирсон7, которая имеет три уточняемых параметра. Во-вторых, с возможностью уточнения фона независимо на трех участках рентгенограммы, что позволяет более точно описать профиль экспериментальной рентгенограммы.

В программе MRIA выполняется разложение рентгенограммы на сумму интегральных интенсивностей, далее проводится уточнение профильных характеристик рентгенограммы, вслед за которыми уточняются координаты основных атомов. В таблицах 1 и 2 представлены результаты уточнения структурных параметров и приведены факторы недоверности соответственно.

Таблица 1 – Результаты уточненных структурных параметров образцов жильного кварца М-00 в программе MR1A.

Образец	a = b, Å	c, Å	$\alpha = \beta, ^\circ$	$\gamma, ^\circ$
Стартовые ICSD_174	4.9134(0)	5.4052(0)	90.0	120.0
M-00 ish	4.9145(7)	5.4075(4)	90.0	120.0
M-00 Qish	4.9149(2)	5.4074(5)	90.0	120.0
M-00 Qh2o	4.9128(7)	5.4040(8)	90.0	120.0
M-00 Quz	4.9154(9)	5.4055(7)	90.0	120.0

Таблица 2 – Значения факторов недоверности, полученных в результате уточнения профильных и структурных параметров методом Ритвельда в программе MR1A.

R-фактор	M-00 ish	M-00 Qish	M-00 Qh2o	M-00 Quz
Rwp, %	17.58	16.92	18.04	19.75
Rp, %	9.58	9.32	10.10	10.75
Re, %	15.04	14.48	17.43	19.04
GofF (χ^2)	6.54	6.40	6.76	6.61

Из анализа полученных значений параметров решетки кварца, таблица 1, следует, что удаление примесей из исследуемых образцов сказалось на параметрах элементарной ячейки. Все исследуемые образцы, как отмечалось ранее, содержат хорошо закристаллизованный α -кварц. О чем свидетельствуют полученные структурные параметры, характеризующие гексагональную решетку и относящиеся к пространственной группе $P 3_2 2 1$ [5, 6]. Также следует отметить принадлежность исследуемых образцов жильного кварца к низкотемпературному α -кварцу. Однако, обработка водой (образец M-00 Qh2o) приводит к увеличению параметров ячейки.

Как было сказано, все образцы содержат хорошо закристаллизованный α -кварц. α -кварц является устойчивым к изоморфизму минералом и характеризуется тем, что обладает стабильной структурой, потому в его решетку входят структурные примеси, концентрация которых может варьироваться. Однако, любой материал может содержать примесные элементы, которые влияют на искажение структуры. Для кварца шунгитовых пород к наиболее встречающимся элементам-примесям относится Na, Al и Li. Содержание данных элементов являются основным критерием оценки качества кварцевого сырья. Также оказывать влияние на структуру могут адсорбционная вода, вхождение ОН-группы вместо кислорода, особенно характерное для тонкодисперсного кварца.

Для понимания факторов, оказывающих влияние на структуру кварца шунгитовых пород, необходимо дальнейшее исследование, в частности, структурные исследования – сканирующая электронная микроскопия, спектроскопия комбинационного рассеяния света и методы синхронного термического анализа.

Список литературы

1. Ильичева О.М., Наумкина Н.И., Лыгина Т.З. О структурном совершенстве природного и синтетического кремнезема // Вестник Казанского технологического университета. – 2010. – № 8. – С. 459-464.
2. Каменцев И. Использование кварца как эталона при рентгенографических исследованиях и точность определения параметров его элементарной ячейки. – Москва: Недра, 1970. – С. 108-115.
3. Светова Е.Н., Инина И.С. Рентгеноструктурные особенности промышленных разновидностей кварца гидротермально-метаморфогенных жил Приполярного Урала. – Петрозаводск: Карельский научный центр РАН, 2012. – С. 102-105.
4. Рожкова Н.Н., Рожков С.С., Ковальчук А.А., Садовничий Р.В. Наноразмерные углерод и кварц шунгитовых пород. – Минск, 2016. – С. 392-395.
5. Рожкова Н.Н., Садовничий Р.В., Михайлина А.А., Инина И.С. Структурная однородность кварца шунгитовых пород. – Петрозаводск, 2015. – С. 484-486.

ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА В ИЗОТЕРМИЧЕСКОМ РЕЖИМЕ

А.А. СОЛОВЬЕВ^{1,2}

¹МИРЭА – Российский технологический университет, Москва, Россия

²АО «Институт пластмасс», Москва, Россия

Е-mail: solovev_a@mirea.ru

Полиэфирэфиркетон (ПЭЭК) – полукристаллический конструкционный материал с температурой эксплуатации 250 °С, которая может быть увеличена. В последние годы интерес к этому материалу в Российской Федерации заметно возрастает. Изучение кинетики кристаллизации этого конструкционного материала позволяет управлять свойствами конечного изделия, что обуславливает актуальность проведенного эксперимента.

Автором исследован процесс изотермической кристаллизации ПЭЭК. В качестве материала выбран ПЭЭК марки «ПЭЭК-5Г» производства АО «Институт пластмасс». Изучение процесса осуществлялось методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) при 306 °С, 308 °С, 312 °С на дифференциальном сканирующем калориметре фирмы Perkin Elmer DSC 8500 в изотермическом режиме. Обработка экспериментальных данных проводилась с использованием уравнения Колмогорова-Аврами по методике, апробированной ранее [1]. Результаты эксперимента зафиксированы на рисунке 1.

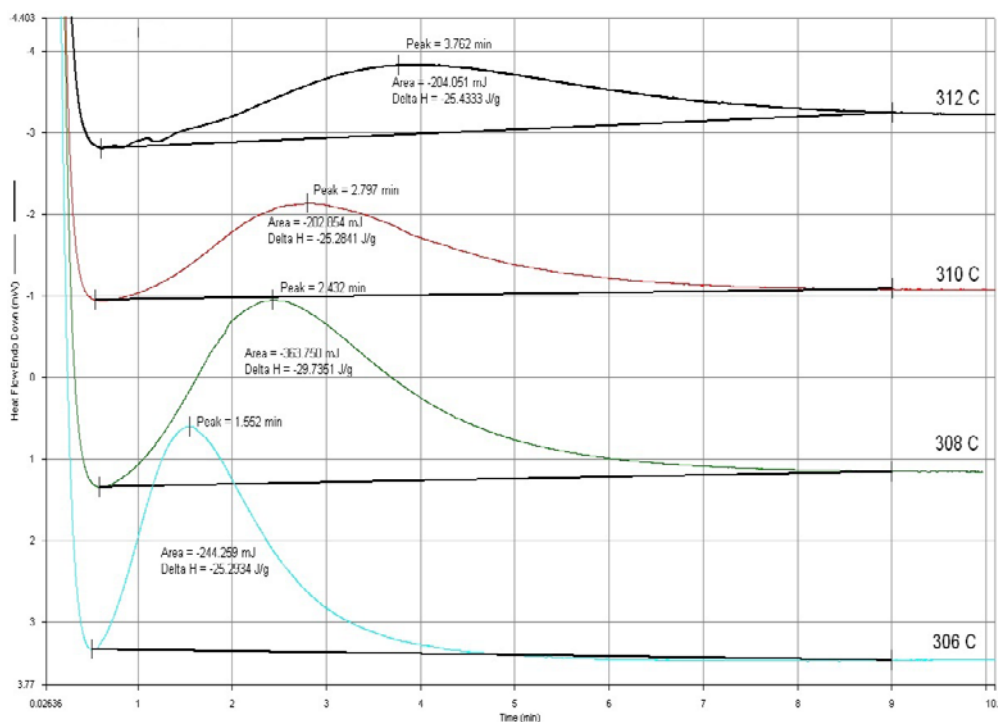


Рисунок 1 – Экзотермические кривые кристаллизации ПЭЭК

Полученные данные, представленные на рисунке 1 согласуются с опубликованными в 2006 и 2010 гг. сведениями [2-3].

Результаты обработки экспериментальных данных изображены на рисунке 2.

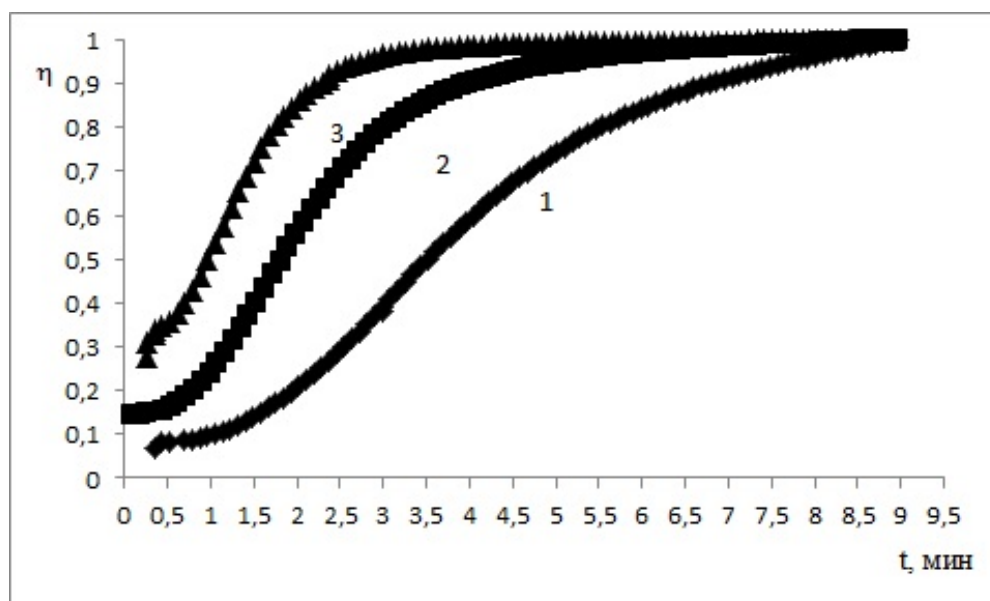


Рисунок 2 – Зависимость степени кристалличности ПЭЭК от времени при температурах 312 °C (1), 308 °C (2), 306 °C

Три кривые, рисунок 2, убедительно иллюстрируют тот факт, что с увеличением времени переохлаждения уменьшается время процесса и параметры процесса, а именно, индукционный период, таблица 1.

Таблица 1 - Результаты определения индукционного периода кристаллизации образцов ПЭЭК

Температура кристаллизации, °C	312	308	306
Индукционный период $\tau_{\text{инд}}$, сек	61	44	16

Список литературы

1. Таран Ю.А. Разработка и анализ процессов гранулирования расплавов с использованием экологически безопасных энергосберегающих схем// дисс. на соиск. уч. ст. канд. техн. наук. – М.: МИТХТ, 2011. – 254 с.
2. Vasconcelos G.D., Mazur R.L., Botelho E.C., Rezende M.C., Costa M.L. Evaluation of crystallization kinetics of poly(ether-ketone-ketone) and poly(ether-ether-ketone) by DSC// J. Aerosp. Technol. Manag. – 2010. T.2. – № 2. – С. 152-162.
3. Naffakh M., Gomez M.A., Ellis G., Marco C. Isothermal Crystallization Kinetics of PEEK/Vectra Blends by DSC and Time-Resolved Synchrotron X-Ray Diffraction// Polymer Engineering & Science. – 2006. – T. 46. – № 10. – С. 1411-1418.

ВЛИЯНИЕ ДОКРИСТАЛЛИЗАЦИИ НА СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ ИЗ УГЛЕНАПОЛНЕННОГО ПОЛИЭФИРЭФИРКЕТОНА

А.А. СОЛОВЬЕВ^{1,2}, В.М. ГУРЕНЬКОВ²

¹МИРЭА – Российский технологический университет, Москва, Россия

²АО «Институт пластмасс», Москва, Россия

E-mail: solovev_a@mirea.ru

Свойства полукристаллических полимерных материалов, в частности, полиамидов, полиарилэфиркетонов можно менять содержанием кристаллической фазы в готовом изделии. Повышение содержания кристаллической фазы в изделии достигается путем введения дополнительной стадии докристаллизации, на практике именуемой «отжигом». Использование данного процесса дает производителю изделий возможность влиять на физико-механические [1], износостойкость [2] термические свойства, морфологию [3] и даже на шероховатость поверхности в процессе дробления [4]. Отжиг позволяет минимизировать остаточные напряжения в готовом изделии. Надо всегда иметь в виду, что процесс регулирования свойств индивидуален для каждого материала. При этом в конкретных случаях требуется экспериментальное исследование с учетом характеристик материала.

Авторами изучено влияние процесса докристаллизации изделий из угленаполненного полиэфирэфиркетона (ПЭЭК). Известны исследования влияния термической обработки (докристаллизации) ПЭЭК [1-4]. Однако, фокус упоминаемых работ направлен в значительной степени термические свойства и морфологию ПЭЭК, а не на физико-механические свойства.

В Российской Федерации, несмотря на значительный интерес к материалам семейства «полиарилэфиркетоны» и их свойствам, процессы регулирования свойств изделий в малой степени освещены в научной литературе.

Испытуемым материалом был выбран ПЭЭК-50Г АО «Институт пластмасс». В качестве углеволокна взят углеровинг Panex PX35. Изготовление композиции ПЭЭК/30%УВ производилось на двухшнековом экструдере LabTech 20-40. В процессе переработки углеровинг превращался в рубленное углеволокно. Испытания проводились на стандартных образцах «Лопатка «Тип 2», «Брусok 80x10x4 мм», «Брусok 10x10x15 мм». Стандартные образцы были изготовлены на термопластавтомате MILACRON ELEKTRON EVO EOM 75-300. Физико-механические испытания проводились на универсальной испытательной машине Zwick/Roell Z020 и маятниковом копре Zwick/Roell. HIT 50P.

Эксперимент осуществлялся следующим образом: сначала были отлиты вышеуказанные стандартные образцы из ПЭЭК. Затем половина образцов каждого типа была помещена в вакуумный сушильный шкаф, где происходил процесс докристаллизации при $200 \pm 5^\circ\text{C}$ в течение 4-х часов.

Сравнительные результаты образцов, закристаллизованных в форме термопластавтомата, и образцов, докристаллизованных в вакуумном сушильном шкафу после получения изделий, приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Результаты докристаллизации образцов из ПЭЭК

Исследуемое свойство	Значение показателя	
	Угленаполненный ПЭЭК незакристаллизованный	Угленаполненный ПЭЭК закристаллизованный
1. Прочность при разрыве, σ_{pp} , МПа	156	173
2. Относительное удлинение при разрыве, $\epsilon_{pp}(50)$, %	2,4	2,3

3.Модуль упругости при растяжении, Е, МПа	14900	17000
4.Ударная вязкость по Шарпи без надреза, кДж/м ²	41	37
5.Показатель истирания, v, мм ³ /м	5,79	6,44

По приведенным в таблице данным, можно сделать вывод: образцы, прошедшие докристаллизацию, имеют более высокую прочность при разрыве, а также модуль упругости при растяжении и показатель истирания, что согласуется с литературными данными [1-4]. Это по предположению авторов, связано с повышением степени кристалличности образцов после докристаллизации, что также вполне удовлетворительно коррелируется с литературными данными [5]. В дальнейшем планируется проведение исследований по докристаллизации ПЭЭК в температурном интервале 200-300 °С.

Список литературы:

1. Berer M., Major Z., Pinter G., Constantinescu D.M.. Investigation of the dynamic mechanical behavior of polyetheretherketone (PEEK) in the high stress tensile regime.// Mechanics of Time-Dependent Materials. – 2013. – Т. 18. – № 4. – 22 с.
2. Aly A. A. Heat Treatment of Polymers: A review// International Journal of Materials Chemistry and Physics. – 2015. – Т. 1. – № 2. – С. 132-140.
3. M. Regis, A. Bellare, T. Pascolini, P. Bracco Characterization of thermally annealed PEEK and CFR-PEEK composites: Structure-properties relationships// polymer Degradation and Stability, 2017, 136, pp. 121-130.
4. Izamshah R., Lung A. Yu, Mohamad E., Azam M.A., Amri M., Liew P.J., Sanusi M.. Optimization of Milling Parameter for Untreated and Heat Treated Polyetheretherketones (PEEK) Biomaterials// Applied Mechanics and Materials. – 2015. – Т. 761. – С. 293-297.
5. Jiang Zh., Liu P., Sue H.-J., Bremner T. Effect of annealing on the viscoelastic behavior of poly(ether-ether-ketone)// Polymer. – 2019. – №. 3. – С. 231-237.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ Тi-AU СПЛАВОВ, ПОЛУЧЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА КОНТАКТНОЙ СВАРКИ ТРЕХСЛОЙНЫХ 2D-КОМПОЗИТОВ

Д.И.СУМИНА, С.В.МАТРЕНИН, В.А.КЛИМЕНОВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: dashasum47@gmail.com

Легирование титана золотом для изготовления изделий медицинского назначения является одним из возможных способов улучшения их эксплуатационных свойств [1]. Сплавы Ti-Au обладают улучшенной коррозионной стойкостью [2, 3] и твердостью [3,4,5]. Было оценено влияние интерметаллидов Ti₃Au на коррозионную стойкость сплавов Ti-Au [2]. Детальное исследование микроструктуры и фазового состава сплавов Ti_{1-x}Au_x с различными соотношениями компонентов [5] позволило определить интерметаллические фазы, которые обеспечивают наибольшая микротвердость по Виккерсу (от 6,3 до 7,8 ГПа). В то же время авторы отмечают значительное влияние дефектов микроструктуры на высокие значения микротвердости по сравнению с чистым титаном. Одним из дальнейших вариантов развития этого направления является создание слоистых интерметаллидных композитов, представляющих собой материалы, в которых чередуются металлические и

интерметаллидные слои, являющиеся результатом химического взаимодействия и обладающие особыми, специфическими свойствами [6].

Целью данной работы является исследование физико-механических характеристик зоны сплавления Ti-Au. В ходе исследования была предпринята первая попытка получения трехслойного 2D-композиата Ti-Au с применением метода контактной сварки.

Для получения образца сплава были использованы титановые пластины BT1-0 толщиной 300 мкм и золотая (99,99%) фольга толщиной 50 мкм. Детали сплавляли с использованием специального сварочного оборудования. Образец для металлографии и измерений твердости был изготовлен с помощью резания. Затем поверхность поперечного сечения шлифовали и полировали с использованием алмазных паст. Металлографические исследования проводились с использованием сканирующего электронного микроскопа JSM-6000, снабженного энергодисперсионным рентгеновским спектрометром, что позволило исследовать элементный состав образца. Твердость и модуль упругости измеряли методом наноиндентирования с использованием «Nano Indenter G 200». Индентор представляет собой пирамиду Берковича. Нагрузка составляла 100 мН (10 г). Данные о распределении химических элементов и значениях твердости были статистически обработаны с использованием программного обеспечения «Microsoft Excel».

Согласно изображениям, полученным на растровом электронном микроскопе, в зоне сплавления не было дефектов, таких как трещины, поры и т.д., рисунок 1. Среднее содержание золота составляло около 16 ат. % (42 мас.%). В целом его распределение в титане было достаточно равномерным. Согласно изображению образца, рисунок 2, в характеристическом рентгеновском излучении, золото имело проникновение, соответствующее примерно 80... 90% от общей толщины сварных пластин. Средние значения твердости в зоне сплавления были около 6000-7000 МПа. Значения твердости уменьшались по мере приближения к краю зоны сплавления Ti-Au.

На основании полученных результатов можно сделать следующие выводы:

1. Сплавы на основе Ti-Au являются материалами с высокими физико-механическими характеристиками, способными найти применение в различных сферах, в том числе в медицинском протезировании, благодаря набору уникальных свойств.

2. Среднее содержание золота в полученном сплаве Ti-Au составляло около 16 ат. % (42 мас.%). Оно было распределено довольно равномерно по всему объему образца в диапазоне 10... 20 ат. % (30... 50 мас.%). Значения микротвердости составляли около 6... 7 ГПа в областях, наиболее обогащенных золотом, и составляли приблизительно 4 ГПа при минимальных концентрациях.

3. Применяемый метод получения сплавов – контактная точечная сварка может использоваться в качестве основы для дальнейшего управления микроструктурой и свойствами получаемых сплавов с помощью предварительно определенных термических циклов.

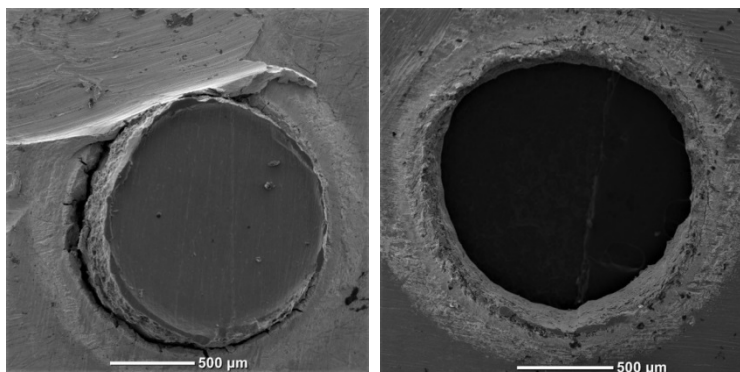


Рисунок 1 – РЭМ-изображение образца после сварки и разделения пластин

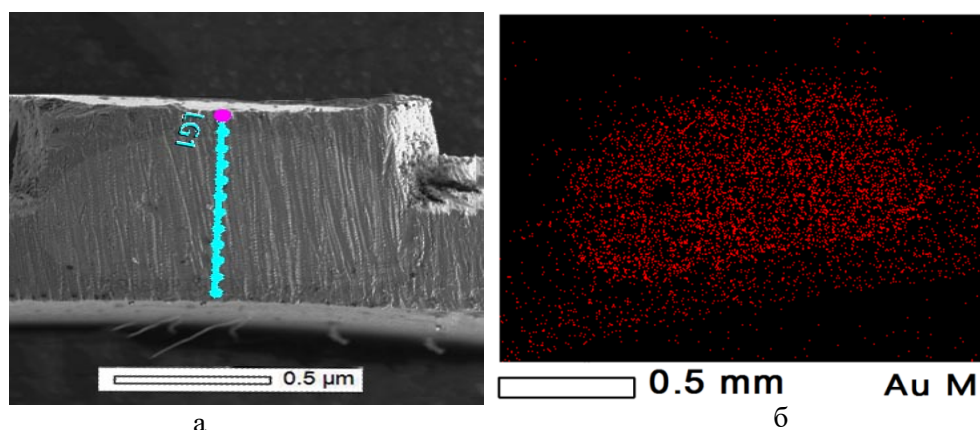


Рисунок 2 – Исследуемый образец сплава Ti-Au

а) поперечное сечение образца с обозначением дорожки, вдоль которой определялся элементный состав; б) распределение атомов золота в характеристическом рентгеновском излучении

Список литературы

1. Leyens C., Peters M. Titanium and titanium alloys. Fundamentals and applications. Weinheim, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co., 2003.
2. Takahashi, M., Kikuchi, M., Takada, Y., Okuno, O., Okabe, T. Corrosion behavior and microstructures of experimental Ti-Au alloys (2004) Dental Materials Journal, 23 (2), pp. 109–116. DOI: 10.4012/dmj.23.109
3. Lee, Y.-R., Han, M.-K., Kim, M.-K., Moon, W.-J., Song, H.-J., Park, Y.-J. Effect of gold addition on the microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Ti alloys (2014) Gold Bulletin, 47 (3), pp. 153–160. DOI: 10.1007/s13404-014-0138-9
4. Svanidze, E., Besara, T., Fevsi Ozaydin, M., Tiwary, C.S., Wang, J.K., Radhakrishnan, S., Mani, S., Xin, Y., Han, K., Liang, H., Siegrist, T., Ajayan, P.M., Morosan, E. High hardness in the biocompatible intermetallic compound β -Ti₃Au (2016) Science Advances, 2 (7), e1600319, DOI: 10.1126/sciadv.1600319
5. Xin, Y., Han, K., Svanidze, E., Besara, T., Siegrist, T., Morosan, E. Microstructure of hard biocompatible Ti_{1-x}Au_x alloys (2019) Materials Characterization, 149, pp. 133–142. DOI: 10.1016/j.matchar.2019.01.013
6. Дмитрий Юрьевич. Формирование структуры и свойств титано-стальных слоистых интерметаллидных композитов: диссертация ... кандидата технических наук : 05.16.09 / Донцов Дмитрий Юрьевич; [Место защиты: Волгогр. гос. техн. ун-т].- Волгоград, 2010.- 174 с.: ил. РГБ ОД, 61 11-5/1550

МОДЕЛИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ГЕТЕРОИНТЕРФЕЙСА TiO₂/SrTiO₃

С.А.ТИХОНОВ^{1,2}, А.П. ЗАВЬЯЛОВ^{1,3}

¹Дальневосточный федеральный университет, Владивосток, Россия

²Камчатский филиал ФИЦ "Единая геофизическая служба Российской академии наук",
Петропавловск-Камчатский, Россия

³Институт химии твёрдого тела и механохимии СО РАН, Новосибирск, Россия
E-mail: Zav_Alexey@list.ru

Ранее [1] мы представили концепцию создания нового термоэлектрического материала на основе двухфазной керамической системы TiO₂–SrTiO₃. Его особенность в

том, что двумерный электронный газ возникает не как обычно в специально сформированном тонком слое некоторого вещества, а спонтанно на гетероинтерфейсе $\text{TiO}_2/\text{SrTiO}_3$ (модуляционное допирование).

В работах [2-4] подробно изучены условия формирования двумерного электронного газа на границе разделов между тонкими пленками SrTiO_3 и TiO_2 (анатаз), но формирование бифазной высокоплотной керамики $\text{TiO}_2\text{--SrTiO}_3$ требует температур спекания выше 1000°C . В этих условиях возможен фазовый переход диоксида титана (анатаз→рутил). Известно [1], что нижняя граница зоны проводимости рутила ниже, чем у титаната стронция. Это предполагает отсутствие существенного влияния процессов формирования рутильной фазы TiO_2 на термоэлектрические свойства бифазной керамики $\text{TiO}_2\text{--SrTiO}_3$, в которой на межзеренной границе должна формироваться связанная сеть двумерного электронного газа. В соответствии с результатами расчетов [5] методом DFT/PAW с использованием трех обменно-корреляционных GGA-функционалов из трех возможных вариантов расположения слоев TiO_2 и SrTiO_3 лишь для интерфейса рутил TiO_2 (100) на SrTiO_3 (111) наблюдается связь, что коррелирует с экспериментальными результатами исследований тонких пленок [6]. Поэтому в настоящей работе определены параметры структуры четырех возможных вариантов межфазной границы между рутильной формой TiO_2 (100) и SrTiO_3 (111) с различными слоями на гетероинтерфейсе, рисунок 1.

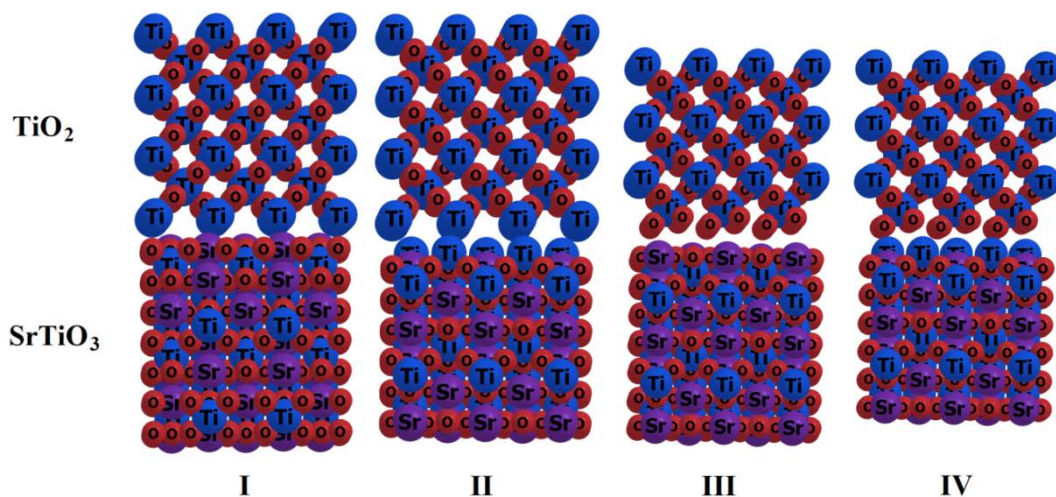


Рисунок 1 – Структуры I-IV – гетерограницы между рутильной формой TiO_2 и SrTiO_3 .

Все расчеты проведены первопринципным методом псевдопотенциала с обменно-корреляционным функционалом PBE в обобщенно градиентном приближении (GGA) с использованием программного пакета QUANTUM ESPRESSO [7], основанного на теории функционала плотности. Это позволило определить основные параметры структур I-IV, рисунок 1.

Моделирование показало относительную стабильность структуры IV, что является результатом различий в строении между граничащими слоями SrTiO_3 и TiO_2 . По аналогии с данными расчётов гетероинтерфейса TiO_2 (анатаз)/ SrTiO_3 [4] на гетерогранице TiO_2 (рутил)/ SrTiO_3 после релаксации наблюдаются кислородные вакансии, что может способствовать формированию двумерного электронного газа. Полученные результаты могут найти применение при определении влияния допирующих добавок на термоэлектрические свойства бифазных керамик $\text{TiO}_2\text{--SrTiO}_3$.

Список литературы

1. Zavjalov A., Tikhonov S., Kosyanov D. $\text{TiO}_2\text{--SrTiO}_3$ biphas nanoceramics as advanced thermoelectric materials // Materials. – 2019. – V. 12 (18). – №. 2895.

2. D'Amico N.R., Cantele G., Ninno D. First principles calculations of the band offset at SrTiO₃-TiO₂ interfaces // Applied Physics Letters. – 2012. – V. 101. – №. 141606.
3. Chambers S.A., Ohsawa T., Wang C.M. et al. Band offsets at the epitaxial anatase TiO₂/n-SrTiO₃(001) interface // Surface Science. – 2009. – V. 603. – P. 771–780.
4. Wang Z., Sun R., Chen C. et al. Structural and electronic impact of SrTiO₃ substrate on TiO₂ thin films // Journal of Materials Science. – 2012. – V. 47. – P. 5148–5157.
5. Xu Z., Salvador P., Kitchin J.R. First-principles investigation of the epitaxial stabilization of oxide polymorphs: TiO₂ on (Sr,Ba)TiO₃ // ACS Appl. Mater. Interfaces. – 2017. – V. 9. – P. 4106–4118.
6. Burbure N.V., Salvador P.A., Rohrer G.S. Orientation and Phase Relationships Between Titania Films and Polycrystalline BaTiO₃ Substrates As Determined By Electron Backscatter Diffraction Mapping // J. Am. Ceram. Soc. – 2010. V. 93. – P. 2530–2533.
7. Giannozzi P., Baroni S., Bonini N. et al. QUANTUM ESPRESSO: a modular and open-source software project for quantum simulations of materials // Journal of Physics: Condensed Matter. – 2009. – V. 2139. – №. 395502.

Благодарности

Исследование выполнено за счёт гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-29-11044).

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И СТРУКТУРЫ НЕТКАНЫХ ВОЛОКНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ БИОПОЛИМЕРА ПОЛИГИДРОКСИБУТИРАТА

П.М. ТЮБАЕВА^{1,2}, А.А. ОЛЬХОВ^{1,2}, В.В. ПОДМАСТЕРЬЕВ², А.А. ПОПОВ^{1,2}

¹Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля РАН

²Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова

E-mail: polina-tyuabeva@yandex.ru

Высокопористые полимерные носители биологически активных веществ в настоящее время находят широкое применение в биологии и медицине в качестве матриц пролонгированного действия, матриц для клеточной инженерии, антибактериальных терапевтических систем, матриц контролируемого высвобождения лекарственных веществ и др. [1]. Волокнистые структуры и фибриллярные материалы на их основе можно получать различными способами, но наибольшее внимание следует уделять методу электроформования из раствора биополимеров. Данный метод уже зарекомендовал себя, как эффективный способ получения непрерывных волокон с большой вариацией диаметров [2]. Разные конструктивные решения в установках для электроформования позволяют осуществлять модификацию поверхности волокон, контролировать широкий спектр свойств получаемых нетканых материалов [3]. В данной работе удалось установить ряд закономерностей, которые позволяют варьировать свойства волокнистых материалов на основе биополимера поли-(3-гидроксibuтирата) (ПГБ).

На надмолекулярную структуру биополимерных волокон, образующих слой нетканого материала, получаемого методом электроформования, оказывают влияние не только молекулярные характеристики полимера, но и условия его выработки в волокно, процесса отверждения, а также этапы последующей обработки [4]. Пористость, геометрия, топология поверхности каждого отдельного волокна, а также их взаимная ориентация вносят существенный вклад в формирование физико-механических, диффузионных, теплофизических свойств материала. В работе установлено, что надмолекулярная структура ПГБ в значительной степени определяет скорость биодеструкции материала, его эксплуатационные характеристики, улучшение и контроль которых возможно несколькими

эффективными способами: введение модифицирующих добавок, химическая обработка волокнистых материалов, варьирование технологических параметров процесса электроформования на различных этапах получения волокон [5].

В работе представлено два технологических решения для нескольких рецептов формовочных растворов биополимера ПГБ в хлороформе. Рассмотренные технологические решения позволяют получить фибриллярные композиты с различной морфологией волокон, обуславливающих отличия в физико-механических характеристиках нетканых материалов. Данное исследование дает возможность варьировать свойства биополимерных волокнистых полотен, которые могут применяться в изделиях для медицины, ветеринарии, гигиены, биологии.

На рисунке 1 показаны микрофотографии нетканых материалов, подтверждающие, что различные рецепты, в которых содержание ПГБ в формовочном растворе составляло не более 15 %, позволяют существенно влиять на характер разброса диаметров формируемых волокон, на количество дефектов, к которым относятся утолщения, капли, склейки, разрывы. Именно эти структурные особенности существенно влияли на физико-механические свойства материала, которые представлены в Таблице 1.

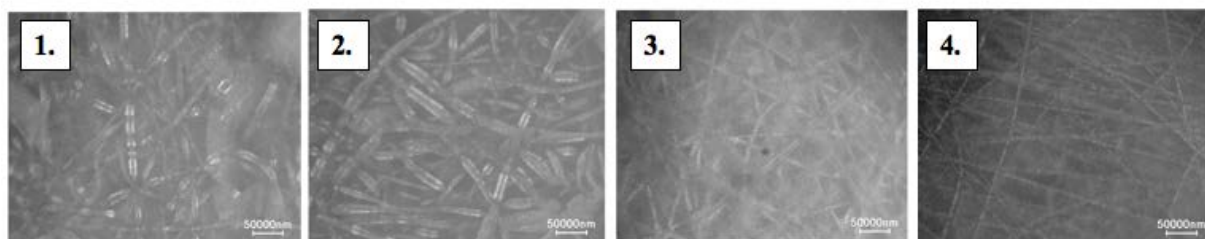


Рисунок 1 – Оптические микрофотографии материалов, полученных с применением различных рецептов формовочного раствора на основе ПГБ, в отраженном свете при увеличении в 200 раз

Таблица 1 – Результаты физико-механических испытаний образцов с различными параметрами структуры

Номер рецептуры материала	Физико-механические характеристики		Структурные характеристики	
	Максимальная нагрузка, Н	Относительное удлинение, %	Средний диаметр волокон, мкм	Средняя толщина полотна, мм
1	2,4	4,4	8,2	0,16
2	0,9	3,3	9,5	Менее 0,1
3	7,8	1,3	13	0,3
4	2,3	5,0	13	0,2

Детальный анализ физико-механических характеристик материалов, а также особенностей поведения волокон, образующих слой материала, при нагружении позволил оценить комплекс важнейших характеристик ПГБ. Было установлено влияние условий технологического процесса электроформования на структуру и свойства образцов материала, что дает возможность варьировать диаметры волокон, их физико-механические характеристики и позволяет управлять качеством материала. В зависимости от назначения и области применения можно получить материал с различными значениями пористости, а следовательно проницаемости.

Список литературы

1. Xie G., Wang Y., Han X., Gong Y., Wang J. et al. // Ind. Eng. Chem. Res., 2016, V. 55.

- №26. Р. 7116.
2. Филатов Ю.Н. Электроформование волокнистых материалов (ЭФВ-процесс). Под ред. В.Н. Кириченко. М.: Нефть и газ, 1997. С. 231
 3. Zhang C. X., Yuan X. Y., Wu L. L., Han Y., Sheng J. Study on morphology of electrospun poly(vinyl alcohol) mats. // Eur. Poly. J., 2005, V. 41. № 3. P. 423-32.
 4. Deitzel J. M., Beck Tan N. C., Kleinmeyer J. D., Rehmann J., Tevault D., Reneker D., Sendjarevic I., McHugh A. Generation of Polymer Nanofibers Through Electrospinning. // Army Research Laboratory Technical Report, 1999.
 5. Карпова С. Г., Ольхов А. А., Тюбаева П. М., Шилкина Н. Г., Попов. А. А., Иорданский А. Л. Смесевые композиции ультратонких волокон Поли-3-гидроксibuтирата с комплексом цинк–порфирин. Структура и свойства.// Химическая физика, 2019, Т. 38. № 3. С. 37–51.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ НАНОВОЛОКОН ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ИХ МАССИВОВ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ РЕЖИМОВ ТЕРМОБРАБОТКИ

А.И. ТЮРИН, В.В. РОДАЕВ, С.С. РАЗЛИВАЛОВА, Т.С. ПИРОЖКОВА

ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»

E-mail: tyurin@tsu.tmb.ru

Достаточно уникальное сочетание свойств диоксида циркония (высокая термическая стойкость, химической инертность, биосовместимость, полиморфизм и др.) создают предпосылки для успешного использования его нановолокон с высокой поверхностной энергией в композитных нитевидных катализаторах и сорбентах в роли несущих элементов. В этой связи представляется достаточно актуальным исследование влияния условий синтеза, в частности температуры отжига, на структуру нановолокон диоксида циркония и механические свойства их массивов.

Промежуточные гибридные филаменты получали электроформованием 10 мас. % раствора полиакрилонитрила в диметилформамиде, содержащего ацетилацетонат циркония и нитрат иттрия. Массовое соотношение керамического прекурсора и связующего полимера было 0,3:1. Нитрат иттрия добавляли в таком количестве, чтобы финальные керамические нановолокна содержали 3 мол. % Y_2O_3 . Стоит отметить, что рабочий диапазон концентраций прекурсора диоксида циркония ограничивался значением $n = 0,32$, при больших концентрациях прекурсор перестает растворяться в формируемом растворе, что подтверждается визуально. Затем формовальный раствор обрабатывали в ультразвуковой ванне в течение 6 мин (при частоте 42 кГц). Электроформование волокон производилось на установке Nanop-01A (MECC CO, Япония). Формовальный раствор выдавливался через металлическую фильеру с внутренним диаметром 0,5 мм.

Для получения оптимальных по морфологии и диаметру композитных волокон варьировали расстояние между наконечником иглы и плоским коллектором L (в интервале от 15 до 23 см), ускоряющее напряжение U (в интервале от 17 до 23 кВ), объемную долю подачи раствора V (от 1,2 до 3,6 мл/ч), а также массовую долю полимера ($n = 0,1; 0,2$ и $0,3$). Волокна собирали на плоском коллекторе в виде нетканых матов. Маты обжигали при одинаковой температуре 800 °С в течение 1 ч с использованием двухступенчатого нагрева: нагрев до 500 °С со скоростью нагрева 1 °С/мин, а затем дальнейший нагрев до целевой температуры со скоростью нагрева 5 °С/мин. Низкая скорость нагрева была выбрана для предотвращения разрушения волокна в процессе удаления продуктов разложения керамического предшественника и связующего полимера.

Наиболее лучшие гибридные волокна были получены при напряженности электрического поля между электродами 1,2 кВ/см и массовом расходе прядильного раствора - 1 мл/ч. При этом гибридные волокна были цилиндрическими с гладкой поверхностью и имели средний диаметр 575 ± 65 нм.

Морфологию волокон исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Merlin (Carl Zeiss, Германия). Средний диаметр волокон рассчитывался из анализа СЭМ-изображений по данным не менее 100 измерений индивидуальных волокон. Рентгенофазовый анализ керамических волокон осуществлялся на рентгеновском дифрактометре D2 Phaser (Bruker, США).

Массивы керамических нановолокон на основе ZrO_2 получали из электроформованных нетканых массивов гибридных филаментов путем их термообработки при температурах 600, 900 и 1200 °С [1].

После отжига при 600 °С гибридные филаменты трансформировались в керамические нановолокна, состоящие из зерен тетрагональной фазы ZrO_2 (t- ZrO_2) со средним размером $d=8$ нм. При этом средний диаметр филаментов уменьшился до 148 ± 14 нм вследствие термического разложения исходных компонентов. Удельная площадь поверхности нановолокон $S_{уд}$, полученных при 600 °С, была 37,2 м²/г, а их пористость $V_{пор}$ составляла 0,06 см³/г. Увеличение температуры отжига до 900 °С привело к росту d до 18 нм, уменьшению $S_{уд}$ и $V_{пор}$ до 21,4 м²/г и 0,05 см³/г, а также появлению шероховатости поверхности и фазового состава нановолокон. Дальнейшее повышение температуры отжига до 1200 °С способствовало росту зерен t- ZrO_2 до $d = 42$ нм. При этом наблюдались зерна, поперечный размер которых соответствовал диаметру нановолокна. Спекание нановолокон и рост зерен способствовали дальнейшему уменьшению удельной площади поверхности и пористости керамических нановолокон до 8,3 м²/г и 0,02 см³/г соответственно. Одновременно при спекании исключалось скольжение отдельных нановолокон друг относительно друга, что увеличивало хрупкость массива.

Для характеристики механических свойств мата керамических нановолокон использовали метод наноиндентирования [2-5]. Исследования проводили на приборах Tribometer Hysitron TI 950 и NanoIndenter G200 с помощью сферических инденторов с радиусами 10 μm и 250 μm. Проведенные испытания показали, что увеличение температуры отжига оказывает существенное влияние на приведенный модуль упругости E_r и твердость H массива керамических волокон. Ход температурных зависимостей и абсолютные значения этих величин, в исследованном диапазоне температур отжига, показывает об изменении (уменьшении) E_r больше чем на порядок величины, а твердости – более чем на 2 порядка, что подтверждается литературными данными приведенными авторами в работе [6]. Найдены оптимальные значения параметров электроформования и режимов термообработки, при которых удалось достичь оптимального сочетания структуры отдельных волокон и механических свойств их массивов.

Таким образом, в работе установлено, что повышение температуры спекания с 600 до 1200 °С не влияло на фазовый состав нановолокон ZrO_2 , но приводило к уменьшению их удельной площади поверхности и пористости при одновременном изменении механических свойств их массивов (как упругих, так и прочностных). Найдены оптимальные сочетание значений параметров электроформования и режимов термообработки, при которых удалось достичь наилучшее сочетание структуры отдельных волокон и механических свойств их массивов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-29-17047).

Список литературы

1. Rodaev V.V., Razlivalova S.S., Tyurin A.I., Zhigachev A.O., Golovin Y.I. Microstructure and phase composition of yttria-stabilized zirconia nanofibers prepared by

- high-temperature calcination of electrospun zirconium acetylacetonate/yttrium nitrate/polyacrylonitrile fibers // *Fibers*. – 2019. – V. 7. – No 10. – P. 82.
2. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Васюков В.М. Физико-механические свойства и микромеханизмы локального деформирования материалов с различной зависимостью твердости от глубины отпечатка // *Физика твердого тела*. – 2017. – Т. 59. – № 9. – С. 1778-1786.
 3. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Воробьев М.О. Локальные физико-механические свойства материалов для проведения калибровки наноиндентометров // *Измерительная техника*. – 2016. – № 9. – С. 7-10.
 4. Головин Ю.И., Иволгин В.И., Коренков В.В., Тюрин А.И. Динамическое наноиндентирование как метод исследования и характеристики механических свойств материалов в наноразмерном диапазоне // *Нанотехника*. – 2004. – N 1. – С. 76-78.
 5. Головин Ю.И., Тюрин А.И. Современные проблемы нано- и микротвердости твердых тел // *Материаловедение*. – 2001. – № 1. – С. 14.
 6. G. Gazquez, H. Chen, A. Veldhuis et al. Flexible Yttrium-Stabilized Zirconia Nanofibers Offer Bioactive Cues for Osteogenic Differentiation of Human Mesenchymal Stromal Cells // *ACS Nano*. – 2016. – V. 10. – P. 5789–5799.

ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ НАПОЛНИТЕЛЕЙ НА ПРОЧНОСТЬ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ

ТЯНЬ ДЭФАН, ЧЖАН ТЭНСИ, А.А КОНДРАТЮК

Томский политехнический университет

E-mail: 1132076105@qq.com

Композиционные материалы являются новым классом материалов получившими широкое применение в течение последних десятилетий в связи с тем, что их используют как конструкционные материалы при эксплуатации узлов машин и элементов механизмов в тяжелых условиях. К ним можно отнести сверхнизкие и повышенные температуры, наличие агрессивных сред, фактор радиационного воздействия, сухой абразивный износ и так далее.

Особое внимание к данным композитам, в частности, на полимерной основе позволяющей резко снизить их вес, проявляют разработчики самолетов и ракетно-космической техники. Все начиналось с тривиального армирования полимеров углеродными нитями и постепенно перешло к использованию в качестве наполнителей – модификаторов нового класса материалов-углеродных нанотрубок [1].

О актуальности работ в этом направлении говорит тот факт, что авторы данной технологии стали лауреатами Государственной премии Р.Ф. в области науки и технологии, за создание основ мировой индустрии производства углеродных нанотрубок. Использование в роли матричного материала сверхвысокомолекулярного полиэтилена (СВМПЭ) обладающего рядом особых положительных свойств позволяет разработать новые полимерные композиционные материалы (ПКМ) применение которых является весьма перспективным [2].

К новизне представленной в данной работе относится то что используемые нанотрубки получены не путем химического синтеза а пиролизом органического растительного сырья (мох сфагнум). Использовались два различных технологических режима, и полученные нанотрубки обозначены как УНТ-1 и УНТ-2.

С целью повышения корректности получаемых экспериментальных данных все работы проводились на едином оборудовании в следующей технологической последовательности.

Полученные в результате пиролиза агломераты полуфабриката углеродных наноразмерных трубок (УНТ) предварительно измельчались до дисперсности от 2 до 4 миллиметров. Далее шёл процесс их дезинтеграции до наноразмерных величин, который реализовывался на установке планетарная мельница «Активатор – 2SL».

Следующим этапом подготовки порошковой композиции было получение гомогенизированной смеси порошка матрицы СВМПЭ и модификатора УНТ на установке «С 2.0.». в течении 1,5 часов. Соотношение компонентов композитов (модификатор - матричный материал) задавался в интервале от 1 до 15%. Далее методом горячего прессования по отработанной технологии (давление- температура-время) были сформованы заготовки ПКМ, из которых изготавливались образцы по ГОСТу 11262-80 [3]. Эти образцы исследовались в процессе растяжения на испытательной машине «Instron» модель 5582.

Результаты полученных значений предельной прочности приведены на рисунках 1 и 2, из анализа которых видно, что применение модификатора УНТ-2 даёт эффект получения большей прочности полимерного композита, при меньшем его используемом количестве.

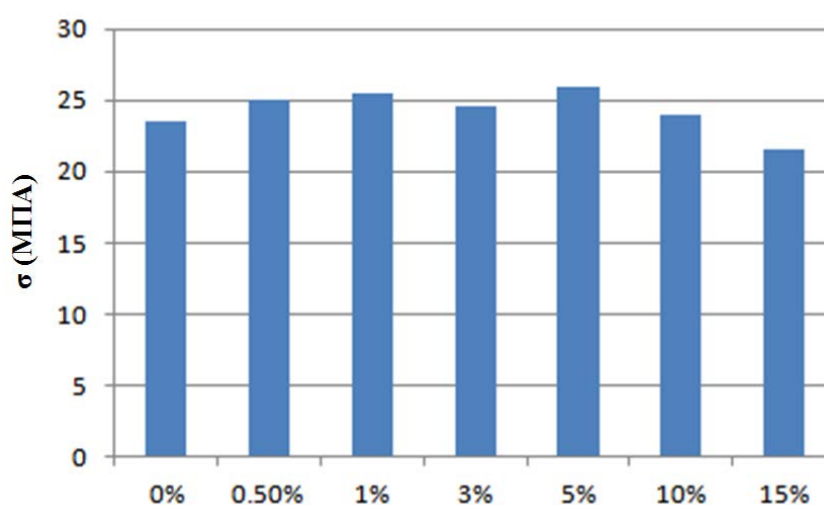


Рисунок 1- Прочность на растяжение σ образцов с различным содержанием УНТ-1

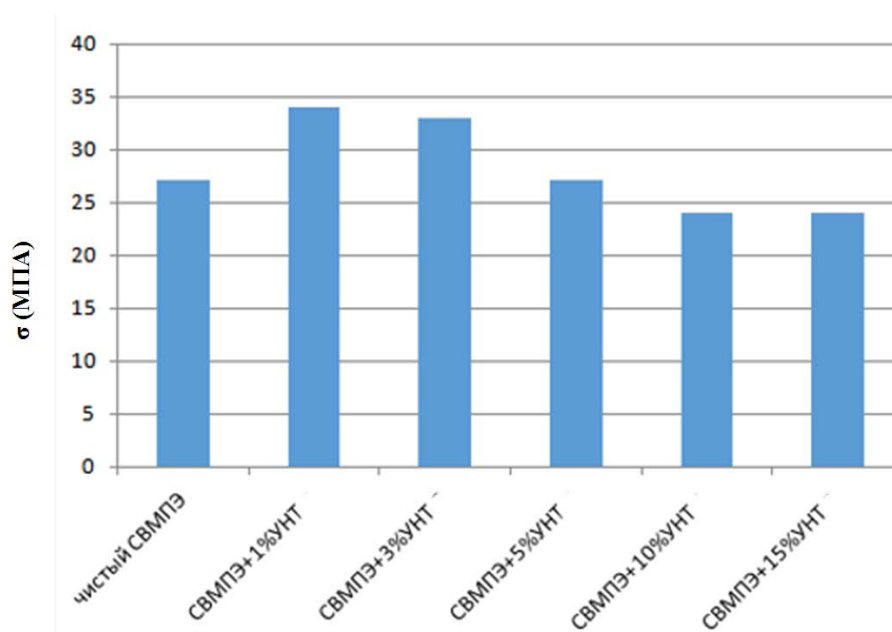


Рисунок 2- Прочность на растяжение σ образцов с различным содержанием УНТ-2

Очевидно, что режимы процесса пиролиза (температура и время) значительно влияют на характеристики наполнителей - модификаторов, что в свою очередь приводит к получению ПКМ с отличающимися прочностными свойствами.

Список литературы

1. Батаев А.А., Батаев В.А. Композиционные материалы: строение, получение, применение: Учебник. – Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2002.-384 с.
2. Андреева И.Н., Веселовский Е. В., Наливайко Е.И. и др. Сверхвысокомолекулярный полиэтилен высокой плотности./ Под ред. И.И Андреевой.- Л.: Химия, 1982,-80с
3. Кондратюк А.А., Клопотов А.А., Муленков А.Н. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2012. – № 5/2. – С.151-155.

ВЛИЯНИЕ ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ АРЕНДИАЗОНИЕВОЙ СОЛЮ НА СМАЧИВАЕМОСТЬ И ПЬЕЗОЭЛЕКТРИЧЕСКИЙ ОТКЛИК БИОРАЗЛАГАЕМЫХ МАТРИКСОВ НА ОСНОВЕ ПОЛИ-3-ОКСИБУТИРАТА

*Р.В. ЧЕРНОЗЕМ^{1,2}, О.А. ГУСЕЛЬНИКОВА¹, М.А. СУРМЕНЕВА¹, А.Г. СКИРТА²,
П.С. ПОСТНИКОВ¹, Р.А. СУРМЕНЕВ¹*

¹ Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия

² Гентский университет, Бельгия

E-mail: rsurmenev@mail.ru

Введение. Для инженерии различных типов тканей в последние годы уделяется особое внимание получению новых “умных” биосовместимых 3-Д скэффолдов, которые способны обеспечить электромеханическую стимуляцию клеток/тканей и биоразлагаются, что позволяет избежать повторного хирургического вмешательства [1]. Задача разработки биоразлагаемых электроактивных материалов является актуальной.

Среди известных биоразлагаемых полиоксикапролатов (ПОА), выделяется поли-3-оксибутират (ПОБ), который обладает пьезоэлектрическим откликом из-за своей нецентросимметричной кристаллической структуры [2]. Благодаря пьезоэлектрическим свойствам, ПОБ способен преобразовывать механическую энергию в электрическую и наоборот, что является важным свойством для регенеративной тканевой инженерии. Однако, при этом 3-Д ПОБ матрицы обладают гидрофобной поверхностью, которая существенно ограничивает их широкое клиническое применение [2].

Для улучшения смачиваемости 3-Д ПОБ матриц их поверхность может быть ковалентно функционализирована мономолекулярной гидрофильной группой с помощью арендиазониевой соли. Предложенный подход не оказывает существенного воздействия на поверхность полимерных материалов [3], что имеет важное значение для сохранения морфологии волокон 3-Д матриц, обеспечивающей эффективную адгезию/пролиферацию клеток и циркуляцию питательных/метаболических веществ. Однако, для успешного применения 3-Д матриц необходимо оценить влияние данной функционализации поверхности на пьезоэлектрические свойства ПОБ. Например, другие хорошо известные методы повышения биоактивности и улучшения смачиваемости, как покрытия или нанодобавки на основе кальций-фосфатной керамики или карбоната кальция, приводят к изменению морфологии и значительному ухудшению пьезоэлектрических свойств матриц [2]. Таким образом, цель данной работы заключается в изучении влияния функционализации поверхности волокон арендиазоний тозилатом на смачиваемость и эффективный пьезоэлектрический отклик биоразлагаемых 3-Д скэффолдов на основе ПОБ для регенеративной тканевой инженерии.

Материалы и методы. В рамках данной работы микроволокнистые 3-Д ПОБ скэффолды были получены методом электроформования. Для функционализации поверхности волокон скэффолдов в работе был использован 3,4-карбоксибензолдиазоний тозилат (АДТ-СООН) и источник УФ-излучения [3]. В качестве контроля модифицирования поверхности использовались биоразлагающиеся 3-Д матриксы на основе не пьезоэлектрического поликапролактона (ПКЛ).

Для анализа влияния функционализации поверхности на смачиваемости матриксов проведены измерения краевого угла (КУ) смачивания с помощью установки DSA25 (Kruss, Германия). Для оценки эффективного пьезоэлектрического d_{33} коэффициента 3-Д ПОБ матриксов был использован прибор Wide-Range D_{33} Meter (ACP, США). Также, проводился статистический анализ полученных результатов с помощью One-way Anova test.

Результаты и обсуждение. Смачиваемость поверхности является одним из ключевых параметров, позволяющих косвенно оценить адгезию и жизнеспособность клеток на поверхности биоматериала [3]. Как видно из представленных результатов измерений (рисунок 1а), значения КУ для исходных ПКЛ и ПОБ матриксов, которые составили $127 \pm 4^\circ$ и $126 \pm 4^\circ$, соответственно, свидетельствуют о гидрофобной поверхности. Тогда как после ковалентной функционализации поверхности карбоксильной (СООН) группой ПКЛ и ПОБ матриксы демонстрируют снижение значений КУ соответственно до $67 \pm 1^\circ$ и $54 \pm 2^\circ$. Следовательно, модифицирование поверхности АДТ-СООН позволяет улучшить смачиваемость поверхности пьезоэлектрических ПОБ матриксов (с гидрофобной на гидрофильную), что позволяет прогнозировать улучшение клеточной реакции.

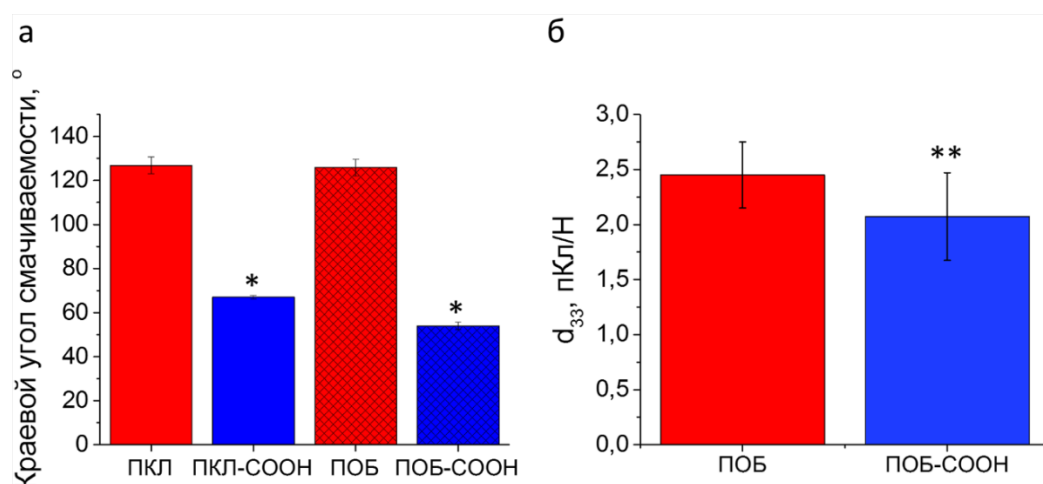


Рисунок 1 – (а) Краевой угол смачивания и (б) эффективный пьезоэлектрический d_{33} коэффициент скэффолдов до и после функционализации (АДТ-СООН) поверхности: *($p < 0,05$) и **($p < 0,1$) статистическая значимость по сравнению с исходными образцами

В свою очередь, функционализация поверхности 3-Д ПОБ матриксов мономолекулярным слоем СООН группы приводит к незначительному снижению эффективного пьезоэлектрического d_{33} коэффициента с $2,5 \pm 0,4$ пКл/Н до $2,0 \pm 0,5$ пКл/Н (рисунок 1б). Применение биоактивных покрытий на основе карбоната кальция приводит к ухудшению пьезоэлектрического отклика ПОБ скэффолдов в более, чем 2 раза [2]. Таким образом, арендиазониевая функционализация не влияет на морфологию волокон скэффолдов, однако улучшает смачиваемость поверхности полимерных 3-Д скэффолдов и также позволяет сохранить близкий к исходному пьезоэлектрический отклик.

Закключение. Предложенный подход функционализации поверхности позволяет существенно улучшить смачиваемость и сохранить близкий к первоначальному эффективный пьезоэлектрический отклик 3-Д ПОБ матриксов. Таким образом, биоразлагаемые пьезоэлектрические 3-Д матриксы, ковалентно функционализированные

различными группами с помощью арендиазониевых солей, являются перспективными для регенеративной тканевой инженерии.

Благодарность. Работа выполнена при финансовой поддержке Российской научного фонда (№18-73-10050) и Программы повышения конкурентоспособности ТПУ.

Список литературы

1. Jacob J., More N., Kalia K., et al. Piezoelectric smart biomaterials for bone and cartilage tissue engineering // *Inflammation and Regeneration*. – 2018. – № 38.
2. Chernozem R.V., Surmeneva M.A., Shkarina S.N., et al. Piezoelectric 3-D fibrous poly(3-hydroxybutyrate)-based scaffolds ultrasound-mineralized with calcium carbonate for bone tissue engineering: inorganic phase formation, osteoblast cell adhesion and proliferation // *ACS Applied Materials & Interfaces*. – 2019. – № 11 (21). – P. 19522-19533.
3. Chernozem R.V., Guselnikova O, Surmeneva M.A., et al. Diazonium chemistry surface treatment of piezoelectric polyhydroxybutyrate scaffolds for enhanced osteoblastic cell growth // *Applied Materials Today*. – 2020. – № 20. – P. 100758.

БИОМЕХАНИКА АДАПТАЦИИ ТРАБЕКУЛЯРНОЙ КОСТНОЙ ТКАНИ К ВНЕШНЕЙ НАГРУЗКЕ

Т.Н. ЧИКОВА, В.М. ТВЕРЬЕ

Пермский национальный исследовательский политехнический университет

E-mail: ChikovaTN@gmail.com

В зависимости от внутренней структуры и пористости выделяют два вида костной ткани: компактную и трабекулярную (рис. 1, а). Как правило, внешний слой кости представлен плотной компактной костной тканью, образующий внешний каркас. Внутри такие кости пористые за счет трабекулярной костной ткани. Трабекулы – это отдельные костные образования в виде палочек и пластинок, разделенные порами, размером в несколько микрон [1]. Трабекулярная костная ткань напоминает губку, внутри которой поры и трабекулы расположены закономерно действующему на них давлению от окружающих мышц и массы тела. К примеру, структура головки бедренной кости наилучшим образом приспособлена к тому, чтобы выдержать перпендикулярно действующую на нее нагрузку от веса человека (рис. 2, б).

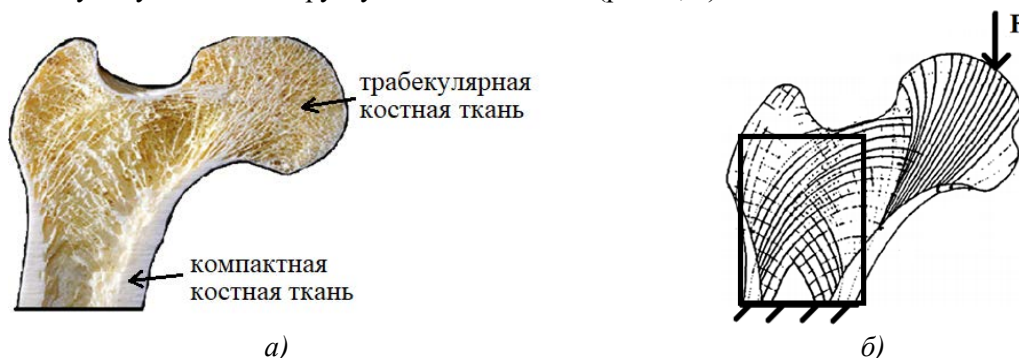


Рисунок 1 - Трабекулярная структура бедренной кости: а) фотография структуры [2]; б) схематическое представление реальной структуры и нагружения

Вследствие таких заболеваний, как остеопороз, кости становятся более пористыми и, следовательно, более хрупкими, склонными к перелому. На структуру и пористость кости также влияют различные врачебные вмешательства. Например, с помощью брекетов можно скорректировать расположение зубов за счет усилий, создаваемых конструкцией на

окружающую зубы трабекулярную ткань. Получение зависимости между приложенным усилием и желаемой структурой, является актуальной задачей не только в ортодонтии, но также в любых других областях, связанных с врачебными воздействиями на трабекулярную костную ткань. Процесс изменения костной структуры в связи с приложением на нее новой нагрузки, называется перестройкой.

В данном исследовании рассмотрена модель перестройки, предложенная Cowin-Turner [3], а также модель, основанная на геометрическом представлении процесса перестройки в пространствах Ильюшина [4, 5]. Обе модели реализованы в рамках теории упругости, отличаясь только кинетическими уравнениями. В модели Cowin-Turner перестройка представлена как изменение структуры $\tilde{K}$ и пористости e , в ответ на меняющееся деформированное состояние $\tilde{\varepsilon}$ (1).

$$\dot{\tilde{K}} = f_1(\tilde{K}, e, \tilde{\varepsilon}), \quad \dot{e} = f_2(\tilde{K}, e, \tilde{\varepsilon}). \quad (1)$$

Во второй модели [6], изменение структуры описывается углом между γ векторами структуры и деформации в пятимерных пространствах Ильюшина (2), а также скалярными свойствами тензора структуры, определяющими его интенсивность.

$$\dot{\gamma} = -a\gamma, \quad \dot{e} = f_2(\tilde{K}, e, \tilde{\varepsilon}). \quad (2)$$

С помощью численного моделирования реализованы примеры изменения структуры кости при различном нагружении. Приведены графики изменения пористости и структуры во времени. Рассмотренные примеры продемонстрировали качественное совпадение структуры, полученной численным путем с реальной структурой костной ткани при одинаковом нагружении (рис. 2).

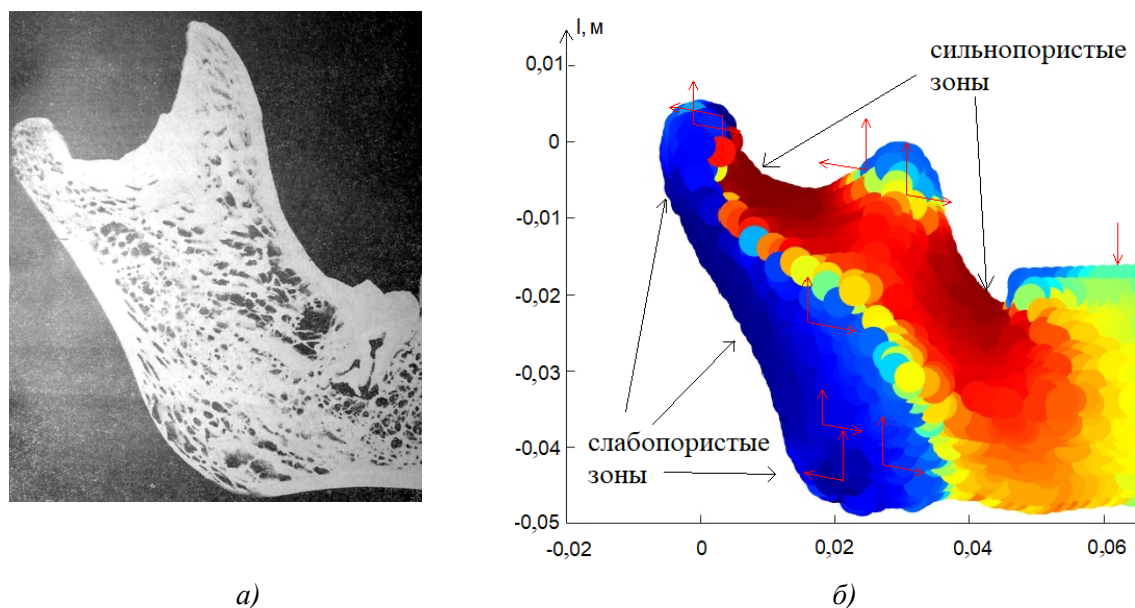


Рисунок 2 - Трабекулярная структура нижней челюсть человека: а) фотография структуры [7]; б) численное представление распределения пористости, реализуемой под нагрузкой реакций височно-нижнечелюстного сустава и усилий, создаваемых мышцами [8]

Теоретическая часть работы выполнена при поддержке гранта РФФИ (18-01-00589-а). Экспериментальная часть работы выполнена при финансовой поддержке Правительства Пермского края.

Список литературы

1. Тверье В.М., Симановская Е.Ю., Няшин Ю.И. Механический фактор развития и функционирования зубочелюстной системы человека // Российский журнал биомеханики. – 2005. – Т. 9, № 2. – С. 34–42.
2. Systems Cell Biology. [Electronic resource]. – Mode of access: http://medcell.med.yale.edu/systems_cell_biology/bone_lab.php.
3. Cowin S.C. An evolutionary Wolff's law for trabecular architecture // J. Biomech. Engng. – 1992. – Vol. 114. – P. 129–136.
4. Ильюшин. А.А. Труды (1946-1966). Т.2. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2004. – 480 с.
5. Зубчанинов В.Г. Основы теории упругости и пластичности. – М.: Высш. шк., 1990. – 368 с.
6. Тверье В.М. Кинетические уравнения перестройки трабекулярной костной ткани в пространстве Ильюшина // Российский журнал биомеханики. – 2019. – Т. 23. – № 2. – С. 293–301.
7. Бусыгин А.Т. Возрастные особенности строения восходящей ветви нижней челюсти. – Ташкент: Гос. мед. изд-во Министерства здравоохранения УзССР, 1961. – 172 с.
8. Чикова Т.Н, Киченко А.А., Тверье В.М., Няшин Ю.И. Моделирование перестройки трабекулярной костной ткани в ветви нижней челюсти человека // Российский журнал биомеханики. – 2018. –Т. 22. № 3. – С. 292–300.

ПРИМЕНЕНИЕ ПЕРФТОРИРОВАННЫХ ПОЛИМЕРОВ В КАЧЕСТВЕ МАТЕРИАЛОВ ТЕРМОИНТЕРФЕЙСОВ ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ЭЛЕКТРОНИКЕ

П. Д. ШКИНЁВ, А. Л. КРАПИВКО, Н.А. ЯШТУЛОВ

МИРЭА - Российский Технологический Университет,

Институт Тонких Химических Технологий

E-mail: peter.shkinyov@yandex.ru

В настоящее время самым быстро развивающимся направлением является миниатюризация электронных систем, позволяющая создавать более быстрые и эффективные устройства. В связи с потребностью в уменьшении размеров электронных устройств, все острее встает проблема использования наноразмерных материалов. Очень важной задачей является разработка материалов термоинтерфейсов для эффективного отвода тепла от нагреваемых элементов в электронике. Процессоры высокой мощности выделяют большое количество тепла, а несвоевременный его отвод ведет к локальным перегревам, что может вылиться в снижение ресурса жизни прибора, а в крайнем случае к поломкам. Чем меньше становятся электронные устройства, тем плотнее в них располагаются нагревающиеся материалы, тем более эффективным должно быть охлаждение – отвод тепла.

Для этого применяют термоинтерфейсы – материалы, заполняющие воздушный зазор между чипом и радиатором. К материалам данных изделий предъявляется ряд требований: легкость в работе, высокая теплопроводность, низкое термическое сопротивление, способность выдержать длительный нагрев без потери эксплуатационных свойств, а также отсутствие возможности проводить электрический ток во избежание пробоя. Данным требованиям отвечают полимерные композиты, включающие неэлектропроводящие частицы с высоким коэффициентом теплопроводности.

Перспективным материалом для такого применения являются фторированные полимеры – они обладают такими свойствами, как долговечность, термостойкость, а также исключительной химической инертностью. Это объясняется высокой энергией связи

углерод-фтор, самой большой в органической химии (115 ккал/моль). Однако перфторированные полимеры обладают крайне малой адгезией к любым материалам, что создает препятствия для их использования в качестве термоинтерфейса. Эта проблема решается селективным применением фторированных алкоксисиланов, к которым перфторированные полимеры имеют сродство.

В данной работе был проведен синтез полимеров на основе синтезированных ранее ди- и триэтоксисилильных производных с 1,1,1,2,2,3,3-гептафтор-4,4-бис(трифторметил)пентильными ($R_f = \text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{CF}_3)_2(\text{CH}_2)_3-$) группами в условиях гидролитической поликонденсации с участием уксусной и трифторуксусной кислоты [1]. Получены линейные и разветвленные перфторсилоксановые полимеры. Схема синтеза мономерного звена показана на рисунке 1. Схема реакции поликонденсации приведена на рисунке 2.

На основе синтезированных мономеров и полимеров различной структуры были созданы покрытия на поверхностях стекла и алюминия. Краевые углы смачивания поверхностей до и после обработки поверхностей приведены в таблице 1. Исследования показали, что полигексафторпропилен обладает сродством к покрытию алкоксисилана с заместителем в виде димера гексафторпропилена.

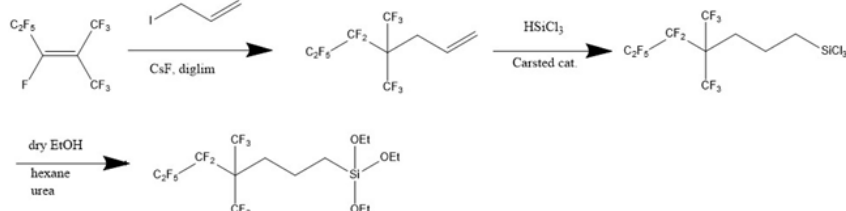


Рисунок 1 – Схема синтеза триэтоксисилильных производных с 1,1,1,2,2,3,3-гептафтор-4,4-бис(трифторметил)пентильными ($R_f = \text{CF}_3\text{CF}_2\text{CF}_2\text{C}(\text{CF}_3)_2(\text{CH}_2)_3-$) группами

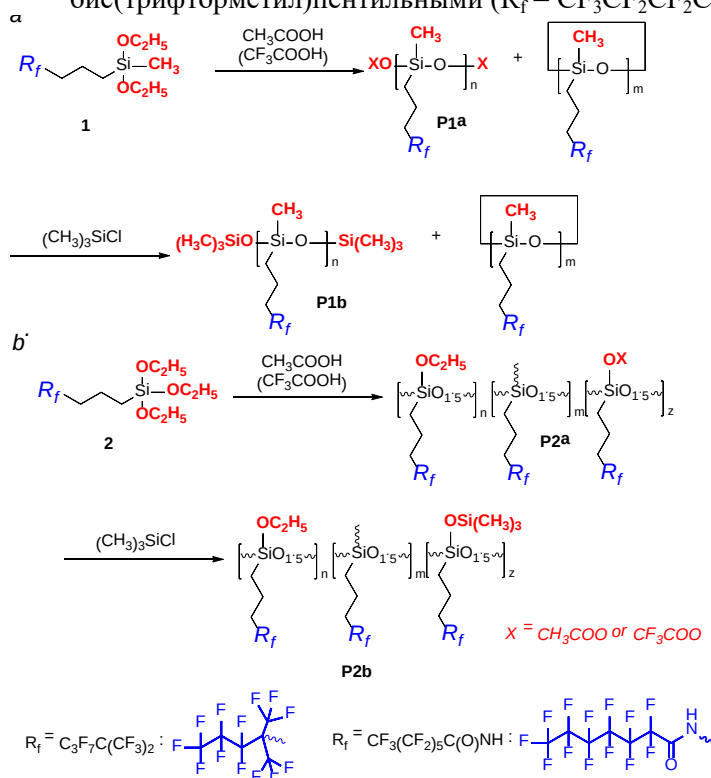


Рисунок 2 – Получение полисилоксанов линейного (а) и разветвленного строения (б) путем конденсации в активной среде ди- и триэтоксисилана с 1,1,1,2,2,3,3-гептафтор-4,4-бис(трифторметил)пентильными заместителями

Таблица 1 – Краевые углы смачивания поверхностей, обработанных полиалкоксисиланами с фторированным заместителем

Условия поликонденсации				Контактные углы смачивания, θ°	
Реакционная смесь	Молярное соотношение	T, $^\circ\text{C}$	t, ч	стекло	алюминий
$\text{R}_f\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OEt})_2 + \text{CF}_3\text{COOH}$	1:10	118	6	95 $\pm$ 1	100 $\pm$ 1
$\text{R}_f\text{Si}(\text{CH}_3)(\text{OEt})_2 + \text{CH}_3\text{COOH}$	1:10	118	8	105 $\pm$ 1	100 $\pm$ 1
$\text{R}_f\text{Si}(\text{OEt})_3 + \text{CF}_3\text{COOH}$	1:3.3	118	4	99 $\pm$ 1	106 $\pm$ 1
$\text{R}_f\text{Si}(\text{OEt})_3 + \text{CF}_3\text{COOH}$	1:15	118	4	98 $\pm$ 1	104 $\pm$ 1
$\text{R}_f\text{Si}(\text{OEt})_3 + \text{CH}_3\text{COOH}$	1:15	118	40	108 $\pm$ 1	106 $\pm$ 1
$\text{R}_f\text{Si}(\text{OEt})_3 + \text{CF}_3\text{COOH} + \text{CH}_3\text{COOH}$	1:5:10	20	6	106 $\pm$ 1	109 $\pm$ 1

Список литературы

1. Fedor V. Drozdov et. al..Multifunctional hydrophobic coatings based on siloxane polymers with branched perfluoroalkyl substituents: fast, simple and ecologically safe synthesis in active media // Journal of Organometallic Chemistry. – 2020. – V.921. <https://doi.org/10.1016/j.jorganchem.2020.121398>

АНАЛИЗ ПОВЕДЕНИЯ НАБОРА АНТИФРИКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ДЕФОРМИРОВАНИИ СЛОЯ СКОЛЬЖЕНИЯ СФЕРИЧЕСКОЙ ОПОРНОЙ ЧАСТИ

Ю.О. НОСОВ^{1, а}, А.А. АДАМОВ^{2, б}, А.А. КАМЕНСКИХ^{1, в}

¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет

²Институт механики сплошных сред УрО РАН

E-mail: ^аura.4132@yandex.ru, ^бadamov.aa@ya.ru, ^вanna_kamenskih@mail.ru

В настоящее время существует большой набор современных антифрикционных материалов, которые возможно использовать в качестве антифрикционных прослоек и покрытий в контактных узлах. В работе представлено исследование деформационного поведения современных полимерных материалов в относительно тонком слое скольжения опорных частей мостов с использованием численного моделирования. В качестве набора антифрикционных полимеров рассматриваются 6 материалов: СВМПЭ наполненный углеродом (материал 1), СВМПЭ производства Германия (материал 2), СВМПЭ производства Россия (материал 3), антифрикционный композиционный материал на основе фторопласта со сферическими бронзовыми включениями и дисульфидом молибдена (материал 4), антифрикционный композиционный материал на основе фторопласта с дендритными бронзовыми включениями и дисульфидом молибдена (материал 5), модифицированный фторопласт (материал 6).

Рассматривается плоский слой скольжения сферических опорных частей пролетных строений мостов с технологическими углублениями под смазочный материал. Из объема материала выделена ячейка периодичности, которая включает одну лунку для смазочного материала, рассматривается четверть конструкции, действия отброшенных частей

описывается условиями симметрии, рисунок 1. В работе рассматривается неблагоприятный случай отсутствия смазки в углублениях.

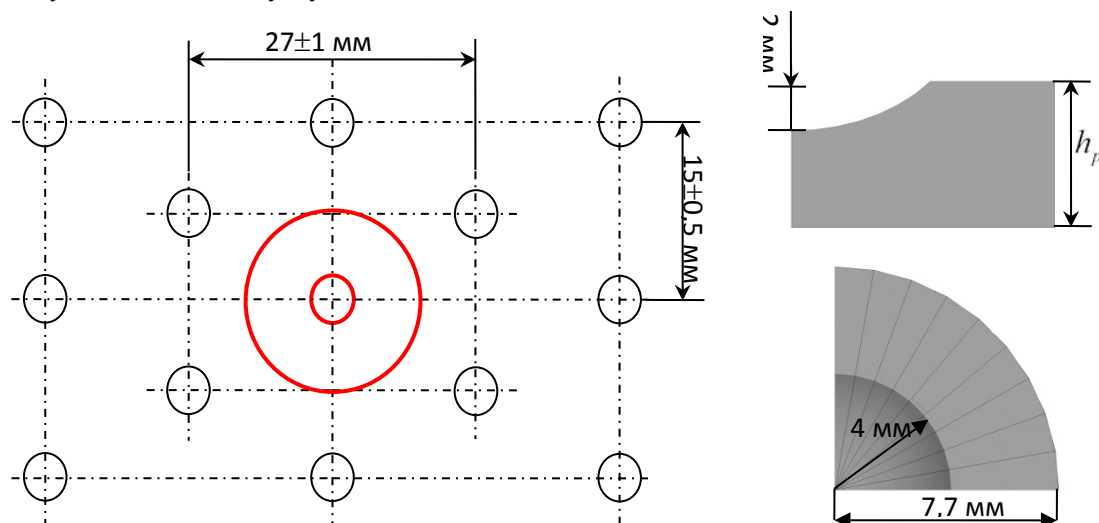


Рисунок 1

Для описания поведения антифрикционных материалов выбрана деформационная теория упругопластичности [1]. Ячейка периодичности деформируется жесткой стальной плитой постоянным давлением от 5 до 90 МПа, что соответствует реальным нагрузкам, действующим на сферические опорные части пролетных мостов. В зонах сопряжения ячейки периодичности со стальной плитой реализуется фрикционный контакт с учетом всех типов контактного состояния (проскальзывание, прилипание, отлипание). Рассматривается 3 различные толщины 4, 6 и 8 мм [2].

Интерес представляет интенсивность пластических деформаций ячейки периодичности из антифрикционного материала. На рисунке 2 приведен пример распределения интенсивности пластических деформаций на ячейке периодичности толщиной 4 мм для всех материалов при нагрузке 90 МПа.

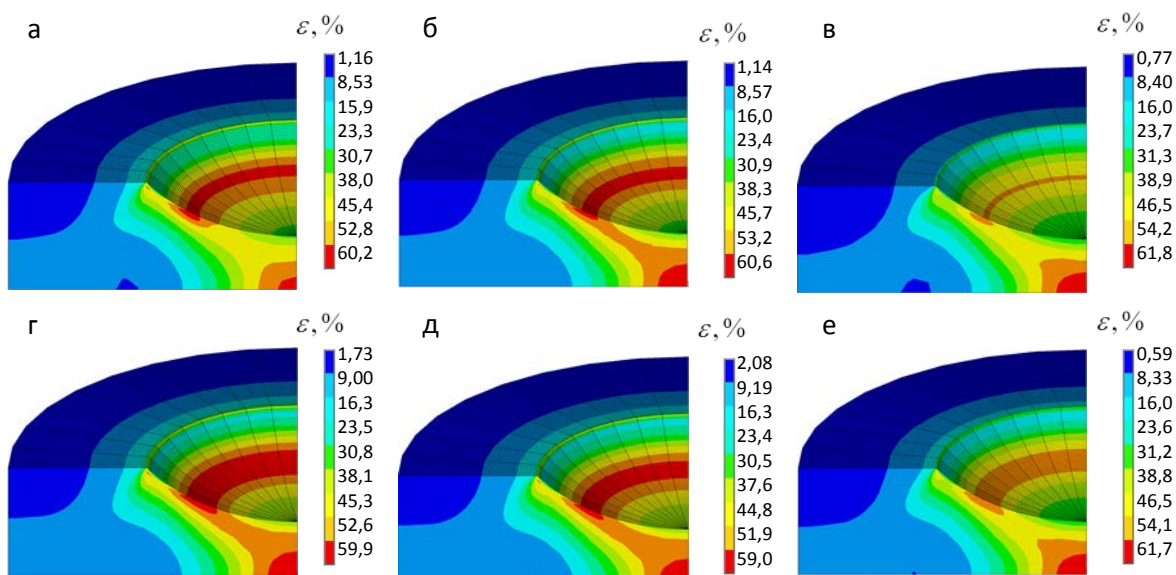


Рисунок 2 – Интенсивность пластических деформаций ячейки периодичности:
а-е материалы 1-6 соответственно

Для всех материалов распределение минимальных значений происходит в отдалении от лунки, видно, что значение у материала 3 и 6 менее 1 процента. Концентрация максимальных значений пластических деформаций наблюдается вблизи лунки для смазки.

При больших нагрузках углубление лунки под смазочный материал практически отсутствует.

Так же в работе рассмотрены контактные параметры: контактное давление, контактное касательное напряжение, статус контакта. Проведено сравнение материалов на распределение максимальных значений контактных параметров, а так же построено деформирование ячейки периодичности в зависимости от уровня давления.

Для каждого из материалов были построены зависимости основных значений контактных параметров, а именно: статус контакта, контактное давление и контактное касательное напряжение. Материалы № 4 и 5 имеют наибольшие значения контактного касательного напряжения, по сравнению с остальными материалами, отличающиеся в 1,5-2 раза, что связано со значительными зонами прилипания. Наилучшими контактными характеристиками обладают материал № 1 и 6, при 90 МПа, более 50% контактной поверхности находятся в зоне проскальзывания, что существенно уменьшает контактное касательное напряжение. Распределение максимальных значений контактного давления в зависимости от уровня нагрузки показывает, когда значительная часть лунки входит в контакт с жестким штампом, при значительном деформировании лунки под смазочный материал. Так для материалов № 4 и 5 перераспределение максимальных значений контактного давления происходит при 30-40 МПа, а у других материалов при 50-60 МПа.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-08-00903).

Список литературы

1. Kamenskih A.A., Trufanov N.A. Regularities Interaction of Elements Contact Spherical Unit with the Antifrictional Polymeric Interlayer // Friction and Wear. – 2015. – Vol. 36, № 2. – Pp. 170-176.
2. Adamov A.A., Kamenskikh A.A., Nosov Yu.O. Deformational behavior of the flat sliding layer of the spherical bearing // International Journal of Civil Engineering and Technology. – 2019. – Vol. 10, № 5. – Pp. 99–107.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЕЧЕННЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ ПОРОШКОВОЙ СТАЛИ 304-L

ЮЙ СЯОЛИНЬ, И.Э. ВАСИЛЬЕВА, О.Ю. ВАУЛИНА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: yuxiaolin@mail.ru

Нержавеющая сталь AISI 304-L обладает превосходной коррозионной стойкостью и формуемостью и, следовательно, широко используется в промышленности в качестве конструкционного материала, а также в качестве деталей двигателя в аэрокосмической промышленности. Изделия, изготавливаемые технологией порошковой металлургии, рассматриваются в настоящее время в качестве перспективных конструкционных материалов в области материаловедения [1]. В работе исследовали три группы образцов: 1 – образцы из исходного порошка, 2 и 3 – из порошков предварительно механоактивированных в течение 1 и 5 минут соответственно.

Механическая активация порошков была проведена в планетарной шаровой мельнице центробежного типа АГО-2. Порошковую смесь смешали в механическом смесителе типа «Пьяная бочка» в течение 24 часов. После образцы были сформованы методом холодного одноосного прессования при давлении 255 МПа. Спекание было проведено при температуре 1300 °С в течение 2 часов в вакууме. Пористость образцов были определена с помощью «Анализатора фрагментов микроструктуры твердых тел SIAMS 700tm». Металлографический анализ проведён на лабораторном микроскопе «ЛабоМет-И».

Рентгенофазовый анализ порошка проведен на рентгеновском дифрактометре Rigaku, UltimaIV. Микротвердость образцов была измерена на микротвердомере ПМТ-3.

Исследования нетравленной поверхности образцов позволяют оценить наличие пор, их количество, размер, форму и распределение в объеме образца. Как видно из таблицы 1, у 2 группы образцов выявили самую высокую пористость. Средний размер пор после 1 минуты активации увеличивается, затем, при 5 минут активации, уменьшается. С увеличением времени механической активации количество и качество пор меняется. Для образцов без механической активации поры сгруппированы, для образцов с механоактивацией в течение 1 минуты - поры более равномерно распределены по всей поверхности. Для образцов с механоактивацией в течение 5 минуты - поры, как и для образцов без активации, сгруппированы, но размер и количество их больше. Следовательно, нет явной зависимости количества, размера и формы пор от времени механоактивации. Влияние механической активации на усадку во время спекания - незначительно.

Таблица 1 – сводная таблица параметров исследуемых образцов

Время механической активации, мин	0	1	5
Усадка, %	0,05%±0,01	0,02%±0,01	0,03%±0,01
Пористость, %	2,47%±0,26	6,31%±4,45	2,84%±0,30
Средний диаметр пор, мкм	2,9±0,3	3,8±0,4	2,5±0,3
Средний диаметр зерна, мкм	14,7±1,9	14,6 ±2,8	11,9±2,4
Микротвердость, МПа	2657±160	2733±151	4094±461

Для металлографического исследования поверхность образцов травили раствором азотной и плавиковой кислоты. Изображения травленных поверхностей, спеченных образцов приведены на рисунке 1.

Из рисунка 1 видно, что структура спеченного образца довольно неоднородная. На структурах 2 и 3 группы видны двойники, что характерно для аустенитной структуры [2]. Методом случайных секущих рассчитали средний размер зерна. Данные показывают, что средний размер зерна, таблица 1, постепенно уменьшется после механической активации. Это связано с измельчением размера частиц порошка после механической активации.

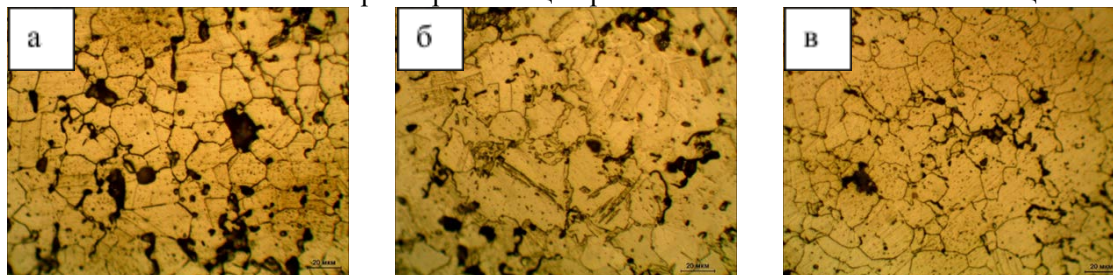


Рисунок 1 – Структура поверхности травленных спеченных образцов:
а) без активации, б) активация на 1 минуту, в) активация на 5 минут

Феррит и аустенит по металлографии сложно отличить. Для более точного определения фазового состава был проведен рентгенофазовый анализ спеченных образцов. Фрагмент дифрактограммы представлен на рисунке 2а. После спекания механическая активация приводит к изменению фазового состояния образцов: образцы без активации структуры соответствуют ОЦК(α -Fe), после активации – ОЦК(α -Fe) и ГЦК(γ -Fe) [3].

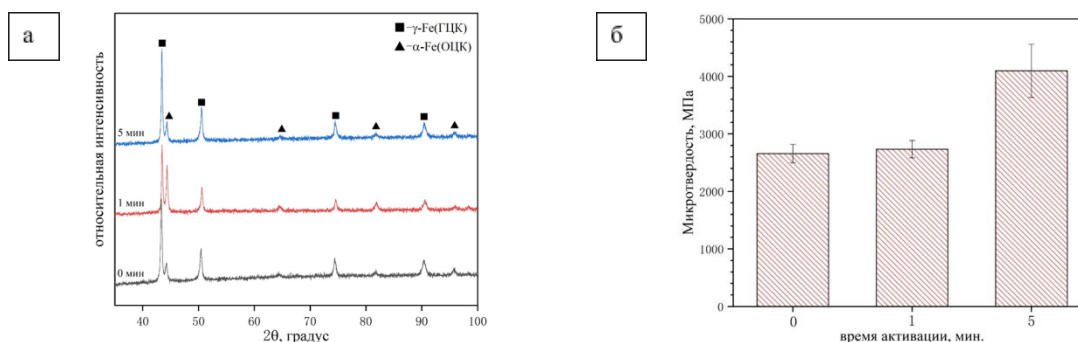


Рисунок 2 – Характеристики исследуемых партий образцов при разном времени механической активации: а) фрагмент дифрактограммы спеченных образцов; б) зависимость среднего диаметра зерен от времени активации

Из рисунка 2а видно, что с увеличением времени активации повышается величина микротвердости спеченных образцов: в 1,5 раза для образцов после длительной механоактивации в течение 5 минут и составила 2600 МПа.

Предварительная механоактивация порошка оказывает большое влияние на спеченные образцы: меняются структурно фазовый состав и соответственно и свойства.

Список литературы

1. Скипин А.А., Юй Сяолин и др. Исследование структуры и свойств порошковой стали 304-L // Международная научно-техническая молодежная конференция «Перспективные материалы конструкционного и функционального назначения». – 2019. – С. 53–55.
2. Xu Tianhan, He Song. Simulation of effect of twin boundary on mechanical property of α -Fe, 2017, 37(1): 73-79.
3. Vaulina O. Yu., Darenskaia E. A [et al.] Influence of mechanical activation of steel powder on its properties, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2017, 175 012038.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ СВЕРХПРОВОДЯЩЕГО КАБЕЛЯ НА ОСНОВЕ Nb-Ti СПЛАВА ПОСЛЕ РАЗЛИЧНЫХ СТЕПЕНЕЙ ДЕФОРМАЦИИ МЕТОДОМ АСМ

БНТЫМАКОВА А.С.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
E-mail: aklima.int@mail.ru

Сплав Nb-Ti в течение последних сорока лет занимает особое положение в технике прикладной сверхпроводимости. Токонесущая способность сверхпроводника зависит от его микроструктуры, то есть, формы, размеров и объемного содержания частиц, выделившихся при распаде твердого раствора. Сверхпроводящие кабели используются в основном в тяжелонагруженных условиях эксплуатации, в связи с этим была исследована структура сверхпроводящего кабеля после проведения механического испытания методом атомно-силового микроскопа Solver PRO - 47Н.

В работе представлены результаты исследований сверхпроводящего кабеля на основе Nb-Ti сплава $\varnothing$ 1.3 мм после механического испытания на растяжение до разрушения (Испытательная машина Walter+Bai AG LFM-125 max усилие до 125 кН).

Изучена внутренняя структура двух исследуемых образцов в месте разрыва с помощью АСМ в различных режимах.

После механического испытания образцов проводили тщательную пробоподготовку для дальнейшего исследования структуры на АСМ. Исследование структуры образцов при деформации $\epsilon=4,3\%$ и $\epsilon=4,3\%$ на АСМ в 2D и 3D формате показали, что распределение химических элементов в исследуемом Nb и Ti находятся в Nb-Ti волокнах, а между ними в матрице находится медь (Cu 59,18 ат. %) и ниобий (Nb 39,83 ат. %), определяющийся как диффузионный барьер вокруг волокон, рисунок 1.

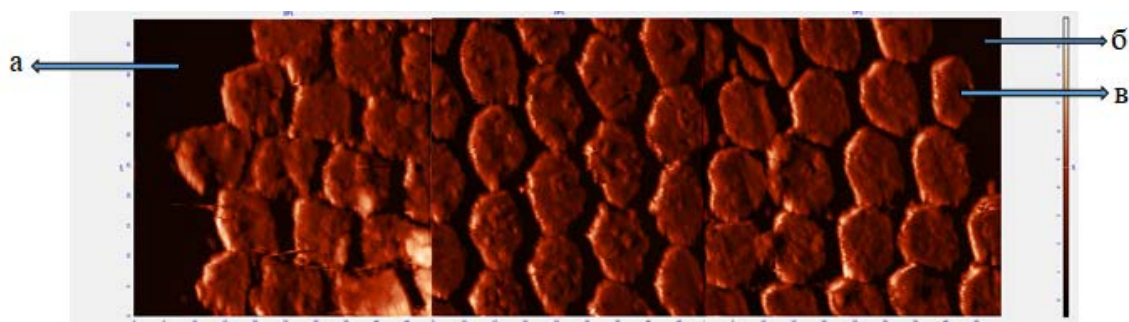


Рисунок 1 - Скан изображение области 50 x 50 образца:
а - медная оболочка (Cu); б - медная матрица (Cu), в – волокна Nb-Ti в 2D формате при $\epsilon=4,3\%$

В процессе обработки полученных данных на АСМ в программе «Профилограмма» было установлено, что ниобиевые барьеры в 2D формате просматриваются белой кантовкой по периферии волокна, а на профилограмме ниобиевый барьер показан высокоамплитудным максимумом, рисунок 2.

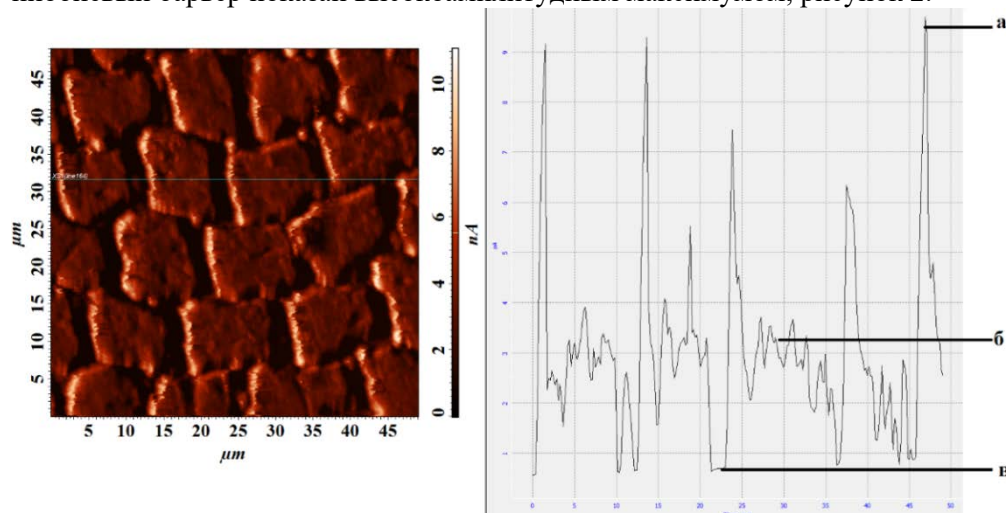


Рисунок 2 - Обработка полученных результатов в программе «Профилограмма»:
а – ниобиевый барьер (Nb), б - Nb- Ti волокна, в – медная матрица (Cu)

Исследование влияния пластической деформации на геометрические параметры волокон показали, что общий процент деформированных волокон у образца при деформации $\epsilon= 3.4\%$ составил 35 %, а у образца при деформации 4.3 % составил 58.5% (результаты получены с помощью атомно-силового микроскопа с использованием метода латеральных сил).

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ИЗДЕЛИЙ ПРИ РАЗНЫХ УСЛОВИЯХ ПРЕССОВАНИЯ И СПЕКАНИЯ

Н.С. ЛЮТЫЙ, М.М. МАСАЛИТИНА, О.Ю. ВАУЛИНА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск

E-mail: ns14@tpu.ru

Процесс получения изделий спеканием металлических порошков относится к области порошковой металлургии. Данный метод позволяет получить детали, которые могут обладать практически любыми свойствами [1]. Также порошковая металлургия может значительно сокращать себестоимость получаемых изделий за счет высокой экономии металла. Благодаря вышеперечисленным факторам порошковая металлургия твердо занимает свою рыночную нишу, как в России, так и за её пределами.

Работа направлена на сравнение свойств спеченных образцов Invar при разных условиях прессования и спекания. Для изготовления образцов отдельные порошки элементов (никелевый порошок марки ПНК УТ-1, карбонильный железный порошок марки ВМ) смешивали в соотношениях: 36 % Ni и 64% Fe [2] в смесителе типа «пьяная бочка», добавляли пластификатор (глицерин), формовали и спекали. Спекание проводилось в течение 2 часов при температуре спекания в вакуумной печи с предварительной изотермической выдержкой 2 часа при температуре 600 °С.

В ходе работы были изучены четыре партии образцов инварного состава, полученные методом порошковой металлургии при различных режимах, таблица 1. В качестве пластификатора использовался глицерин.

Металлографические исследования проводили с помощью оптического микроскопа «ЛабoМет - И». Пористость была проанализирована с помощью программного комплекса «SIAMS Photolab». Микротвердость образцов была измерена на микротвердомере «ПМТ-3».

Таблица 1 - Характеристика образцов

№ партии	Режим изготовления образцов		Пористость		Микротвердость, МПа
	Температура спекания, °С	Давление прессования, МПа	<d>, мкм	<П>, %	
1	1300	130	<П>, %	<П>, %	972±144
2	1350	130	6,0±2,0	26,1±5,0	866±101
3	1300	650	1,6±0,6	0,9±0,5	1442±101
4	1350	650	2,0±1,6	1,4±1,5	1083±125

Пористость образцов представлена в таблице 1. Размер пор и значение пористости при повышении температуры спекания не снижается и находится в пределах погрешности, как для партий образцов №1 и №2, так и для партий образцов №3 и №4. Если сравнивать образцы, формованных при разном давлении и при одной температуре, то картина другая. Образцы, спрессованные при большем давлении, имеют значительно меньшие размеры пор. Пористость для этих образцов меньше в десятки раз, чем у спрессованных при меньшем давлении.

На рисунке 1 представлены микроструктуры подготовленных поверхностей образцов после травления. Структуры качественно не отличаются, во всех образцах наблюдается аустенитная структура с ГЦК-решеткой.

Образцы, спрессованные при большем давлении (650 МПа), рисунок 1а, б, имеют значительно меньшие размеры пор, они одиночные правильной формы. Пористость для этих образцов меньше в десятки раз, таблица 1, чем у образцов, спрессованных при меньшем давлении (130 МПа), рисунок 1в, г.

Фрагменты рентгенограмм спечённых образцов представлены на рисунке 2. Из рентгенограмм видно, что после спекания формируется структура инварного сплава состоящая из аустенитной γ -фазы с ГЦК структурой, характерной для инвара. Параметр решётки для образцов близок к литературным данным ($5,595 \times 10^{-10}$ м).

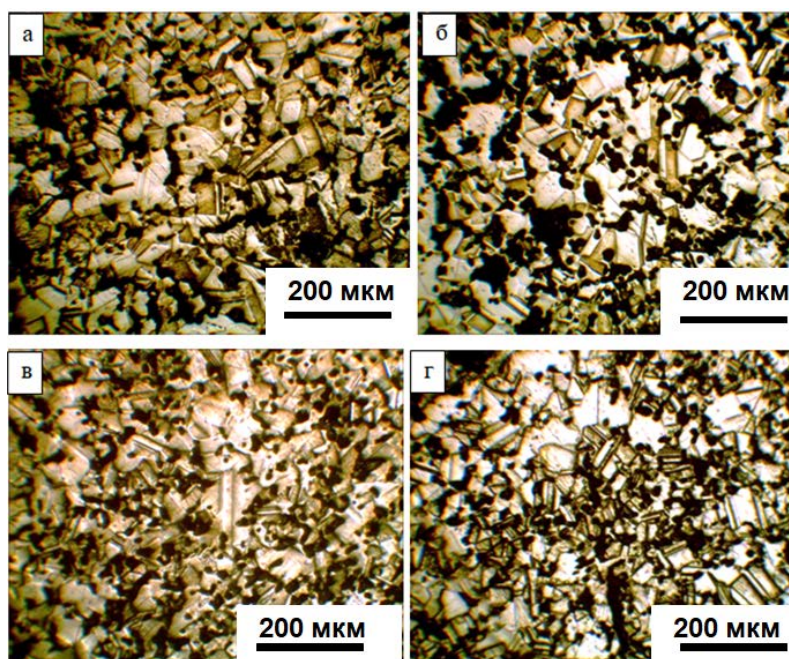


Рисунок 1 - Микроструктура травленных образцов: а - партия образцов №1, б - партия образцов №2, в - партия образцов №3, г - партия образцов №4

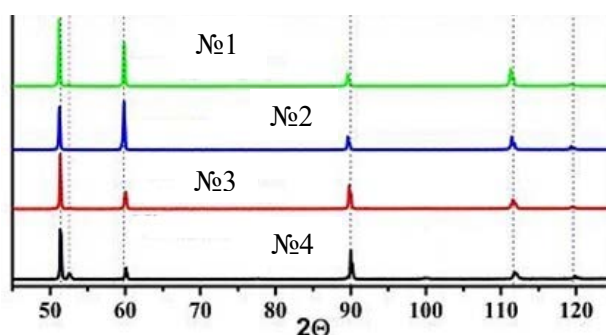


Рисунок 2 - Рентгенограммы всех групп образцов

Микротвердость, таблица 1, при увеличении давления прессования от 130 МПа до 650 МПа показало увеличение микротвердости образцов на 25-46%, в то время как повышение температуры спекания привело к уменьшению микротвердости на 8-24 %.

Лучшими свойствами обладают образцы, изготовленные по режиму №3: температура спекания 1300 °С, давление формования 650 МПа.

Список литературы

1. Бабич Б.Н. Металлические порошки и порошковые материалы // «Порошковая металлургия». - 2005. - С.75.
2. Колокольцев В.М., Чукин М.В., Голубчик Е.М. Освоение новых технологий производства многофункциональных сплавов инварного класса с повышенными эксплуатационными свойствами // Металлургические процессы и оборудование. - 2015. - N 5. - С. 47-52.

ИССЛЕДОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ТРЕХКОМПОНЕНТНЫХ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ КАРБИДОВ

¹ВАН ДАКУНЬ, ²А.Г.БУРЛАЧЕНКО, ^{1,2}Ю.А.МИРОВОЙ, ²Е.С.ДЕДОВА, ^{1,2}С.П.БУЯКОВА

¹Национальный исследовательский Томский государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск)

³Национальный исследовательский Томский политехнический университет

Высокоэнтروпийные керамические материалы (high-entropy ceramics HEC) вызывают значительный научный и практический интерес вследствие уникального сочетания свойств. До сих пор предпринимались многочисленные попытки исследовать различные виды высокоэнтропийной керамики, в том числе оксиды, бориды и карбиды металлов. Высокоэнтропийные керамики на основе карбида, в последнее время привлекают все большее внимание для потенциального использования в области термозащиты, гиперзвуковых аэрокосмических благодаря высокой температуре плавления (> 3273 К) и механическим свойствам, а также хорошей химической и высокотемпературной стабильности их отдельных компонентов из карбидов металлов. Большая часть предыдущих работ, посвященных HEC на основе карбидов, направлена на получение твердых растворов, изучение их физико-механических свойств. Однако остаются открытыми вопросы о структурообразовании высокоэнтропийных твердых растворов.

Целью настоящей работы является изучение структурообразования трехкомпонентных высокоэнтропийных твердых растворов на основе карбидов.

Материалом для исследований выступили высокоэнтропийные керамические твердые растворы (Ti-Zr-Hf)C и (Zr-Nb-Hf)C, полученные из порошков TiC, ZrC, HfC и NbC в эквимольном соотношении. Приготовление порошковых смесей с их одновременной активацией производилось в планетарной мельнице-активаторе в среде аргона в течение 3 минут при частоте вращения барабана 1820 об/мин-1. Образцы керамических композитов получены методом горячего прессования при температурах спекания от 1400 °C до 1900 °C с шагом 100 °C при давлении 50 МПа в течение 30 минут в атмосфере аргона. Фазовый состав высокоэнтропийных керамик анализировался с помощью дифрактометра с CuK α излучением. Микроскопические исследования проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа “Vega Tescan”.

Фазовый состав всех исследуемых керамических материалов был представлен монофазным твердым раствором замещения с ГЦК решеткой. На дифрактограммах системы (Ti-Zr-Hf)C наблюдалось исчезновение рефлексов исходных карбидов при повышении температуры от 1400 °C до 1900 °C.

Рентгенофазовые исследования показали, что монофазный твердый раствор (Ti-Zr-Hf)C синтезируется при температуре спекания 1700 °C. Формирование однофазного высокоэнтропийного твердого раствора (Zr-Nb-Hf)C происходит при температуре 1500 °C. Стоит отметить, что в исследуемых системах присутствовало незначительное количество оксидной фазы, обусловленной исходным состоянием монокарбидов.

На рисунке 1 приведены РЭМ – изображения поверхности керамических материалов в режиме BSE (режим контраста по среднему атомному номеру) при разных температурах спекания. Видно, что структура керамик, полученных при температуре 1400 °C, неоднородна. Повышение температуры до 1900 °C привело к образованию однородной структуры.

РЭМ-изображение полированной поверхности твердого раствора (Ti,Zr,Hf)C, полученного при температуре 1900 °C, и соответствующее ему элементное картирование элементов приведено на рисунке 2. Видно, что элементы распределены однородно в микроструктуре полученного материала, что подтверждает формирование твердого раствора.

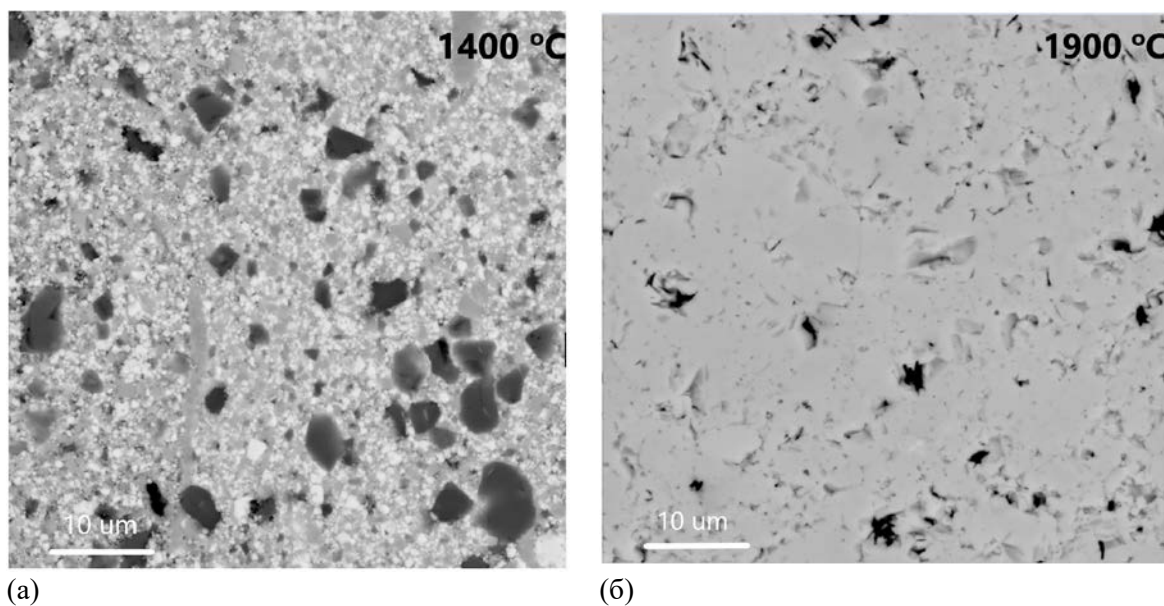


Рисунок 1 - РЭМ-изображения поверхности образцов (Ti-Zr-Hf)C, спеченных при различных температурах

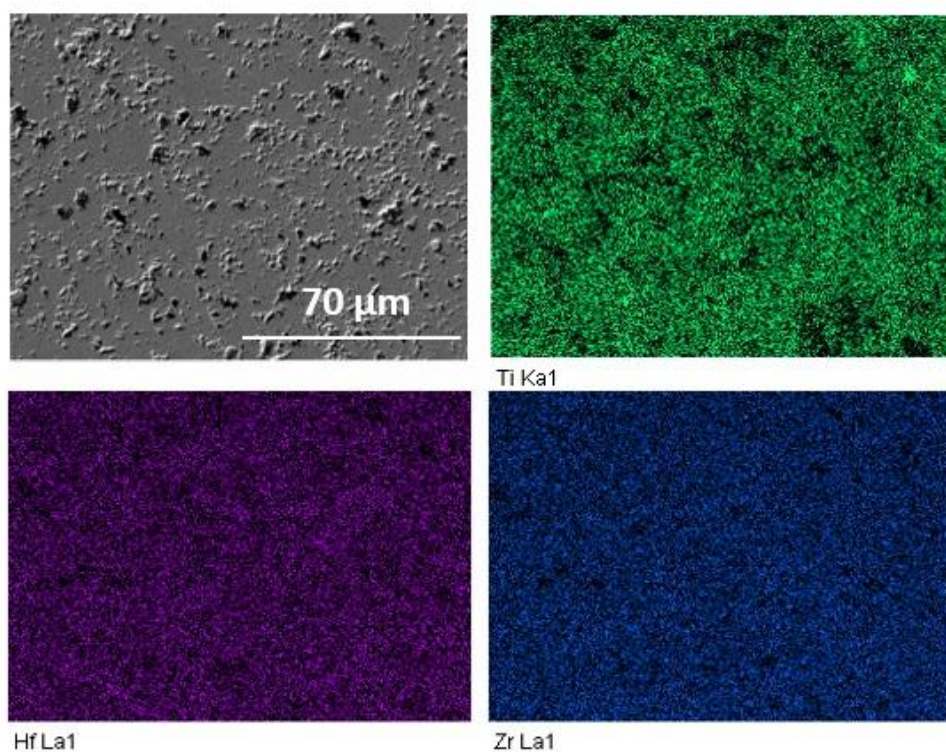


Рисунок 2 – Элементное картирование высокоэнтропийного твердого раствора (Ti,Zr,Hf)C

Работа проводилась в рамках Государственного задания ИФПМ СО РАН (программа III.23.2.3).

ЧИСЛЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ КОНСТРУКЦИОННЫХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

Е.В. ФЕКЛИСТОВА, А.В. БАБУШКИН, А.В. БАБУШКИНА

¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет,

Центр экспериментальной механики

E-mail: cem.feklistova@mail.ru

Любая конструктивно-технологическая особенность образца-конструкции из композиционного материала приводит к необходимости применять нетривиальные, хоть часто и стандартные, методики испытаний для определения величин, похожих на базовые: прочность и жесткость. При этом часто стандарты рекомендуют применять для определения этих величин сравнения в качестве расчетной формулы весьма грубую, но простую модель.

В связи с этим, актуальной становится проблема оценки соотношения интегральных характеристик сравнения механических свойств образцов-конструкций из композиционных материалов с параметрами расчетных неоднородных полей деформаций и напряжений. Причем установочная информация для подобного моделирования может быть получена в ходе проведения базовых испытаний стандартных образцов, определяя общепринятые характеристики при растяжении, сжатии и сдвиге.

Данная работа направлена на получение данных о поведении образцов полимерных композиционных материалов при моделировании неоднородного напряженно-деформированного состояния в рабочей зоне образцов и проведение сравнительного анализа (расчетных и экспериментальных данных) характеристик сравнения при испытаниях по нетривиальным методикам. Экспериментальная часть работы выполнялась с использованием Уникальной научной установки "Комплекс испытательного и диагностического оборудования для исследования свойств конструкционных и функциональных материалов при сложных термомеханических воздействиях".

Математической моделью для проведения расчетов является структурно-феноменологическая модель деформирования и разрушения композиционных материалов [1]. В качестве характеристик сравнения используются результаты собственных экспериментов и известные справочные данные [2]. Система уравнений для описания структурно-феноменологической модели имеют вид:

$$\begin{aligned}\sigma_{ij}(r) &= 0, i, j = 1, 2, 3 \\ \varepsilon_{ij}(r) &= \frac{1}{2} (U_{i,j}(r) + U_{j,i}(r)), i, j = 1, 2, 3 \\ \sigma_{ij} &= C_{ijmn}(r) \varepsilon_{mn}, i, j = 1, 2, 3\end{aligned}$$

Для случая анизотропного материала компоненты тензора модулей упругости C_{ijmn} определяются по формулам:

$$\begin{aligned}C_{1111} &= \frac{1}{E_{22}A} \left(\frac{1}{E_{33}} - \frac{v_{23}^2}{E_{22}} \right), & C_{2222} &= \frac{1}{E_{22}A} \left(\frac{1}{E_{11}} - \frac{v_{31}^2}{E_{33}} \right), \\ C_{3333} &= \frac{1}{E_{11}A} \left(\frac{1}{E_{22}} - \frac{v_{12}^2}{E_{11}} \right), & C_{1122} &= \frac{1}{E_{33}A} \left(\frac{v_{31}v_{23}}{E_{22}} + \frac{v_{12}}{E_{11}} \right), \\ C_{1133} &= \frac{1}{E_{22}A} \left(\frac{v_{12}v_{23}}{E_{11}} + \frac{v_{31}}{E_{33}} \right); & C_{2233} &= \frac{1}{E_{11}A} \left(\frac{v_{12}v_{31}}{E_{33}} + \frac{v_{32}}{E_{22}} \right); \\ C_{2323} &= G_{23}, & C_{1313} &= G_{13}, & C_{1212} &= G_{12}, \\ A &= \frac{1}{E_{11}E_{22}E_{33}} \left(1 - 2v_{12}v_{23}v_{31} - \frac{E_{11}}{E_{33}}v_{31}^2 - \frac{E_{22}}{E_{11}}v_{12}^2 - \frac{E_{33}}{E_{22}}v_{23}^2 \right)\end{aligned}$$

Материалы, составленные из чередующихся плоских слоев, обладают неоднородностью в направлении, перпендикулярном слоям. Для композиционного материала с плоскими слоями, ортогональными оси x_3 , считается, что на всех поверхностях раздела элементов структуры осуществляется идеальный контакт, то есть $[u_i] = 0$ и

$[[\sigma_{i3}]] = 0$. Тогда в замкнутую систему уравнений входят уравнения равновесия, которые имеют лишь одно слагаемое, в котором происходит дифференцирование по оси x_3 :

$$\sigma_{i3,3} = 0$$

Геометрические соотношения, устанавливающие связь структурных деформаций и перемещений, имеют вид:

$$\varepsilon_{ij} = \langle \varepsilon_{ij} \rangle + \frac{1}{2}(u_{i,3}\delta_{i3} + u_{j,3}\delta_{j3})$$

Тогда определяющие соотношения принимают вид:

$$\sigma_{ij} = C_{ijmn}\varepsilon_{mn}$$

Граничные условия

$$\langle \varepsilon_{ij} \rangle x_j \Big|_{\Sigma} = u_i^0; \langle \sigma_{ij} \rangle n_j \Big|_{\Sigma} = S_i^0$$

эквивалентны заданию макродеформаций $\varepsilon_{ij}^* = \langle \varepsilon_{ij} \rangle$ или макронапряжений $\sigma_{ij}^* = \langle \sigma_{ij} \rangle$.

Для определения полей напряжений и деформаций было проведено численное моделирование деформирования образцов-конструкций, с различными геометрическими параметрами и условиями внешнего нагружения. Численное моделирование проводилось на основе метода конечных элементов [3] с помощью системы инженерного анализа ANSYS.

Таким образом в работе произведены постановка математической модели и её численная реализация, примеры расчетов для рабочих зон образцов-конструкций для моделей среды: эффективная изотропная среда, эффективная анизотропная среда и слоистый композит с текстурными слоями эффективной анизотропной среды.

Исследование выполнено за счет средств гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-01-00763 А) в Пермском национальном исследовательском политехническом университете.

Список литературы

1. Вильдеман В. Э., Соколкин Ю. В., Ташкинов А. А. Механика неупругого деформирования. Под ред. Ю. В. Соколкина, – М.: Наука. Физматлит, 1997. – 288 с.
2. Babushkin, A.V., Babushkina, A.V., Strungar, E.M., Staroverov, O.A., Lobanov, D.S., Temerova, M.S., Feklistova, E.V. Phenomenological characteristics structural features research obtained at fibrous plastics standard tests, Procedia Structural Integrity, 2019, V.17, P. 658-665.
3. O.C. Zienkiewicz and R.C. Taylor, The finite element method, 6th Edition, Elsevier, 2005.

СЕКЦИЯ 3

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ И ПОКРЫТИЯ

МОДИФИЦИРОВАНИЕ МЕДЬЮ PLGA МЕМБРАНАОВ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ДЛЯ ПРИДАНИЯ ИМ АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫХ СВОЙСТВ

А.Д. БАДАРАЕВ, Д.В. СИДЕЛЕВ, С.И. ТВЕРДОХЛЕБОВ

Томский политехнический университет

E-mail: ars.2010@yandex.ru

Поли(лактид-со-гликолид) (PLGA) является биodeградируемым синтетическим сополимером, который обладает высокой биосовместимостью и контролируемой скоростью деградации. Благодаря своим свойствам PLGA активно применяется в медицине в качестве материала для изготовления GTR/GBR мембран, предназначенных для регенерации тканей пародонта. Однако, такие мембраны из PLGA не обладают антибактериальными свойствами, что увеличивает вероятность возникновения инфекционных осложнений при проведении стоматологических операций с ними. Ранее нами было показано, что модифицированные медью, методом магнетронного распыления фторполимерные мембраны негативно влияют на скорость размножения бактерий *St. Aureus* [1]. Таким образом, модифицирование PLGA мембран медью, в плазме магнетронного разряда придаст им антибактериальные свойства, что позволит нивелировать риски появления инфекций при проведении операций с их использованием.

Мембраны были изготовлены из 4 % раствора сополимера поли(лактида-со-гликолида), полученного при растворении полимерных гранул (PURASORB® PLG 8523) 85/15 (Corbion Purac, Netherlands) в гексафторизопропанолe ((CF₃)₂CHOH, ПиМ-Инвест, Россия). Модифицирование PLGA мембран медью (Cu – 99,95 %) проходило в установке плазменного напыления [2] с источником питания серии APEL-M (Прикладная электроника, Томск) при следующих технологических режимах: мощность магнетрона 600 Вт; ток 1,1 А; длительность модифицирования 15,7 минут; рабочее давление в камере 0,3 Па; рабочий газ аргон (Ar – 99,99 %).

Сканирующим электронным микроскопом (СЭМ) JCM-6000Plus (Jeol, Япония) были получены СЭМ изображения при 1000× увеличении. Исследование химического состава образцов было проведено методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС), встроенного в микроскоп JCM-6000Plus. Измерения диаметров волокон и пористости ПЛГА скаффолдов были проведены в программе ImageJ 1.48 (National Institutes of Health, США), с использованием встроенного в программу плагина Diameter J v1.018 (National Institute of Standards and Technology, США), рисунок 1.

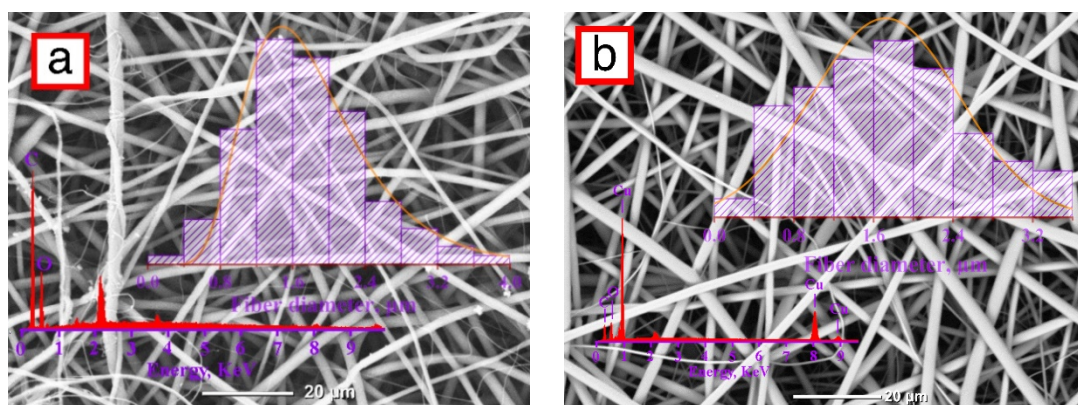


Рисунок 1 – СЭМ изображения, гистограммы распределения и ЭДС спектры образцов: а) с-PLGA (исходный); б) Cu-PLGA

Мембраны состоят из полимерных волокон, которые формируют хаотично переплетенную нетканую структуру. На ЭДС спектре контрольного образца наблюдается три рефлекса, характеризующие углерод (C), кислород (O) и золото (Au). Золото необходимо для увеличения проводимости полимерной поверхности. При модифицировании мембран медью, появляется Cu пик с относительно высокой интенсивностью. Диаметры волокон у с-PLGA и Cu-PLGA мембран составляют 1.82 ± 0.63 мкм и 1.72 ± 0.74 мкм, соответственно. Пористость у с-PLGA и Cu-PLGA мембран составляет 61 ± 5 % и 57 ± 5 %, соответственно. Модифицирование PLGA мембран медью достоверно не влияет на значения диаметров волокон и пористость. Отсутствие изменений в значении среднего диаметра волокон и пористости после плазменного модифицирования может свидетельствовать о том, что модифицирование не влияет на морфологию поверхности PLGA мембран.

Прочностные характеристики ПЛГА скаффолдов были оценены с помощью прибора Instron 3343 (Illinois Tool Works, USA), оснащенный сенсором Instron 2519-102 (Illinois Tool Works, USA), таблица 1.

Таблица 1 – Механические свойства PLGA мембран

Образец	Предел прочности, МПа	Относительное Удлинение, %	Модуль Юнга, МПа
с-PLGA	3.3 ± 0.3	260 ± 25	80 ± 10
Cu-PLGA	3.5 ± 0.1	230 ± 10	95 ± 1

После модифицирования исходного PLGA скаффолда, значения предела прочности, относительного удлинения и модуля Юнга достоверно не изменяются. Это может быть связано с сохранением морфологии и поверхностной структуры с-PLGA после его плазменного модифицирования.

Антибактериальная активность была оценена в соответствии с ISO 20732:2013. Суспензия с St. Aureus (ATCC 25923) была нанесена на поверхность образцов размерами 10×10 мм, таблица 2.

Таблица 2 – Антибактериальные свойства PLGA мембран

Образец	Количество бактерий (0 ч), КОЕ $\times 10^4$ /мл	Количество бактерий (24 ч), КОЕ $\times 10^7$ /мл	Антибактериальная Активность (A)
с-PLGA	1.9 ± 0.4	6.0 ± 1.0	-
Cu-PLGA	1.8 ± 0.2	0.18 ± 0.1	1.51

PLGA мембрана, модифицированный только медью, обладает значительной антибактериальной активностью ($A > 1.0$), количество бактерий на Cu-PLGA меньше на ~ 97 %, по сравнению с с-PLGA.

Модифицирование медью позволяет придать PLGA мембране существенные антибактериальные свойства и при этом сохранить морфологию поверхности и механические свойства исходной PLGA мембраны. Таким образом, Cu-PLGA мембрана сможет успешно применяться в медицине для профилактики инфекционных осложнений в ротовой полости.

Список литературы

1. Badaraev A. D., Koniaeve A., Krikova S. A. и др. Piezoelectric polymer membranes with thin antibacterial coating for the regeneration of oral mucosa // Applied Surface Science. – 2020. – Т. 504. – С. 144068.
2. Sidelev D. V., Bleykher G. A., Bestetti M. и др. A comparative study on the properties of chromium coatings deposited by magnetron sputtering with hot and cooled target // Vacuum. – 2017. – Т. 143. – С. 479–485.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

²М.С. ВОРОБЬЁВ, ²Т.В. КОВАЛЬ, К.Т. АШУРОВА^{1,2}

¹Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники

²Институт сильноточной электроники СО РАН

E-mail: 11k.ashurovak@gmail.com

Обработка поверхности материалов интенсивными электронными пучками является перспективной технологией, поскольку позволяет значительно повысить механические, трибологические, физико-химические и многие другие свойства материалов за счет воздействия высококонцентрированными потоками энергии на поверхность материала. В том числе для облучения поверхности различных неорганических материалов используются источники электронов с плазменным катодом [1]. Одним из таких источников с сетчатым плазменным катодом на основе дугового разряда низкого давления является источник электронов «СОЛО», позволяющий генерировать пучок током 20 – 300 А, энергией электронов 5 – 25 кэВ, с длительностью импульса 20-200 мкс при плотности энергии в импульсе до 100 Дж/см² [2]. Одним из главных преимуществ применения данных источников является их способность регулировать параметры пучка в широких пределах и независимо друг от друга. Используя данную возможность источника «СОЛО», были проведены эксперименты, направленные на генерацию электронного пучка с контролируемо изменяемой мощностью в течение его импульса. Основной задачей данной работы является теоретическое исследование возможности управления температурой поверхности при контролируемом изменении плотности мощности в течение импульса, а также численное моделирование и сравнение с экспериментом тепловых процессов при таком воздействии, происходящих в поверхностном слое материала при его облучении интенсивным импульсным электронным пучком.

Для проведения экспериментов по измерению температуры поверхности металла с помощью высокоскоростного инфракрасного пирометра Kleiber KGA 740-LO использовались методы и подходы, хорошо описанные в работе [3]. Однако в данной работе в качестве модифицируемого материала выступала сталь 20Х13, а схема электропитания плазменного катода позволяла изменять амплитуду тока разряда прямо во время импульса по заранее заданному закону.

Влияние динамики плотности мощности на температуру материала можно показать рассматривая решение уравнения теплопроводности для полубесконечного тела с поверхностным источником ($-\lambda \partial T / \partial z|_{z=0} = q\varphi(t)$) плотности мощности $q\varphi(t)$:

$$T(z, t) = [q(a^{1/2}/\lambda) \int_0^t \varphi(t - \xi) \xi^{-1/2} \exp(-z^2/4a\xi) d\xi,$$

где a и λ -коэффициенты температур- и теплопроводности.

Для ступенчатой функции:

$$\varphi(t) = \begin{cases} \varphi_1, & t < t_1, \\ \varphi_2, & t_1 < t < t_2, \\ \varphi_{13}, & t_2 < t < \tau \end{cases} \quad (1)$$

температура поверхности меняется со временем соответственно

$$T(0, t) = [2q(a)^{1/2}/\lambda(\pi)^{1/2}] \begin{cases} \varphi_1(t)^{\frac{1}{2}}, & t < t_1, \\ \varphi_1(t_1)^{\frac{1}{2}} + \varphi_2(t)^{\frac{1}{2}} & t_1 < t < t_2, \\ \varphi_1(t_1)^{\frac{1}{2}} + \varphi_2(t_2)^{\frac{1}{2}} + \varphi_3(t)^{\frac{1}{2}}, & t_2 < t < \tau \end{cases} \quad (2)$$

Из формулы (2) следует, что температура $T(0, t)$ зависит от вида функции (1) и теплофизических характеристик мишени, что позволяет управлять динамикой температуры поверхности с помощью изменения плотности мощности электронного пучка.

Изменение температурного поля при воздействии интенсивного электронного пучка определяется методом прогонки и с применением математического пакета MATLAB.

На рисунке 1, а показана зависимость плотности мощности электронного пучка на мишени от времени, а на рисунке 1, б показаны расчетная и экспериментально измеренная температура поверхности. Численное решение уравнения теплопроводности проведено с учетом зависимостей теплофизических коэффициентов $K(T)$ от температуры [3].

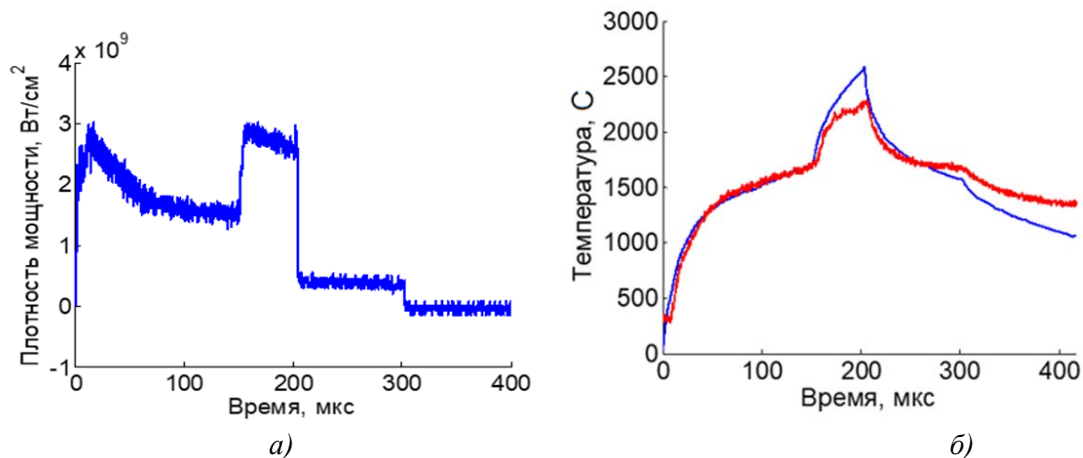


Рисунок 1 – Зависимость плотности мощности электронного пучка на мишени от времени (а); зависимость плотности мощности электронного пучка на мишени от времени (б). Расчетная (синяя линия) и экспериментальная (красная линия) температура поверхности

Отличие экспериментальной зависимости $T(t)$, рисунок 1, от расчетной при максимальной температуре связано с влиянием продуктов распыления образца, как на экспериментальные измерения, так и на электронный пучок. Площадка на температурной кривой связана с кристаллизацией. Одной из причин отличия расчетной и экспериментальной скорости охлаждения после 300 мкс может быть изменение структуры и теплофизических характеристик поверхностного слоя образца при высокоэнергетическом воздействии.

Экспериментально и теоретически показана возможность управления температурой поверхности образца путем изменения плотности мощности электронного пучка в течение импульса. Численное моделирование тепловых процессов при воздействии импульсного интенсивного электронного пучка с мишенью из стали 20Х13 показало удовлетворительное совпадение расчетных значений с экспериментальными данными, что в ближайшей перспективе позволит более прецизионно подобрать технологические параметры облучения других материалов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект № 20-79-10015.

Список литературы

1. Бугаев С.П., Крейнделъ Ю.Е., Щанин П.М. // Электронные пучки большого сечения. М.: Энергоатомиздат, 1984, 112 с.
2. Devyatkov V.N., Koval N.N., Schanin P.M., Grigoryev V.P., Koval T.B. // Laser and Particle Beams, 2003, Vol. 21, No. 2, p. 243-248. DOI: 10.1017/S026303460321212X.
3. Коваль Т.В., Тересов А.Д., Чан Ми Ким Ан, Москвин П.В. Экспериментальное и численное исследование импульсного воздействия электронного пучка на металлические мишени // Плазменная эмиссионная электроника. Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2018. – 238 с.

ПОВЕДЕНИЕ КРЕМНИЙ-УГЛЕРОДНЫХ ПЛЁНОК НА НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ МАРКИ AISI 316L

А.С. ГРЕНАДЁРОВ¹

¹Институт сильноточной электроники СО РАН

E-mail: 1711Sasha@mail.ru

Кремний-углеродные пленки являются разновидностью алмазоподобных материалов и представляет собой две взаимопроникающих структуры $a\text{-C:H}$ и SiO_x . В литературе такие плёнки именуются алмазоподобный наноккомпозит (diamond like carbon), алмазоподобный углерод, легированный кремнием или SiO_x фазой (DLC:Si , DLC:SiO_x) или $a\text{-C:H:SiO}_x$ плёнки [1-3]. Включение кремния в алмазоподобную структуру приводит к снижению уровня внутренних напряжений, что сказывается на повышении адгезионной прочности ко многим типам подложек (керамика, металлы, сплавы и т.д.). Кроме этого, добавка кремния способствует улучшению медико-биологических свойств. В ряде работ показано, что наличие кремния в структуре алмазоподобных плёнок приводит к снижению адгезии тромбоцитов, пролиферации эндотелиальных и остеобластных клеток [4-6].

В настоящей работе мы осуществляли нанесение $a\text{-C:H:SiO}_x$ плёнок на нержавеющую сталь марки AISI 316L с целью повышения механических и трибологических свойств. В качестве метода получения использовался плазмохимический процесс в смеси аргона и паров полифенилметилсилоксана. Более подробно процесс нанесения описан в нашей работе [7].

На рисунке 1 представлены изображения поверхности исследуемых образцов, полученные с помощью растрового электронного микроскопа. Слева представлено изображение исходной поверхности перед нанесением $a\text{-C:H:SiO}_x$ плёнки, а справа после её нанесения. Из рисунка 1 можно заметить, что плёнка повторяет рельеф поверхности. В обоих случаях на поверхности наблюдаются микроцарапины, полученные в процессе механической полировки. Тем не менее, на поверхности полученной $a\text{-C:H:SiO}_x$ пленки отслоений и растрескиваний обнаружено не было.

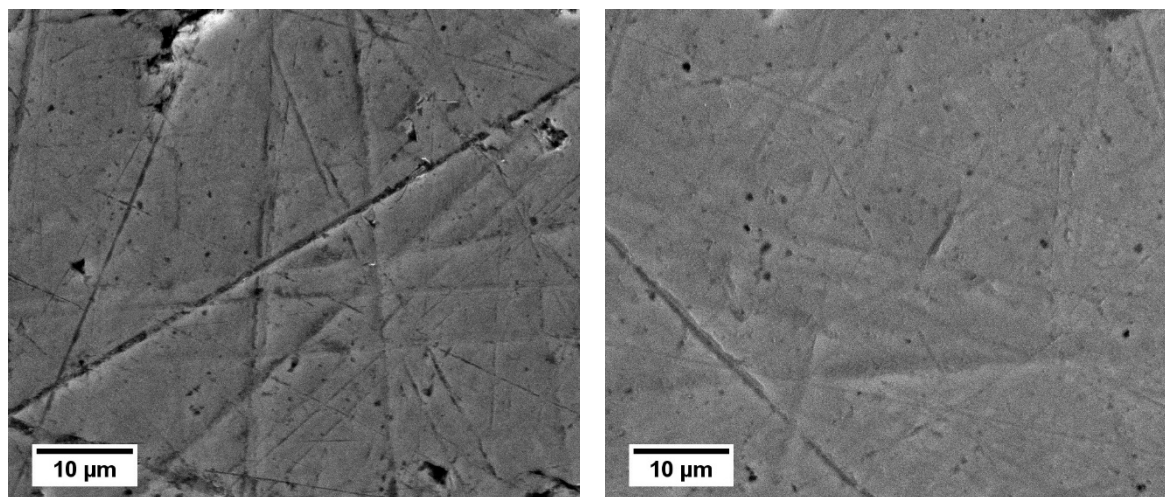


Рисунок 1 – СЭМ изображения исходного образца стали марки AISI 316L (слева) и после нанесения $a\text{-C:H:SiO}_x$ пленки (справа)

Исследуемые образцы подвергались механическим и трибологическим испытаниям. Для определения твердости и модуля упругости использовался наноиндентор Nanotest 600 производства Великобритания. При нагрузке на индентор 10 мН твердость исходного образца составила 5,5 ГПа, а модуль упругости 191 ГПа. Таким образом, индекс пластичности (H/E) и сопротивление пластической деформации (H^3/E^2) составили 0,029 и

4,5 МПа. После нанесения а-С:H:SiO_x плёнки твердость, при той же нагрузке на индентор, повысилась до 15 ГПа, а модуль упругости снизился до 152 ГПа. Соответственно Н/Е и Н³/Е² составили 0,099 и 146 МПа. Трибологические испытания проводились с использованием трибометра производства Франции в геометрии шар-диск. В качестве контртела использовался шарик из сплава ВК-8 диаметром 6 мм. Испытания проводились при комнатной температуре 25±3°C и относительной влажности 50±10%. Скорость вращения диска составляла 25 мм/с, нагрузка 3 Н. Было показано, что нанесение а-С:H:SiO_x плёнки приводит к снижению скорости износа с 3,7·10⁻⁵ мм³/Н·м до 7,9·10⁻⁷ мм³/Н·м, а также коэффициента трения с 0,72 до менее 0,08.

Таким образом, было показано, что нанесение а-С:H:SiO_x плёнки на нержавеющую сталь марки AISI 316L приводит к повышению ее механических и трибологических свойств, что важно при использовании в медицинских имплантатах. Результаты медико-биологических исследований данных плёнок будут приводиться в следующих работах.

Список литературы

1. Meskinis S. and Tamuleviciene A. Structure, Properties and Applications of Diamond Like Nanocomposite (SiO_x Containing DLC) Films: A Review // Materials science. – 2011. – V. 17. – №4. – P. 358-370.
2. Koshigan K., Mangolini F., McClimon J.B. et al Understanding the Hydrogen and Oxygen Gas Pressure Dependence of the Tribological Properties of Silicon Oxide-Doped Hydrogenated Amorphous Carbon Coatings // Carbon. – 2015. – V. 93. – P. 851-860.
3. Pimenov S.M., Zavedeev E.V., Arutyunyan N.R., Presniakov M.Yu., Zilova O.S., Shupegin M.L., Jaeggi B., Neuenschwander B. // Femtosecond-laser-ablation induced transformations in the structure and surface properties of diamond-like nanocomposite films // Applied Surface Science. – 2020. – V. 509. – Article ID 144907.
4. Bociaga D., Sobczyk-Guzenda A., Szymanski W. et al. / Mechanical properties, chemical analysis and evaluation of antimicrobial response of Si-DLC coatings fabricated on AISI 316 LVM substrate by a multi-target DC-RF magnetron sputtering method for potential biomedical applications // Applied Surface Science. – 2017. – V. 417. – P. 23-33.
5. Bociaga D., Kaminska M., Sobczyk-Guzenda A. et al. / Surface properties and biological behaviour of Si-DLC coatings fabricated by a multi-target DC–RF magnetron sputtering method for medical applications // Diamond and Related Materials. – 2016. – V. 67. – P. 41-50.
6. Okpalugo T.I.T., Murphy H., Ogwu A.A. et al. / Human Microvascular Endothelial Cellular Interaction With Atomic N-Doped DLC Compared With Si-Doped DLC Thin Films // HUMAN MICROVASCULAR ENDOTHELIAL CELLULAR INTERACTION. – 2006. – P. 222-229.
7. Grenadyorov A.S., Solovyev A.A., Oskomov K.V., Oskirko V.O. / Effect of the plasma confinement on properties of а-С:H:SiO_x films grown by plasma enhanced chemical vapor deposition // Journal of Vacuum Science & Technology A. – 2019. – V. 37. – P. 061512.

СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ ГАЗОТЕРМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ ИЗ РАЗЛИЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

ГУЙЛИНЬ МА¹, Б.С. ЗЕНИН¹

¹ Томский политехнический университет

E-mail: maguilin1996@gmail.com

При напылении возникает взаимодействие между напыляемыми частицами и поверхностью основы (адгезия) и между напыляемыми частицами и частицами уже нанесенного слоя (когезия). В настоящее время нет единого термина, оценивающего силу

связи между основным металлом и покрытием, отнесенную к единице их общей поверхности. Наиболее часто для оценки прочности используют такие понятия, как «адгезия», «адгезионная прочность», «прочность сцепления покрытия с основой», «адгезионная прочность соединения с основой». Такая неопределенность в терминологии для одной из важнейших характеристик покрытия порождает неоднозначное толкование данных как в специальной литературе, так и в технологической документации при исследовании свойств покрытий в производственных условиях [1].

Более правильным термином, оценивающим удельную силу связи между покрытием и основой, является «прочность сцепления покрытия с основным металлом», или прочность сцепления. Соответственно, прочность покрытия пропорциональна его адгезионной и когезионной прочности. Разрушение покрытия может происходить, если внешние нагрузки или остаточные напряжения превысят его прочность. В случае превышения адгезионной прочности будет иметь место отслоение покрытия, когезионной прочности – растрескивание или отделение слоев покрытия.

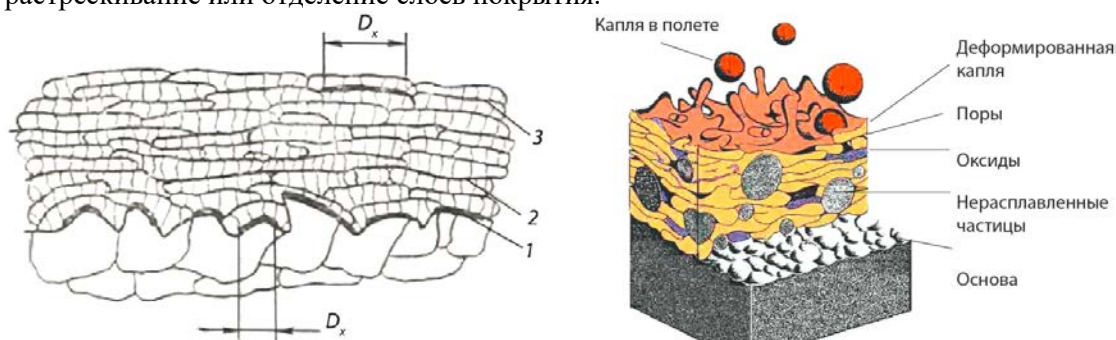


Рисунок 1 – Схема структуры покрытия (слева) и формирования покрытия (справа):
1 – граница между покрытием и подложкой; 2 – граница между слоями; 3 – граница (контактная поверхность между частицами; D_x – диаметр участка контакта, на котором произошло приваривание частицы)

Формирования прочного контакта при газотермическом напылении определяющей является стадия процесса химического взаимодействия, обусловленная физическим контактом при ударе и деформации частиц. Прочность сцепления (адгезионная и когезионная) определяется температурой частиц, скоростью давлением и зоне контакта) и длительностью химического взаимодействия. Исходя из кинетики топохимических реакций, скорость образования химических связей в напыленном контакте можно записать в виде

$$\frac{\sigma(T_k, \tau_0)}{\sigma(\max)} = -\exp \left[-\frac{\nu \tau_0}{\exp \left(\frac{E_a}{k T_k} \right)} \right]$$

где $\sigma(\max)$ – максимально возможная прочность сцепления при напылении данной пары материалов, определяющая уровень нормирования; $\sigma(T_k, \tau_0)$ – реальная прочность сцепления, достигнутая за время; T_k – температура в зоне контакта, К; ν – максимальная частота колебаний атомов твёрдого тела (зависит от температуры Дебая), E_a – энергия активации, который следует преодолеть энергетические барьеры.

Ниже использованы формулы относительной адгезии для расчета прочности сцепления покрытия с основой. Рассмотрены адгезии и когезии для разных систем металл-металл и металл-сталь 20 и сравнены их величины прочности сцепления с помощью теоретического расчета.

Согласно предыдущему исследованию для системы Ni-Ст20, из рисунка 2 видно, что при скорости 300 м/с большие количества напыляемых частиц могут участвовать в реакции

и получать высокое качественное покрытие и лучшую относительную адгезию. Следующие условия реакции: скорость напыляемых частиц 300 м/с и температура подложки 300 К. Выбраны заданные металлические частицы: Zn, Al, Cu, Ni, Mo, W и подложка Ст20. изучены и сравнены их степени реакции для разных систем (металл-металл и металл-сталь 20).

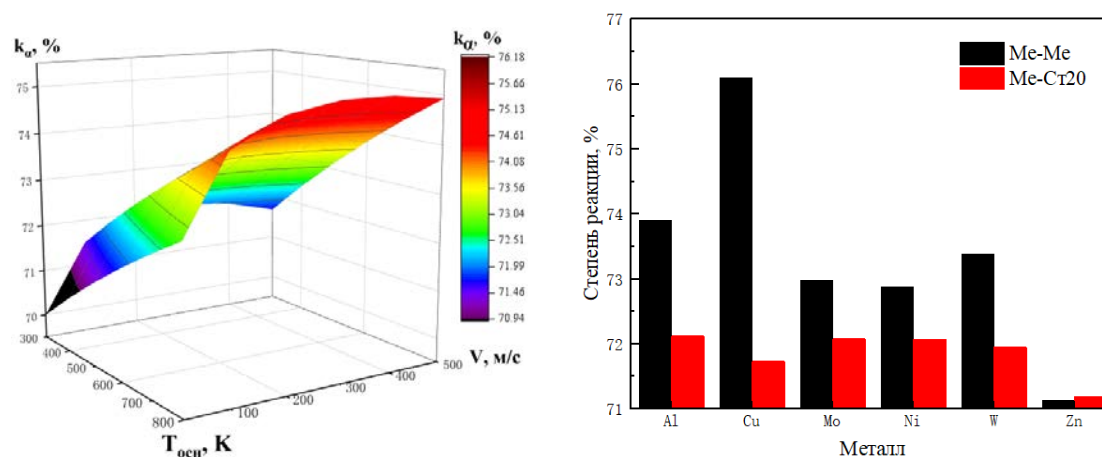


Рисунок 2 – Трехмерное изображение Ni-Ст20 и сравнительная гистограмма степени реакции для разных систем металл-металл и металл-сталь 20

Список литературы

1. Коробов, Ю.С., Анализ свойств газотермических покрытий: в двух частях: Часть 2. Оценка параметров покрытий: учебное пособие. – Е.: Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, 2016. – 92с.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТЕПЕНИ ГИДРОФИЛЬНОСТИ ПЛЁНОК НА ОСНОВЕ ПОЛИМОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ МОДИФИЦИРОВАННЫХ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМОЙ ПОСЛЕ СТЕРИЛИЗАЦИИ γ -ЛУЧАМИ

Н.М. ИВАНОВА¹, Е.О. ФИЛИППОВА¹

¹ Томский политехнический университет

E-mail: ivanovanina91@mail.ru

Разработка материалов, биосовместимых с живой тканью организма на сегодняшний день является уникальным направлением. Благодаря своей способности к деградации в организме человека и высокой биосовместимости полимолочная кислота (ПМК), получила широкое распространение в области медицины и офтальмологии в качестве подложек и скаффолдов для доставки и высвобождения лекарств, предназначенных для регенерации тканей роговицы [1]. На сегодняшний день, ПМК рассматривается в роли кератоимплантата для лечения буллезной кератопатии. В основе заболевания лежит повреждение эндотелиального слоя роговицы, гидратация стромы, и, как следствие, нарушение прозрачности роговой оболочки и снижение зрения [2].

Однако, системы и имплантаты изготовленные на основе ПМК обладают рядом недостатков, таких как гидрофобность и низкая поверхностная энергия, что обуславливает плохую смачиваемость и ограничивает их применение. Наиболее простым решением данной проблемы является модифицирование поверхности полимеров атмосферной низкотемпературной плазмой, которая позволяет безопасно и эффективно изменить

поверхностную энергию и увеличить гидрофильность полимеров без изменения их объемных свойств и применения токсических веществ [3].

Однако, существуют опасения потери приобретенных в ходе модификации низкотемпературной плазмой свойств материала после обязательной процедуры стерилизации, требуемой для профилактики передачи возбудителей инфекции. В настоящее время имеется ряд методов стерилизации изделий на основе полимерных материалов, в частности, материалы на основе ПМК согласно ГОСТ Р ИСО 11137–2000 рекомендуется стерилизовать γ -излучением радионуклида ^{60}Co .

Целью данного исследования являлось изучение совместного воздействия низкотемпературной плазмы и γ -излучения на степень смачивания поверхности пленок на основе ПМК предназначенных для использования их в качестве материала корнеальных имплантатов для лечения буллезной кератопатии.

Материалы и методы исследования: Исходные образцы плёнок были получены из 1% -го раствора полимолочной кислоты ($M_w=121000$ г/моль (PURASORB® PL 10) в трихлорметане (CHCl_3) (Экрос). Готовый раствор в количестве 10г выливался в чашки Петри, которые помещались в вытяжной шкаф до полного испарения растворителя (72 часа), после чего сформированные полимерные плёнки удалялись из чашки с помощью дистиллированной воды и пинцета. Полученные плёнки для удаления остаточного растворителя помещались в вакуумную камеру при давлении 10^{-3} Торр и температуре 25°C на 24 часа. Толщина плёнок определялась с помощью оптиметра «ИКВ-3» и составила $(15,0 \pm 0,1)$ мкм.

Модифицирование поверхности плёнок производилось с помощью установки низкотемпературной плазмы при атмосферном давлении (ТПУ). Напряжение – 25 кВ, частота – 5 кГц, плотность мощности – 2 Вт/см^2 . Плотность мощности составляла величину 2 Вт/см^2 . Время обработки составляло 30, 60 и 90 секунд.

Стерилизация осуществлялась с использованием гамма-установки «Исследователь №52» с источником радионуклида ^{60}Co . Экспозиционная доза γ -излучения – 1 кГр (Si, кремний).

Величина краевого угла смачивания измерялась методом сидячей капли с помощью прибора «KRÜSS Easy Drop DSA 20» при комнатной температуре (25 ± 2) $^\circ\text{C}$. В исследовании использовались три жидкости: деионизованная вода (θ_B), глицерин (θ_G) и N-гексан (θ_N). На образец наносилось пять капель жидкости, объемом 3 мкл. Точность измерения контактного угла $\pm 0,1^\circ$. Свободную поверхностную энергию (СЭП) (σ) рассчитывали методом Оуэнса-Вендта-Рабел-Кэлби (ОВРК) [4].

Результаты. Анализ данных смачиваемости поверхности плёнок ПМК показал, что после γ – стерилизации излучением радионуклида ^{60}Co изменений контактного угла практически не наблюдается. Совместное воздействие на поверхность образцов γ – излучением и низкотемпературной плазмой приводит к уменьшению контактного угла для случая воды, на 13° - 15° (9-11%) (рисунок 1а). Данные о СЭП демонстрируют её увеличение приблизительно на 28% за счет роста полярной составляющей, что может быть связано с ростом концентрации кислород-и азотсодержащих полярных радикалов (таких как NO, OH) и промежуточных соединений на поверхности в результате протекания химических реакций при обработке плёнки ПМК низкотемпературной плазмой, которые приводят к повышению смачиваемости полимера [5].

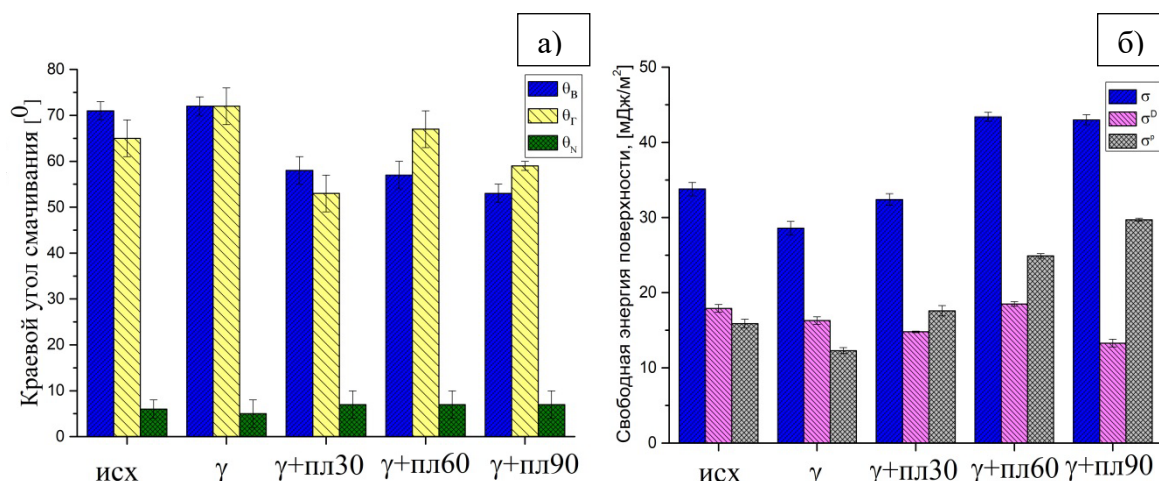


Рисунок 1 - (а) Значения краевого угла смачивания и (б) свободная поверхностная энергия (σ) внутренней стороны поверхности исходных пленок ПМК, а также после γ -стерилизации и совместного её воздействия на модифицированную поверхность низкотемпературной плазмой в течение 30 сек, 60 сек и 90 сек, где (σ^D) - дисперсионная и (σ^P) - полярная составляющие поверхностной энергии

Заключение. Комбинированное воздействие γ – излучения и низкотемпературной плазмы атмосферного давления на поверхность плёнок ПМК приводит гидрофилизации поверхности, за счет образования полярных функциональных групп.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №20-08-00648.

Список литературы

1. de la Mata A. et al. Poly-l/dl-lactic acid films functionalized with collagen IV as carrier substrata for corneal epithelial stem cells // Colloids and Surfaces B: Biointerfaces. – 2019. – Т. 177. – С. 121-129.
2. Ivanova N. M. et al. Polylactic Acid Thin Films Properties after Steam Sterilization // Inorganic Materials: Applied Research. – 2020. – Т. 11. – С. 377-384.
3. Chu P. K. et al. Plasma-surface modification of biomaterials // Materials Science and Engineering: R: Reports. – 2002. – Т. 36. – №. 5. – С. 143-206.
4. Wu S. Polymer interface and adhesion. – New York: M. Dekker, 1982. – 621 с.
5. Khorasani M.T., Mirzadeh H., Irani S. Plasma surface modification of poly (L-lactic acid) and poly (lactic-co-glycolic acid) films for improvement of nerve cells adhesion // Radiation Physics and Chemistry. – 2008. – Т.77. – №.3. – С.280-287.

ФОРМИРОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА В МИКРОДУГОВЫХ Zn-Si-СОДЕРЖАЩИХ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ БИОПОКРЫТИЯХ

Е.А. КАЗАНЦЕВА^{1,2}, Е.Г. КОМАРОВА¹, М.А. ХИМИЧ^{1,2}

¹Томский государственный университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: kati10_95@mail.ru

Влияние микроэлементов на биологическую роль биоматериалов в последнее время стало важной темой в области исследований формирования костной ткани и эссенциальных элементов организма. Исследования *in vitro* [1] показали, что цинк (Zn) и кремний (Si) являются важными микроэлементами, стимулирующими адгезию, пролиферацию и

дифференцировку остеобластов, а также ингибирование активности остеокластов (резорбции костей). По этим причинам включение Zn и Si в состав биоактивных кальцийфосфатных (КФ) и других керамических материалов, стекол, покрытий и др. потенциально может стимулировать образование костной ткани. Микродуговое оксидирование (МДО), также называемое плазменным электролитическим оксидированием, является широко используемым методом получения КФ покрытий, в том числе легированных эссенциальными элементами, на поверхности вентильных металлов (Ti, Zr, Nb, Mg, Al и др) и их сплавов, и обладающих широким спектром физических и химических свойств.

Синтез Zn-Si-КФ покрытий проводили методом МДО на образцы пластинчатой формы с размерами $10 \times 10 \times 1$ мм из технически чистого титана марки BT1-0 по схеме, описанной в работе [2] при варьировании величины импульсного напряжения от 200 до 400 В. Для нанесения покрытий был выбран электролит следующего состава: H_3PO_4 (30%-ный раствор), CaCO_3 (100 г/л) и Zn-Si-замещенный гидроксиапатит ($\text{Ca}_{9.5}\text{Zn}_{0.5}(\text{PO}_4)_{5.5}(\text{SiO}_4)_{0.5}(\text{OH})_2$, 60 г/л) [2]. Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили на дифрактометре Shimadzu XRD 6000 в геометрии Брэгга-Брентано в излучении Cu-K α в диапазоне углов $2\theta = 10-80^\circ$, с шагом сканирования $0,02^\circ$, временем экспозиции 3 с.

В работе [2] было показано что ключевым параметром МДО, влияющим на свойства покрытий, является величина приложенного напряжения, которая варьировалась в диапазоне 200-400 В. Повышение импульсного напряжения сопровождается увеличением интенсивности микродуговых разрядов, в результате чего увеличиваются толщина ($45 \div 135$ мкм), шероховатость ($Ra = 2,5 \div 8,5$ мкм), поверхностная пористость ($20 \div 40\%$) и размеры элементов структуры (сферы ($d_s = 16,4-27,9$ мкм), поры ($d_p = 4,6-7,9$ мкм). С повышением напряжения структурные элементы на поверхности покрытий частично разрушаются, и формируются пластинчатые кристаллы ($0,5-15,0$ мкм) в разрушенных полусферах, а в структуре покрытий образуются локальные макропоры.

Установлено, что Zn-Si-КФ покрытия, нанесенные при низких напряжениях 200-250 В, содержат преимущественно аморфную фазу с небольшой долей кристаллической фазы CaHPO_4 (<10 об.%) (рис.1 а). Кроме того, в Zn-Si-КФ покрытиях, осажденных при низких напряжениях, была обнаружена кристаллическая фаза α -Ti, соответствующая материалу подложки. Следует отметить, что наблюдаемое на рентгенограммах диффузное гало на углах $2\theta = 10-35^\circ$ может соответствовать аморфным КФ соединениям покрытия, которые имеют более высокую скорость биорезорбции, по сравнению с кристаллическими к [3]. В то время как покрытия, сформированные при высоких напряжениях 300 – 400 В, имеют аморфно-кристаллическую структуру с долей кристаллических фаз CaHPO_4 , α - и β - $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ до 60 об.%. Образование этих кристаллических фаз в Zn-Si-КФ покрытиях связано с рекристаллизацией аморфного КФ вещества происходящего в результате повышения температуры электролита при повышении импульсного напряжения. Так же повышение напряжения процесса МДО приводит к увеличению количества Ca и P в покрытиях, тогда как количество элементов-заместителей Zn и Si остается неизменным ($<0,2$ ат.%).

Zn-Si-КФ покрытия, осажденные при высоких напряжениях (300-400 В), характеризуются внутренней градиентной поровой структурой, со сферами и разрушенными полусферами на поверхности [1], что может указывать на неоднородный по толщине фазовый состав. В связи с этим был исследован фазовый состав Zn-Si-КФ покрытий, сформированных при импульсном напряжении 350 В с толщиной 35, 70 и 125 мкм. На рис.1 б видно, что Zn-Si-КФ покрытия с толщиной 35 мкм находятся преимущественно в рентгеноаморфном состоянии, однако на рентгенограммах наблюдаются слабоинтенсивные рефлексы кристаллической фазы CaHPO_4 , и более интенсивные рефлексы фазы α -Ti, соответствующие материалу подложки. При увеличении толщины покрытия до 70 мкм, на рентгенограммах так же наблюдаются слабоинтенсивные рефлексы фазы CaHPO_4 , однако снижается интенсивность рефлексов фазы α -Ti. Наиболее интенсивные рефлексы кристаллических фаз CaHPO_4 , α - и β - $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ присутствуют на

рентгенограмме Zn-Si-КФ покрытия с толщиной 125 мкм. Это может быть связано с формированием на поверхности покрытий пластинчатых кристаллов, типичной для фазы CaHPO_4 .

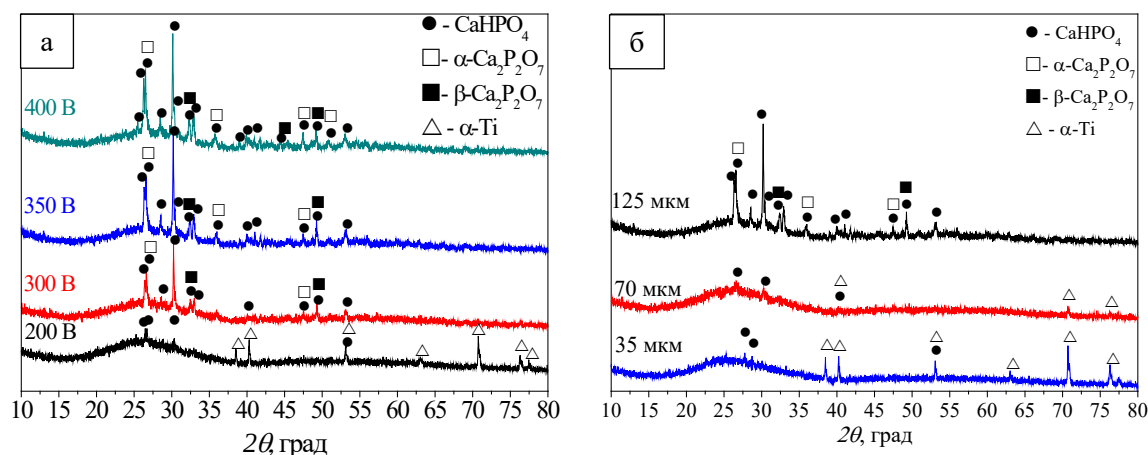


Рисунок 1 – Рентгенограммы Zn-Si-КФ покрытий, нанесенных при различных приложенных напряжениях (а), нанесенных при напряжении 350 В с различной толщиной (б)

Таким образом, установлено, что Zn-Si-КФ покрытия, синтезированные при низких напряжениях процесса МДО (200-250 В) находятся в рентгеноаморфном состоянии. Повышение импульсного напряжения до 300-400 В приводит к формированию неоднородной структуры изменяющейся с ростом толщины от рентгеноаморфной до аморфно-кристаллической, с долей кристаллических фаз CaHPO_4 , α - и β - $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ до 60 об.%.

Работа выполнена при финансовой поддержке программы фундаментальных исследований ИФПМ СО РАН, проект III.23.2.5

Список литературы

1. Z. Zhang, B. Gu, W. Zhang et.al. The enhanced characteristics of osteoblast adhesion to porous Zinc-TiO₂ coating prepared by plasma electrolytic oxidation // Applied Surface Science. -2012. –V. 258. – P. 6504-6511.
2. E. G. Komarova, E. A. Kazantseva, M.V. Chaikina et.al. Morphological and structural features of micro-arc Zn-Si-containing calcium phosphate coatings // Materials Today: Proceedings. – 2020. – V. 25. – P. 439-442.
3. Комарова Е.Г. Закономерности формирования структуры и свойств микродуговых покрытий на основе замещенных гидроксиапатитов на сплавах титана и ниобия: дис. ... канд. тех. наук / Е.Г. Комарова. – Томск, 2017. – 190 с.

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА НА ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ МЕТОДОМ ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО- ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ

Н.А. КИСЕЛЕВА, И.Ю. ПЕТРОВ, А.А. РУКТУЕВ

Новосибирский государственный технический университет

E-mail: janny_xg9@mail.ru

В последние годы активно проводятся исследования в области многокомпонентных сплавов с эквиатомным или близким к эквиатомному составом [1] – высокоэнтропийных сплавов. Такие сплавы являются прорывом в области физической металлургии, поскольку традиционные сплавы, как правило, основаны на одном основном компоненте (стали, алюминиевые сплавы, и т.д.). Проведенные исследования высокоэнтропийных сплавов показали, что этот класс материалов может обладать уникальным комплексом свойств и найти свое применение в областях, где необходима высокая прочность, твердость, износостойкость или жаропрочность. Данные особенности позволяют рассматривать высокоэнтропийные сплавы как материалы, перспективные для создания защитных функциональных покрытий. В данной области ведется большое количество работ, однако большая их часть направлена на исследования тонких пленок, полученных, например, методом магнетронного напыления. Однако более целесообразно с технологической точки зрения формировать покрытия большой толщины (от 0,5 мм). К методам формирования таких покрытий можно отнести различные виды термического напыления, лазерную наплавку, дуговую наплавку и электроннолучевую наплавку. Другим активно развиваемым направлением в настоящее время являются аддитивные технологии, одно из направлений которых подразумевает использование электронно-лучевых 3D-принтеров [2]. Таким образом, целью данной работы являлось изучение закономерностей формирования методом вневакуумной электронно-лучевой обработки материалов с защитными слоями на основе высокоэнтропийных сплавов. В данной работе были получены слои системы CoCrCuFeNi на поверхности стали 20. В литературе отмечается [3], что сплав подобного состава имеет ГЦК структуру, и является перспективным для применения при повышенных температурах.

Формирование слоев проводили в Институте ядерной физики им Г.И. Будкера СО РАН на ускорителе ЭЛВ-6, модифицированном для возможности вывода электронного пучка в атмосферу. Энергия электронов в пучке составляет 1,4 МэВ. Для получения слоев использовали смесь, состоящую из технически чистых порошков Co, Cr, Cu, Ni. Порошковую смесь смешивали с порошком CaF_2 , использованным в качестве флюса, в пропорции 70:30 по массе ($\text{CoCrCuNi}:\text{CaF}_2$) и наносили на поверхность заготовки из стали 20. Далее заготовка с порошковой насыпкой поступательно перемещалась под сканирующим электронным пучком. Железо, необходимое для формирования наплавленного слоя требуемого элементного состава, поступало в ванну расплава за счет плавления материала основы. В ходе экспериментов варьировали количеством порошка, наносимого на заготовку, током пучка электронов, скоростью движения заготовки под пучком. Ток пучка и скорость движения заготовки непосредственно влияют на количество вводимой энергии. Количество порошка, наносимое на заготовку, влияет на соотношении энергии выделяющейся в порошковой насыпке и материале основы. В таблице 1 представлены экспериментальные режимы наплавки.

Качество полученных образцов оценивали визуально, а также измеряли толщину сформированного слоя и его состав. Методом энергодисперсионного анализа на растровом электронном микроскопе выявлено, что наиболее близкие к требуемому эквиатомному составу оказались наплавленные слои, полученные по режимам 3 и 5. Режимы 1, 2, 4 и 6 обеспечивают чрезмерное плавление материала основы, что приводит к формированию слоев с содержанием железа 30 – 75 ат. %. Режимы 7 и 8, наоборот, не обеспечивают необходимую глубину плавления материала основы. Элементный состав и толщина наплавленных слоев, полученных по режимам 3 и 5 представлены в таблице 2.

Таблица 1 – Режимы наплавки порошковой смеси

№ режима	Порошки металлов	Флюс	Плотность насыпки, г/см ²	Ток пучка, мА	Скорость движения заготовки
1	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,45	25	15
2	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,45	22	15
3	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,45	20	15
4	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,6	25	15
5	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,8	25	15
6	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,6	22	15
7	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,8	22	15
8	CoCrCuNi 70 %	CaF ₂ 30 %	0,45	25	20

Таблица 2 – Средний элементный состав и толщина наплавленных слоев

№ режима	Co, ат. %	Cr, ат. %	Cu, ат. %	Fe, ат. %	Ni, ат. %	Толщина, мм
3	20,08	21,33	19,84	18,80	19,95	0,89
5	20,68	22,10	20,18	16,32	20,72	1,24

Типичная структура наплавленных слоев представлена на рисунках 1 а, б. Четко выявляется дендритное строение наплавленных слоев. Элементный анализ позволил установить, что междендритное пространство обогащено медью. Рентгенофазовые исследования показали, что структура покрытий представлена ГЦК твердым раствором, рисунок 1в.

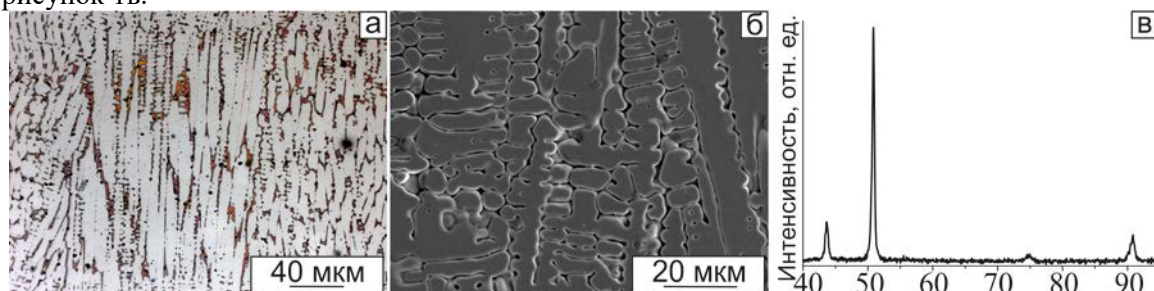


Рисунок 2 – Строение наплавленных слоев: а, б – микроструктура наплавленных слоев; в – рентгенограмма образца полученного по режиму 3

ДюрOMETрические исследования показали, что твердость наплавленных слоев полученных по режимам 3 и 5 составляет 156 HV и 190 HV соответственно, что несколько ниже твердости материала основы, которая составила 220 HV. Отсутствие повышения твердости по модели твердорастворного упрочнения можно объяснить близкими значениями радиусов атомов, входящих в состав наплавляемой смеси.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Грант Президента МК-2226.2020.8, соглашение № 075-15-2020-110).

Список литературы

1. W. Steurer, Single-phase high-entropy alloys – A critical update // Materials Characterization, 2020. – 162 с.
2. S.Y. Tarasov, A.V. Filippov, N.N. Shamarin, и др. Microstructural evolution and chemical corrosion of electron beam wire-feed additively manufactured AISI 304 stainless steel // Journal of Alloys and Compounds. – 2019 – № 803 – 364-370.
3. H. Zhang, Y.-Z. He, Y. Pan и др. Thermally stable laser cladded CoCrCuFeNi high-entropy alloy coating with low stacking fault energy // Journal of Alloys and Compounds. – 2014. – № 600 – С. 210-214.

СОСУДИСТЫЕ ПРОТЕЗЫ МАЛОГО ДИАМЕТРА С АТРОМБОГЕННЫМ ЛЕКАРСТВЕННЫМ ПОКРЫТИЕМ: РЕЗУЛЬТАТЫ ПРЕКЛИНИЧЕСКОГО ИСПЫТАНИЯ НА МОДЕЛИ КРУПНЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ЖИВОТНЫХ

Е.О.КРИВКИНА, А.В. МИРОНОВ, М.Ю. ХАНОВА, Л.В.АНТОНОВА

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение

«Научно-исследовательский институт комплексных проблем сердечно-сосудистых заболеваний», Кемерово, Россия

E-mail: leonora92@mail.ru

Тканеинженерные сосудистые протезы малого диаметра одна из перспективных альтернатив дефицитным аутологичным кровеносным сосудам при хирургическом лечении сердечно-сосудистых заболеваний. Однако такие сосудистые графты должны обладать высокой проходимостью, атромбогенностью и биосовместимостью [1]. Один из способов модификации полимерных графтов для увеличения биосовместимости - инкорпорирование в состав трубчатого каркаса проангиогенных факторов (GFmix), а также дополнительная модификация поверхности антиагрегантами и антикоагулянтами [2-3].

В связи с этим, целью данной работы явилась оценка долгосрочной проходимости модифицированных биodeградируемых сосудистых протезов на модели крупных лабораторных животных.

Материалы и методы

Графты диаметром 4 мм изготавливали на аппарате электроспиннинга Nanon-01A (MECC, Япония) из 14% раствора поликапролактона (poly(ϵ -caprolactone), PCL) и 10% полигидросибутирата/валериата (polyhydroxybutyrate/valerate, PHBV) в хлороформе, с биологически активными молекулами GFmix: VEGF (Sigma-Aldrich, США), bFGF (Sigma-Aldrich, США) и хемоаттрактантной молекулы SDF-1 α (Sigma-Aldrich, США). Проведена дополнительная модификация поверхности части изготовленных протезов антиагрегантами и антикоагулянтами с целью повышения тромбрезистентности по собственной оригинальной методике [4].

Полученные модифицированные графты имплантировали в сонную артерию овец сроком на 12 месяцев и 6 месяцев для тромбированных Gore-Tex. Животные были разделены на четыре группы: PHBV/PCL/GFmix (n=5), PHBV/PCL/GFmix/Гепарин/Илопрост (n=8), контрольная группа с аутоартериальной имплантацией (n=8) и группа сравнения – с синтетическими сосудистыми протезами Gore-Tex (Gore-Tex, США), (n=5). По окончании срока имплантации было проведено гистологическое исследование эксплантированных графтов.

Результаты исследования

Спустя 12 месяцев имплантации биodeградируемый каркас тромбированных графтов PHBV/PCL/GFmix практически полностью резорбировался, признаки кальцификации отсутствовали (рис. 1). Через 6 месяцев имплантации тромбированных протезов Gore-Tex очаги кристаллического кальция обнаружены как в толще стенки протезов, так и в примыкавшей соединительнотканной капсуле (рис. 1).

Для усиления атромбогенности поверхности сосудистых протезов PHBV/PCL/GFmix проведена дополнительная модификация поверхности протезов антиагрегантами и антикоагулянтами [4]. Дополнительное модифицирование поверхности биodeградируемых сосудистых протезов низкомолекулярным гепарином и илопростом обеспечило 6-месячную проходимость сосудистых протезов PHBV/PCL/GFmix/Гепарин/Илопрост - в 62,5%, а через 12 месяцев – в 50,0% случаев. В проходимых протезах PHBV/PCL/GFmix/Гепарин/Илопрост сформировались основные элементы новообразованной сосудистой ткани и отсутствовал кальциноз стенок.

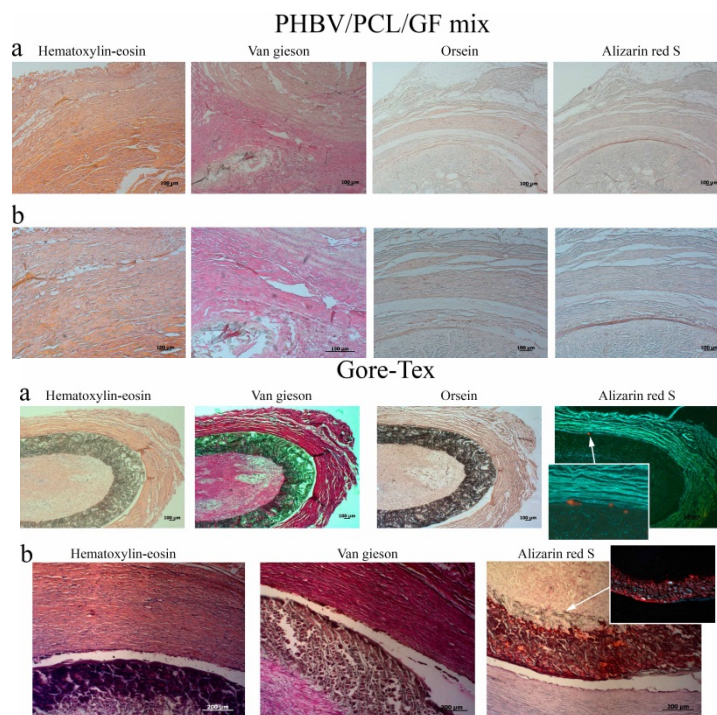


Рисунок 1-Результаты гистологического исследования PHBV/PCL/GFmix через 12 месяцев (сверху) и Gore-Tex через 6 месяцев имплантации (снизу): а –ув. x50; б –ув. x100

Выводы

Полученные результаты демонстрируют высокую биосовместимость графтов PHBV/PCL относительно Gore-Tex при долгосрочной имплантации. Биodeградируемые каркасы на основе PHBV/PCL пригоден для формирования на его основе новообразованной сосудистой ткани, однако требует укрепления внешнего каркаса и повышения атромбогенных свойств внутренней поверхности. Высокая биосовместимость сосудистых протезов PHBV/PCL/GFmix/Гепарин/Илопрост доказана, в том числе, отсутствием кальцификации в проходимых графтах спустя 12 месяцев имплантации, тогда как даже в тромбированных синтетических протезах Gore-Tex через 6 месяцев имплантации кристаллический кальций выявлен в толще стенки данных протезов и примыкавшей к ним соединительнотканной капсуле.

Список литературы

1. Taggart D.P. Current status of arterial grafts for coronary artery bypass grafting // Ann. Cardiothorac Surg. – 2013. – Т.2. – №4. С. 427-430.
2. Ren X., Feng Y., Guo J. et al. Surface modification and endothelialization of biomaterials as potential scaffolds for vascular tissue engineering applications // Chem. Soc. Rev. – 2015. – Т.44. – № 15. С. 5680-5742.
3. Antonova L.V., Sevostyanova V.V., Mironov A.V. et al. In situ vascular tissue remodeling using biodegradable tubular scaffolds with incorporated growth factors and chemoattractant molecules // Complex Issues of Cardiovascular Diseases. – 2018. – Т.7. - №2. – С. 25-36.
4. Антонова Л.В., Севостьянова В.В., Резцова М.А., Кривкина Е.О., Кудрявцева Ю.А., Барбараш О.Л., Барбараш Л.С. Технология изготовления функционально активных биodeградируемых сосудистых протезов малого диаметра с лекарственным покрытием: пат. 2702239. Заявитель и патентообладатель Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Научно-исследовательский институт комплексных проблем сердечно-сосудистых заболеваний» (НИИ КПССЗ) (RU); № 2019119912; заявл. 25.06.2019; опубли. 07.10.2019, Бюл. № 28.

ВЛИЯНИЕ ТОПОГРАФИИ ПОВЕРХНОСТИ КЕРАМИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ ОСТЕОЗАМЕЩАЮЩЕЙ ТКАНИ

М.В. КОРОБЕНКОВ¹, Т.А. КИСЕЛЕВА^{1,2}

¹ Балтийский федеральный университет им. Иммануила Канта

² Томский Государственный университет

E-mail: MKorobenzov@kantiana.ru

Формирующийся в мире запрос улучшения качества жизни требует создания методов диагностики и лечения, основанных на принципах персонализированной медицины. Современная практика персонализированного лечения переломов в большинстве случаев не учитывает влияние структуры поверхности на скорость прорастания клеток при сращивании импланта с костью. В этой связи актуальными являются экспериментальные методики определения структурных факторов поверхности импланта, на которой получается наибольший отклик на рост клеток. Однако проведение рутинных экспериментов зачастую невозможно, поэтому удобно использовать математический аппарат и методы компьютерного моделирования. В данной работе была разработана методика моделирования влияния топографии поверхности керамического импланта на скорость остеоинтеграции с костью. Для этого были исследованы структура поверхности живой кости, на основе исследований разработаны топографические модельные структуры и метод решения задачи биологического роста клеток.

Для определения структурных характеристик биологической кости и оценки структурных элементов использован метод атомно-силовой микроскопии (АСМ) в полуконтактной моде с помощью мультимодового сканирующего зондового микроскопа Solver P-47 на воздухе при комнатной температуре с использованием кремниевых кантилеверов с резонансной частотой 320 ГГц и силовой константой 40 Н/м.

На имеющихся в наличии образцах биологической кости (парнокопытное животное) были проведены исследованием подготовленной поверхности среза. Обработка карт сканирования и визуализация проводилась в специализированном программном комплексе Gwyddion. Результаты исследований приведены на рисунке 1.

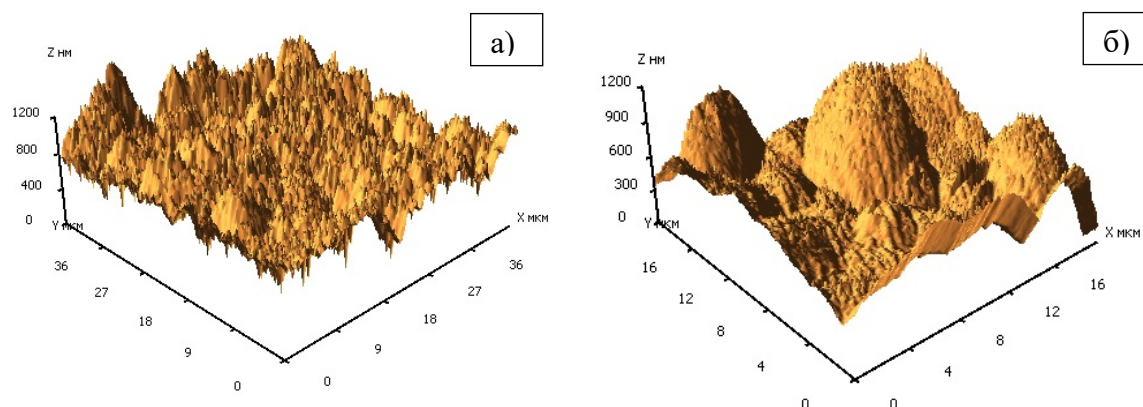


Рисунок 1 – Рельеф поверхности образца: а) поперечное сечение; б) продольное сечение

Основываясь на том, что вся природа и биологические объекты подчиняются фрактальным законам самоподобия [1], полученные сканирующим зондовым микроскопом изображения были исследованы с точки зрения фрактальной геометрии. Для определения фрактальных характеристик размерности поверхности D_f был использован метод триангуляции [2]. Результаты измерений фрактальных размерностей показали небольшой

разброс значений во всем исследованном диапазоне. Для продольного сечения образца $D_f=2.43-2.55$; для поперечного сечения образца $D_f=2.23-2.28$.

Вычисленные характеристики поверхности были использованы для построения геометрических моделей интерфейсов со структурой, соответствующих границе раздела имплант-кость. Разработка математической модели роста биологических клеток была основана на законе Мальтуса и дополнена дифференциальными уравнениями второго порядка, учитывающими влияние сложных взаимодополняющих факторов роста и гибели клеток.

Результаты проведенных расчетов показали, что характер распространения роста клеток носит симметричный характер. Следует заметить, что увеличение структурных единиц, составляющих фрактальные поверхности одной мощности, вносят существенный вклад в площади распространения фронта роста клеток.

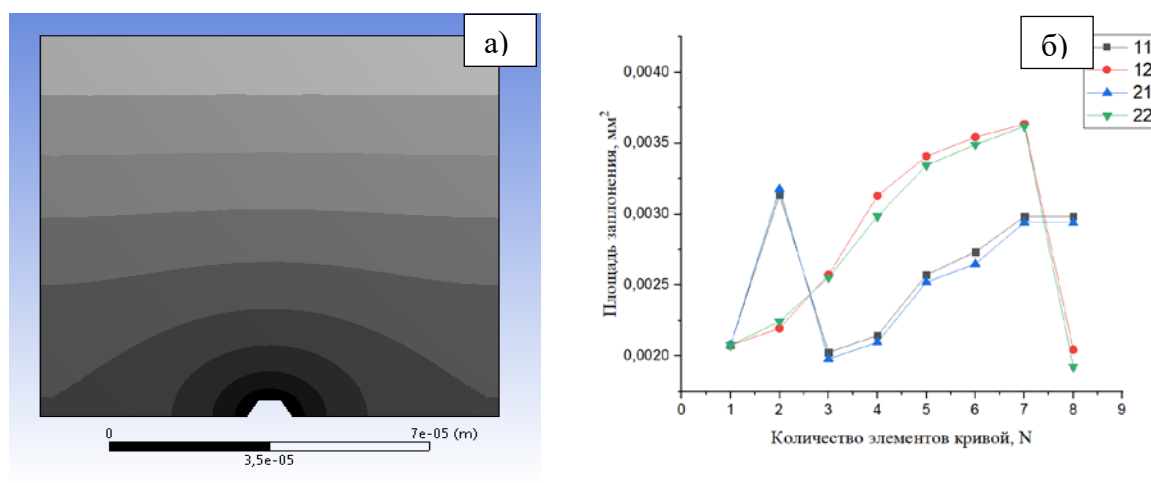


Рисунок 2 – Характер распространения фронта роста клеток (а) и площадь заполнения клетками (б)

Для определения скорости распространения роста клеток были проанализированы соответствующие площади заполнения. Для этого были выбраны близкие значения фрактальной размерности (2.5 и 2.55) и построены геометрические модели с характеристиками, для керамических композитов соответствующими выделяющимся включениям над гладкой поверхностью (рисунок 2а) или поре/поровому кластеру.

Полученные результаты обусловлены влиянием топографии поверхности на скорость роста клеток в живом организме на границе раздела имплантата и живой кости. Для близких значений фрактальной размерности, отличия в заполняемых площадях оказались не столь значительны, и соответствуют нескольким процентам, которыми можно пренебречь.

Наибольший интерес представляют 2 значения (рисунок 2б), соответствующие резкому росту заполнения и резкому спаду заполнения. В остальном наблюдается общая тенденция к монотонному возрастанию площади заполнения при увеличении сложности фрактальной границы раздела.

Исследование было поддержано из средств субсидии, выделенной на реализацию Программы повышения конкурентоспособности БФУ им И. Канта.

Список литературы

1. Панин В.Е. Наноструктурирование поверхностных слоев конструкционных материалов и нанесение наноструктурных покрытий / В.Е.Панин, В.П. Сергеев, А.В. Панин Изд-во Том. Политех. Ун-та, — Томск. — 2008. — 286 с.
2. Федер Е. Фракталы: монография; Мир. — Москва. — 1999 — 261 с.

**ВЛИЯНИЕ ХИМИЧЕСКОГО ТРАВЛЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И
МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЛИСТОВЫХ Ti6Al4V СТРУКТУР С
ТОПОЛОГИЕЙ ТРИЖДЫ ПЕРИОДИЧЕСКИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ
МИНИМАЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-
ЛУЧЕВОГО ПЛАВЛЕНИЯ**

*А.А.ПАВЕЛЬЕВА, М.А.СУРМЕНЕВА, Д.ХРАПОВ, Р.А.СУРМЕНЕВ, А. КОПТЮГ, Т. МИШУРОВА,
С. ЕВСЕВЛЕЕВ, Д. МАЙНЕЛЬ, ДЖ. БРУНО*

Национальный Исследовательский Томский Политехнический университет
Научно-исследовательский центр "Физическое материаловедение и
композитные материалы"

E-mail: aleksandra-paveleva@mail.ru

Костный имплантат должен иметь определенную пористость, способствующую его приживаемости в организме, обрастанию имплантата костными клетками организма и сосудистой системой и прочность фиксации. Выбор архитектуры пористой структуры позволяет удовлетворять комбинации механических и биологических требований [1]. Для создания металлических протезов в процессе производства необходимо выдерживать заданный размер пор сложной формы. Это возможно при применении аддитивных способов производства, одним из которых является метод электронно-лучевой плавки. За счёт послойного плавления металлического порошка в вакуумной камере с помощью специального программного обеспечения возможно производить микропористые структуры с глобальными морфологическими свойствами, строго контролируемые в процессе производства [2].

Стоит отметить, что для костных протезов необходимо высокое качество конечной поверхности, что не выполняется при данном методе производства в изготовлении сложных пористых структур [1]. Частицы порошка, которые были расплавлены не полностью, остаются в имплантатах припеченными к поверхности как внешней, так и внутри структуры, т.е. в порах. Удаление спеченного порошка становится возможным при проведении этапа постобработки. Важно отметить, что данный этап не должен ухудшать механические или физико-химические свойства образцов. А также, применение, в качестве постобработки, таких методов, как промывка, продувка инертным газом под давлением, пескоструйная обработка, является неэффективным из-за сложной структуры пористых имплантатов. Таким образом, важно подобрать метод постобработки, который бы позволил удалить спекшиеся частицы с внутренних поверхностей костных каркасов (далее образцов), а также сохранил или не ухудшил их механические и физико-химические свойства.

В данной работе для осуществления этапа постобработки используется метод химического травления с применением магнитной перемешивающей машины. Травление такого сплава, как Ti6Al4V, должно происходить в агрессивных кислотах для быстрого и эффективного удаления оксидных пленок титана и алюминия. Структуры типа «гироид» с пористостью 42-52% были изготовлены из сплава Ti6Al4V на установке для послойного электронно-лучевого плавления (ЭЛП) ARCAM A2 EBM (Мельндаль, Швеция) в стандартном режиме «melt multibeam». Топографический анализ поверхностей осуществлялся с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Quanta 200 3D, FEI. Механические испытания на сжатие проводились на установке INSTRON 3369.

Для оценки влияния травления на изменения внутренней структуры было проведено сканирование образцов на компьютерном томографе Sauerwein Systemtechnik (сегодня RayScan Technologies GmbH). Размер вокселя составлял 15,3 мкм. Полученные файлы необработанных данных позже были проанализированы с помощью программы VGStudio MAX 3.3 от Volume Graphics.

Травлению были подвергнуты образцы кубической формы с ребром 15 мм с пористостью 42-52%. Химическое травление образцов проводилось в 50 мл. водного раствора кислот HF и HNO₃ в пропорциях 1%:10%, соответственно. Соотношение в

растворе обусловлены необходимостью снижения количества выделившегося водорода в результате химического взаимодействия между сплавом и плавиковой кислотой, что уменьшает вероятность образования гидроксида титана на поверхности, приводящее к охрупчиванию изделий [1].

Образцы были разделены на группы, которые имели различия в типах травления. Для каждого образца был подготовлен отдельный раствор, не смотря на ослабление активности раствора с течением времени, которое происходило за счет снижения активности кислот, обновления раствора не происходило, за исключением третьей группы. Для первой группы образцов было выполнено 8 погружений в раствор кислот, время одного погружения составляло 3 минуты, время травления составляло 24 минуты. После чего, когда больший объем кислоты уже прореагировал с поверхностью образца, а кислота стала менее активной, для достижения эффекта полировки поверхности, образцы данной группы были оставлены в растворе на 20 минут. Итоговое время травления для каждого образца из первой группы составило 44 минуты. Для второй группы образцов время одного погружения составляло 3 минуты, количество погружений было равно 14, а итоговое время, соответственно, 42 минуты. Суммарное время для третьей группы было равно 36 минут, что соответствует 12 погружениям, по 3 минуты. Важно указать, что для данной группы было дважды выполнено обновление раствора кислот для каждого из образцов. Первая смена раствора происходила после 4 погружений по 3 минуты, вторая – после последующих 4 погружений. Разделение общего времени травления на несколько отдельных частей было необходимо для понижения глубины действия кислот. Таким образом, действие кислот было более заметным на поверхности, где находился спеченный порошок, но менее заметным именно на стенках. После каждого этапа травления образцы были промыты в дистиллированной воде трижды. Итоговым этапом постобработки являлась просушка образцов в печи при температуре 80°C в течение 14 часов.

До и после постобработки, для оценки эффективности травления по удалению порошка, было рассчитано процентное изменение величин массы и пористости для каждого образца в каждой группе. Диапазон изменения масс составил 23-26%, пористости 42-52%, от начальных значений. Стоит отметить, что наибольшие изменения данных показателей, а также толщины стенок, наблюдались для образцов, в процессе травления которых раствор кислот был обновлён дважды.

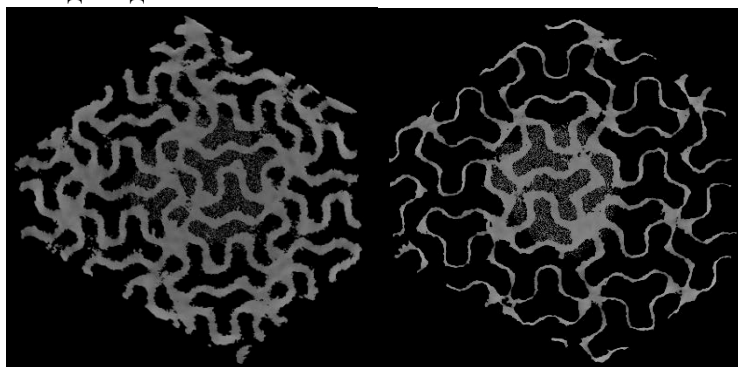


Рисунок 1 – Вид внутренней структуры образцов из Ti6Al4V с топологией трижды периодических поверхностей минимальной энергии, полученных методом электронно-лучевого сплавления: (а) до и (б) после травления в течение 36 минут, что соответствует 12 погружениям по 3 минуты, дважды выполнено обновление раствора кислот

Помимо удаления спекшихся с поверхностью образцов частиц порошка, химическое травление так же способствует уменьшению шероховатости за счет стравливания поверхностных слоев, что приводит к уменьшению толщины стенок структуры. При этом, в той области, где сохранился порошок, толщина стенок больше, чем по периферии образца. Данный эффект может быть связан с более слабым контактом раствора кислот со стенками

в объеме образца из-за сильного выделения водорода в результате химической реакции, который препятствует проникновению кислотного раствора в поры, заполняя их. Травление изменяет параметр общей пористости образца, что приводит к изменению механических показателей, например, уменьшению общего модуля Юнга структуры [2].

Список литературы

1. Wysocki B. et al. Post processing and biological evaluation of the titanium scaffolds for bone tissue engineering //Materials. – 2016. – Т. 9. – №. 3. – С. 197.
2. Persenot T. et al. Enhancing the tensile properties of EBM as-built thin parts: effect of HIP and chemical etching //Materials Characterization. – 2018. – Т. 143. – С. 82-93.

ФУНКЦИОНАЛИЗАЦИЯ СКЭФФОЛДОВ ТИТАНОВОГО СПЛАВА, ПОЛИЭЛЕКТРОЛИТНЫМИ МИКРОКАПСУЛАМИ, ЗАГРУЖЕННЫМИ БСА-ФИТЦ, ДЛЯ ПРОЛОНГИРОВАННОГО ВЫСВОБОЖДЕНИЯ ИНКАПСУЛИРОВАННОГО ВЕЩЕСТВА

А. ПРЯДКО, Е.А. ЧУДИНОВА, М.А. СУРМЕНЕВА, Р.А. СУРМЕНЕВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: surmenevamarina@mail.ru

Имплантаты на основе титановых сплавов, изготовленные с помощью аддитивных технологий, могут воспроизводить сложную микроструктуру костей, обладать требуемой пористостью с желаемыми размерами пор, формой и кривизной поверхности, что позволяет улучшить остеоинтеграцию и увеличить срок их службы. Для улучшения биосовместимости металлов на их поверхность могут быть нанесены биологически активные вещества. С целью достижения пролонгированного действия данных веществ и необходимых концентраций эти биологически активные молекулы необходимо вводить систематически, равномерно, однако, выделение физически адсорбированных молекул с поверхности происходит за короткое время после имплантации.

В данной работе предлагается получение полиэлектролитных микрокапсул для их использования в качестве носителей для доставки биологически активных соединений, которые могут вводиться в необходимых концентрациях для достижения необходимого терапевтического эффекта. Капсулы могут быть загружены различными препаратами или модельными веществами, в зависимости от цели их использования. В связи с этим данная работа направлена на функционализацию Ti6Al4V скэффолдов, посредством нанесения микрокапсул, загруженных бычьим сывороточным альбумином (БСА-ФИТЦ), используемым в качестве модели высокомолекулярного вещества, на поверхность скэффолда для обеспечения равномерного, долгосрочного высвобождения загруженного вещества при имплантации.

Используемые для проведения эксперимента Ti6Al4V скэффолды были получены методом электронно-лучевого плавления. Получение микрокапсул включает в себя два этапа: синтез кальций-карбонатных ядер посредством соединения солей CaCl_2 и Na_2CO_3 и загрузкой БСА-ФИТЦ, далее формировались оболочки на ядрах методом послойной электростатической самосборки противоположно заряженных полиэлектролитов: полиаллиламин гидрохлорида (ПАГ) и полистиролсульфоната натрия (ПСС) [1]. Модифицирование поверхности скэффолдов осуществлялось посредством погружения образца в полиэлектролит и осаждением микрокапсул с БСА-ФИТЦ на скэффолды.

Морфология полученных капсул и образцов, исследованная с помощью сканирующего электронного микроскопа (СЭМ), представлена на рисунке 1. Синтезированные микрокапсулы имеют, в основном, сферическую форму, их диаметр составляет $1,9 \pm 0,1$ мкм.

Стоит отметить, что нанесение полиэлектролитного слоя делает поверхность образца более гладкой (рис.1 Б), т.е. более предпочтительной для фибробластов, участвующих в процессе заживления ран, регенерации тканей, ангиогенеза [2,3].

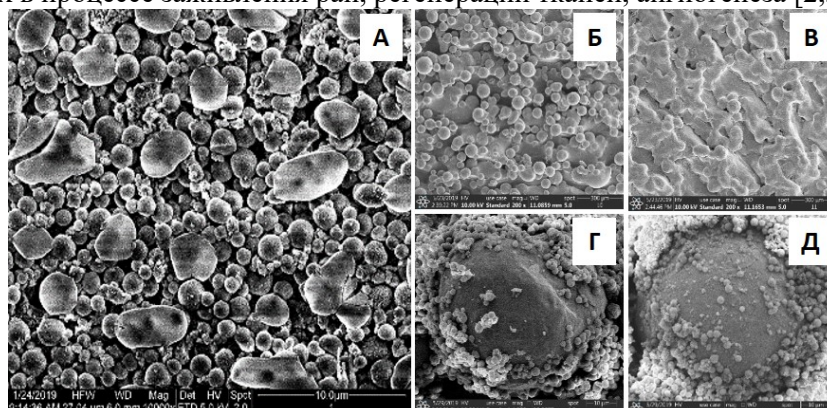


Рисунок 1 – СЭМ-изображения капсул, загруженных БСА-ФИТЦ (А), титановых образцов без модифицирования (Б,Г) и с осажденными микрокапсулами с БСА-ФИТЦ на предварительно обработанной ПАГ поверхности (В, Д)

Результаты измерения смачиваемости функционализированного скэффолда методом сидячей капли показывают, что поверхность образцов с микрокапсулами является гидрофильной, контактный угол смачивания для воды составляет 85° , в то время как для немодифицированного образца - 96°). Отмечается, что гидрофильная поверхность может способствовать лучшей адгезии клеток и усилению клеточной пролиферации [4].

С использованием метода динамического рассеяния света были проведены измерения zeta-потенциала микрокапсул: $-18 \pm 1,8$ мВ. Установлено изменение знака zeta-потенциала после нанесения каждого полиэлектролитного слоя.

Для определения концентрации загруженного вещества в капсулы был использован метод спектрофотометрии. Концентрация БСА-ФИТЦ в микрокапсулах равна 1,094 мг/мл, эффективная загрузка – 54,2 %. Для капсул, осажденных на модифицированную полиэлектролитом поверхность, концентрация БСА-ФИТЦ равна 0,93 мг/мл, на немодифицированную поверхность – 0,82 мг/мл. Модификация поверхности образцов слоем полиэлектролита позволяет увеличить количество осажденных микрокапсул, что, в свою очередь увеличивает количество биоактивного вещества на поверхности скэффолда и обеспечивает более продолжительное высвобождение вещества для достижения необходимого терапевтического эффекта.

Таким образом, в данной работе был использован модельный подход, позволяющий сравнить характеристики модифицированной полиэлектролитом с осажденными микрокапсулами, загруженными БСА-ФИТЦ и немодифицированной поверхностей.

Список литературы

1. Pargaonkar N. et al. Controlled release of dexamethasone from microcapsules produced by polyelectrolyte layer-by-layer nanoassembly //Pharmaceutical research. – 2005. – Т. 22. – №. 5. – С. 826-835.
2. Jiang X. et al. Dracorhodin perchlorate regulates fibroblast proliferation to promote rat's wound healing //Journal of pharmacological sciences. – 2018. – Т.136. – №. 2. – С. 66-72.
3. Cao R. et al. Angiogenic synergism, vascular stability and improvement of hind-limb ischemia by a combination of PDGF-BB and FGF-2 //Nature medicine. – 2003. – Т. 9. – №. 5. – С. 604-613.
4. Speranza G., Della Volpe C., Catapano G. Surface wettability of model microporous membranes enhances rat liver cell functions in sub-confluent adherent culture in a continuous-flow recycle bioreactor depending on the ammonia concentration challenge //Journal of Membrane Science. – 2014. – Т. 464. – С. 149-160.

ВЛИЯНИЕ ПОДГОТОВКИ ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛОВ НА СТРУКТУРУ И ФИЗИКОМЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ

В.А.РЫБАКОВ, С.В.МАТРЕНИН

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: var5@tpu.ru

Разработка новых технологий модифицирования поверхности ведется активно как отечественными, так и зарубежными специалистами и является чрезвычайно актуальной задачей современности, поскольку неизбежно растут требования по условиям эксплуатации к материалам различного назначения. Более того, ужесточаются требования по экологической безопасности материалов и технологиям их производства.

В качестве объекта исследования выбраны покрытия, получаемые посредством технологии так называемого микродугового оксидирования (МДО) – формирования керамоподобного оксидного слоя на металлической подложке, являющейся основным поставщиком материала, в среде газового разряда в низкотемпературной плазме под действием электрического тока.

Покрытие выбрано декоративного типа [1]: черное МДО-покрытие толщиной 30 – 35 мкм для проведения исследований, поскольку покрытия малой толщины достаточно быстро (порядка 30 минут для деталей малого и среднего размера) набирают необходимую величину оксидного слоя, обладают хорошей стойкостью к абразивному износу (потеря массы не более 120 мг за 1000 циклов по методу Табера), коррозионной стойкостью (не менее 1000 часов в солевом тумане), а также высоко востребованы в современной промышленности (изготовление корпусов электротехнических, электронных устройств, измерительных и оптических приборов, в том числе высокоточных).

В качестве металла-основы выбран алюминий следующих сплавов: Д16, АМг2 и АД35, как наиболее распространенный в современной промышленности, а также как наиболее подходящий для формирования многофункционального нанокристаллического МДО-покрытия, содержащего корунд с высокой степенью адгезии к подложке за счет его родства по отношению к подложке.

Применены два типа предварительной обработки поверхности: травление, шлифование по отдельности.

Не выявлено зависимости между шероховатостью поверхности МДО-покрытия и металлической подложки перед оксидированием. Процесс, протекающий с активным переносом вещества на микромасштабном уровне самостоятельно управляет шероховатостью поверхности покрытия, однако очевидно, что при наличии дефектов мезо- или тем более макромасштабного уровня покрытие повторит их форму и текстуру.

Операции предварительного травления и шлифования привели к изменению стойкости покрытия к одиночным ударам и высокочастотным вибрациям по-разному.

При испытании одиночным ударом бойка в виде шара по покрытию проверялась адгезия покрытия к подложке. Любой удар с энергией $E \geq 0.066$ Дж приводит к хорошо заметному невооруженным глазом отслоению покрытия на подложке из дюралюминия. Для сплава Д16 не было замечено сколь-нибудь заметного и практически применимого изменения в прочности связи покрытия с основой. Наблюдается повторяющееся отслоение покрытия на шлифованном перед МДО образце при меньшей энергии удара, однако разница в критической энергии, при которой покрытие начинает отслаиваться может быть связана с наличием отклонений в толщине покрытия, а следовательно с его физико-механическими свойствами, зависящими от соотношения более твердого α -оксида алюминия и γ -оксида. С ростом толщины покрытия увеличивается доля α -оксида – корунда, стабильной высокотемпературной модификации оксида алюминия. Несмотря на одинаковые условия покрытия образцов, толщина покрытия может отличаться на величину до 3 мкм.

Образцы сплавов АМг2 и АД35, травленные перед микродуговым оксидированием показали наличие влияния предварительной подготовки на адгезию при одиночных ударах в лучшую сторону. Не обнаружено сколько-нибудь значимой разницы между неподготовленными образцами свидетелями и шлифованными образцами всех сплавов.

Испытания на адгезию МДО-покрытия к подложке показали, что имеет смысл предварительное травление алюминия в растворах щелочей, в частности в растворе едкого натра, с целью улучшения адгезии при единичных ударах. Результаты могут быть экстраполированы на удары по касательной, поскольку покрытие обладает низким коэффициентом трения. Влияния предварительного шлифования на стойкость к одиночным ударам не обнаружено.

Испытания в ультразвуковой ванне показали наличие положительного эффекта от предварительного шлифования подложки на стойкость к высокочастотным вибрациям на всех сплавах. Испытания на адгезию МДО-покрытия к подложке показали, что имеет смысл предварительное травление алюминия в растворах щелочей, в частности в растворе едкого натра, с целью улучшения адгезии при единичных ударах. Результаты могут быть экстраполированы на удары по касательной, поскольку покрытие обладает низким коэффициентом трения. Шлифование поверхности образцов, вероятно, привело к активации поверхности, сделав ее более оптимальной средой для оксидирования.

Испытания в средах едкого натра и азотной кислоты низкой концентрации подтвердили неспособность покрытия самостоятельно сопротивляться агрессивным щелочным и кислым средам независимо от наличия предварительной подготовки. Это связано с пористой структурой покрытия: поры заполняются раствором по капиллярному принципу, после чего раствор достигает металлической подложки, несмотря на наличие плотного аморфного и практически безпористого барьерного слоя оксида алюминия. Начинается растравливание поверхности за счет взаимодействия алюминия или легирующих элементов с раствором той или иной среды. Несмотря на относительную стойкость алюминия к действию азотной кислоты, входящие в состав сплавов магний, марганец, медь, железо вытравливаются из общей композиции химических элементов, оставляя нерастворимый осадок в виде кремния, который не реагирует с азотной кислотой или едким натром.

Результаты проведенного исследования можно рассматривать в качестве технологических рекомендаций в производстве полифункциональных керамических покрытий.

Список литературы

1. ГОСТ Р 9.318 – 2013 Покрытия нанокристаллические неметаллические неорганические, полученные методом микродугового оксидирования на алюминии и его сплавах. – М.: Стандартинформ, 2013. – 35 с.

ПРОЧНОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЗАЭВТЕКТИЧЕСКОГО СИЛУМИНА, МОДИФИЦИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

^{1,2}М.Е.РЫГИНА, ²Ю.Ф. ИВАНОВ, ²Е.А. ПЕТРИКОВА, ²А.Д. ТЕРЕСОВ

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет

²Институт сильноточной электроники СО РАН

E-mail: L-7755mc@mail.ru

Силумин является сплавом алюминия с кремнием. Кремний слабо растворим в твердом алюминии и полностью растворим в жидком. Кремний не растворяет в себе металлы, растворимость алюминия в твердом кремнии равна нулю [1, 2]. Различают, по процентному содержанию, доэвтектические ($Si < 11\%$), эвтектические ($Si = 11-12,5\%$), заэвтектические ($Si > 12,5\%$) силумины. Диаграмма состояния силумина относится к диаграммам эвтектического типа [3].

Благодаря стойкости к коррозии, хорошим литейным свойствам и малому удельному весу заэвтектический силумин является перспективным материалом для изготовления деталей машин, таких как поршни и подшипники качения. Ограничения по использованию данного сплава связаны с высокой газонасыщаемостью на этапе отливки, вследствие чего образуются поры. Так же в заэвтектическом силумине помимо эвтектики и интерметаллидов, присутствуют первичные зерна кремния, размер которых может достигать до 100 мкм. Для устранения этих недостатков при отливке используют легирующие и модифицирующие добавки, а так же различные способы отливки. При легировании вольфрамом происходит равномерное распределение эвтектики ($\alpha-Al + Si$), уменьшение в 1,5 раза размеров пластин кремния, изменение формы грубых пластин в более тонкую форму и улучшение механических свойств на 15- 20% [4]. Так же легируют беррилием [5], титаном, сурьмой [6]. Используют центробежное литье, данный метод имеет ограничение по форме отливаемых заготовок. [7].

Метод модификации электронным пучком субмиллисекундной длительности воздействия позволяет, не используя дорогостоящие легирующие добавки, осуществлять диспергировать структуру поверхностного слоя готовых изделий.

Целью данной работы является исследование механических характеристик заэвтектического силумина обработанного электронным пучком субмиллисекундной длительности воздействия.

В качестве материала исследования был выбран заэвтектический силумин с содержанием кремния 20 вес.%, полученный методом литья. Отливки представляли собой прямоугольные пластины размером 55×120×20 мм (без учета прибыли), из которых вырезали образцы размерами 15×15×5 мм для обработки импульсным электронным пучком с целью анализа структурно-фазового состояния и свойств силумина, а также плоские образцы в форме двухсторонних лопаток для испытания на растяжения в соответствии с ГОСТ 1497-84 [8]. Облучение образцов интенсивным импульсным электронным пучком осуществляли на установке «СОЛЮ» [9]. Режим облучения: энергия ускоренных электронов 18 кэВ, плотность энергии пучка электронов 20 Дж/см², длительность воздействия пучка электронов 150 мкс, частота следования импульсов 0,3 с⁻¹, число импульсов облучения 5 в остаточной атмосфере аргона при давлении 0,02 Па. Режим облучения выбран согласно тепловым расчетам [10].

На рисунке 1 представлена структура поверхности облученного заэвтектического силумина. В структуре отсутствуют газовые поры и первичные зерна кремния. Это свидетельствует о переплаве поверхностного слоя с растворением всех фаз, присутствующих в нем. Согласно исследованиям структуры, размер кристаллитов составил 2-4 мкм. Твердость поверхности составила 1541 МПа (исходная твердость 665 МПа). Таким образом, твердость выросла более чем в два раза по сравнению с литым материалом. После испытания на растяжение до разрыва деформация при растяжении выросла в 1,5 раза.

Исследования структуры показали, увеличение прочностных и пластических свойств облученного силумина обусловлено формированием в поверхностном слое толщиной до 60 мкм субмикроструктурной ячеистой структуры высокоскоростной кристаллизации алюминия с наноразмерными включениями кремния и интерметаллидов, расположенных по границам и в объеме ячеек.

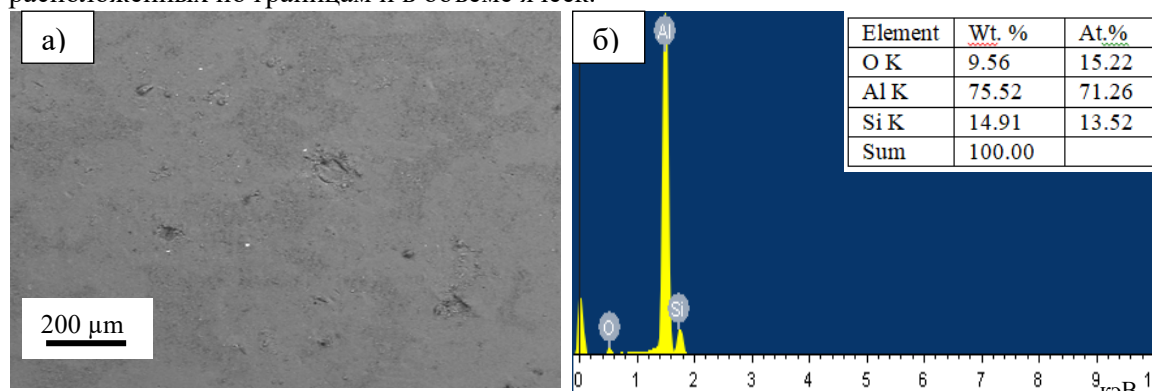


Рисунок 1 - СЭМ изображение (а) и энергетические спектры (б) поверхности силумина после модификации электронным пучком (20 Дж/см^2 , 150 мкс, $0,3 \text{ с}^{-1}$, 5 имп.)

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект №19-52-04009).

Список литературы

1. Гаврилин И.В., Кечин В.А., Колтышев В.И. Получение литейных силуминов с использованием пылевидного кремния и металлоотходов. Моногр. / Владим. гос. ун-т. Владимир. - 2003. - 149 с.
2. Хансен М., Андерко К. Структуры двойных сплавов: Пер. с англ. Т1. – М.: Гос. науч.-техн. изд-во литературы по черной и цветной металлургии. 1962. – 608 с.
3. Белов Н.А., Савченко С.В., Хван А.В. Фазовый состав и структура силуминов: Справочное издание. - М.: МИСИС. - 2007. - 283 с.
4. Martyushev N.; Zykova. A., Bashev V. Modification of Al-Si Alloys with Particles of Ultrafine Tungsten Powder // Obrabotka metallov-metal working and material science.-2017-V.3.-pp. 53-58
5. Перваков Д.Г., Баранов Е.М., Строителев Д.В., Романов И.О. К вопросу о многообразии подходов, объясняющих эффекты модифицирования силуминов // Научно-техническое и экономическое сотрудничество стран АТР В XXI веке.-2012.-Т.1.- С. 30-36
6. Стеценко В.Ю., Ривкин А.И., Гутев А.П., Коновалов Р.В. Модифицирование силуминов мелкокристаллическими алюминиевыми сплавами // Вестник ГГТУ им. П. О. Сухого.-2009.-№1.- С. 21-24
7. Стеценко В.Ю., Баранов К.Н., Гутев А.П. Способ охлаждения отливок из силумин АК15М3 при вертикальном центробежном литье // Литье и металлургия. - 2013. - №3(72). - С. 116-117
8. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. - М: Стандартинформ. – 2005. – С. 24
9. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке // Известия вузов. Физика. - 2008. – Т. 51. – № 5. – С. 60-70.
10. Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А., Иванова О.В., Иконникова И.А., Ткаченко А.В. Численное моделирование температурного поля силумина, облученного интенсивным электронным пучком // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – Т. 58. – №4. - С. 46-51.

ДЕФОРМАЦИЯ СИЛУМИНА, ОБЛУЧЕННОГО ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

М.Е. РЫГИНА^{1,2}, А.М. УСТИНОВ³, А.А.КЛОПOTOв³, Ю.Ф.ИВАНОВ¹

¹Институт сильноточной электроники СО РАН

²Томский политехнический университет

³Томский государственный архитектурно-строительный университет

E-mail: l-7755me@mail.ru

Практически все процессы износа, коррозии, роста усталостных трещин и т.д., приводящие к отказам деталей и механизмов, начинаются с поверхности и определяются свойствами относительно тонкого поверхностного слоя [1]. Следовательно, в ряде случаев для повышения срока службы изделия достаточным является модифицирование его поверхностного слоя. В настоящее время перспективными, демонстрирующими высокую эффективность поверхностного модифицирования изделий, являются методы, основанные на применении концентрированных потоков энергии, в том числе комбинированные электронно-ионно-плазменные методы [2].

Целью настоящей работы является установление и анализ закономерностей пластической деформации образцов силумина, облученных интенсивным импульсным электронным пучком и подвергнутых растяжению.

В качестве объекта модифицирования использованы образцы силумина марки АК10М2Н, широко применяемого в машиностроении, аэрокосмической промышленности, кораблестроении, приборостроении, медицине и т.д.[3]. Модифицирование образцов силумина осуществляли на установке «СОЛО», созданной в Институте сильноточной электроники СО РАН (УНУ «УНИКУУМ» (skr-rf.ru/usu/434216/) входит в перечень объектов Современной исследовательской инфраструктуры Российской Федерации). Механические испытания образцов силумина проводили методом растяжения пропорциональных плоских образцов с головками в соответствии с ГОСТом [4] и Международным стандартом «ИСО 6892-84. Metals. Methodsoftensiontest», который регламентирует размеры используемых для испытаний на растяжение образцов. При облучении образцов электронный пучок был ориентирован по нормали к плоскости образца. Облучение рабочей части образцов производилось с двух сторон. Максимальный диаметр пучка электронов, получаемый на установке «СОЛО», зависит от плотности энергии пучка электронов и достигает 50 мм, поэтому применяли метод многоступенчатой обработки поверхности с перекрытием отпечатков, используя встроенный в установку манипулятор с размером области сканирования 200х200 мм. Исследование процессов, протекающих при деформировании силумина, осуществляли с использованием метода цифровой корреляции изображений[5]. Метод цифровой корреляции изображений относится к классу бесконтактных методов, позволяет выполнять анализ изображений исследуемой поверхности твердого образца для получения качественных и количественных данных полей деформаций, перемещений и скоростей. Деформационная картина поверхности получается путем объединения изменений суб-регионов. Спекл-структуры наносятся искусственно на поверхность твердых образцов для образования контрастной картины. Цифровая оптическая система Vic3D использует принцип корреляции цифровых стереоскопических изображений, что дает возможность получения данных по перемещению поверхности образца в пространстве. Съемка с двух цифровых камер позволяет получать стереоскопическое изображение поверхности образца. Анализируя их, определяются перемещения точек его поверхности в трех осях (в пространстве). С помощью метода корреляции цифровых изображений, реализованном в цифровой оптической системе Vic3D, вычисляются геометрические параметры поверхности (координаты X, Y, Z для каждой анализируемой точки), а также перемещение в каждой точке (U, V и W, указывающие перемещения по осям X, Y и Z соответственно), относительные деформации (ε_{xx} – по оси X,

ε_{yy} – по оси Y, ε_{xy} – деформации сдвига), скорости изменения перемещения и деформаций, кривизну поверхности.

Выполненные исследования показали, что облучение силумина импульсным электронным пучком в режиме плавления сравнительно тонкого (до сотни мкм) поверхностного слоя и последующая высокоскоростная кристаллизация приводят к формированию структуры ячеистой кристаллизации (твердый раствор на основе кристаллической решетки алюминия) субмикро- наноразмерного диапазона. Наноразмерные частицы кремния и интерметаллидов располагаются в объеме и вдоль границ ячеек.

На рис. 1 приведены деформационные кривые в координатах $\sigma=f(\varepsilon)$ и $\sigma=f(\sqrt{\varepsilon})$ для образцов до облучения и после облучения импульсным электронным пучком. Видно, что механические свойства силумина существенным образом зависят от плотности энергии пучка электронов.

Стандартным подходом является анализ стадийности деформационных кривых при помощи обработки кривых упрочнения в координатах $\sigma-\varepsilon^n$. По точкам перегиба на деформационных кривых можно судить о структурных изменениях, происходящих в сплавах. Наличие точек перегиба на деформационных кривых в координатах $\sigma-\sqrt{\varepsilon}$ не облученного и облученного электронным пучком с плотностью энергии 25 Дж/см² образцов свидетельствует о структурных изменениях при деформации. На деформационной кривой образца, облученного электронным пучком с плотностью энергии 15 Дж/см² таких изменений не обнаружено.

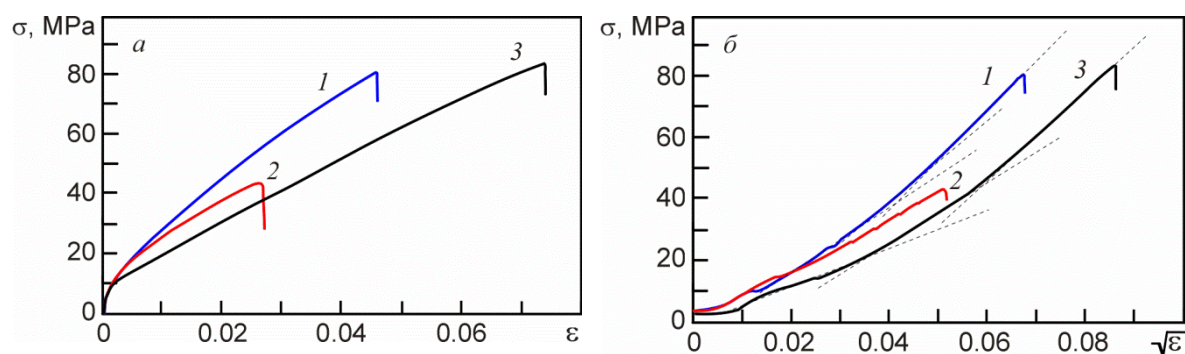


Рисунок 1 - Деформационные кривые растяжения образцов силумина в координатах σ от ε (а) и σ от $\sqrt{\varepsilon}$ (б) до облучения (1), облученных интенсивным импульсным электронным пучком с энергией 15 Дж/см² (2) и 25 Дж/см² (3)

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ-БРФФИ (проект № 19-52-04009) и гранта РНФ (проект № 19-79-10059).

Список литературы

1. Иванов Ю.Ф., Громов В.Е., Коновалов С.В., Аксенова К.В. Усталость силумина, модифицированного электронно-пучковой обработкой. – Новокузнецк: Изд-во «Полиграфист», 2019. – 184 с.
2. Ласковнев А.П., Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А. и др. Модификация структуры и свойств эвтектического силумина электронно-ионно-плазменной обработкой. – Минск: Беларус. навука, 2013. – 287 с.
3. ГОСТ 1583-93 Сплавы алюминиевые литейные. Технические условия. – Минск: Издательство стандартов, 2003 г.
4. ГОСТ 1497-84 (ИСО 6892-84) Металлы. Методы испытаний на растяжение. – М.: Стандартинформ, 2005 г.
5. Tretyakova T.V., Wildemann V.E. Plastic Strain Localization and its Stages in Al-Mg Alloys // Physical Mesomechanics. – 2018. - V. 21, No. 4. - P. 314-319.

SPH-МОДЕЛИРОВАНИЕ ДЕФОРМАЦИИ ЧАСТИЦ ПОРОШКА ПРИ ВЫСОКОСКОРОСТНОМ СОУДАРЕНИИ

П.А. РЯБИНКИНА

Новосибирский государственный технический университет

E-mail: ryabinkinapolina@gmail.com

Метод гидродинамики сглаженных частиц (SPH – Smoothed Particle Hydrodynamics) относится к бессеточным методам численного моделирования. В данном методе объекты представляются в виде набора частиц, каждая из которых обладает физическими свойствами, характерными для используемого материала. В отличие от сеточных методов, связь между частицами генерируется при вычислении и может изменяться со временем, что значительно упрощает обработку результатов экспериментов, связанных с большими деформациями. Примерами таких экспериментов могут служить такие высокоэнергетические явления, как взрывы и высокоскоростные соударения [1].

В данной работе метод SPH применялся для моделирования процессов высокоскоростного соударения частиц порошка с подложкой. Моделирование осуществлялось в среде AUTODYN в двумерной плоской постановке. Схема расположения заготовок представлена на рисунке 1. Размер SPH-частиц составлял 0,5 мкм.

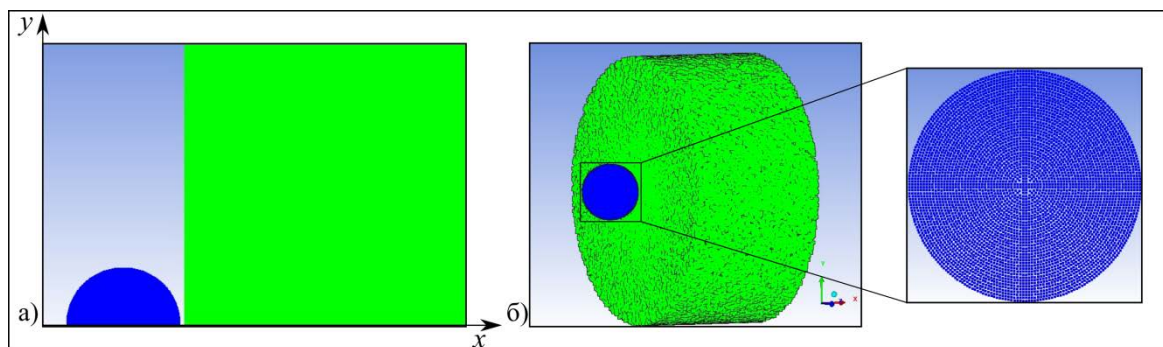


Рисунок 1 – Исходная постановка задачи при SPH-моделировании соударения сферической частицы и подложки: а) 2D-модель; б) 3D-модель

В качестве материала основы была использована сталь S-7 (российский аналог – сталь 5Х3М2Ф), в качестве напыляемого материала – сталь AISI 1006 (российский аналог – сталь 05 кп). Исходная температура частиц и подложки составляла 300 К. Размеры частиц варьировались от 20 до 100 мкм с шагом 20 мкм, скорость частиц изменялась от 200 до 1000 м/с с шагом 200 м/с, также были проведены дополнительные операции симуляции процесса напыления при скоростях от 400 до 600 м/с с шагом 50 м/с. В качестве модели, описывающей поведение материала при пластической деформации, использовалась модель Джонсона-Кука. В этой модели напряжение течения σ определяется формулой:

$$\sigma = (A + B(\epsilon_e^p)^n)(1 + C \ln \epsilon^*)(1 - (T^*)^m),$$

где A , B , n , C , m – эмпирические константы материала, ϵ_e^p – эффективная пластическая деформация, ϵ^* – скорость эффективной пластической деформации, нормированная относительно эталонной скорости пластической деформации, T^* – безразмерный параметр, рассчитываемый по формуле:

$$T^* = \frac{T - T_0}{T_{пл} - T_0},$$

где T – температура материала, T_0 – комнатная температура, $T_{пл}$ – температура плавления материала. Для анализа условий ударного скачка было использовано линейное уравнение состояния Ми-Грюнайзена. Параметры уравнений для используемых в данной работе материалов представлены в таблицах 1, 2 [2].

Таблица 1 – Параметры уравнения состояния Ми-Грюнайзена для используемых материалов

Параметр	Значение параметра	
	AISI 1006	S-7
Начальная плотность (г/см^3)	7,896	7,750
Коэффициент Грюнайзена, Γ_0	2,17	2,17
Параметр C_1 (м/мс)	4,569	4,569
Параметр S_1	1,49	1,49
Начальная температура (К)	300	300
Удельная теплоемкость c_0 (кДж/гК)	$4,52 \cdot 10^{-4}$	$4,77 \cdot 10^{-4}$
Теплопроводность	0	0

Таблица 2 – Параметры уравнения Джонсона-Кука для используемых материалов

Параметр	Значение параметра	
	AISI 1006	S-7
Модуль сдвига (ГПа)	81,8	81,8
Коэффициент A(ГПа)	0,35	1,539
Коэффициент B(ГПа)	0,275	0,477
Коэффициент n(ГПа)	0,36	0,18
Коэффициент C(ГПа)	0,002	0,012
Коэффициент m(ГПа)	1	1
Температура плавления, К	1181	1763

По результатам моделирования было выявлено, что при некоторых режимах соударения наблюдается образование струи на границе частица/подложка, полученные данные представлены в виде диаграммы на рисунке 2.

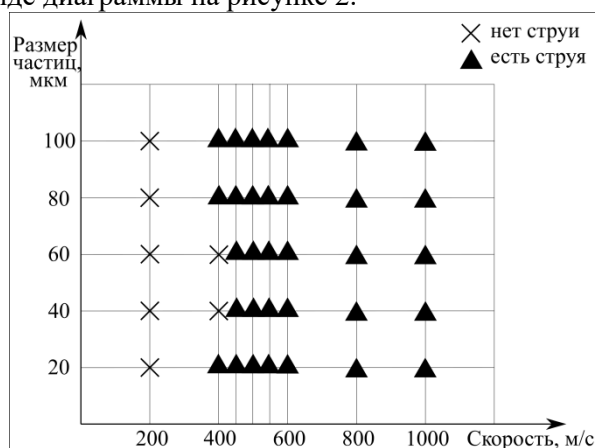


Рисунок 2 – Параметры соударения частиц порошка и подложки, соответствующих образованию струи

Данные процессы могут происходить при напылении покрытий методами холодного и детонационного напыления, проведение предварительных экспериментов по моделированию процессов соударения частиц порошка и подложки позволят выбрать наиболее рациональные режимы напыления, а также будут способствовать лучшему пониманию процессов деформации, нагрева и охлаждения материала.

Исследование выполнено при финансовой поддержке в рамках реализации программы развития НГТУ, научный проект №С20-24.

Список литературы

1. Yuin S., Wang X. Xu B., Li W. Examination on the Calculation Method for Modeling the Multi-Particle Impact Process in Cold Spraying // Journal of Thermal Spray Technology. – 2010 – V.19. – №.5. – P. 1032-1041.
2. Autodyn. Theory manual revision 4.3 // Century Dynamics, Concord, CA. – 2011.

ВЛИЯНИЕ ПЕРЕПЛАВА НА СТРУКТУРУ ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ

Д.Э.САФАРОВА, М.В.РЕМЗОВ, Т.А. ЗИМОГЛЯДОВА

Новосибирский государственный технический университет

E-mail: safarova10ab@mail.ru

Упрочнение материала путем создания защитного слоя на его поверхности, это один из актуальных способов повышения износостойкости деталей машин. Формирование покрытий методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки позволяет получить слои повышенной толщины (до 1,5 мм), с равномерным распределением упрочняющих частиц в их матрице. За счет вывода высококонцентрированного электронного луча в воздушную атмосферу возможна обработка крупногабаритных деталей [1].

Нанесение покрытий позволяет повысить износостойкость, упрочнить и при необходимости восстановить изношенную поверхность деталей машин. Сплавы системы Ni-Cr-Si-B-Fe обладают превосходными технологическими свойствами, а также хорошими показателями износостойкости, теплостойкости и коррозионной стойкости. Создание композиционных покрытий на основе Ni-Cr-Si-B-Fe-сплавов с применением добавок, для образования дополнительных упрочняющих фаз, позволяет добиться повышения характеристик износостойкости [2]. В качестве таких добавок можно использовать смеси, образующие твердые бориды на основе тугоплавких металлов. Известно, что бориды тугоплавких металлов (Nb, Zr, Hf и др.) являются более твердыми и стойкими к окислению при высоких температурах, чем карбиды на аналогичной основе [3]. Авторами работы предложена порошковая смесь типа «Ni-Cr-Si-B-Fe-сплав + Nb + В», при наплавке которой в покрытии образуются частицы NbB₂ [4]. Следует отметить, что в процессе кристаллизации покрытия, возможно формирование агрегатов сплавленных частиц и их неравномерное распределение, что будет снижать эксплуатационные характеристики материала.

Цель данной работы заключалась в исследовании влияния режимов повторного переплава Ni-Cr-Si-B-Fe+(Nb-B)-покрытий, полученного методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки на их структуру и свойства.

В качестве материала для формирования функционального покрытия использовался промышленный самофлюсующийся сплав марки ПН77Х15С3Р2 (77 % Ni, 15 % Cr, 3 % Si, 2 % В, 3 % Fe) с добавлением 35 вес. % порошковой смеси ниобия в сочетании с аморфным бором. Доля Nb и В выбиралась таким образом, чтобы обеспечить синтез соединения NbB₂ в процессе наплавки. В качестве основного материала использовалась низкоуглеродистая сталь 20.

Наплавка покрытий производилась на ускорителе электронов типа ЭЛВ-6 в Институте ядерной физики СО РАН при токе – 25 мА и скорости – 15 мм/с. Переплав осуществлялся с применением того же устройства при варьировании тока от 25 до 35 мА с шагом 5 мА и скорости – 15 мм/с.

Исследование полученных покрытий проводилось на оптическом микроскопе Carl Zeiss Axio Observer A1m при увеличениях в диапазоне от 50 до 1000 крат, а также на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO 50 XVP в режиме вторичных и обратно рассеянных электронов диапазоне увеличений до 10 000 крат, оснащенном детектором для микрорентгеноспектрального анализа INCA X-ACT (Oxford instruments). Перед исследованием структуры поверхность образцов подвергалась травлению смесью азотной и соляной кислот с добавлением хлорида железа. Травление производилось окунанием образца в емкость с химическим раствором. Микротвердость наплавленных слоев оценивали с применением прибора Wolpert Group 402 MVD.

Толщина наплавленного слоя варьируется при различных условиях повторного оплавления. Максимальная толщина наплавленного слоя была получена с помощью повторного переплава электронным лучом при токе – 35 мА и скорости – 15 мм/с и составляет порядка 2700 мкм.

На рисунке 1 а представлена структура слоя, полученного при повторном оплавлении при токе пучка 30 мА. Видно, что покрытие имеет литое строение. Между дендритами расположена эвтектика и упрочняющие соединения. Анализ распределения химических элементов (рисунок 1 б) показал, что в наплавленном слое присутствует значительное количество железа, перешедшее в покрытие, наиболее вероятно из основного металла. Так же следует отметить, что упрочняющая фаза обогащена ниобием. Анализ микротвердости наплавленных слоев показал, что разбавление железом негативно сказывается на уровне твердости наплавленных слоев. Так, уровень микротвердости покрытия, полученного повторным переплавом при токе пучка пучка 35 мА, составляет 530 МПа.

В рамках дальнейших исследований планируется определение фазового состава повторно оплавленных покрытий и определение их механических и триботехнических свойств, возможна корректировка режимов оплавления.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Новосибирской области в рамках научного проекта № 19-43-543011.

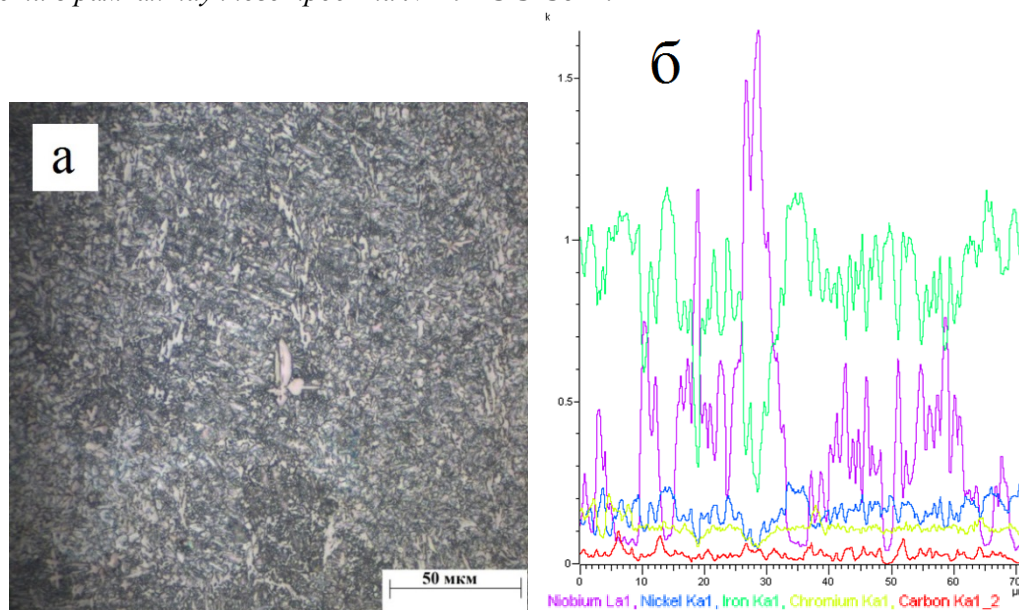


Рисунок 1 - Результаты исследований поверхностного слоя: а – структура наплавленного слоя; б – распределение химических элементов

Список литературы

1. Полетика И.М., Голковский М.Г., Перовская М.В., Крылова Т.А., Салимов Р.А. Формирование покрытий двойного назначения методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки// Физическая мезомеханика. – 2006. – №9. Спецвып. – С. 177–180.
2. Соболева Н.Н. Контактная выносливость NiCrBSi покрытий, полученных методом газопорошковой лазерной наплавки // Обработка металлов. – 2014. – № 4. – С. 43–51.
3. Аппен А. А. Температуроустойчивые неорганические покрытия. – Л.: Химия 1967. – 144 с.
4. Зимоглядова Т.А. Повышение износостойкости стали с использованием технологии вневакуумной электронно-лучевой наплавки порошковой смеси самофлюсующегося никелевого сплава в сочетании с ниобием и бором: дис. ... канд. тех. наук: 05.16.09 / Зимоглядова Татьяна Алексеевна. – М., 2019. – 189.

ПОВЕРХНОСТНОЕ УПРОЧНЕНИЕ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V И МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА Ti-6Al-4V/TiC, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Е.А. СИНЯКОВА¹, А.В. ПАНИН^{1,2}, С.А. МАРТЫНОВ¹, С.В. ПАНИН^{1,2}

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²Национальный исследовательский Томский Политехнический Университет, Томск

E-mail: mea@ispms.tsc.ru

Несмотря на высокие прочностные свойства изделий из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методами аддитивных технологий, они характеризуются относительно низкими значениями износостойкости. В настоящее время наблюдается громадный интерес к проведению фундаментальных, поисковых и прикладных исследований в области получения трехмерных металлических матричных композитов на основе Ti-6Al-4V, армированных высокопрочными керамическими частицами TiC [1-3]. Комбинация твердых и жестких керамических частиц и вязкой титановой матрицы обеспечивает высокие механические и трибологические характеристики композита, что открывает широкую перспективу его использования в авиа- и ракетно-космической отрасли.

Недостатком изделий из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методами аддитивных технологий, является высокая шероховатость их поверхности и неоднородная микроструктура, состоящая из крупных столбчатых первичных бета зерен, содержащих неравновесную мартенситную α' фазу [4,5]. В свою очередь, в процессе 3D-печати композита Ti-6Al-4V/TiC фаза TiC может приобретать форму грубого дендрита. Более того, большие карбидные частицы могут растворяться не полностью, вызывая формирование пор и трещин, а также охрупчивание титановых композитов [6,7].

Перспективным методом постобработки 3D-напечатанных деталей является их ультразвуковая ударная обработка, основанная на пластическом деформировании поверхности. Данный метод может не только обеспечивать снижение шероховатости поверхности 3D-напечатанных образцов, но и увеличивать твердость и износостойкость их поверхностного слоя без изменения внутренней структуры самого изделия.

В настоящей работе исследованы закономерности формирования морфологии поверхности, микроструктуры и фазового состава 3D-напечатанных образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V и композита Ti-6Al-4V/TiC. Продемонстрировано влияние ультразвуковой ударной обработки на закономерности структурно-фазовых превращений и формирование внутренних напряжений в модифицированных поверхностных слоях исследованных образцов.

3D-напечатанные образцы из титанового сплава Ti-6Al-4V и композита Ti-6Al-4V/TiC, были получены методом селективного лазерного плавления (Selective Laser Melting — SLM) порошка титанового сплава Ti-6Al-4V и, порошка титанового сплава Ti-6Al-4V и порошка карбида TiC. Полученные SLM-образцы подвергали ультразвуковой ударной обработке на установке И-4/1-2.0 путем возбуждения в обрабатывающем инструменте (индентор) ультразвуковых колебаний. Амплитуда и частота колебаний рабочей поверхности волновода составляли 15 мкм и 23 кГц, соответственно. Скорость сканирования индентора по поверхности пластины при ультразвуковой обработке составляла по оси x —1.7 мм/с, по оси y —4.4 мм/с, шаг сканирования $\sim 0,1$ мкм. Нагрузка на индентор составляла 27 кг. Индентор был изготовлен из твердого сплава Co-WC и его химический состав (в вес.%) представляет собой: 11.47% Co, 78.07% W, 8.60% C, 1.86% O.

Показано, что поверхность исходных SLM образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V характеризуется развитым рельефом, состоящим из множества выступов и впадин. Подобная шероховатость SLM образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V обусловлена как наличием на их поверхности частично расплавленных частиц порошка, так и волнистым рельефом, сформированным зонами расплава. Среднеквадратичная шероховатость (R_q)

исходных SLM образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V, определенная методом контактной профилометрии, составляет $R_q=12.7$ мкм.

Исследование морфологии поверхности SLM образцов из порошковой композиции Ti-6Al-4V/TiC показало, что введение тугоплавких карбидных частиц в ванну расплава повышает температуру плавления системы, и, как следствие, мощности лазерного луча оказывается недостаточно для плавления карбидных частиц. В результате шероховатость поверхности SLM образцов из порошковой композиции Ti-6Al-4V/TiC существенно увеличивается и достигает $R_q=24.1$ мкм. Ультразвуковая ударная обработка как исходных SLM образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V, так и SLM образцов из порошковой композиции Ti-6Al-4V/TiC приводит к снижению шероховатости их поверхности до $R_q=6.0$ и $R_q=10.0$ мкм, соответственно.

Методами оптической и просвечивающей электронной микроскопии, а также рентгеноструктурного анализа продемонстрировано влияние ультразвуковой ударной обработки на микроструктуру и фазовый состав SLM образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V и порошковой композиции Ti-6Al-4V/TiC.

Измерение микротвердости на боковой грани как SLM образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V, так и SLM образцов из порошковой композиции Ti-6Al-4V/TiC наглядно демонстрирует, что ультразвуковая ударная обработка приводит к увеличению твердости их поверхностного слоя.

Работа выполнена в рамках Программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» Министерства науки и высшего образования РФ; Соглашение № 05.583.21.0089, идентификатор проекта RFMEFI58318X0089.

Список литературы

1. Liu S.Y., Shin Y.C. The influences of melting degree of TiC reinforcements on microstructure and mechanical properties of laser direct deposited Ti6Al4V/TiC composites // Materials and Design. – 2017. – V. 136. – P. 185–195.
2. Wang J., Li L., Lin P., Wang J. Effect of TiC particle size on the microstructure and tensile properties of TiCp/Ti6Al4V composites fabricated by laser melting deposition. Optics & Laser Technology. – 2018. – V. 105. – P. 195–206.
3. Katz-Demyanetz A., Popov V.V., Kovalevsky A., Safranchik D., Koptuyug A. Powder-bed additive manufacturing for aerospace application: Techniques, metallic and metal/ceramic composite materials and trends // Manufacturing Review. – 2019. – V. 6. – P. 1–13.
4. Attar H., Ehtemam-Haghighi Sh., Kent D., Wu X., Dargusch M.S. Comparative study of commercially pure titanium produced by laser engineered net shaping, selective laser melting and casting processes // Materials Science and Engineering A. – 2017. – V. 705. – P. 385–393.
5. Mazur M., Leary M., Sun Sh., Vcelka M., Shidid D., Brandt M. Deformation and failure behaviour of Ti-6Al-4V lattice structures manufactured by selective laser melting (SLM) // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2016. – V. 84. – P. 1391–1411.
6. Pouzet S., Peyre P., Gorny C., Castelnau O., Baudin T., Brisset F., Colin C., Gadaud P. Additive layer manufacturing of titanium matrix composites using the direct metal deposition laser process // Materials Science and Engineering A. – 2016. – V. 677. – P. 171–181.
7. Mahamood R.M., Akinlabi E.T., Shukla M., Pityana S. Scanning velocity influence on microstructure, microhardness and wear resistance performance of laser deposited Ti6Al4V/TiC composite // Materials and Design. – 2013. – V. 50. – P. 656–666.

ВЛИЯНИЕ МОДИФИКАЦИИ НА ПОВЕРХНОСТНЫЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК ИЗ ПОЛИКАПРОЛАКТОНА

Е.О. ФИЛИППОВА, Н.М. ИВАНОВА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: bosyheo@tpu.ru

Биодеградируемые полимеры являются перспективными материалами, используемые в медицине в качестве шовного материала, костных пластинок, брышных сеток, стентов, скэффолдов, а также для систем доставки лекарственных средств [1, 2]. Особый интерес представляет применение поликапролактона - биоразлагаемого полиэфира - в роли имплантата для роговицы [3]. Одним из основных требований к биодеградируемому материалу в качестве медицинского является смачиваемая поверхность [2], которая достигается путем воздействия на полимер низкотемпературной плазмой атмосферного давления.

Таким образом, целью настоящего исследования является изучение поверхностных свойств тонких пленок на основе поликапролактона после воздействия низкотемпературной плазмы атмосферного давления.

Материалы и методы исследования

Пленки были получены в результате растворения поликапролактона (Нидерланды) в трихлорметане (CHCl₃) (Экрос, Россия). Через 48 часов, после испарения растворителя, сформированный материал удаляли из чашки Петри.

Модификацию поверхности пленок проводили с использованием экспериментальной установки низкотемпературной плазмы атмосферного давления (ТПУ). Время воздействия плазмой составило 30 с.

Электронная микроскопия поверхности полученных образцов выполнялась на микроскопе Hitachi S3400N Type II (Япония). Данные о строении поверхности пленок и их шероховатости были получены с помощью лазерного сканирующего микроскопа «Olympus Lext Ols 4100» (США). Профиль шероховатости поверхности строился с точностью до 1 нм в программе Gwyddion 2.47. Краевой угол смачивания измерялся методом сидячей капли при комнатной температуре (25 ± 2)°С, с помощью прибора «KRÜSS Easy Drop DSA 20» (Германия). В исследовании использовались следующие жидкости: деионизованная вода, глицерин, и N-гексан.

Результаты исследования

Исследование структуры и морфологии пленок из поликапролактона показало, что топография полученного материала зависит от стороны поверхности: внешняя, контактирующая с атмосферой, сторона имела более рельефную поверхность в отличие от более гладкой, контактирующей с чашкой Петри, внутренней. Исследование шероховатости поверхности показало среднюю шероховатость (Ra) внешней стороны пленки 0,03 мкм, внутренней – 0,02 мкм, среднеквадратичную шероховатость (Rq) внешней стороны 0,05 мкм, внутренней – 0,04 мкм, максимальную высоту шероховатости (Rt) внешней стороны 0,48 мкм, внутренней – 0,42 мкм. Однако, статистический анализ показал отсутствие значимых различий параметров шероховатости между сторонами материала, $p > 0,05$.

Анализ данных по смачиваемости поверхности показал, что внутренняя сторона пленки обладает краевым углом смачивания воды $72,0^\circ \pm 2,2$, внешняя – $73,1^\circ \pm 3,1$, приближая свойства материала к гидрофобным. Поверхностная энергия γ пленок составила $34,47 \pm 0,59$ мДж/м², соотношение дисперсионной и поляризационной составляющих - 1,3:1.

Воздействия плазмой увеличивает параметры шероховатости сторон поверхности пленок на основе поликапролактона в 1,5 раз по сравнению с исходными пленками, при этом различия параметров между сторонами статистически незначимы ($p > 0,05$).

Анализ данных по смачиваемости поверхности показал, что воздействие плазмой увеличивает гидрофильность пленки, снижая краевой угол смачивания внутренней стороны на $9^\circ - 10^\circ$ (на (12 – 14)%), а также увеличивает значения поверхностной энергии

преимущественно за счет полярной составляющей до $(20,6 \pm 0,3)$ [мДж/м²]. Статистический анализ показал, что значимых различий краевого угла смачивания, а также поверхностной энергии между сторонами материала не выявлено, $p > 0,05$.

В результате проведенных исследований выявлено, что пленки на основе поликапролактона имеют топографически разные стороны поверхности: более рельефную – внешнюю и гладкую внутреннюю, что отражается в параметрах шероховатости. Модификация поверхности плазмой увеличивает шероховатость данного материала. Пленки на основе поликапролактона обладают свойствами, близкими к гидрофобным, независимо от стороны поверхности. Воздействия плазмой увеличивает гидрофильность материала, снижая краевой угол смачивания на $9^\circ - 10^\circ$ (на 12% – 14%), а также увеличивает значения поверхностной энергии в большей мере за счет полярной составляющей.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-08-00648.

Список литературы

1. Ershuai Z., Chuanshun Z., Jun Y., Hong S. et al. Electrospun PDLA/PLGA composite membranes for potential application in guided tissue regeneration // Materials Science and Engineering. – 2016. – № 58. – P. 278–285.
2. Okada H., Doken Y., Ogawa Y. Persistent suppression of the pituitary-gonadal system in female rats by three-month depot injectable microspheres of leuporelin acetate // Journal of Pharmaceutical Sciences. – 1996. – № 85. – P. 1044–1048.
3. Bredow L., Schwartzkopff J., Reinhard T. Regeneration of corneal endothelial cells following keratoplasty in rats with bullous keratopathy // Molecular Vision. – 2014. – № 20. – P. 683–690.

ВЛИЯНИЕ СТЕРИЛИЗАЦИИ НА МОДИФИЦИРОВАННЫЕ В ПЛАЗМЕ ПЛЕНКИ ИЗ ПОЛИКАПРОЛАКТОНА

Е.О. ФИЛИППОВА, Н.М. ИВАНОВА

Национальный исследовательский Томский политехнический университет

E-mail: bosyheo@tpu.ru

Поликапролактон как биodeградируемый полимер нашел свое широкое применение в медицине в качестве шовного материала, костных пластинок, брюшных сеток, стентов, скэффолдов, а также для систем доставки лекарственных средств [1, 2]. Особый интерес представляет применение поликапролактона в роли имплантата для роговицы [3]. Одним из основных требований к материалу является смачиваемая его поверхность [42], которая достигается путем воздействия на полимер низкотемпературной плазмой атмосферного давления. Однако, приобретенные свойства полимера после плазмы могут быть утеряны после процедуры стерилизации.

Таким образом, целью настоящего исследования является изучение влияния γ -стерилизации на поверхностные свойства пленок на основе поликапролактона после модификации низкотемпературной плазмой атмосферного давления.

Материалы и методы исследования

Исходные образцы пленок были получены в результате растворения поликапролактона (Нидерланды) в трихлорметане (CHCl_3) (Экрес, Россия). Через 48 часов, после испарения растворителя, сформированные полимерные пленки удаляли из чашки Петри.

Модификацию поверхности полученных пленок проводили с использованием экспериментальной установки низкотемпературной плазмы атмосферного давления. Время воздействия плазмой составило 30 с.

Стерилизацию производили с использованием γ -установки «Исследователь №52» с источником радионуклида ^{60}Co . Экспозиционная доза γ -излучения – 1 кГр (Si).

Электронная микроскопия поверхности полученных образцов выполнялась на микроскопе Hitachi S3400N Type II (Япония). Данные о строении поверхности пленок и ее шероховатости были получены с помощью лазерного сканирующего микроскопа «Olympus Lext Ols 4100» (США). Профиль шероховатости поверхности строился с точностью до 1 нм в программе Gwyddion 2.47. Краевой угол смачивания измерялся методом сидячей капли при комнатной температуре (25 ± 2)°C, с помощью прибора «KRÜSS Easy Drop DSA 20» (Германия). В исследовании использовались жидкости: деионизованная вода, глицерин, и N-гексан.

Результаты и обсуждение

Исследование структуры и морфологии пленок из поликапралоктона показало, что топография полученного материала зависит от стороны поверхности: внешняя, контактирующая с атмосферой, сторона имела более рельефную поверхность в отличие от более гладкой, контактирующей с чашкой Петри, внутренней. Исследование шероховатости поверхности показало среднюю шероховатость (R_a) внешней стороны пленки 0,03 мкм, внутренней – 0,02 мкм, среднеквадратичную шероховатость (R_q) внешней стороны 0,05 мкм, внутренней – 0,04 мкм, максимальную высоту шероховатости (R_t) внешней стороны 0,48 мкм, внутренней – 0,42 мкм. Однако, статистический анализ показал отсутствие значимых различий параметров шероховатости между сторонами материала, $p > 0,05$.

Анализ смачиваемости поверхности показал, что внутренняя сторона пленки обладает краевым углом смачивания воды $72,0^\circ \pm 2,2$, внешняя – $73,1^\circ \pm 3,1$, приближая свойства материала к гидрофобным. Поверхностная энергия γ пленок составила $34,47 \pm 0,59$ мДж/м², соотношение дисперсионной и поляризационной составляющих 1,3:1.

Воздействия плазмой увеличивает параметры шероховатости внутренней стороны поверхности пленок на основе поликапралоктона в 1,5 раз по сравнению с исходными пленками, при этом различия параметров между сторонами статистически незначимы ($p > 0,05$).

Исследование смачивания показало, что воздействие плазмой увеличивает гидрофильность пленки, снижая краевой угол смачивания внутренней стороны на $9^\circ - 10^\circ$ (на 12 – 14%), а также увеличивает значения поверхностной энергии преимущественно за счет полярной составляющей до $(20,6 \pm 0,3)$ [мДж/м²]. Статистический анализ показал, что значимых различий краевого угла смачивания, а также поверхностной энергии между сторонами материала не выявлено, $p > 0,05$.

Стерилизация γ -излучением не способствует существенным изменением параметров шероховатости: статистически значимых различий между обработанными плазмой образцами без стерилизации и со стерилизации выявлено не было, $p > 0,05$.

Исследование смачивания показало, что воздействие γ -лучей снижает угол смачивания материала после плазмы на $2^\circ - 3^\circ$, что статистически незначимо, $p > 0,05$.

В результате проведенных исследований выявлено, что пленки на основе поликапралоктона имеют топографически разные стороны поверхности: более рельефную – внешнюю и гладкую внутреннюю, что отражается в параметрах шероховатости. Модификация поверхности плазмой увеличивает (в 1,5 раз) шероховатость данного материала. Пленки на основе поликапралоктона обладают свойствами, близкими к гидрофобным, независимо от стороны поверхности. Воздействия плазмой увеличивает гидрофильность материала, снижая краевой угол смачивания на $9^\circ - 10^\circ$ (на 12% – 14%), а также увеличивает значения поверхностной энергии в большей мере за счет полярной составляющей. Стерилизация γ -излучением не способствует существенным изменением

параметров шероховатости и смачиваемости материала из поликапролактона после плазменной модификации.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-08-00648.

Список литературы

1. Ershuai Z., Chuanshun Z., Jun Y., Hong S. et al. Electrospun PDLA/PLGA composite membranes for potential application in guided tissue regeneration // Materials Science and Engineering. – 2016. – № 58. – P. 278–285.
2. Okada H., Doken Y., Ogawa Y. Persistent suppression of the pituitary-gonadal system in female rats by three-month depot injectable microspheres of leuporelin acetate // Journal of Pharmaceutical Sciences. – 1996. – № 85. – P. 1044–1048.
3. Bredow L., Schwartzkopff J., Reinhard T. Regeneration of corneal endothelial cells following keratoplasty in rats with bullous keratopathy // Molecular Vision. – 2014. – № 20. – P. 683–690.

ПРЕИМУЩЕСТВО АДГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ ФИБРИНА В СРАВНЕНИИ С КОЛЛАГЕНОМ И ФИБРОНЕКТИНОМ

М.Ю. ХАНОВА, В.Г. МАТВЕЕВА, Е.А. ВЕЛИКАНОВА, Т.В. ГЛУШКОВА, Л.В. АНТОНОВА

Научно-исследовательский институт комплексных проблем сердечно-сосудистых заболеваний

E-mail: khanovam@gmail.com

До сих пор не создано эффективных протезов малого диаметра. Полимерные материалы позволяют изготовить графт с требуемыми физико-механическими свойствами, но они не имеют сайтов клеточной адгезии, что снижает эффективность заселения клетками, в том числе эндотелиальными, и приводит к ряду нежелательных реакций в раннем и отсроченном периоде (тромбозы, гиперплазия неоинтимы, формирование кальцификатов). Для придания функциональных свойств каркасу используют различные модифицирующие покрытия, в том числе белки внеклеточного матрикса (ВКМ), среди которых наиболее популярны коллаген, фибронектин, фибрин. Мы провели сравнение адгезионных свойств данных белков для эндотелиальных клеток в статических и динамических условиях *in vitro*.

Цель работы: выбрать наиболее эффективный адгезионный белок для последующей модификации полимерных протезов сосудов малого диаметра.

Материалы и методы

Сосудистый протез изготавливали методом электроспиннинга на установке NANON-01A (МЕСС, Япония) из смеси 10%-го поли(ε-капролактона) (poly(ε-caprolactone), PCL, Sigma–Aldrich, США) и 5%-го поли(3-гидроксibuтирата-ко-3-гидроксивалерата) (poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate), PHBV, Sigma–Aldrich, США). Методом раздельной подачи коллаген I типа (Gibco, США) вводился в состав внутренней стенки графтов с концентрацией коллагена 5 мг/мл.

Покрытие внутренней поверхности графта фибронектином производили методом погружения в раствор фибронектина человека (Sigma, США) в концентрации 10 мкг/мл, для обработки стекол и планшетов раствор наливали на поверхность на 1 час для полимеризации с последующим отмыванием.

Получение фибрина проходило в два этапа: выделение преципитата фибриногена и полимеризация. Преципитат выделяли методом этаноловой криопреципитации из словной плазмы [1]. Полимеризацию фибриногена выполняли с помощью тромбина и хлорида

кальция. Для покрытия фибрином сосудистые графты погружали в раствор фибриногена с последующим нанесением на поверхность протеза тромбино-кальциевую смесь (тромбин 500 ЕД/мл (Т7009, Sigma-Aldrich) и CaCl_2 40 ммоль/л). Для покрытия стекол и планшетов смешивали фибриноген и тромбино-кальциевую смесь в соотношении 1:1 и наносили на поверхности.

Колониеформирующие эндотелиальные клетки (КФЭК) выделяли из мононуклеарной фракции периферической крови пациентов с ишемической болезнью сердца [2]. Внутреннюю поверхность всех образцов сосудистых протезов PNBV/PCL/коллаген заселяли 7×10^5 КФЭК. Предварительно заселение и культивирование в статических условиях осуществляли в течение 2 суток, последующее культивирование в условиях проточного биореактора – 5 суток, при следующих параметрах: объем выброса 0,7 мл; частота выброса – 20 уд/мин; итоговое напряжение сдвига – $2,85 \text{ дин/см}^2$.

Метаболическую/пролиферативную активность исследовали с помощью МТТ-теста (MTT Cell Proliferation Assay Kit, Invitrogen, США) в 96-луночных планшетах в статических условиях.

Для иммунофлуоресцентной микроскопии стекол покрытых и непокрытых адгезивными белками выполнено сочетанное окрашивание КФЭК на Paxillin/F-actin/DAPI, для клеток на внутренней поверхности графтов – F-actin/Tallin/DAPI. Количественный анализ изображений (средней интенсивности флуоресценции (ИФ)) проводили в программе ImageJ.

Структуру поверхности сосудистого протеза изучали с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе S-3400N (Hitachi, Япония).

Для определения способности клеток к удержанию на поверхности в условиях пульсирующего потока проводили подсчет клеток на поверхности графтов в статических и динамических условиях (15 полей зрения, $\times 20$).

Статистическое сравнение результатов и построение графиков в программе Graf Pad Prism7. Количественные данные представлены в виде медианы и межквартильного размаха. Сравнение между несколькими группами - методом ANOVA с коррекцией результатов методом FDR. Статистическая значимость $p < 0,05$ во всех тестах.

Результаты

Сравнительный анализ данных МТТ-теста показал более высокую метаболическую активность КФЭК на фибрине (0,071 (0,061; 0,08)) по сравнению остальными образцами в 7 раз, $p < 0,05$. Достоверных различий показателей МТТ-теста между пластиком, фибронектиновым и коллагеновым покрытиями не обнаружено. Эти данные свидетельствуют о наиболее благоприятных свойствах фибрина для жизнедеятельности КФЭК по сравнению с коллагеном и фибронектином.

Адгезионные свойства фибрина, коллагена и фибронектина исследовали с помощью сканирующей электронной микроскопии и детекции молекул фокальной адгезии Paxillin и структурного белка F-actin методом иммунофлуоресценции. На изображениях, полученных со СЭМ, на поверхности образцов, обработанных коллагеном, визуализируются единичные, слабо адгезированные клетки на волокнах полимера. Тогда как фибрин сформировал нежные, мелкие волокна на поверхности полимера, на которых расположились хорошо распластанные КФЭК. Результаты СЭМ согласуются с данными конфокальной микроскопии. Наибольшая интенсивность флуоресценции Paxillin и F-actin наблюдалась у образцов, покрытых фибрином (47,8 (41,8; 55,1)) по сравнению остальными образцами в 1,5 раза, $p < 0,05$. Между стеклом, коллагеном, фибронектином различий не наблюдалось. Недавние исследования подтверждают, что актиновая сеть несет не только структурную функцию, но также тесно связана с белками фокальной адгезии. F-actin играет важную роль в сборке/разборке Paxillin в очагах адгезии, служит треком для его внутриклеточного транспорта, участвующего в интеграции и преобразовании сигналов от интегринов и рецепторов факторов роста для модулирования динамики актиновых филаментов, формирования очагов фокальной адгезии и функции клеток [3]. Косвенные результаты

связи Paxillin и F-actin отражаются в полученных нами результатах. Интенсивность флуоресценции F-actin аналогична Paxillin и является максимальной для фибрина. Эти данные показывают, что лучшие адгезионные свойства в статических условиях демонстрирует фибрин, по сравнению с коллагеном и фибронектином.

Следующий этап изучения адгезивных свойств модифицирующих покрытий был выполнен на образцах графтов на основе PCL/PHBV/коллагена и покрытых фибронектином или фибрином.

Известно, что до 80 % клеток при плохой адгезии смываются с поверхности носителя в условия пульсирующего потока. Простой подсчет и сравнение адгезированных клеток на площадь поверхности в статических и динамических условиях подтвердил лучшие удерживающие свойства фибрина по сравнению с фибронектином. Так, после воздействия пульсирующего потока количество клеток на графтах, модифицированных фибронектином, достоверно снижалось в 2,5 раза, $p < 0,05$. Аналогичный показатель для фибриновых графтов в условиях статики и пульсирующего потока не отличался. Количество клеток на образцах графтов с фибриновым покрытием (33 (28; 37,3)), подвергшихся динамической нагрузке, превышало показатель для фибронектина (7,5 (0; 13,5)), $p < 0,05$.

Флуоресцентная окраска образцов на Talin и F-actin продемонстрировала более высокую плотность и равномерность заселения КФЭК поверхности фибрина в статике и динамике, хорошую распластанность клеток, большее количество волокон F-actin в клетках.

Данный этап *in vitro* показал, что модификация фибрином в лучшей степени способствует удержанию эндотелиальных клеток внутренней поверхности сосудистого протеза в условиях пульсирующего потока по сравнению с фибронектином.

Заключение. Фибрин как адгезионное модифицирующее покрытие обладает лучшими условиями для жизнедеятельности клеток, а также адгезионными и удерживающими свойствами по сравнению с коллагеном и фибронектином.

Список литературы

1. Dietrich M., Heselhans J., Wozniak J., Weinandy S., Mela P., Tschoeke B., Schmitz-Rode T., Jockenhoevel S. Fibrin-based tissue engineering: comparison of different methods of autologous fibrinogen isolation // *Tissue Eng Part C Methods*. – 2013. Т. 19. – № 3. С. 216–226.
2. Kolbe M., Dohle E., Katerla D., Kirkpatrick C.J., Fuchs S. Enrichment of outgrowth endothelial cells in high and low colony-forming cultures from peripheral blood progenitors // *Tissue Eng Part C Methods*. – 2010. Т. 16. № 5. С. 877–860.
3. Hu Y.L., Chien S. Dynamic motion of paxillin on actin filaments in living endothelial cells // *Biochem Biophys Res Commun*. – 2007. Т. 357. – № 4. С. 871–876.

ФОРМИРОВАНИЕ КАЛЬЦИЙФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ В ЭЛЕКТРОЛИТЕ С ДОБАВЛЕНИЕМ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ЧАСТИЦ Fe-Cu

В.В. ЧЕБОДАЕВА¹, В.С. БАЖАНОВА²

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

²Национальный исследовательский Томский государственный университет
vtina5@mail.ru

В настоящее время для лечения заболеваний и травм костной системы широко применяются имплантаты из биоинертных сплавов. Наиболее широко применяемыми материалами в данной области являются титан и титановые сплавы. Титан обеспечивает необходимую механическую прочность и биосовместимость. Для придания биоактивных свойств на поверхность титановых имплантатов наносят кальцийфосфатные (КФ) покрытия. К биоактивным материалам относится гидрок시아патит (ГА) – $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, являющийся основной минеральной компонентой костной ткани [1]. Для формирования биопокровов широко применяют метод микродугового оксидирования (МДО) [1-2]. Применение метода МДО позволяет получать на поверхности изделий пористые КФ покрытия с аморфной или кристаллической структурой широкого функционального назначения. Дополнительная модификация таких покрытий проводится с помощью различных наноконструктивных элементов для повышения их антибактериальных, механических и других свойств. Перспективным является применение наноконструктивных материалов, например, нанопорошков системы Fe-Cu, полученных с помощью консолидации металлических нанопорошков в градиенте высоких давлений без повышения макроскопической температуры образца. Наличие железа в наноконструктивном порошке позволит увеличить адгезионную прочность покрытий, а медь придаст антибактериальный эффект, позволяющий снизить риск инфицирования имплантата в организме [3].

В работе использовали пластины с размерами $10 \times 10 \times 1$ мм³ из титана марки ВТ1-0. Покрытия наносили методом МДО на установке «Microarc 3.0» в электролите на основе водного раствора ортофосфорной кислоты (H_3PO_4), содержащего ГА с добавлением карбоната кальция (CaCO_3) и наночастиц Fe-Cu. В работе для формирования микродуговых КФ покрытий на образцах из титана были выбраны следующие электрофизические параметры МДО: длительность процесса – 10 мин, частота импульсов – 50 Гц, длительность импульсов – 100 мкс, импульсное электрическое напряжение варьировалось в интервале 200 – 300 В. Исследование морфологии покрытий и элементный состав проводили на растровом электронном микроскопе «LEO EVO 50» с приставкой «INCA-350» для энергодисперсионного анализа (ЦКП «Нанотех»). Шероховатость покрытий измеряли на профилометре Hommel-etamic 2000 по параметру R_a , равному среднему арифметическому отклонению профиля в пределах нескольких длин участков измерений. Биметаллические наночастицы Fe-Cu были получены электрическим взрывом скруток металлических проволок Fe и Cu в атмосфере аргона при давлении 2×10^5 Па. Подробное описание методики эксперимента изложено в работе [3]. Наночастицы FeCu, предварительно диспергированные в водной суспензии 60 мин, добавляли в электролит с ГА. После этого на поверхности титановых образцов формировали КФ покрытия с варьированием напряжения процесса МДО.

Покрытие, сформированное в электролите без добавления наночастиц, представлено структурными элементами в форме сфероидальных образований с порами, рисунок 1 а-в. Также на поверхности покрытий присутствуют поры, локализованные в углублениях между сфероидальными элементами. Увеличение напряжения процесса МДО приводит к росту среднего размера сфероидальных образований покрытия от 16 до 25 мкм, а размера пор покрытий от 4 до 7 мкм. Это связано с увеличением интенсивности микроплазменных разрядов, воздействующих на подложку, в результате чего структурные элементы покрытия

увеличиваются в размерах и частично разрушаются с образованием внутри сферолитов пластинчатых кристаллов длиной до 15 мкм, рисунок 1 в.

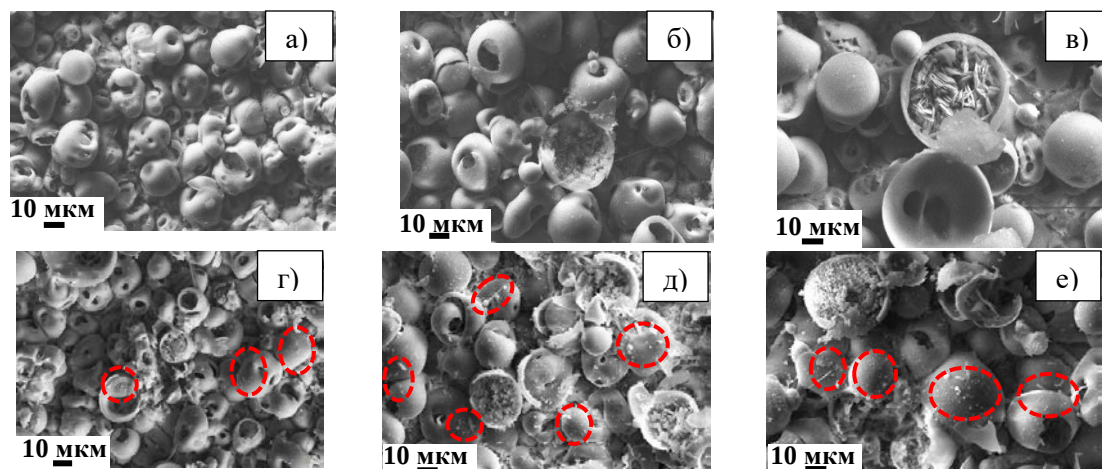


Рисунок 1 - Типичные РЭМ-изображения немодифицированных КФ покрытий (а-в) и покрытий с наночастицами FeCu (г-е), сформированных методом МДО при напряжениях процесса: а, г – 200 В, б, д – 250 В, в, е – 300 В

Добавление нанокомпозитных частиц FeCu в электролит и формирование покрытий при напряжении МДО 200 В не приводит к существенному изменению морфологии покрытий, рисунок 1 г-е. В данных покрытиях также появляются осколки со средним размером 1 мкм (обведены красными пунктирными линиями, рисунок 3.5 г). Элементный анализ данных осколков показал высокую концентрацию кальция. Увеличение напряжения процесса МДО от 200 до 300 В приводит к увеличению размера сфероидальных образований от 17 до 28 мкм, а и пор покрытия от 5,5 до 9,5 мкм, соответственно. Видно, что после модифицирования на покрытиях, нанесенных при напряжениях процессах 250 и 300 В также присутствуют осколки покрытия с высоким содержанием кальция со средним размером 1 мкм, рисунок 3.6 д, е.

В работе при увеличении напряжения процесса МДО от 200 до 300 В были сформированы КФ покрытия, модифицированные наночастицами Fe-Cu. Введение соединений Fe и Cu в электролит позволяет повысить интенсивность процесса МДО, и увеличить количества пластинчатых кристаллов в покрытиях. В дальнейшем планируются исследования адгезионных и антибактериальных свойств модифицированных покрытий.

Авторы выражают благодарность заведующему лабораторией физики высокодисперсных материалов ИФПМ СО РАН Лернеру М.И., заведующему лаборатории физики наноструктурных биоконпозитов (ЛФНБ) Шаркееву Ю.П. и старшему научному сотруднику ЛФНБ Седельниковой М.Б. за обсуждение результатов исследований. Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН (проект III.23.2.5).

Список литературы

1. Sedelnikova M.B., Sharkeev Yu.P., Komarova E.G., Khlusov I.A., Chebodaeva V.V. Structure and properties of the wollastonite-calcium phosphate coatings deposited on titanium and titanium-niobium alloy using microarc oxidation method // Surface & Coating Technology. – 2016. - Vol. 307. - P. 1274-1283.
2. Rizwan M., Alias R., Zaidi U.Z., Mahmoodian R., Hamdi M. Surface modification of valve metals using plasma electrolytic oxidation for antibacterial applications: a review // Journal of Biomedical Materials Research Part A. – 2017. – Vol. 106 (2). – P. 590–605.

3. Lerner M.I., Psakhie S.G., Lozhkomoev A.S. et. al. Fe-Cu Nanocomposites by High Pressure Consolidation of Powders prepared by Electric Explosion of Wires // Advanced Engineering Materials. – 2018. – 20, 8 – P. 1701024.

ГИДРОФИЛИЗАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ Ti6Al4V СКЭФФОЛДОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО СИНТЕЗА

Е.А. ЧУДИНОВА, М.А. СУРМЕНЕВА, У.Р. АЛАШЕВА

Томский политехнический университет

E-mail: e_chudinova93@mail.ru

Последние достижения в области аддитивных технологий предоставляют широкие возможности использования трехмерного прототипирования для создания персональных имплантатов по размерам пациента с улучшенными механическими показателями. Применение титана и его сплавов в качестве материала для такого рода заменителей кости обусловлен рядом его преимуществ, таких как легкий вес, высокие прочностные характеристики и коррозионная стойкость. Однако биоактивация поверхности остается актуальной задачей для имплантологии. К настоящему моменту существует широкий спектр способов модифицирования поверхности. Химия диазония имеет значительные преимущества перед другими методами ввиду простого в исполнении способа достичь биосовместимых поверхностных свойств, позволяя ковалентно и равномерно связывать ряд функциональных групп. Кроме того, в настоящее время активные исследования ведутся в области микрокапсулирования, позволяющего загружать лекарственные препараты, белки, факторы роста и т.д. в капсулы, обеспечивая их пролонгированный эффект. Рассматривая эти аспекты, представляется интерес в создании гибридных покрытий на скэффолдах титанового сплава, изготовленных с помощью аддитивных технологий, с использованием солей диазония и микрокапсул с лекарственным препаратом - дексаметазоном, обладающим противовоспалительным свойством, для достижения усиленного биосовместимого эффекта. В связи с этим, работа посвящена исследованию данных вопросов.

Объектом исследования послужили скэффолды Ti6Al4V сплава, изготовленные методом электронно-лучевого плавления. Далее образцы были функционализированы 4-карбоксибензолдиазоний тозилатами (АДТ-СООН) с использованием УФ-излучения в течение 30 минут (365 нм, 6 Вт). В качестве ядер для капсул были синтезированы микрочастицы кальций карбоната (CaCO_3), способствующего увеличению сорбционной способности загружаемого компонента - дексаметазона. Формирование оболочки ядер осуществлялось методом послойной адсорбции противоположно заряженных полимеров - полиалиламина гидрохлорида (ПАН) и полистиролсульфоната натрия (PSS). Далее капсулы осаждались погружением скэффолдов, предварительно модифицированных АДТ-СООН, в шейкер с суспензией с синтезированными микрокапсулами, загруженными дексаметазоном на полтора часа.

Микрофотографии СЭМ подтвердили сферическую форму синтезированных капсул диаметром $2,19 \pm 0,50$ мкм (рисунок 1А). Согласно изображениям, осажденные на необработанную поверхность капсулы имеют неоднородное распределение, образуя крупные агломерации в углублениях образцов (рис.1В), в то время как капсулы, размещенные на модифицированную АДТ-СООН поверхность скэффолдов, распределились по ней более равномерно (рисунок 1Г).

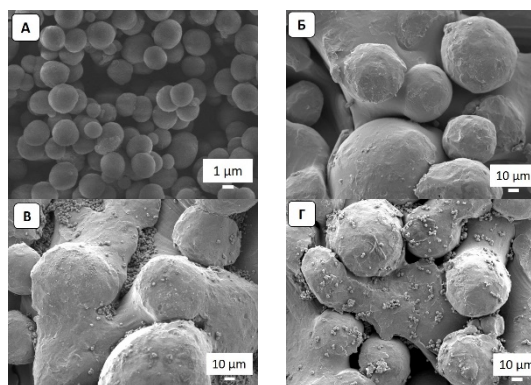


Рисунок 1 – СЭМ-изображения капсул, синтезированных с дексаметазоном (А), Ti6Al4V скэффолд без модифицирования (Б), Ti6Al4V скэффолд, функционализированный микрокапсулами с дексаметазоном (В) и Ti6Al4V скэффолд, функционализированный АДТ-СООН и микрокапсулами с дексаметазоном (Г)

Энергодисперсионный анализ подтвердил наличие элементов подложки, нанесенного покрытия и микрокапсул на поверхности скэффолда.

Таблица 1 – Элементный анализ

Тип образцов/Элементы (%)	Ti	Al	V	Ca	O	C	Mo	S
Ti6Al4V	72,0	5,3	3,3	-	13,6	5,0	0,8	-
Ti6Al4V + Дексаметазон	54,1	3,9	2,3	2,9	20,8	15,8	-	0,3
Ti6Al4V + АДТ-СООН+ Дексаметазон	67,2	4,2	3,0	3,4	14,8	7,5	-	-

Представленные в таблице 2 данные смачиваемости поверхности скэффолда демонстрируют снижение контактного угла после функционализации поверхности, как в случае осаждения микрокапсул, так и при формировании слоя АДТ-СООН и нанесенных на него микрокапсул дексаметазона практически в два раза, что говорит о том, что поверхность стала гидрофильной. Стоит отметить, что гидрофильная поверхность является оптимальной для адгезии, миграции и дифференцировки клеток на биоматериале [1].

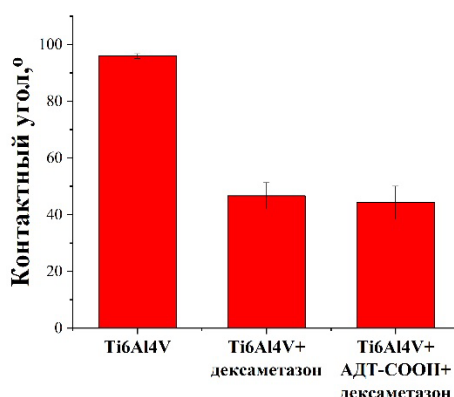


Рисунок 2 – Контактный угол смачивания поверхности

Таким образом, проведенные исследования показали, что модифицирование поверхности АДТ-СООН и дальнейшее осаждение капсул способствует однородному их распределению на скэффолде, а также приводит к гидрофилизации поверхности, что может показать положительные результаты в ходе проведения клеточных экспериментов. Данное предположение станет предметом дальнейших исследований.

Авторы выражают благодарность Р.А. Сурменеву, П.С. Постникову, А.В. Коптюгу, Е.В. Свиридовой и Т. Дагласу за помощь в подготовке и исследовании тестируемых образцов.

Список литературы

1. Kim M. S. et al. Adhesion behavior of human bone marrow stromal cells on differentially wettable polymer surfaces //Tissue engineering. – 2007. – Т. 13. – №. 8. – С. 2095-2103

СОЗДАНИЕ ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ

В.В. ШИМАКОВ¹, М.В. ПЕРОВСКАЯ²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: vasiliyjudo2012@rambler.ru

Наплавка в пучке релятивистских электронов является весьма эффективным методом упрочнения поверхности деталей машин и механизмов. Установки для наплавки создаются в ИЯФ СО РАН, которые обеспечивают глубокое проникновение электронов в металлы и высокую производительность процесса [1].

Исходя из выше сказанного, цель работы - изучить закономерности формирования износостойких покрытий методом наплавки порошков карбидов вольфрама, титана и никеля в пучке релятивистских электронов, найти оптимальные составы наплавочных смесей, режимы наплавки.

Низкоуглеродистая сталь была покрыта смесью порошков WC+Ni+TiC при их относительном содержании 6:3:1. Слой порошка толщиной 1 мм наносили на поверхность образца перед обработкой. Энергия электронов U составляла 1,4 МэВ, ток луча I был равен 40 мА, а скорость поступательного перемещения образца под пучком V – 2,0; 1,8; 1,65; 1,55; 1,45 см/с. Для защиты от воздействия окружающей среды флюс MgF₂ вводили в смеси для наплавки.

Для проведения структурных исследований при наплавке смесью WC+Ni+TiC поперечные шлифы наплавленных слоев травили 4%-ным раствором HNO₃. Фазовый состав покрытий определяли методом рентгенофазового анализа на дифрактометре ДРОН-2М. Измеряли распределение микротвердости на приборе ПМТ-3 и нашли его среднее значение в покрытии Н^{ср}μ. Проводили испытания на абразивную износостойкость по ГОСТ 23.208-79.

Распределение микротвердости в наплавленных слоях при введении в наплавочную смесь никеля и карбида титана в качестве модификатора приведено на рисунке 1.

Толщина наплавленного слоя составляет 1,5-3 мм, средняя микротвердость Н^{ср}μ и износостойкость покрытий несколько уменьшается с увеличением плотности энергии излучения E. Наблюдаемое явление связано с увеличением толщины осаждаемого слоя и уменьшением средней концентрации легирующих элементов, в том числе никеля, который стабилизирует аустенит. Соответственно, твердость и износостойкость снижаются, рисунок 2, а и б.

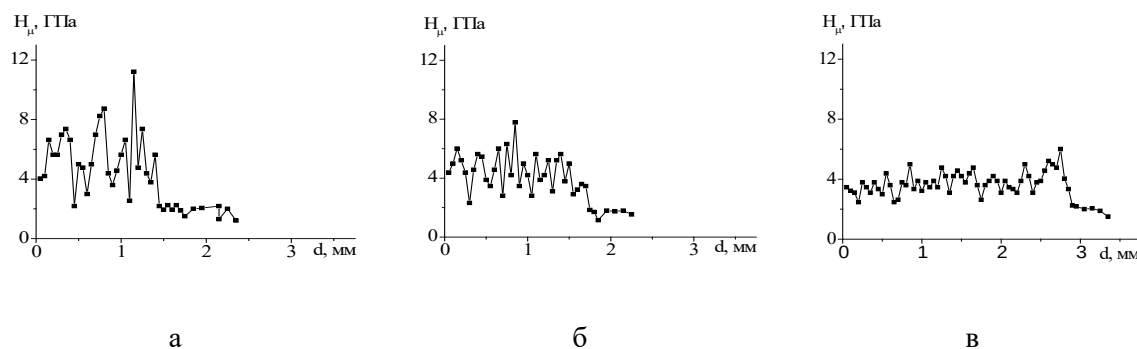


Рисунок 1 – Распределение микротвердости в наплавленном слое при $E=5,68$ кДж/см² (а); $E=6,42$ кДж/см² (б); $E=7,84$ кДж/см² (в)

Особенностью формируемых покрытий является то, что происходит сильное измельчение структуры. Микрофотографии осажденных слоев показывают значительное уменьшение размера зерна, рисунок 3. Это связано с тем, что когда карбид титана вводится в наплавочную смесь в качестве модификатора, многие новые центры кристаллизации высвобождаются в расплавленном слое в форме дисперсных частиц TiC, аналогично тому, что происходит при отливке стали, где эти частицы добавлено специально. Высокодисперсные частицы TiC с высокой температурой плавления (3180 °С) первыми выпадают из расплава и не только служат множественными центрами кристаллизации, но также препятствуют росту аустенитного зерна, что способствует образованию ультрадисперсной структуры, рисунок 3, а, б. Кроме того, высокие скорости охлаждения при закалке в области существования твердой фазы способствуют образованию ультрадисперсного периодического мартенсита.

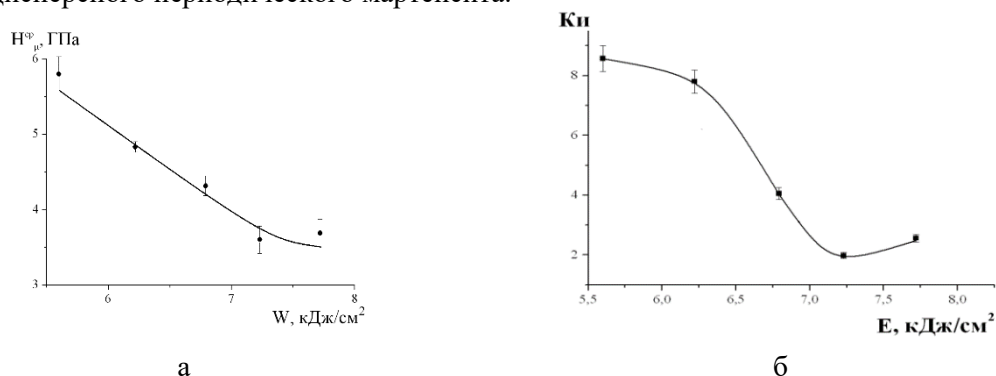


Рисунок 2 – Зависимость твердости (а) и износостойкости (б) от плотности энергии излучения

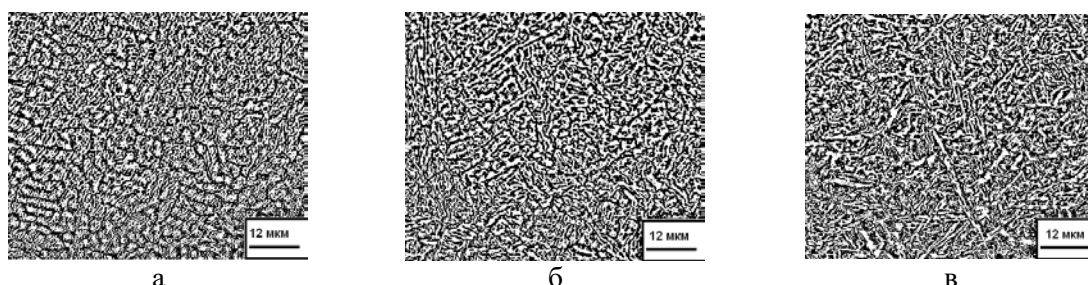


Рисунок 3 – Структура слоя, наплавленного смесью WC+TiC+Ni при $E=5,68$ кДж/см²; $E=6,42$ кДж/см²; $E=7,84$ кДж/см²

При значениях плотности энергии излучения E выше $6,8 \text{ кДж/см}^2$ дисперсность структуры как зеренной, так и мартенситной, уменьшается, рисунок 3, в. Согласно данным рентгеноструктурного фазового анализа в слое сохраняется аустенитно-мартенситная структура. При этом интенсивность линий α -железа возрастает по сравнению с интенсивностью линий γ -железа, что свидетельствует об уменьшении объемной доли аустенита. Интенсивность линий карбидов вольфрама и титана на рентгенограммах заметно уменьшается.

Наблюдаемые структурно-фазовые превращения связаны с увеличением толщины наплавленного слоя и с уменьшением в нем средней концентрации легирующих элементов. Так, снижение объемной доли аустенита связано с уменьшением содержания никеля в слое. Увеличение размеров аустенитно-мартенситных зерен обусловлено уменьшением количества выделений карбидной фазы TiC . Увеличение размеров пакетов мартенсита вызвано снижением скорости охлаждения в твердом состоянии. Все это приводит к падению износостойкости, рисунок 2, б [2].

Таким образом, введение в наплавочную смесь никеля и карбида титана при глубине наплавленного слоя, не превышающей $2,5 \text{ мм}$ ($E < 7 \text{ кДж/см}^2$), приводит к существенному приросту износостойкости при незначительном изменении твердости. Наблюдаемый эффект связан со способностью никеля стабилизировать износостойкую фазу - аустенит и с образованием множества дисперсных выделений TiC , приводящих к формированию мелкозернистой однородной структуры.

Работа выполнена в рамках программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020, проект № 23.2.1.

Список литературы

1. Шмаков В.В., Крылова Т.А., Перовская М.В. Особенности структуры и механических свойств покрытий, полученных методом электронно-лучевой наплавки на воздухе // Сборник тезисов LVIII Международной конференции «Актуальные проблемы прочности», Пермь, 16-19 мая, 2017 г. – С. 181.
2. Полетика И.М., Голковский М.Г., Крылова Т.А., Перовская М.В. Структура и свойства покрытий, полученных методом электронно-лучевой наплавки в атмосфере // МиТОМ. – 2009. – № 3. – С. 15–22.

ПРЕИМУЩЕСТВО АДГЕЗИОННЫХ СВОЙСТВ ФИБРИНА В СРАВНЕНИИ С КОЛЛАГЕНОМ И ФИБРОНЕКТИНОМ

М.Ю. ХАНОВА, В.Г. МАТВЕЕВА, Е.А. ВЕЛИКАНОВА, Т.В. ГЛУШКОВА, Л.В. АНТОНОВА
Научно-исследовательский институт комплексных проблем сердечно-сосудистых заболеваний

E-mail: khanovam@gmail.com

До сих пор не создано эффективных протезов малого диаметра. Полимерные материалы позволяют изготовить графт с требуемыми физико-механическими свойствами, но они не имеют сайтов клеточной адгезии, что снижает эффективность заселения клетками, в том числе эндотелиальными, и приводит к ряду нежелательных реакций в раннем и отсроченном периоде (тромбозы, гиперплазия неоинтимы, формирование кальцификатов). Для придания функциональных свойств каркасу используют различные модифицирующие покрытия, в том числе белки внеклеточного матрикса (ВКМ), среди которых наиболее популярны коллаген, фибронектин, фибрин. Мы провели сравнение адгезионных свойств данных белков для эндотелиальных клеток в статических и динамических условиях *in vitro*.

Цель работы: выбрать наиболее эффективный адгезионный белок для последующей модификации полимерных протезов сосудов малого диаметра.

Материалы и методы

Сосудистый протез изготавливали методом электроспиннинга на установке NANON-01A (MECC, Япония) из смеси 10%-го поли(ϵ -капролактона) (poly(ϵ -caprolactone), PCL, Sigma–Aldrich, США) и 5%-го поли(3-гидроксибутирата-ко-3-гидроксивалерата) (poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate), PHBV, Sigma–Aldrich, США). Методом раздельной подачи коллаген I типа (Gibco, США) вводился в состав внутренней стенки графтов с концентрацией коллагена 5 мг/мл.

Покрытие внутренней поверхности графта фибронектином производили методом погружения в раствор фибронектина человека (Sigma, США) в концентрации 10 мкг/мл, для обработки стекол и планшетов раствор наливали на поверхность на 1 час для полимеризации с последующим отмыванием.

Получение фибрина проходило в два этапа: выделение преципитата фибриногена и полимеризация. Преципитат выделяли методом этаноловой криопреципитации из словной плазмы [1]. Полимеризацию фибриногена выполняли с помощью тромбина и хлорида кальция. Для покрытия фибрином сосудистые графты погружали в раствор фибриногена с последующим нанесением на поверхность протеза тромбино-кальциевую смесь (тромбин 500 ЕД/мл (Т7009, Sigma-Aldrich) и CaCl_2 40 ммоль/л). Для покрытия стекол и планшетов смешивали фибриноген и тромбино-кальциевую смесь в соотношении 1:1 и наносили на поверхности.

Колониеформирующие эндотелиальные клетки (КФЭК) выделяли из мононуклеарной фракции периферической крови пациентов с ишемической болезнью сердца [2]. Внутреннюю поверхность всех образцов сосудистых протезов PHBV/PCL/коллаген заселяли 7×10^5 КФЭК. Предварительно заселение и культивирование в статических условиях осуществляли в течение 2 суток, последующее культивирование в условиях проточного биореактора – 5 суток, при следующих параметрах: объем выброса 0,7 мл; частота выброса – 20 уд/мин; итоговое напряжение сдвига – 2,85 дин/см².

Метаболическую/пролиферативную активность исследовали с помощью МТТ-теста (MTT Cell Proliferation Assay Kit, Invitrogen, США) в 96-луночных планшетах в статических условиях.

Для иммунофлуоресцентной микроскопии стекол покрытых и непокрытых адгезивными белками выполнено сочетанное окрашивание КФЭК на Paxillin/F-actin/DAPI, для клеток на внутренней поверхности графтов – F-actin/Talin/DAPI. Количественный анализ изображений (средней интенсивности флуоресценции (ИФ)) проводили в программе ImageJ.

Структуру поверхности сосудистого протеза изучали с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе S-3400N (Hitachi, Япония).

Для определения способности клеток к удержанию на поверхности в условиях пульсирующего потока проводили подсчет клеток на поверхности графтов в статических и динамических условиях (15 полей зрения, ув $\times 20$).

Статистическое сравнение результатов и построение графиков в программе Graf Pad Prism7. Количественные данные представлены в виде медианы и межквартильного размаха. Сравнение между несколькими группами - методом ANOVA с коррекцией результатов методом FDR. Статистическая значимость $p < 0,05$ во всех тестах.

Результаты

Сравнительный анализ данных МТТ-теста показал более высокую метаболическую активность КФЭК на фибрине (0,071 (0,061; 0,08)) по сравнению остальными образцами в 7 раз, $p < 0,05$. Достоверных различий показателей МТТ-теста между пластиком, фибронектиновым и коллагеновым покрытиями не обнаружено. Эти данные свидетельствуют о наиболее благоприятных свойствах фибрина для жизнедеятельности КФЭК по сравнению с коллагеном и фибронектином.

Адгезионные свойства фибрина, коллагена и фибронектина исследовали с помощью сканирующей электронной микроскопии и детекции молекул фокальной адгезии Paxillin и структурного белка F-actin методом иммунофлуоресценции. На изображениях, полученных со СЭМ, на поверхности образцов, обработанных коллагеном, визуализируются единичные, слабо адгезированные клетки на волокнах полимера. Тогда как фибрин сформировал нежные, мелкие волокна на поверхности полимера, на которых расположились хорошо распластанные КФЭК. Результаты СЭМ согласуются с данными конфокальной микроскопии. Наибольшая интенсивность флуоресценции Paxillin и F-actin наблюдалась у образцов, покрытых фибрином (47,8 (41,8; 55,1)) по сравнению остальными образцами в 1,5 раза, $p < 0,05$. Между стеклом, коллагеном, фибронектином различий не наблюдалось. Недавние исследования подтверждают, что актиновая сеть несет не только структурную функцию, но также тесно связана с белками фокальной адгезии. F-actin играет важную роль в сборке/разборке Paxillin в очагах адгезии, служит треком для его внутриклеточного транспорта, участвующего в интеграции и преобразовании сигналов от интегринов и рецепторов факторов роста для модулирования динамики актиновых филаментов, формирования очагов фокальной адгезии и функции клеток [3]. Косвенные результаты связи Paxillin и F-actin отражаются в полученных нами результатах. Интенсивность флуоресценции F-actin аналогична Paxillin и является максимальной для фибрина. Эти данные показывают, что лучшие адгезионные свойства в статических условиях демонстрирует фибрин, по сравнению с коллагеном и фибронектином.

Следующий этап изучения адгезивных свойств модифицирующих покрытий был выполнен на образцах графтов на основе PCL/PHBV/коллагена и покрытых фибронектином или фибрином.

Известно, что до 80 % клеток при плохой адгезии смываются с поверхности носителя в условия пульсирующего потока. Простой подсчет и сравнение адгезированных клеток на площадь поверхности в статических и динамических условиях подтвердил лучшие удерживающие свойства фибрина по сравнению с фибронектином. Так, после воздействия пульсирующего потока количество клеток на графтах, модифицированных фибронектином, достоверно снижалось в 2,5 раза, $p < 0,05$. Аналогичный показатель для фибриновых графтов в условиях статики и пульсирующего потока не отличался. Количество клеток на образцах графтов с фибриновым покрытием (33 (28; 37,3)), подвергшихся динамической нагрузке, превышало показатель для фибронектина (7,5 (0; 13,5)), $p < 0,05$.

Флуоресцентная окраска образцов на Talin и F-actin продемонстрировала более высокую плотность и равномерность заселения КФЭК поверхности фибрина в статике и динамике, хорошую распластанность клеток, большее количество волокон F-actin в клетках.

Данный этап *in vitro* показал, что модификация фибрином в лучшей степени способствует удержанию эндотелиальных клеток внутренней поверхности сосудистого протеза в условиях пульсирующего потока по сравнению с фибронектином.

Заключение. Фибрин как адгезионное модифицирующее покрытие обладает лучшими условиями для жизнедеятельности клеток, а также адгезионными и удерживающими свойствами по сравнению с коллагеном и фибронектином.

Список литературы

1. Dietrich M., Heselhaus J., Wozniak J., Weinandy S., Mela P., Tschoeke B., Schmitz-Rode T., Jockenhoevel S. Fibrin-based tissue engineering: comparison of different methods of autologous fibrinogen isolation // *Tissue Eng Part C Methods*. – 2013. Т. 19. – № 3. С. 216–226.
2. Kolbe M., Dohle E., Katerla D., Kirkpatrick C.J., Fuchs S. Enrichment of outgrowth endothelial cells in high and low colony-forming cultures from peripheral blood progenitors // *Tissue Eng Part C Methods*. – 2010. Т. 16. № 5. С. 877–860.

1. Hu Y.L., Chien S. Dynamic motion of paxillin on actin filaments in living endothelial cells // Biochem Biophys Res Commun. – 2007. Т. 357. – № 4. С. 871–876.

СОЗДАНИЕ МОДИФИЦИРУЮЩЕГО СЛОЯ НА ПОВЕРХНОСТИ ДРЕВЕСНЫХ ИЗДЕЛИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ВОЗДУШНО-ПЛАЗМЕННОЙ СТРУИ

Р.Е. ГАФАРОВ, В.В. ШЕХОВЦОВ, О.Г. ВОЛОКИТИН, Н.К. СКРИПНИКОВА, Г.Г. ВОЛОКИТИН

Томский государственный архитектурно-строительный университет

E-mail: shehovcov2010@yandex.ru

При воздействии на поверхность изделий из древесных пород воздушно-плазменной струей происходит образование полированного слоя, обладающего высокими эксплуатационными свойствами, такими как: снижение водопроницаемости; уничтожение грибковых заболеваний древесины, плесени; прекрасное проявление текстуры древесины и цвета (золотисто-коричневый); повышенная стойкость к истиранию.

Несмотря на то, что вопросам взаимодействия плазмы с твердым телом посвящено большое количество работ, в них практически отсутствуют сообщения по определению температурных полей по сечению обрабатываемого низкотемпературной плазмой материала из дерева при разных значениях мощности дугового разряда.

В данной работе рассмотрено влияние плазменной струи на поверхность древесины [1, 2]. При обработке поверхности деревянного изделия низкотемпературной плазмой были приняты два допущения: 1) тепловой поток одновременно воздействует на всю поверхность изделия; 2) тепловой поток воздействует на поверхность изделия в данной точке в момент прохождения столба электрической дуги, при этом электрическая дуга рассматривается, как поверхностный источник теплалюбой ширины (пятно контакта) с неоднородным распределением плотности теплового потока. Принятое в первом случае допущение связано с малостью времени теплового воздействия, не превышающего 1 с, и с достаточно большой теплоинерционностью изделия ($Bi = 1,2 \div 15,4$).

Основные эксперименты по обработке древесины проводились на электроплазменной установке, разработанной на кафедре «Прикладная механика и материаловедение» ТГАСУ. Установлено, что глубина слоя, модифицированного плазмой, составляет 1–2 мм и зависит от мощности плазматрона и скорости обработки. Значение толщины слоя пропорционально глубине проникновения опасных температурных полей, при которых происходит деструкция материала. В таблице приведены результаты термического воздействия на исследуемые образцы при различных тепловых потоках и времени воздействия плазмы. Из приведенных данных следует, что оптимальными режимами обжига для получения необходимых эксплуатационных характеристик обрабатываемой поверхности являются величины теплового потока $(1,8\text{--}2,6) \cdot 10^6$ Вт/м² и времени воздействия 1–2 с. После плазменной обработки древесины в этом режиме поверхность окрасилась и приобрела темный, золотисто-коричневый цвет, при этом очень хорошо проявилась текстура породы и стали более заметными годовые кольца, содержание влаги в древесине, обработанной плазмой, сократилось.

Целью настоящей работы является: проведение исследований распределения температурных полей по сечению обрабатываемого изделия и сравнения полученных расчетных результатов с экспериментальными данными.

Задача распределения температурного поля за время действия τ_k теплового потока q сводится к решению нестационарного двумерного уравнения теплопроводности в декартовой системе координат с соответствующими начальными и граничными условиями:

$$\rho c_p \partial T(x, z, t) / \partial t = \lambda \left[\partial^2 T(x, z, t) / \partial x^2 + \partial^2 T(x, z, t) / \partial z^2 \right].$$

При определении коэффициента теплоотдачи использовались эмпирические зависимости для теплообмена в условиях естественной конвекции на вертикально расположенной пластине [4].

Для численного решения поставленной задачи использовался метод конечных разностей [5]. Приведенное дифференциальное уравнение аппроксимировалось неявной трехточечной схемой. Диффузионные члены аппроксимировались центральной схемой второго порядка. Система линейных алгебраических уравнений решалась методом трехточечной прогонки. Метод и алгоритм численного решения тестировались на последовательности сгущающихся сеток. Вычисления проводились при сеточных параметрах, дальнейшее уменьшение которых не приводило к заметным отклонениям результатов вычислений. Численное исследование процесса теплопереноса между плазменным потоком, сканирующем поверхность материала, и окружающей средой проведено при следующих значениях параметров: начальная температура $T_0=300$ К, температура окружающей среды $T_e=300$ К, плотность теплового потока от плазмы с поперечным размером пятна контакта $d_{nm}=5$ мм составляла $\max q=(1\div3)\cdot 10^6$ Вт/м², скорость перемещения теплового потока $u_k=200$ мм/с. Теплофизические характеристики имели значения: $c_p=1,9$ Дж/(кг·град), $\lambda=1,4$ Вт/(м·град), $\rho=2200$ кг/м³, геометрические характеристики были следующими: $l=0,15$ м, $h=0,05$ м

Проведенные численные расчеты показали, что сформировавшееся в результате плазменного воздействия температурное поле в материале соответствует диапазону температур 200÷300 °С в приповерхностном слое глубиной 5 мм от внешней поверхности воздействия. На рисунке 1 представлено распределение температурных полей в различных моменты времени.

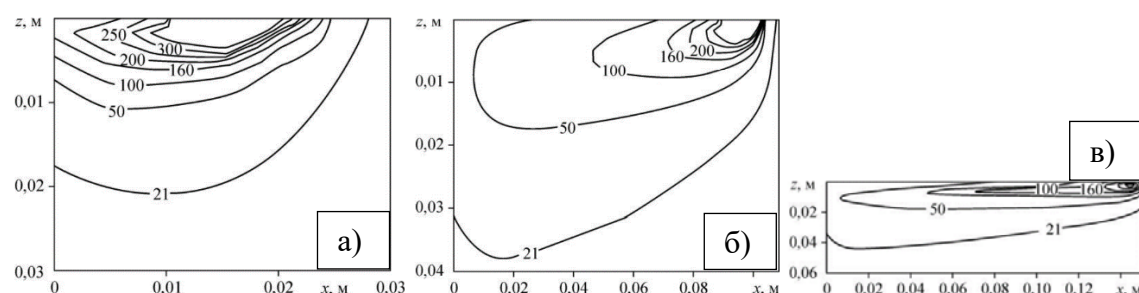


Рисунок 1 – Распределение температурного поля при:
а) в момент времени 0,1 с; б) 0,5 с; в) 0,8 с

Глубина и температурный диапазон области прогрева обеспечивают формирование гидрофобной пленки на поверхности древесины и препятствуют образованию пороков внутри древесины благодаря интенсивному удалению влаги и лигнина. При этом структура обработанной поверхности является однородной — без наличия трещин, без локальных участков пережога, и характеризуется равномерной полимеризацией и архитектурной выразительностью. Полученный материал с новыми свойствами обеспечивается технологией плазменной обработки, а именно двумя параметрами — интенсивностью теплового потока и временем воздействия, которое регулируется скоростью продвижения транспортной ленты.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ № 18-48-703004

Список литературы

1. Волокитин Г.Г., Скрипникова Н.К., Сеницын В.А., Волокитин О.Г., Шеховцов В.В., Ващенко С.П., Кузьмин В.И. Плазменная обработка древесины Теплофизика и аэромеханика. 2016. Т. 23. № 1 (97). С. 125-130.
2. Волокитин Г.Г., Волокитин О.Г., Шеховцов В.В., Маслов Е.А., Малюга Н.В. Распределение температурных полей при плазменной обработке поверхности

- древесины Вестник Томского государственного архитектурно-строительного университета. 2013. № 3 (40). С. 220-227.
3. Волокитин Г.Г., Скрипникова Н.К., Шиляев А.М., Петроченко В.В. Плазменные технологии в строительстве. Томск: Изд-во Том. гос. архит.-строит. ун-та, 2005.- 291 с.
 4. Калиткин Н.Н. Численные методы. М.: Наука, 1978. - 512 с.

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ "ТИТАН - КАРБИД КРЕМНИЯ" МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

Э.К.ГАБИТОВ¹, М.Г.КРИНИЦЫН²

¹ Томский политехнический университет

Научно-производственная лаборатория "Современные производственные технологии"

E-mail: gabitov.ilnur.199611@gmail.com

В работе исходным материалами являются: титан марки ВТ1-0 и карбид кремния (SiC) [1].

На рисунке 1 изображена структура SiC. Структура не является идеально сферической, присутствуют частицы сложной формы. В целом, порошок обладает высокой текучестью и может быть использован в аддитивных технологиях [2].

На рисунке 2 изображена структура Ti. В отличие от SiC частицы титана имеют идеально сферическую форму. Данные порошки специально были приготовлены для применения в аддитивных технологиях по методу газовой атомизации [3].

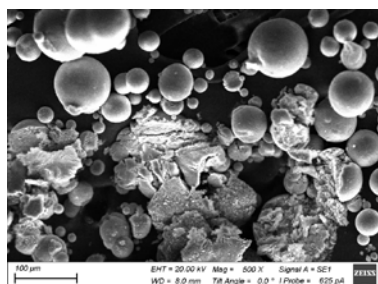


Рисунок 1 – Структура SiC

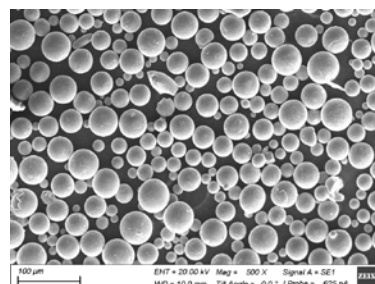


Рисунок 2 – Структура Ti

Были исследованы девять образцов в четырех соотношениях при девяти режимах.

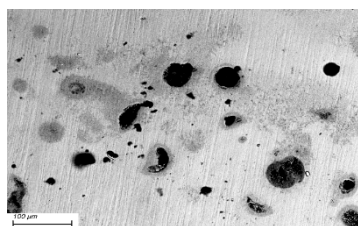
При сравнении с чистым титаном выясняется, что минимальная твердость среди полученных значений (образец 5SiC) выше твердости титана почти в 1,5 раза. Максимальное увеличение твердости по сравнению с титаном составляет 1,75 раз. Общее сравнение полученных образцов представлены на рисунке 3.

Для того чтобы точно определить фазовый состав и морфологию образцов были сделаны снимки при помощи электронного микроскопа с использованием детекторов BSD и SE, рисунки 4-5.

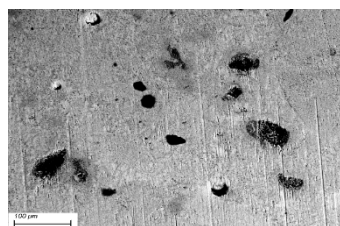
На рисунке 4 видно, что фазовое распределение карбида кремния в титане (области черного цвета) показывают области SiC. Особенностью данного детектора являются высокие требования к поверхности, чем поверхность ровнее, тем лучше, по этой причине были сняты шлифы. Светлые участки соответствуют титановой матрице.

На участках вблизи частиц карбида кремния наблюдаются области серого цвета, которые не видны на изображениях SE рисунок 5. Это говорит о том, что в данном месте сформирована другая фаза, отличная от SiC и Ti. По данным точечного анализа и

рентгеноструктурного анализа выявить эту фазу не удалось, однако, по литературным данным в этих участках возможно формирование силицидов и карбидов титана.



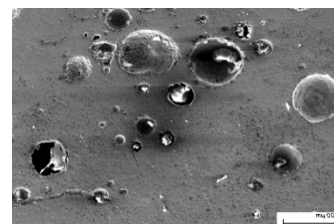
SiC=5%



SiC=10%



SiC=15%



SiC=20%

Рисунок 3 – Структуры полученных образцов

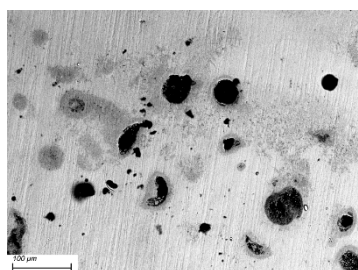


Рисунок 4 – Детектор BSD

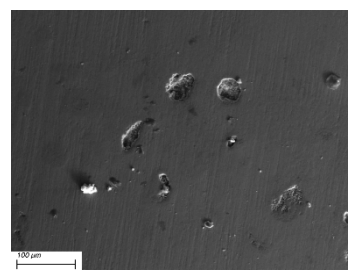


Рисунок 5 – Детектор SE.

В целом, по полученным результатам можно сделать вывод, что при работе со смесями титана и карбида кремния удастся сформировать композиционный материал методом селективного лазерного сплавления. Частицы распределяются в объеме напечатанных образцов достаточно равномерно, при этом, в связи с относительно большим размером карбидов, происходит существенное влияние именно на макротвердость получаемых изделий.

Список литературы

1. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. – М., «Металлургия», 1980.- 496 с.
2. Gu D.D., Meiners W., Wissenbach, K., Poprawe R. Laser additive manufacturing of metallic components // Materials, processes and mechanisms. International Materials Reviews. – 2012 №57 (3) P. 133–164.
3. Низовцев В.Е., Климов Д.А., Мыктыбеков Б. Перспективы применения наноструктурных композиционных материалов на основе карбидов и оксидов тугоплавких металлов для авиакосмических объектов //Труды МАИ.– №46. – 2011.

Научное издание

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ КОНСТРУКЦИОННОГО И ФУНКЦИОНАЛЬНОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Сборник научных трудов
Международной научно-технической
молодёжной конференции

Компьютерная верстка *И.Э. Васильева*

**Зарегистрировано в Издательстве ТПУ
Размещено на корпоративном портале ТПУ
в полном соответствии с качеством предоставленного оригинал-макета**



Издательство

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ