

Национальная академия наук Беларуси

Межгосударственный координационный совет по физике прочности
и пластичности материалов

Министерство образования Республики Беларусь

Белорусский республиканский фонд фундаментальных исследований

ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»

УО «Витебский государственный технологический университет»



Международный симпозиум
«Перспективные
материалы и технологии»
посвящен Году науки

22-26 мая 2017, Витебск, Беларусь

Материалы симпозиума

Часть 2

Витебск, Беларусь
2017

УДК 539.2
ББК 22.25
П-26

Под редакцией члена-корреспондента НАН Беларуси В.В. Рубаника

Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии»,
22–26 мая 2017 года, Витебск, Беларусь: материалы симпозиума: в 2 ч. /
Витебск: УО «ВГТУ», 2017. – Ч.2. – 333 с.

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

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

ISBN

Тексты набраны с авторских оригиналов



ИЗМЕНЕНИЕ МАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ ПОД ВЛИЯНИЕМ ВНЕШНИХ ФАКТОРОВ

Федоров В.А., Яковлев А.В., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д., Федотов Д.Ю.

*Тамбовский государственный университет им. Г.Р. Державина,
г. Тамбов, Россия, E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru*

Аморфное состояние твердого тела – одна из наименее изученных областей современной физики конденсированного состояния. Его можно определить как состояние с отсутствием корреляций между атомами на больших расстояниях при сохранении их на ближайших координационных сферах. Отсутствие дальнего порядка в расположении атомов приводит к совокупности таких физических свойств, которые нельзя получить в твердом теле с кристаллической структурой.

Большой интерес, который привлекают к себе аморфные металлические сплавы или металлические стекла, обусловлен как фундаментальными проблемами (задачами), так и прикладными аспектами их использования. Так, несмотря на значительное количество научных публикаций, до настоящего времени отсутствуют единые представления о структуре аморфных металлических сплавов. Многочисленные модели аморфного состояния твердого тела, как правило, не могут адекватно описать его физические свойства. Особенностью аморфных твердых тел, и в частности, аморфных металлических сплавов, является отсутствие у них дефектов, присущих кристаллическим твердым телам (дислокаций, границ зерен и т.д.) что во многом обуславливает высокие магнитные свойства аморфных металлических сплавов. Варьирование химического состава позволяет получать многообразие их магнитных характеристик.

Важно отметить, что, несмотря на значительное число опубликованных работ, посвященных исследованию магнитных и магнитоупругих свойств аморфных металлических сплавов до сих пор отсутствуют целостные представления, связывающие между собой процессы перестройки доменной структуры аморфных металлических сплавов, особенности их структурного состояния, магнитные, магнитоупругие свойства. Выработка таких представлений затруднена из-за целого ряда факторов, среди которых следует отметить сложность наблюдения у таких сплавов доменной структуры и процессов ее перестройки под действием магнитного поля и упругих деформаций, высокую чувствительность магнитной и фазовой структур к режимам предварительных обработок, а также многообразие объектов исследования, отличающихся методами получения и геометрическими параметрами (аморфные металлические сплавы в виде лент, пленок и проволок). При этом для объяснения свойств аморфных металлических сплавов практически не использовались представления о механизмах перестройки доменной структуры развитые для тонких магнитных пленок. Широкое использование этих представлений стало актуальным только в конце 90-х годов прошлого – начале нынешнего века, после обнаружения у аморфных сплавов эффекта гигантского магнито-импеданса. В последние несколько лет все более актуальным направлением в области исследования аморфных металлических сплавов становится направление, связанное с целенаправленным управлением их магнитными свойствами. Дальнейшее развитие исследований в этой области непосредственно связано с изучением взаимосвязи магнитных и магнитоупругих характеристик аморфных металлических сплавов с процессами перестройки их доменной структуры под действием внешних магнитных полей и упругих деформаций.

В настоящее время недостаточно полно исследовано поведение магнитоупругих характеристик аморфных металлических сплавов в магнитных полях, а также влияние на эти характеристики различных видов предварительной обработки сплавов и упругих деформаций. Не разработаны систематические представления о процессах перестройки магнитной доменной структуры в аморфных металлических пленках, лентах и проволоках, под действием магнитного поля и упругих напряжений. Практически не исследованы вопросы влияния рельефа поверхности и неоднородностей магнитной структуры на магнитные и магнитоупругие свойства аморфных металлических лент и проволок.

Одной из значимых проблем при исследовании неупорядоченных сред таких как аморфные металлические сплавы остается проблема стабильности магнитных свойств и контроля изменений их физических и механических характеристик.

В работе проведены исследования магнитных характеристик аморфных металлических сплавов на основе Со, полученных методом спиннингования с различным содержанием основы и набором составляющих. Размеры образцов для исследований 0,02x3,5x80 мм. В первой серии экспериментов образцы подвергались 10-ти минутному изохронному отжигу при температурах 443, 593, 743, 893 К. Во второй серии образцы подвергались комбинированному действию отжига и нагружения, т.е. испытаниям на ползучесть, причем исследовались образцы на различных стадиях ползучести при температурах указанных выше. После указанных воздействий исследовали магнитные характеристики на вибрационном магнитометре фирмы LakeShore. Для всех образцов определялись: намагниченность насыщения, коэрцитивная сила, остаточная намагниченность, коэффициент прямоугольности. На вибрационном магнитометре были сняты петли гистерезиса для всех образцов сплавов АМАГ-179, АМАГ-180, АМАГ-183 АМАГ-186 после указанных обработок. Результаты приведены в таблицах 1, 2. В таблицах приведены усредненные значения основных магнитных характеристик.

Таблица 1 – Намагниченности насыщения и коэрцитивные силы для образцов АМАГ-179, АМАГ-180, АМАГ-183, АМАГ-186 после отжига

Температура, К	АМАГ-179		АМАГ-180		АМАГ-183		АМАГ-186	
	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение
443	0,15	51,4	0,8	60,6	0,7	73	0,5	83,2
593	0,25	42	0,25	67,9	0,1	74,4	0,3	84,5
743	0,1	45,1	0,4	72	0,1	74,3	0,3	83,7
893	0,2	44,9	184,8	72,65	94,3	72,6	131,9	56,1

Для образцов сплавов АМАГ-179, АМАГ-180, АМАГ-183 АМАГ-186, подвергавшихся 10-ти минутному отжигу при различных температурах были построены графики зависимости коэрцитивной силы и намагниченности насыщения от температуры отжига. Из полученной зависимости коэрцитивной силы от времени отжига наблюдается тенденция к росту коэрцитивной силы при температуре отжига близкой к температуре Кюри, что может быть связано с резкой переменой магнитных характеристик, обусловленных атомными перестройками. У сплава АМАГ-180 наблюдается тенденция к росту намагниченности насыщения, что может быть связано с тем, что у данного сплава не достигнута температура Кюри. У всех исследованных сплавов с увеличением содержания основы наблюдается повышение магнитных характеристик. Кобальт относится к группе железа, являющегося ферромагнетиком, что может являться причиной изменения магнитных характеристик исследуемых сплавов. При одинаковом, постоянном времени отжига 10 минут в диапазоне температур от 443 до 893 К наблюдалось изменение коэрцитивной силы, а также изменение намагниченности насыщения. При температуре близкой к температуре Кюри происходит резкий скачок магнитных характеристик, что обусловлено сменой магнитных свойств. При комбинированном действии отжига и нагружения наблюдается увеличение коэрцитивной силы и намагниченности насыщения у исследуемых сплавов, что обусловлено дополнительным воздействием деформации на магнитные характеристики. Предположительно изменение магнитных характеристик при указанных воздействиях объясняется устранением анизотропии, связанной со спонтанными структурными дефектами, такими как: пары атомов с изменённой

валентностью, микрообласти с пониженной и повышенной плотностью упаковки атомов, поры, межкластерные границы, трещины и т.д. Нагружение образца при термической обработке вызвало уменьшение коэрцитивной силы, по-видимому, уменьшив таким образом дефекты структуры материала. Следует отметить, что на основании полученных результатов можно говорить о возможности управления магнитными свойствами конкретного аморфного материала с помощью отжига, что является важным заключением для современной промышленности.

Таблица 2 – Намагниченности насыщения и коэрцитивные силы для образцов АМАГ-179, АМАГ-180, АМАГ-183, АМАГ-186 после комбинированного действия отжига и нагружения

Температура, К	АМАГ-179		АМАГ-180		АМАГ-183		АМАГ-186	
	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение	Н _c , Э Коэрцитивное поле	М/м, ед. СГС/г Магнитное насыщение
443	0,2	43,8	0,1	66,7	0,25	77	0,5	93,4
593	1,2	44,3	0,3	69,7	34,5	72,1	0,5	92,5
743	425,5	44,8	0,55	66,2	233,2	74,3	126,8	67,5
893	176,6	40,8	154,8	51,7	290	74	180	80,7

Таким образом, отжиг и комбинированное действие отжига и нагружения приводят к изменению магнитных характеристик исследуемых сплавов, а также увеличение содержания основы вызывает повышение магнитных характеристик.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант №15-41-03166, грант № 15-01-04553_а).

СТРУКТУРА И ЖАРОПРОЧНОСТЬ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ ТВЕРДОФАЗНОГО СПОСОБА ПРИГОТОВЛЕНИЯ

Коржов В.П., Кийко В.М., Прохоров Д.В.
*Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Россия, E-mail: korzhov@issp.ac.ru*

Одним из возможных путей повышения рабочих температур современных жаропрочных материалов является разработка композитов на основе тугоплавких металлов, в частности, ниобия, упрочненного интерметаллическими соединениями [1]. Но их природная хрупкость ставит вопрос о повышении трещиностойкости композитов при низких температурах [2]. При правильной организации всей структуры потенциально высокие прочность и сопротивление ползучести соединений могут внести решающий вклад в жаропрочность материалов. Обеспечить решение триединой задачи – необходимый баланс прочности, трещиностойкости и сопротивления ползучести – может слоистая структура из тугоплавких металлических сплавов и интерметаллидов. Изготовление такого композита реально твердофазным способом его получения [3].

Слоистый композит получали диффузионной сваркой многослойных пакетов из Nb-фольг толщиной 60 мкм с покрытием суспензией из порошковой смеси Si:B=3:1 в полиэтилен гликоле при 1500°C, 1 ч под давлением 14 МПа. Толщина пакета после сварки составляла 1,7 мм.

Структура поперечного сечения композита (рис.1) представляется достаточно регулярной. Слои диффузионных зон, образовавшихся на месте (Si–B)-покрытий, занимая ~40% всей площади сечения шлифа, чередовались со светлыми слоями из твердого раствора бора в ниобии Nb(B). По данным рентгеновского спектрального анализа в Nb было растворено от ~0 до 3,85 ат.%B.

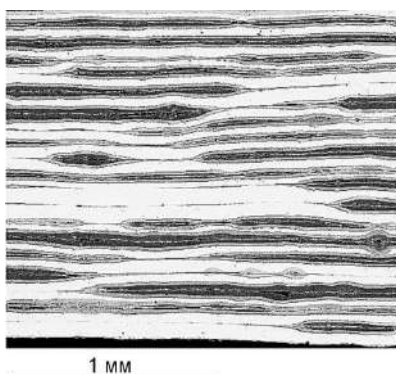


Рисунок 1 – Макроструктура поперечного сечения пакета Nb/(Si–B) после сварки

Диффузионные зоны, образовавшиеся на месте покрытий, состояли сплошь из силицидов и боридов ниобия. Наружные слои диффузионных зон, граничащие с Nb(B) содержали две фазы $Nb_5(Si,B)_3 + Nb(Si,B)$. Но присутствовали и большие поля только $Nb_5(Si,B)_3$, состав которого мог изменяться от чистого силицида Nb_5Si_3 до твердого раствора бора в нем $Nb_{5,24}(Si_{1,76}B_{1,00})_{2,76}$. Промежуточные слои диффузионных зон – между их наружными и внутренними слоями – состояли из $Nb_5(Si,B)_3 + Nb(B,Si)_2$. Второе соединение (или твердый раствор Si в бориде NbB_2) могло изменять состав от $Nb_{1,09}(B_{1,89}Si_{0,02})_{1,91}$ до $Nb_{1,01}(B_{1,42}Si_{0,57})_{1,99}$. Центральные области диффузионных зон чаще содержали только $Nb(Si,B)$ и реже $Nb_5(Si,B)_3 + Nb(B,Si)_2$. Сложная фазовая структура образовавшихся диффузионных зон объясняется незаконченностью твердофазной реакции, температура которой не превышала 1500°C.

Испытания на трещиностойкость

Учитывая явную анизотропию структуры композита, испытания образцов проводились при приложении нагрузки P в двух взаимно перпендикулярных направлениях: перпендикулярно $P_{\perp}(ab)$ и параллельно $P_{\parallel}(ab)$ плоскости слоев.

На рисунке 2 показаны результаты испытаний на трещиностойкость одного из образцов с надрезом при приложении нагрузки перпендикулярно плоскости слоев. По мере продвижения трещины в материале происходили различные виды микроразрушений (см. рис.2,а,б). При разрушения образца наблюдались множественные расслоения и сдвиги по границам раздела слоев. В упрочняющих слоях, образовавшихся на границе ниобия и покрытия, появлялось множество микротрещин, распространению которых препятствовали вязко-пластичные слои твердого раствора бора в ниобии. В них же формировались «шейкообразования» в совокупности с другими видами микроразрушений, приводящие к извилистой траектории макротрещины и повышению трещиностойкости материала. Эти процессы находят свое отражение на макроscopicком уровне в «ступенчатости» зависимости нагрузка-прогиб образца (см. рис.2,в).

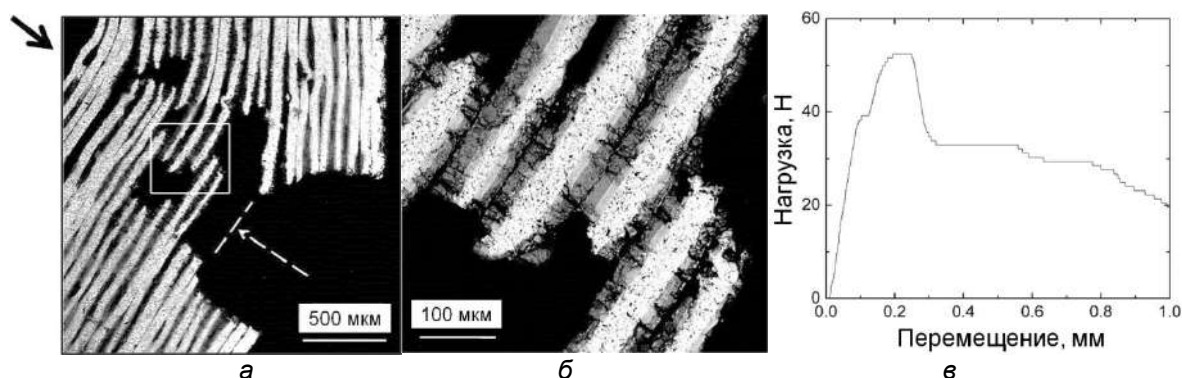


Рисунок 2 – Структура образца (а), структура фрагмента в области разрушения при большом увеличении (б) и экспериментальная кривая нагрузка-перемещение (в) после испытаний на трещиностойкость при $P \perp (ab)$: стрелка вверх показывает место приложения нагрузки, стрелка вниз – глубину надреза

На рисунке 3 представлены результаты испытаний образца при параллельной ориентации направления приложения нагрузки и плоскости слоев. Очевиден различный характер наблюдавшихся экспериментальных зависимостей нагрузка-прогиб.

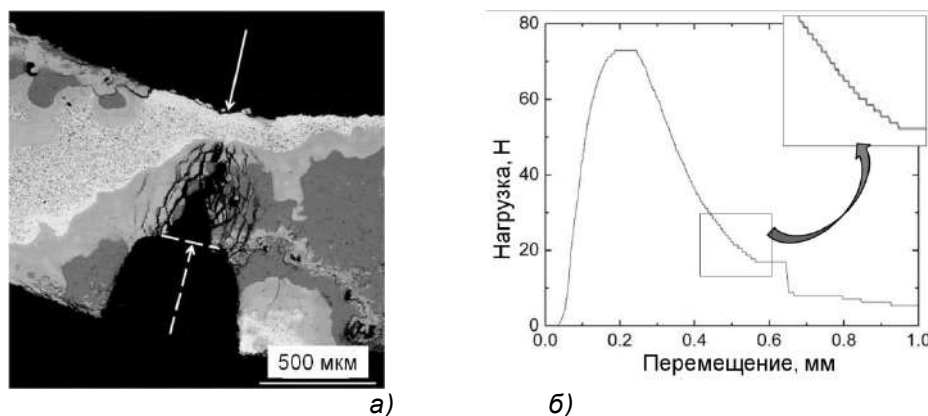


Рисунок 3 – Структура (а) и экспериментальная зависимость нагрузка-прогиб образца после испытаний на трещиностойкость (б): стрелка вверх показывает приложение нагрузки в направлении, параллельном слоям $P \parallel (ab)$; стрелка вниз – глубину бокового надреза; вставка на рисунке справа – часть отмеченной кривой в увеличенном масштабе

При первом рассмотрении кривая имела гладкий вид (рис.6,а). Но для разрушения материала образца в области кончика надреза, где сконцентрированы напряжения, характерны множественное растрескивание и микротрещины в хрупких «боридо-силицидных» слоях. Это находит отражение в микронеровностях на экспериментальной кривой в виде небольших ступенек (см. вставку на рис.6,б). Слой

Nb(B) характеризовал зависимость нагрузка-прогиб признаками вязкопластического разрушения, наделив ее сглаженным максимумом.

Численные значения трещино-стойкости при $P_{\perp}(ab)$ и $P_{\parallel}(ab)$ равнялись: $K^*_{\perp}=(13,0\pm 1,3)$ и $K^*_{\parallel}=(12,0\pm 0,5)$ МПа·м^{1/2} соответственно. Особенности разрушения, вследствие анизотропии структуры, привели к различию значений величин K^* , а также дисперсии их значений.

Результаты испытаний показали, что величина трещиностойкости композита в направлении, перпендикулярном плоскости слоев, выше, чем в направлении, параллельном плоскости тех же слоев. По значениям K^* испытанный композит занимает промежуточное положение между керамиками и высокопрочными конструкционными металлическими сплавами.

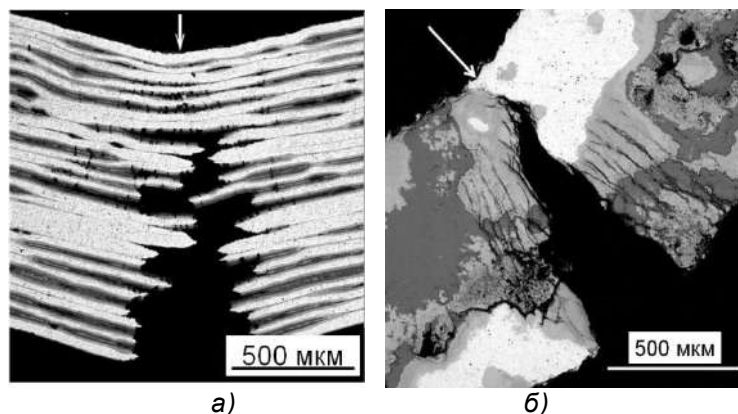


Рисунок 4 – Структура образцов после испытаний на прочность при $P_{\perp}(ab)$ (а) и $P_{\parallel}(ab)$ (б): стрелки вверх показывают место и направление приложения нагрузки

Испытания на прочность при комнатной температуре

При направлении приложения нагрузки $P_{\perp}(ab)$ разрушение происходит продвижением макротрещины и сопровождается различными видами микроразрушения, подобными тем, что происходили при испытании образцов на трещиностойкость с надрезом. Это – расслоения и сдвиги по границам раздела слоев, «шейкообразования» и т.п. микронеоднородности (рис.4,а). При испытании с приложением нагрузки вдоль слоев (рис.4,б) в образце вдоль макротрещины в хрупких боридосилицидных слоях образуются микротрещины, практически параллельные макротрещине, а слой твердого раствора деформируется пластически. Ему соответствуют белые поля, в которых микротрещин нет.

При приложении нагрузки в направлениях перпендикулярном и параллельном плоскости слоев прочности $\sigma_{B\perp}=(600\pm 180)$ и $\sigma_{B\parallel}=(790\pm 48)$ МПа соответственно. Более высокую прочность образцов при приложении нагрузки параллельно слоям структуры можно объяснить более высоким моментом сопротивления при изгибе высокомодульных высокопрочных боридосилицидных слоев в сравнении с теми же слоями, находящимися перпендикулярно направлению нагрузки.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 17-03-00687 А и № 17-08-1739 А).

Список литературы:

1. Светлов И.Л. Высокотемпературные Nb–Si композиты // Материаловедение, 2010, №9, с. 29–38 и №10, с. 18–27.
2. Коржов В.П., Кийко В.М. Структура и механические свойства слоистых композитов Ni/Al с упрочнением интерметаллидами. Деформация и разрушение материалов, №6, 2015, стр. 6-11.
3. Коржов В.П., Карпов М.И., Кийко В.М. Многослойный композит на основе никеля, армированный интерметаллидными слоями // Физика и техника высоких давлений, 2010, т. 20, №4, с. 101–108.

ПРОЧНОСТЬ, ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ И МОДУЛИ УПРУГОСТИ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ, НИОБИЯ И МОЛИБДЕНА

Коржов В.П., Кийко В.М., Прохоров Д.В.

Институт физики твердого тела РАН,
г. Черноголовка, Россия, E-mail: korzhov@issp.ac.ru

Необходимость повышения рабочих температур разрабатываемых жаропрочных материалов приводит к использованию композитных структур, содержащих тугоплавкие высокопрочные, но хрупкие по природе соединения. На получение слоистых композитов, сочетающих приемлемый для конструкционных материалов баланс прочности, трещиностойкости и жаропрочности нацелена настоящая работа.

Задачи решаются получением композитов, в которых достаточно пластичные слои металлических твердых растворов чередуются со слоями высокопрочных интерметаллидов. Представленные в работе материалы изготавливались твердофазным методом горячего прессования в вакууме заготовок, представляющих собой в исходном состоянии многослойные пакеты из металлических фольг. В случае получения композитов на основе Ni–Al заготовки состояли из чередующихся Ni- и Al-фольг. Для получения композитов типа Nb–Si–B или Mo–Si–B пакеты составлялись из фольг ниобия или молибдена с покрытиями суспензией смеси порошков Si/B=3 в полиэтиленгликоле. Вариации исходных соотношений металлов и (Si–B) были возможны за счет изменения толщины металлических фольг и числа покрытий. Подбор технологических режимов горячего прессования позволял формировать необходимую структуру материалов, добиваясь заданных механических характеристик.

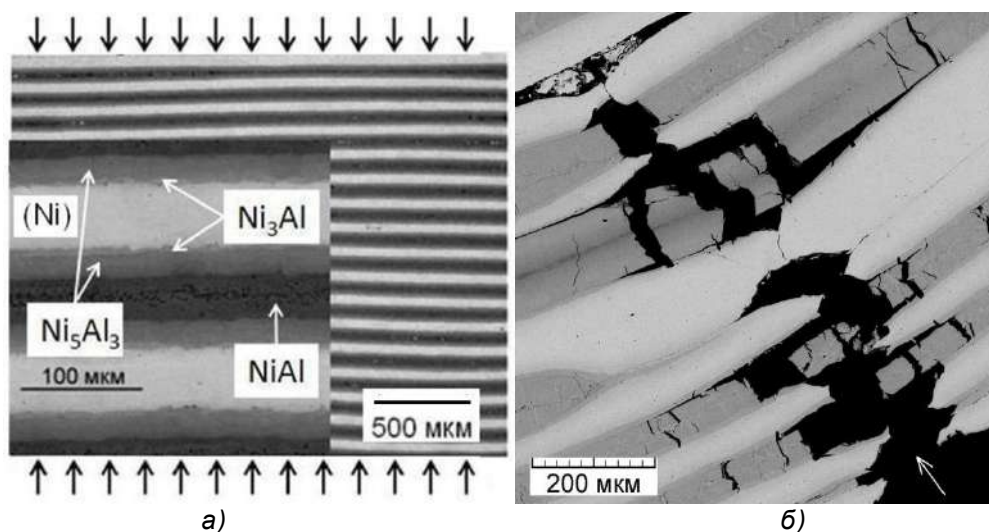


Рисунок 1 – Композит на основе Ni–Al: а – микроструктура после горячего прессования (600°C, 1 ч + 950°C, 5 ч) под давлением 0,7 МПа, стрелки сверху и снизу показывают направление приложения нагрузки [1]; б – (550°C, 1 ч, 15 МПа) + (1100°C, 1 ч, 20 МПа), микроструктура образца в месте разрушения после испытаний на прочность, нагрузка прикладывалась перпендикулярно слоям, стрелкой показано направление распространения макротрещины, (Ni) – твердый раствор Al в Ni

Примеры структур слоистых композитных материалов с указанием режимов их изготовления приведены на рисунках 1 и 2.

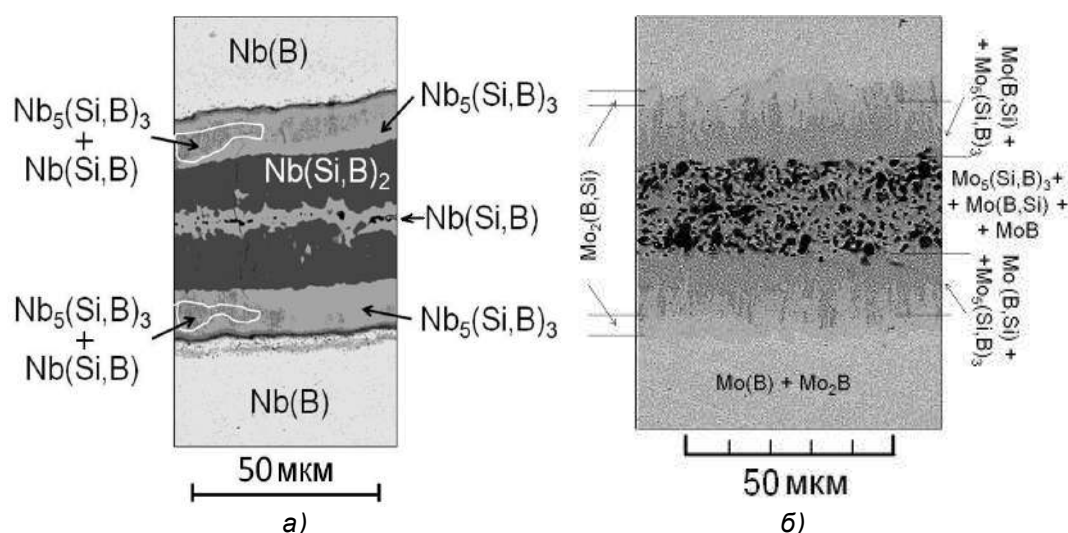


Рисунок 2 – Микроструктура диффузионных слоёвкомпозитов на основе Nb–Si–B после прессования при 1500°С, 1 ч при 14 МПа (а) и Mo–Si–B после прессования при (1500°С, 30 мин при 10,5 МПа) + (1500°С, 30 мин при 14 МПа) (б): Nb(B) и Mo(B) – твердые растворы бора в Nb и Mo. Фазовая структура образовавшихся диффузионных зон отражена в подписях на рисунках

На образцах в виде стержней прямоугольного сечения, вырезанных из композитных пластин, определялись прочности, трещиностойкости, плотности и модули упругости. Значения прочности и трещиностойкости определялись при комнатной температуре в результате испытаний образцов при трехточечном изгибе. Плотности материалов измерялись гидростатическим взвешиванием образцов в дистиллированной воде. Модули упругости материалов вычислялись на основе измерений резонансных частот поперечных колебаний образцов, их плотности и геометрии. Результаты измерений сведены в таблице 1. Значения прочности материалов достаточно высоки, величины трещиностойкости приближаются к высокопрочным конструкционным сплавам, превосходя обычные керамики, что дает право рассматривать их в качестве потенциальных претендентов для практического применения.

Таблица 1 – Прочность, трещиностойкость, плотность и модуль упругости композитных материалов при комнатной температуре. Приведены средние значения по 3–4 измерениям, режимы получения см. в подписях к рисункам

Материал	Ni-Al*	Nb-Si-B**	Mo-Si-B**
Прочность при \perp/\parallel *, МПа	870/880	600/790	620/590
Трещиностойкость при \perp/\parallel *, МПа·м ^{1/2}	20.0/18.0	13.0/12.0	-
Плотность, кг/м ³	7500	7200	8600
Модуль упругости, ГПа	220	130	270

* нагрузка прикладывалась перпендикулярно (\perp) и параллельно (\parallel) плоскости слоев

Образование в структуре композитов интерметаллидов приводит к понижению плотности материалов в сравнении с исходными металлами фольг – никелем, ниобием и молибденом, а также к повышению модуля упругости композитных материалов на основе Ni-Al и Nb-Si-B.

Слоистые композиты являются анизотропными по структуре, что находит свое отражение в характере деформационных зависимостей (рис.3) при механических испытаниях и в величинах прочности и трещиностойкости (табл. 1). Поэтому испытания проводились как при нагрузках P перпендикулярно, так и параллельно слоям композита (ab). Следует отметить «сложный» – «композитный» – характер разрушения всех образцов. Пример структуры после испытаний на прочность (см. рис.1,б) демонстрирует различные виды микроразрушений: множественное растрескивание хрупких интерметаллидных слоев, «шейкообразование» при деформации и разрывах

пластичных слоев твердого раствора, расслоения по границам различных слоёв, «ветвление» макротрещины. В результате микроразрушений увеличивается сопротивление разрушению композита в целом.

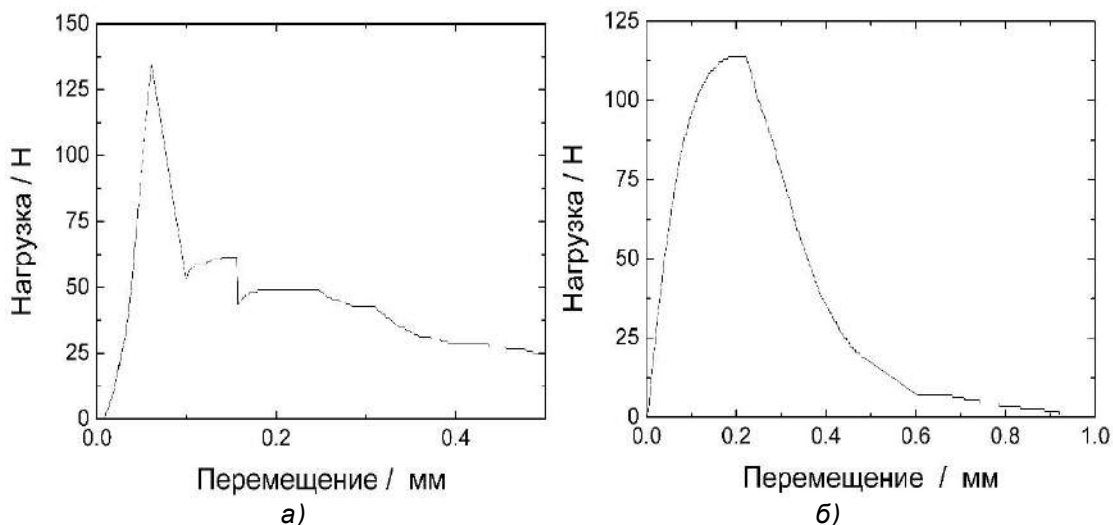


Рисунок 3 – Экспериментальные зависимости нагрузка–прогиб (перемещение) для образцов Nb–Si–В при испытаниях на трехточечный изгиб: а – $P_{\perp}(ab)$, б – $P_{\parallel}(ab)$

Испытания при высоких температурах композитных образцов Ni–Al и Nb–Si–В при $P_{\perp}(ab)$ были проведены в диапазонах 1000–1150 и 1100–1500°C соответственно. Средние значения прочности образцов в указанных температурных интервалах менялись с плавным понижением от начала к концу интервалов: для Ni–Al от 290 до 160 МПа, для Nb–Si–В от 270 до 190 МПа.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 17-03-00687 А и № 17-08-1739 А).

Список литературы:

1. Коржов В.П., Карпов М.И., Кийко В.М. Многослойный композит на основе никеля, армированный интерметаллидными слоями // Физика и техника высоких давлений. -2010. Т. 20, №4. - С. 101-108.

NEW TECHNOLOGY FOR FUNDAMENTAL STUDY OF THE PHYSICAL PROPERTIES OF METAL-OXIDE SINGLE NANOWIRES AND NANOPARTICLES USING MICROSCOPY AND NANOTOOLS BASED ON SHAPE MEMORY ALLOYS

S.V.von Gratowski, ¹Koledov V.V., ²Serduk V.M., ³Than Zaw Oo,

⁴T.H. Le. Ngo, ⁵Gil Nonato Santos

¹Kotel'nikov Institute of Radioengineering and Electronics of Russian Academy of Sciences (Kotelnikov IRE RAS)

²Institute of Applied Physical Problems of Belarusian State University

³Panglong University, Myanmar

⁴Institute of Materials Science, Vietnam Academy of Science and Technology

⁵De La Salle University- Manila

The rapid development of nanotechnology last time induced wide investigations of nanoscale materials, including nano-particles, and, in particular, 1D-structures like nanotubes, nanowires (NWs), etc of various materials. Past decade these nanoscale materials were intensively studied and they had appeared to have unique properties allowed to construct separate nano-device from individual nano-objects [1-7]. Many single nano-devices were developed from individual CNT [1,2] InP [3] and GaAs nanowires, Ge, Si, GaN nanowires and GaN/AlN/AlGaN heterostructure nanowires, CdS nanowires, Si-CdS nanowire [4, 5] and many other single nano-devices from nanowires.

Metal Oxide materials like LaMnO₃, SnO₂, ZnO, Zinc Tin Oxide (ZTO), TiO₂ as bulk materials and as nanomaterials have very a rich palette of physical phenomena. Most of them have isolator-metal phase transition (LaMnO₃, ZnO, Zinc Tin Oxide (ZTO), TiO₂), photo-luminescence photoconductivity (LaMnO₃, SnO₂, ZnO, (Zinc Tin Oxide (ZTO)), TiO₂), and other interesting phenomena, like magnetic phenomena, including magnetocaloric, magnetoresistance, ferroelectricity. But the properties of these metal oxide as the nanomaterials, especially a individual nano-objects (nanowires, nanoparticles, etc) are almost not studied and thus their application for creation of single nano-devices is very rare in the literature. To such rare papers relate [6], where it was studied the field-effect nano-transistor (nanoFET), based on individual ZnO nanobelts and single nano-transistor, based on individual SnO₂ nanowires [7] and ZnO Schottky diodes [5]. Thus the mentioned above metal oxide nano-materials, that have so a rich palette of physical phenomena up to now have not adequate place in nano-scale devices. The authors assume that the paradoxical situation is connected with the fact is related to insufficient knowledge of the properties of these metal oxide nano-materials as the individual nanowires, nanoparticles, and so on. On the other hand it is very complicated research to study individual nano-objects. That is why E-Asia consortia as the main idea of the present project maintains that metal-oxide nanomaterials have a very large application potential and also the potential of undiscovered physical effects that will be revealed if the size effects for individual nanoparticles and nanowires will be studied in detail. This fundamental study can ensure huge advanced frontier application. For example, because of the large surface-to-volume ratio, sensors based on individual nanoparticles, nanowires and nanotubes, in principle, can register insignificant amounts of chemicals or biomaterials, up to the attomolar level (1 aM = 10⁻¹⁸ M), as well as individual bacteria, viruses or even large molecules. There far-reaching suggestions are made that nanosensors based on individual nanoobjects can revolutionize the approach to medical diagnostics, sharply increasing accuracy, reliability, reducing the time of diagnosis, and, what is the most importantly, reduce the cost of medical analysis. It is predicted, that in the nearest future, nanobiotechnology-based lab-on-a-chip technologies will be widely customary available, such as cellular telephones and Internet.

To overcome the difficulties of the study of the individual nano-object is proposed the methodology based of the new frontier nano-manipulation system with the World's smallest mechanical nanotweezers. The elaborates nano-manipulation technology is large-scale (macro-scale), sub-nanometer precise, easy in use nano-instrument, consisting from nano-position system and micron size end-effectors controlled by semiconductor laser radiation or electric current with for frontier nanomanipulation in vacuum chamber or liquid environment in different microscopes. It can pick up and place, cut, pull, bend, turn, prepare the objects with the sizes from some nano-meters to 1micron. Such nano-device allows to select and to

deal with individual nano-objects. First of all the proposed technology for the first time allow easy to study individual nano-objects. On the Figure 1 a)-i) in shown the process of the selection of the some individual graphene layer from non-organic substrate, pick-up of these nano-objects, replace them to the other organic substrate.

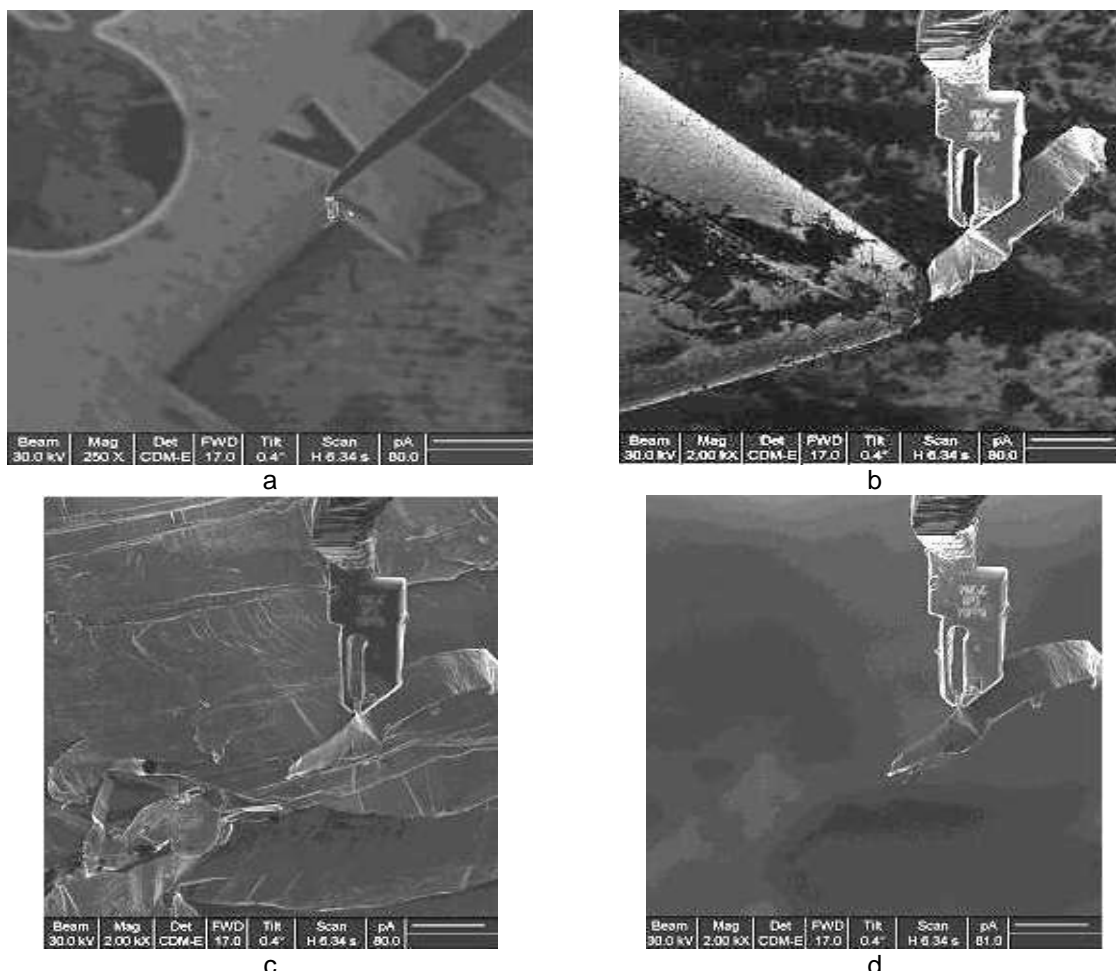


Figure 1 – a)-d) in shown the process of the selection of the some individual graphene layer from non-organic substrate, pick-up of these nano-objects, replace them to the other organic substrate

The process of the dealing with individual nano-objects one can see on videos:
<https://www.youtube.com/watch?v=WFXMjqziX9w>
<https://www.youtube.com/watch?v=JtMdizCJReM>
<https://www.youtube.com/watch?v=1I5Gh6ffTI>
<https://www.youtube.com/watch?v=5U1ZJ31yNwo>
<https://www.youtube.com/watch?v=OQ6MkleYKog>
 and it was reported in the articles [8-10].

Using this nanomanipulation technology and rather wide range of individual nanoobjects, in particular nanoparticles and nanowires ZnO, LaMnO₃, Fe₃O₄, TiO₂, ZnO, AuNPs/TiO₂, AuNPs/ZnO, (ZnSn)O, AgNPs, AuNPs, Ag nanowire, Ag QDs, created by the methods, described in [8-16] are investigated.

The work is supported by RSF grant No /N 17-19-01748.

1 Scarselli, M., Castrucci, P., De Crescenzi, M. (2012). Electronic and optoelectronic nano-devices based on carbon nanotubes. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 24(31), 313202. P.

2. G. Collins, A. Zettl, H. Bando, A. Thess, and R. E. Smalley, "Nanotube Nanodevice," *Science*, vol. 278, pp. 100-102, 1997.

3. Duan, X., Huang, Y., Cui, Y., Wang, J., & Lieber, C. M. (2001). Indium phosphide nanowires as building blocks for nanoscale electronic and optoelectronic devices. *Nature*, 409(6816), 66-69.
4. Lu, W., Xie, P., & Lieber, C. M. (2008). Nanowire transistor performance limits and applications. *IEEE transactions on Electron Devices*, 55(11), 2859-2876.
5. Lieber, C. M., & Wang, Z. L. (2007). Functional nanowires. *MRS bulletin*, 32(02), 99-108.
6. Wang, Zhong Lin. Nanobelts, nanowires, and nanodiskettes of semiconducting oxides-from materials to nanodevices. *Advanced Materials*, 2003, 15. Jg., Nr. 5, S. 432-436.
- 7 Dattoli, E. N., Wan, Q., Guo, W., Chen, Y., Pan, X., & Lu, W. (2007). Fully transparent thin-film transistor devices based on SnO₂ nanowires. *Nano letters*, 7(8), 2463-2469.
8. Mazaev, P. V., Koledov, V. V., Shavrov, V. G., Lega, P. V., Mashirov, A. V., Kamantsev, A. P., ... & Dikan, V. A. (2016). Thermoelastic properties of micron-size actuators based on the Ti₂. *Journal of Communications Technology and Electronics*, 61(6), 630-638.
9. Koledov, V., Shavrov, V., von Gratowski, S., Petrenko, S., Irzhak, A., & Shelyakov, A. (2014, October). Practical system for nanomanipulation. In *Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO), 2014 International Conference on* (pp. 316-320). IEEE.
10. Koledov, V., Shavrov, V., Zhikharev, A., yjova, M. V. (2015, October). Structure and morphology of the Zn_x Mg_{1-x}O nanowires studied using shape memory composite nanotweezers. In *Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO), 2015 International Conference on* (pp. 64-67). IEEE.
11. Than Z. Oo, Nripan Mathews, Guichuan Xing, Bo Wu, Bengang Xing, Lydia H. Wong, Sum Tze Chien, Subodh G. Mhaisalkar "Ultrafine Gold Nanowire Networks as Plasmonic Antennae in Organic Photovoltaics" *The Journal of Physical Chemistry C*, 116(10) (2012) 6453-6458.
12. Thar, A. C., Win, T. H., Lwin, N. W., & Oo, T. Z. (2015). Tradeoff between Narrowing Optical Band Gap and Enhancing Electrical Conductivity of the Metal Nanoparticles-Modified Titanium Oxide Films. *Journal of Physical Science and Application*, 5(3), 220-225.
13. Thi Kim Oanh Vuong, Dai Lam Tran Trong Lu Le, Duy Viet Pham, Hong Nam Pham, Thi Hong Le Ngo, Hung Manh Do, Xuan Phuc Nguyen 2015 Synthesis of high-magnetization and monodisperse Fe₃O₄ nanoparticles via thermal decomposition *Materials Chemistry and Physics* Volume 163, 1 August 2015, Pages 537–544.
14. Ngoc Tai Ly, Thanh Van Hoang, Thi Hong Le Ngo, Van Chien, Nguyen, Dang Thanh Tran, Hung Manh Do, Dinh Lam Vu, Xuan Nghia Nguyen, Thi Hoa Dao, Quang Huy Le, Minh Hong Nguyen, Van Hong Le 2012 TiO₂ nanocrystal incorporated with CuO and its optical properties *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology* 10/2012; 3(4):045009.
15. Michael Mananghaya, Dennis Yu, Gil Nonato Santos, Emmanuel Rodolfo. Scandium and Titanium Containing Single-Walled Carbon Nanotubes for Hydrogen Storage: a Thermodynamic and First Principle Calculation *Nature Scientific Reports* 2016.
16. JAV Albelda, A Uzunoglu, GNC Santos, LA Stanciu - Graphene-titanium dioxide nanocomposite based hypoxanthine sensor for assessment of meat freshness -*Biosensors and Bioelectronics*, 2016.

ОСОБЕННОСТИ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФОЛЬГАХ Cu ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОМ ДЕФОРМИРОВАНИИ

Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шуринов Р.В., Дергачева А.В.

Харьковский национальный университет имени В.Н. Каразина,
г. Харьков, Украина, E-mail: evgeny.e.badiyan@univer.kharkov.ua

Введение

Обширный экспериментальный и теоретический материал, накопленный к настоящему времени в физике прочности и пластичности, не может дать однозначного толкования наблюдаемому многообразию релаксационных процессов, осуществляющихся на различных структурных уровнях (микро-, мезо- и макроуровне). Основной причиной этого прежде всего является многообразие структурного состояния реальных поликристаллических материалов, структура которых содержит значительное число различных зерен, отличающихся кристаллографической ориентацией и дефектной структурой, формой и размерами. Следует учитывать и достаточно большое разнообразие границ зерен, которые в зависимости от их структуры, вносят различный вклад в развитие релаксационных процессов при пластическом деформировании образцов. В связи с этим в данной работе проведено экспериментальное изучение влияния исходной структуры образцов и типа границ зерен на развитие релаксационных процессов при развитии пластической деформации (ПД) фольг меди.

Объект исследования и методика проведения эксперимента

Целью настоящей работы является установление способов релаксации напряженного состояния при ПД однокристалльных по толщине (двумерных поликристаллов) фольг Cu с различной исходной зеренной структурой и различным содержанием специальных границ зерен, в том числе и двойниковых. Выбор в качестве объекта исследования образцов Cu обусловлен тем, что медь является ярким представителем металлов с гцк-решеткой, но имеющей низкую энергию дефекта упаковки [1]. Дислокационная структура кристаллов с низким значением величины энергии дефекта упаковки характеризуется наличием в структуре образца расщепленных дислокаций, движение которых затруднено при пластической деформации. При развитии ПД решеточные дислокации по-разному взаимодействуют с границами общего и специального типа [2], что должно сказаться на развитии релаксационных процессов при пластическом деформировании.

Исследовались поликристаллические фольги Cu с размерами рабочей части 70×10 мм², толщиной 400 мкм, которые вырезали из медной фольги чистотой 99,97%. Для получения образцов с различной микроструктурой они подвергались термомеханической обработке, которая включала в себя: первичный отжиг при $T=700^\circ$ С в течение двух часов; деформацию одноосным растяжением от 3 до 7%; рекристаллизационный отжиг при $T=950^\circ$ С в течение от трех до шести часов в вакууме $P=10^{-2}$ Па. Зеренную структуру выявляли химическим травлением с помощью спиртового раствора концентрированной азотной кислоты, время травления ~5 с. Варьируя степень деформации перед рекристаллизационным отжигом и время отжига, были получены образцы с различной структурой. По данным рентгенографических исследований проводилась аттестация границ зерен. Установлено, что в структуре полученных фольг Cu присутствует большое количество двойников отжига, различающихся по форме, размерам и ориентации, а двойниковые границы преимущественно представляют собой когерентные границы с $\Sigma 3$, 60° , [111], а также границы зерен общего и специального типа, количественное соотношение которых зависит от условий рекристаллизации. Механические испытания проводились в условиях активного одноосного растяжения со скоростью деформации $\dot{\epsilon}=5 \cdot 10^{-5}$ с⁻¹ при комнатной температуре.

Для исследования возникновения и развития ротационных эффектов на поверхности образцов непосредственно в процессе деформации была использована оригинальная оптическая методика получения *in situ* цветовых ориентационных карт [3]. Микроструктура образцов до и после деформации и деформационный рельеф,

возникающий, в основном, в результате развития трансляционной моды ПД, исследовались с помощью оптической микроскопии (МИМ-7, ПМТ-3) и интерферометрии (МИИ-4).

Экспериментальные результаты

Все многообразие структур исследованных образцов условно можно разделить на три типа:

1. Образцы, содержащие только двойниковые границы («монокристаллы», содержащие сквозные двойники) (рис.1,а);

2. Крупнозернистые образцы со средним размером зерна $\bar{d} \approx 7$ мм, содержащие до ~50% специальных границ (в том числе и двойниковых) (рис.1,б);

3. Мелкозернистые образцы с $\bar{d} \approx 0,5$ мм, содержащие до ~70% специальных границ (в том числе и двойниковых) (рис.1,в). Все границы раздела в исследуемых образцах являются сквозными. Основные механические характеристики исследованных образцов приведены в таблице 1.

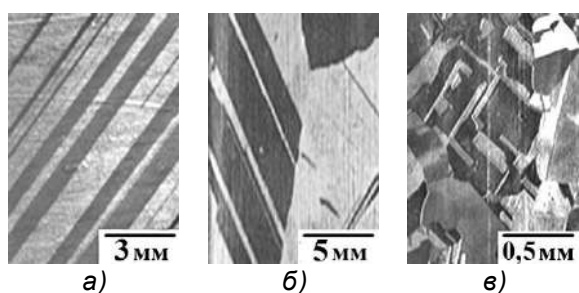


Рисунок 1 – Фрагменты микроструктуры исследуемых фольг Cu

Таблица 1 – Механические характеристики фольг Cu

Тип образца	Усл. предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	Предел прочности σ_b , МПа	Деформ. до разрушения ϵ_{max} , %
I	35	100	6
II	30	125	12
III	60	480	21

В образцах Cu первого типа в процессе пластического деформирования наряду с развитием дислокационного скольжения вблизи двойниковых границ, которые пересекают всю поверхность образца, возникают экструзии на поверхности образца, а на противоположной стороне – интрузии, о чем свидетельствуют интерферометрические исследования (рис.2,а,б). Образование экструзии и интрузии как способов релаксации напряженного состояния не свойственно для гцк-кристаллов, деформируемых в условиях активного нагружения. Как правило, формирование экструзий и интрузий происходит при усталостных испытаниях образцов в области устойчивых полос скольжения [4] и определяется легкостью протекания поперечного скольжения, которое в меди из-за низкой энергии упаковки всегда затруднено. Для объяснения возникновения экструзий и интрузий при пластическом деформировании фольг Cu, по-видимому, следует учитывать скольжение во вторичных системах скольжения. Установлено, что при ориентации оси растяжения образца, близкой к направлению [112], наряду с первичной системой скольжения (111)[011] деформация осуществляется и по вторичной, сопряженной системе скольжения (111)[101]. Таким образом, возможной причиной возникновения экструзии – интрузии, как способа релаксации напряженного состояния при развитии ПД, может быть специфическая кристаллографическая ориентация оси растяжения образца, его толщина и наличие сквозной двойниковой границы.

Релаксация напряженного состояния при ПД в фольгах Cu второго и третьего типа реализуется за счет развития одиночного и множественного дислокационного скольжения (наиболее активно протекает в образцах третьего типа) и образования одиночных и коллективных полос переориентации (ПП) (преимущественно в образцах второго типа). Для примера, на рисунке 2 приведены фрагменты поверхности микроструктуры образцов Cu после деформации ($\epsilon \approx 12\%$). Видно, что в деформированных образцах в отдельных зернах наблюдаются следы одиночного и множественного дислокационного скольжения, в некоторых зернах образуются полосы переориентации – один из способов реализации ротационной моды пластической деформации.

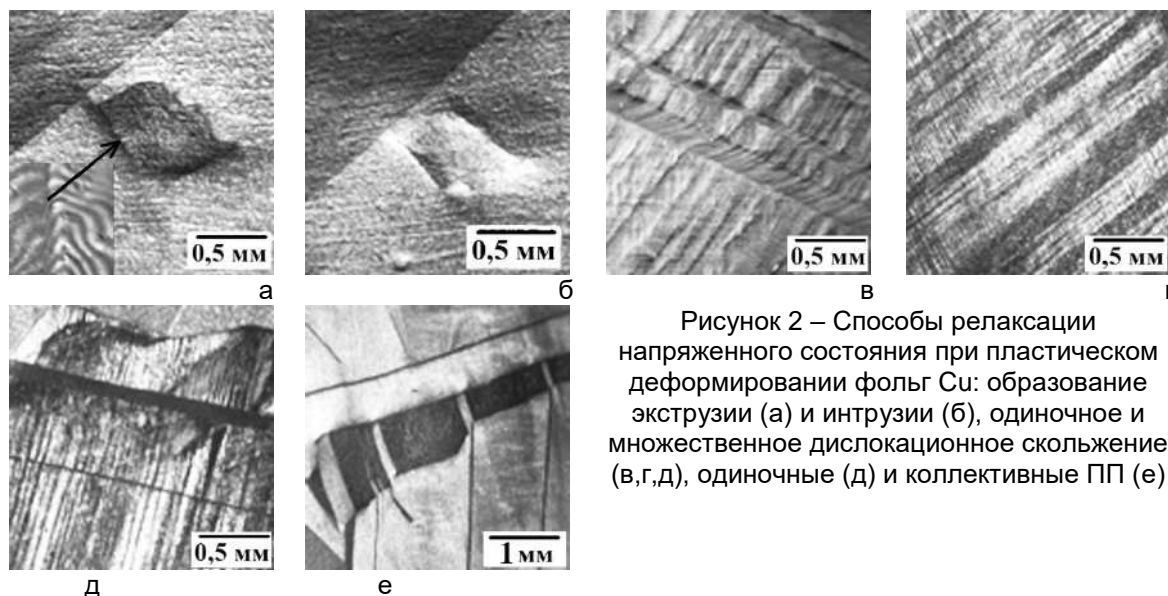


Рисунок 2 – Способы релаксации напряженного состояния при пластическом деформировании фольг Cu: образование экструзии (а) и интрузии (б), одиночное и множественное дислокационное скольжение (в,г,д), одиночные (д) и коллективные ПП (е)

Экспериментально установлено, что общим для всех исследованных образцов Cu, содержащих в исходной структуре двойники отжига, является то, что ПД не развивается двойникованием; при развитии ПД двойники отжига не объединяются, двойниковые границы не смещаются. Через тонкие двойники скольжение передается от зерна к зерну (рис.2,д). В двойниках, которые не подпадают под определение тонкого двойника, может протекать самостоятельное дислокационное скольжение внутри двойника в соответствии с его кристаллографической ориентацией (рис.2,в).

Выводы

Обнаружено, что в фольгах Cu, содержащих только двойниковые границы, пересекающие всю ширину образца, релаксация напряженного состояния в процессе ПД осуществляется за счет одиночного и множественного дислокационного скольжения, а также за счет возникновения экструзии и интрузии. Релаксация напряженного состояния при ПД в крупно- и мелкозернистых фольгах Cu, содержащих от 50 до 70% СГЗ, развивается одиночным и множественным скольжением и за счет возникновения ротационных эффектов. Мелкозернистые фольги Cu обладают высокими прочностными характеристиками, а высокое содержание СГЗ в этих образцах способствует существенному увеличению их пластичности.

Список литературы:

1. Рыбин В. В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: «Металлургия», -1986 - 224 с.
2. Перевалова О. Б. Влияние энергии плоских дефектов и фазового перехода Al→Li2 на характеристики зернограницного ансамбля ГЦК твердых растворов на основе Ni, Cu и Pd // дисс. на соиск. д-ра физ.-мат. н., Томск, 2007. 333 с.
3. Badiyan E. E., Tonkopyad A. G., Shehovtsov O. V., Shorinov R. V., Zetova T. R. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum // Inorganic Materials. – 2011. – №15. – P. 1663 – 1666.
4. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М.: Мир, 1972, 408 с.

ОПТОЭЛЕКТРОННАЯ МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУБСТРУКТУРНЫХ И ОРИЕНТАЦИОННЫХ ИЗМЕНЕНИЙ, СОПРОВОЖДАЮЩИХ ПЛАСТИЧЕСКУЮ ДЕФОРМАЦИЮ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В.
Харьковский национальный университет имени В. Н. Каразина
г. Харьков, Украина, E-mail: evgeny.e.badiyan@univer.kharkov.ua

Структурная, субструктурная и ориентационная неоднородность является одним из основных факторов, определяющих физические, и в большей степени механические, свойства кристаллических материалов. Таким образом, проблема определения структурной и ориентационной неоднородности кристаллических образцов представляется достаточно важной и актуальной. Известные многочисленные, как правило, дифракционные методы, например, наиболее известный [1], позволяют решать эту проблему только для небольшой области исследуемого образца по сравнению с его размерами и не позволяют *in situ* проследить за структурными и ориентационными изменениями, происходящими в исследуемых образцах в процессе внешнего воздействия. Разработанная оптоэлектронная методика [2–4] исследования ориентационной и структурной неоднородности поверхности кристаллических образцов позволяет решить эту проблему.

Основой разработанной методики является обнаруженный авторами эффект дифракции белого света на квазипериодическом рельефе [2,3], возникающем на поверхности кристаллических материалов в результате их химического травления с целью выявления границ зерен.

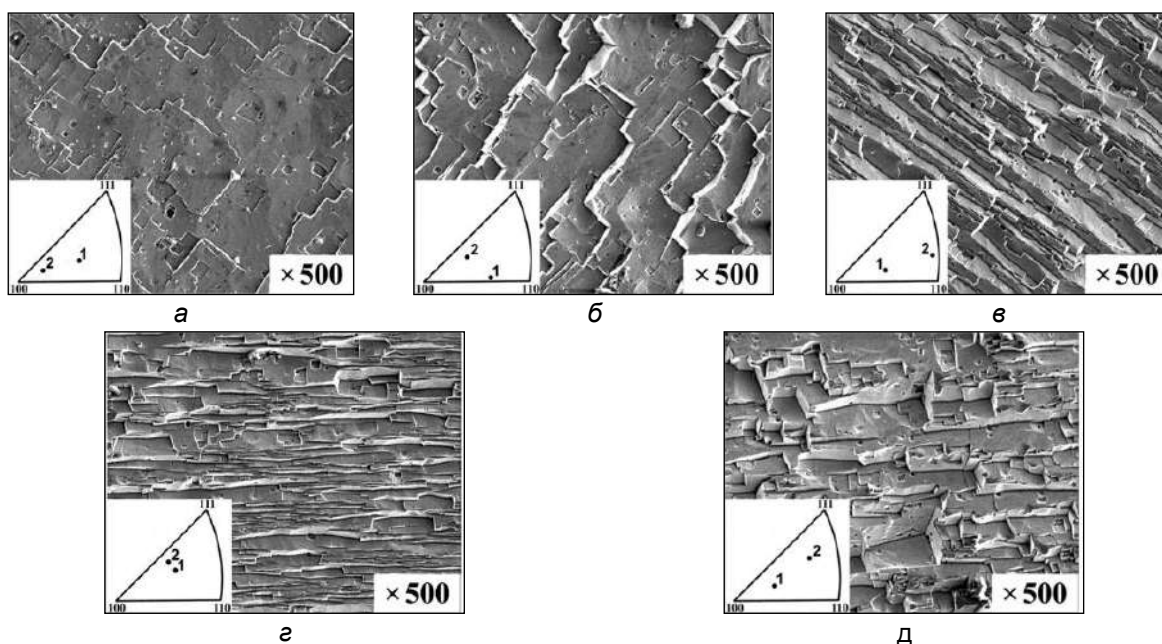


Рисунок 1 – Квазипериодический рельеф, возникающий на поверхности различным образом ориентированных зерен поликристаллического образца алюминия после химического травления. В основном стереографическом треугольнике приведены кристаллографическая ориентация этих зерен относительно нормали к поверхности зерна (1) и направления растяжения (2)

При травлении полированного поликристаллического образца можно обнаружить не только границы зерен в виде тонкой линии, но и на поверхности различным образом ориентированных зерен анизотропный квазипериодический рельеф в виде канавок травления. Экспериментально показано, что характер этого рельефа однозначно определяется кристаллографической ориентацией зерна. На рисунке 1 в качестве примера приведены микрофотографии такого рельефа, полученные с помощью растрового электронного микроскопа JEOLJSM-840 для поверхности различным

образом ориентированных зерен поликристаллического образца алюминия. Показано, что взаимодействие белого света с таким рельефом приводит к его аномальному рассеянию (квазидифракции) и при определенном выборе и взаимном расположении образца, источника света и регистрирующего устройства (рис.2), представляющего собой WEB-камеру, соединенную с компьютером, можно получить цветное изображение поверхности образца (цветовую ориентационную карту), где оттенок цвета в цветовом пространстве RGB любого участка поверхности образца однозначно определяется его кристаллографической ориентацией.

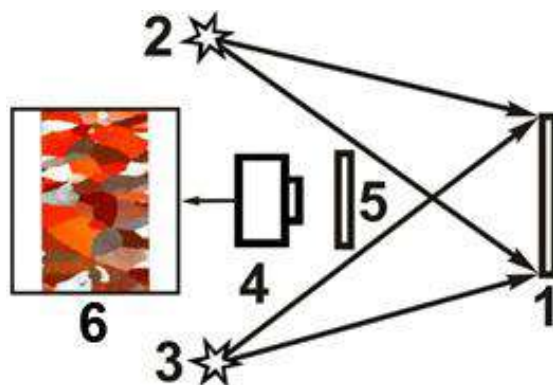


Рисунок 2 – Схема регистрации цветowych ориентационных карт: 1 – образец; 2, 3 – источники белого света; 4 – WEB-камера; 5 – система линз, 6 – цветовая ориентационная карта (ЦОК)

Обнаруженный эффект позволяет получать информацию о субструктурных и ориентационных изменениях, сопровождающих пластическую деформацию поликристаллического образца одновременно для всех составляющих его зерен с периодом $\sim 0,01$ с.

Следует отметить, что цветовая ориентационная карта поверхности поликристаллического образца алюминия, регистрируется в аддитивном цветовом пространстве RGB, содержащем 16,7 млн. оттенков цвета и представляющем собой комбинацию оттенков трех основных цветов – красного (R), зеленого (G) и синего (B). Число оттенков для каждого из указанных цветов составляет 256. Такое большое количество оттенков цвета в цветовом пространстве RGB не всегда позволяет визуализировать области поверхности образца с определённой кристаллографической ориентацией.

Экспериментально показано, что для визуализации ориентационной и субструктурной неоднородности с целью увеличения углового и линейного разрешения цветное изображение поверхности образца можно рассматривать последовательно и независимо в оттенках красного, зеленого, синего или серого цвета, состоящего из оттенков вышеуказанных цветов в одинаковых пропорциях [4].

Такое представление цветовой ориентационной карты поверхности образца, позволяет, во-первых, установить соответствие между оттенком цвета изображения любой области поверхности образца и ее кристаллографической ориентацией; во-вторых, визуализировать участки поверхности образца с различной кристаллографической ориентацией; в-третьих, определять количественные характеристики субструктурной и ориентационной неоднородности и их изменение *in situ* в процессе пластической деформации образца. Параметром, характеризующим кристаллографическую ориентацию области поверхности образца, является номер оттенка n цветного изображения этой области из 256 возможных оттенков красного, зеленого, синего или серого цветов, а размер субзерна – область изображения поверхности зерна с одинаковыми оттенками цвета.

В качестве примера на рисунке 3 приведены результаты обработки цифрового изображения поверхности одного из зерен поликристаллического образца алюминия в оттенках красного цвета до деформирования образца (а) и после деформирования (б) на 26% в виде графиков, где по оси ординат отложен размер субзерна (l), а по оси абсцисс – условная кристаллографическая ориентация (n).

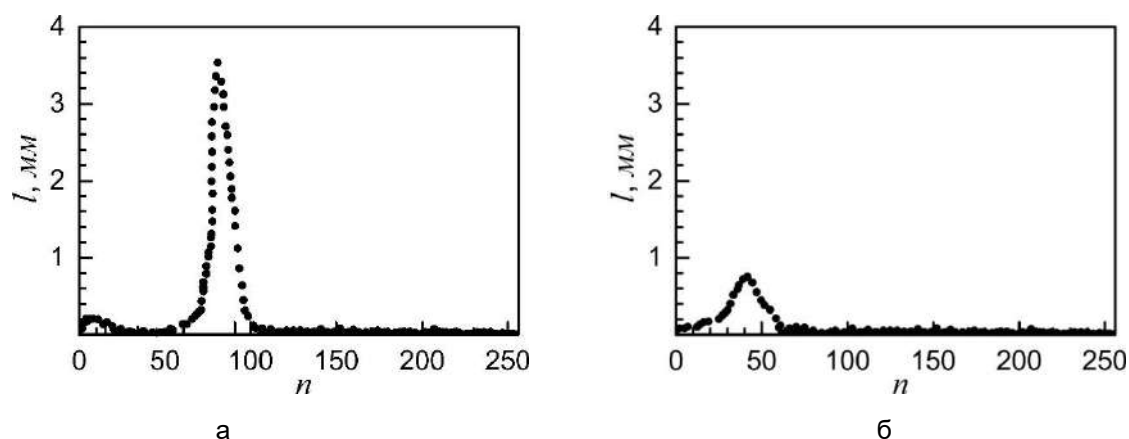


Рисунок 3 – Распределение субзерен на поверхности зерна по их размеру l условной кристаллографической ориентации (оттенку цвета) n : а – до деформирования; б – после его деформирования на 26% для одного из зерен поликристаллического образца алюминия

При использовании для регистрации цветowych ориентационных карт WEB камеры CreativePCCAM 300 линейное разрешение методики составляет ≈ 5 мкм, а угловое – не превышает 10° .

Список литературы:

1. Даниленко В. Н., Миронов С. Ю., Беляков А. Н., Жиляев А. П. Применение EBSD анализа в физическом материаловедении // "Заводская лаборатория. Диагностика материалов" – 2012. Т. 78, – № 02, – с. 28 –46.
2. Badiyan E. E., Tonkopyrad A. G., Shehovtsov O. V., Shorinov R. V, Zetova T. R. Optical Technique for the In Situ Study of Orientation and Structure Changes Accompanied the Plastic Deformation of Polycrystalline Specimens of Aluminum // Inorganic Materials. – 2011. – №15. – P. 1663 – 1666.
3. Патент 93021 Україна, МПК G01N 21/00, G01N 21/17, G01N 33/20. Спосіб визначення кристало-графічно ї орієнтації зеренна поверхні полікристалічного зразка / Бадіян Є. Ю., Тонкопряд А. Г., Шеховцов О. В., Шурінов Р. В., Зетова Т. Р.; Заяв. і патентовласник ХНУ імені В. Н. Каразіна. – № а 2010 02923; заявл. 15.03.10; опубл. 27.12.10, Бюл. №24.
4. Патент 104249 України, МПК (2013.01), G01N 21/00, G01N 33/20 (2006.1). Спосіб візуалізації орієнтаційної неоднорідності та морфології поверхні монокристала або окремих зерен полікристала / Бадіян Є. Ю., Тонкопряд А. Г., Шеховцов О. В., Шурінов Р. В., Зетова Т. Р., Казачкова К. С.; Заяв. і патентовласник ХНУ імені В. Н. Каразіна. – № а 2012 14845; заявл. 24.12.12.; опубл. 10.01.14, Бюл. №1.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОДИФФУЗИОННЫХ БОРИДНЫХ СЛОЕВ В УСЛОВИЯХ ТВЧ НАГРЕВА

Ситкевич М.В., Дашкевич В.Г.

БНТУ, г. Минск, Беларусь, E-mail: Vladimir_dvl@tut.by

Введение

Технология борирования применима во многих отраслях промышленности, прежде всего, для изделий, работающих в условиях абразивного изнашивания (сельское хозяйство, производство строительных материалов, машиностроение и др.). Процесс борирования осуществляется из порошковых сред, расплавов, обмазок, газовых сред, плазмы тлеющего разряда и других, в результате насыщения свойства диффузионных слоев могут изменяться в широком диапазоне [1–3]. В последние годы активно исследуется направление высокочастотного нагрева для технологии борирования из обмазок, которое позволяет значительно интенсифицировать процесс, сократить продолжительность насыщения от нескольких часов до нескольких минут. В работе исследовали влияние режимов индукционного нагрева на структуру борированных слоев полученных из обмазок на основе карбида бора.

Материалы и методика исследований

Борирование проводили из обмазки толщиной 2–3 мм, которая предварительно наносилась на поверхность плоских образцов из стали 65Г и стали 45. Обработка велась по двум режимам. В первом случае проводили борирование однократным нагревом (рис.1,а) до температуры 1100 °С, во втором случае осуществлялось термоциклирование в интервале температур 1150...600 °С, общее количество циклов – 5 (рис.1,б). Обмазка представляла собой порошок карбида бора B_4C , активатор и огнеупорный наполнитель, включающий специальный пластификатор в присутствии которого связующим является вода. Индукционный нагрев образцов осуществляли в плоском индукторе, на установке ЭЛСИТ – 40/20-70, температуру поверхности образцов определяли с помощью пирометра.

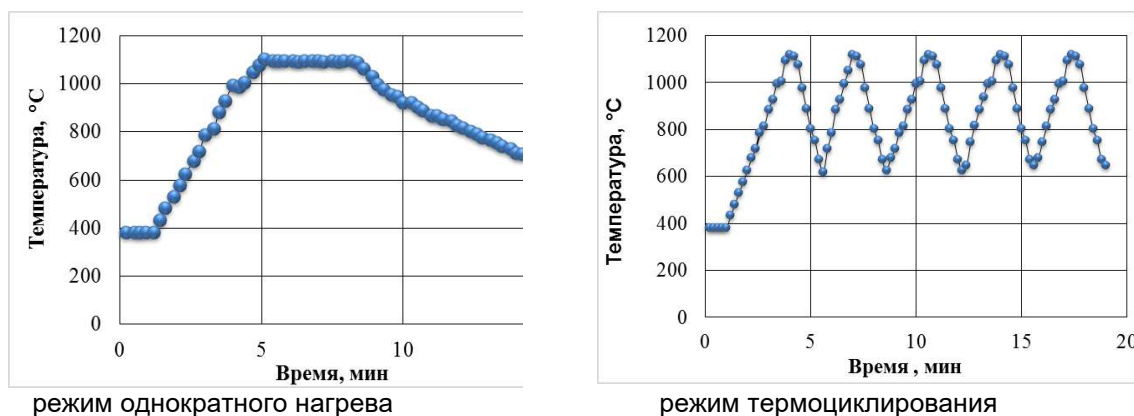


Рисунок 1 – Режимы борирования

Результаты исследований

Известно, что бор имеет низкую растворимость в железе, поэтому выделяется по границам зерен в качестве карборидных фаз или образует эвтектику. При высокой концентрации он образует бориды типа $(Fe, Me)B$ и $(Fe, Me)_2B$, но чаще всего при концентрации менее 0,4% масс. замещает часть атомов углерода в карбидах, образуя фазы типа $Me_3(C,B)$, $Me_7(C,B)_3$ и $Me_{23}(C,B)_6$.

Как установлено ранее проведенными исследованиями [4–7], решающим фактором, влияющим на структуру и свойства борированного слоя при ТВЧ-нагреве является температура. При проведении борирования начиная с температуры 1100...1150 °С традиционная иглоподобная структура слоя не образуется, а образуется эвтектика [6–8]. В нашем случае за 5 минут выдержки при температуре 1100 °С при однократном нагреве образовался слой порядка 120 мкм, в среднем со

скоростью 25 мкм/мин, а при термоциклировании 60 мкм. Отмечено, что в результате однократного нагрева образуется доэвтектическая структура с участками перлита (рис.2,а). При однократном нагреве количество эвтектической составляющей напрямую зависит от длительности обработки, при кратковременных режимах сохранение перлитной составляющей наиболее вероятно. Известно, что при содержании бора 3,8 % мас., в системе Fe-B ожидаемо образование полностью эвтектической структуры [1,3]. Однако для рассматриваемого процесса характерным является и достаточно высокая скорость нагрева и охлаждения, такие условия способствуют образованию квазиэвтектики, поэтому содержание бора будет несколько отличаться от равновесной концентрации.

Согласно диаграмме состояния образование тройной эвтектики Fe-Fe₃C-Fe₂B происходит при 1000 °С для следующих концентраций: 1,5 % мас. С, 2,9 % мас. В. Следовательно для протекания эвтектической реакции необходимо значительное количество углерода, диффузия которого требует времени. По структурообразованию, в нашем случае, наиболее вероятным является следующий механизм: образование эвтектики γ -Fe+Fe₂B и первичная кристаллизация, затем вторичная кристаллизация и образование эвтектики состава α -Fe+Fe₃C+Fe₂B.

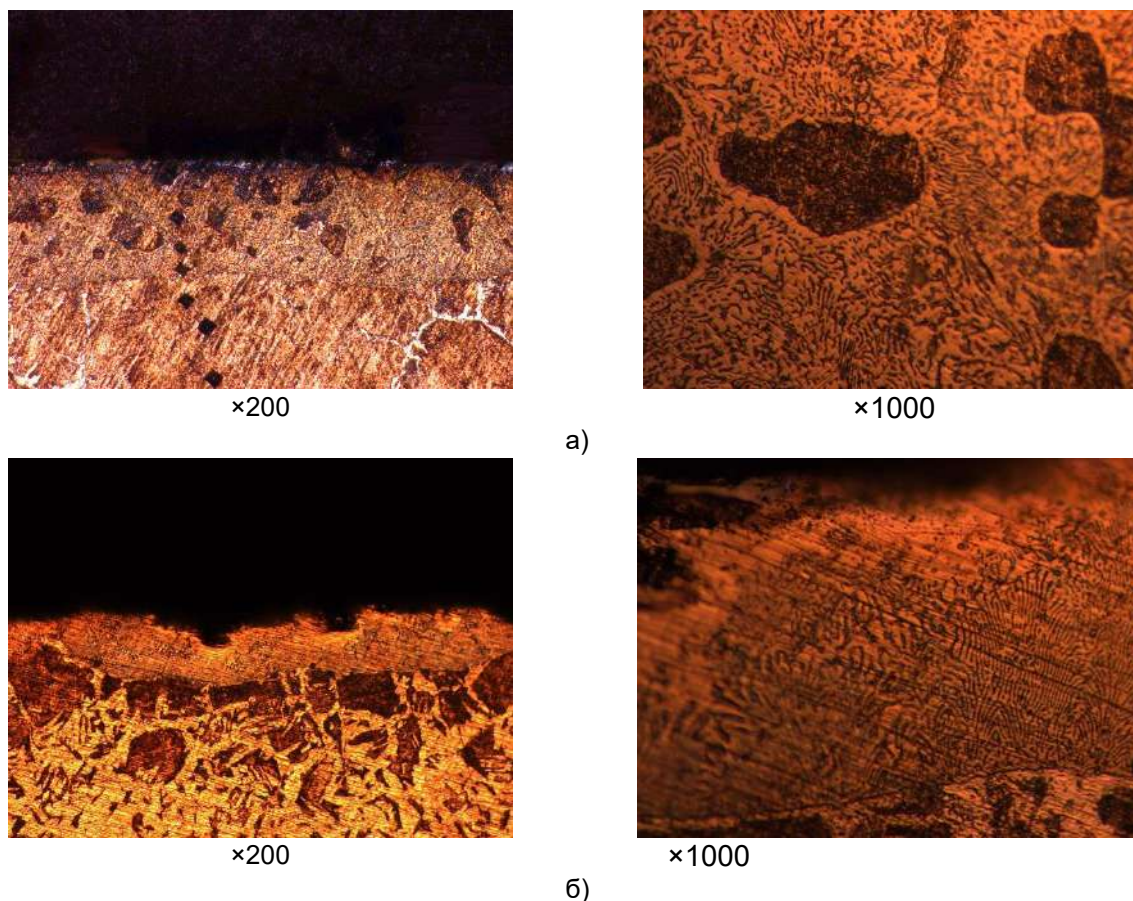


Рисунок 2 – Микроструктуры боридных слоев на углеродистой стали:
а) борирование однократным нагревом; б) борирование при термоциклировании

Интегральная микротвердость эвтектической составляющей составляет $H_{50}=7800\pm 1500$ МПа, перлитной – $H_{50}=2920\pm 450$ МПа. Размеры дендритов перлита зависят от режима обработки и прежде всего от скорости охлаждения и составляют в среднем от 10 до 30 мкм. Отметим, что после распада аустенита и выделения феррито-цементитной смеси, в нем растворяется около 0,15 % бора, поэтому речь можно вести о бористом перлите.

При проведении термоциклирования образуется полностью эвтектическая композиция (рис.2,б) с ярко выраженной границей раздела. Отмечено резкое

изменение структуры основного металла, перегрев и соответственно образование структуры видманшетта.

Исследовались технологические свойства наносимых обмазок, прежде всего способность удерживаться на вертикальных поверхностях. Выбранное связующее, в нашем случае вода, при наличии в смеси специального пластификатора, обеспечило высокие технологические свойства, обмазка не отслаивалась от поверхности при нагреве, отсутствовало трещинообразование.

Заключение

Эффективность борирования при ТВЧ-нагреве определяется режимом обработки и составом обмазки. Кратковременная выдержка в течении 5 минут при температуре 1100 °С приводит к образованию на углеродистой стали слоя порядка 120 мкм, что соответствует о скорости роста порядка 25 мкм/мин, структура образуется доэвтектическая с участками перлита. При использовании термоциклирования в рассматриваемом температурном интервале образуется полностью эвтектическая структура, но скорость образования слоя заметно падает, практически в два раза. При получении обмазки возможно применение такого связующего как вода с огнеупорным наполнителем, включающим пластификатор, кроме отсутствия резких запахов, такая обмазка, как показали эксперименты, может хорошо удерживаться на вертикальных поверхностях, не трескаться и не отслаиваться.

Список литературы:

1. Минкевич, А.Н. Химико-термическая обработка металлов и сплавов / А.Н. Минкевич. – М.: Машиностроение, 1965. – 491 с.
2. Химико-термическая обработка металлов и сплавов: справочник: [Текст] / под ред. Л.С. Ляховича. -М.: Металлургия, 1981.
3. Ворошнин Л.Г. Борирование стали: [Текст] / Л.Г. Ворошнин, Л.С. Ляхович. -- М.: Металлургия, 1978. – 240 с.
4. Гурьев А.М., Козлов Э.В., Игнатенко Л.Н., Попова Н.А. Физические основы термоциклического борирования.- Барнаул: Изд-во АлтГТУ, 2000. – 216 с.
5. Гурьев А.М., Козлов Э.В., Жданов А.Н., Игнатенко Л.Н., Попова Н.А. Изменение фазового состава и механизм формирования структуры переходной зоны при термоциклическом борировании ферритоперлитной стали.- Изв. Вузов. Физика.- 2001 № 2.- С. 58 - 63.
6. Получение износостойких композиционных боридных покрытий на стали 65Г при ТВЧ-нагреве / В. Ф. Аулов [и др.] // Технология машиностроения. – 2015. – № 2. – С. 30 – 34.
7. Алиев, А.А. Борирование из паст. Монография / А.А. Алиев, Л.Г. Ворошнин // Астрахан. гос. техн. ун-т – Астрахань, Изд-во АГТУ, 2006. – 288 с.
8. Ишков А.В. Физико-химические и инженерные основы создания функциональных боридных покрытий на сталях при ТВЧ-нагреве: [Текст] / А.В. Ишков, Н.М.Мишустин, В.В.Иванайский //Научно-технический вестник Поволжья.-2010.-№ 2. – С.92 – 97.

ДЕФОРМАЦИОННЫЙ СТРУКТУРНЫЙ ПЕРЕХОД И АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО НАГРУЖЕНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЯ

Макаров С.В., Плотников В.А.

*Алтайский государственный университет,
г. Барнаул, Россия, E-mail: makarov@phys.asu.ru*

Характерно, что при деформировании многих металлов и сплавов отмечаются скачкообразные эффекты накопления деформации [1,2]. Например, естественным откликом алюминиево-магниевого сплава на механическое нагружение является прерывистая текучесть, проявляющаяся в формировании полос деформации в области локализации пластической деформации [2]. Прерывистая текучесть на зависимости напряжение – деформация представляет собой скачки (зубцы) напряжения, причем полоса деформации, ответственная за акты прерывистой текучести, является макроскопическим объектом и развивается из критического зародыша полосы.

Прерывистая текучесть сопровождается импульсами акустической эмиссии, коррелирующие с появлением полос деформации, причем каждому скачку напряжений соответствует импульс акустической эмиссии [2,3].

Другим проявлением прерывистой текучести является прерывистая ползучесть (или эффект Савара-Массона [4]), реализующаяся в сплавах на кривых ползучести в виде последовательности скачков деформации [5]. Сделан вывод, что деформационный скачек представляет собой пространственную и временную организацию деформационных полос, характеризующую пластическую неустойчивость нагруженного материала [5].

В наших исследованиях было показано, что характер накопления деформации в алюминии и алюминиево-магниевом сплаве в области низких температур – монотонный, в области высоких температур – квазискачкообразный [6, 7]. В этой связи целью данной работы является проведение анализа деформации и акустической эмиссии в условиях высокотемпературного нагружения технического алюминия и двойственного характера накопления деформации.

Экспериментальные результаты

Экспериментальная методика исследований приведена в работе [8]. Согласно этой методике эксперименты представляли собой механическое нагружение алюминиевых образцов, нагрева их до высоких температур, регистрации величины накопленной деформации и акустической эмиссии в условиях мягкой схемы механического воздействия в одном временном масштабе. Накопление деформации при нагреве образца до 620 °С и действии нагрузки 25 МПа осуществляется двояким образом: монотонным (область 1) – в области низких температур до 400 °С и скачкообразным (область 2) – в интервале температур 400–620 °С. При переходе от области 1 к области 2 (при некоторой критической температуре перехода $T_{кр}$) значительно увеличивается скорость накопления деформации и среднеквадратичное напряжение акустической эмиссии (рис.1). В высокотемпературной области 2 механическое напряжение начинает осциллировать, а амплитуда осцилляций хорошо коррелирует со скоростью накопления деформации. Осцилляции механического напряжения согласно [5] есть реакция системы машина-образец на скачки деформации, то есть наблюдаемый в экспериментах квазискачкообразный характер накопления деформации действительно представляет последовательность деформационных скачков разделенных малыми монотонными промежутками.

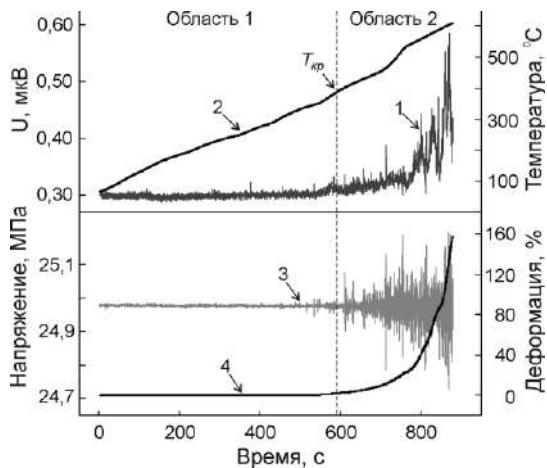


Рисунок 1 – Акустическая эмиссия (1), температура (2), механическое напряжение (3) и накопление деформации (4) при нагреве алюминия (механическое напряжение в цикле 25 МПа)

переходе из области 1 в область 2, а также значительному увеличению колебательной энергии акустической эмиссии в области 2 может свидетельствовать о деформационном структурном переходе при термомеханическом нагружении материала.

Деформационный структурный переход представляет собой переход от накопления деформации, контролируемой термически активируемым переполнением дислокаций [9], к накоплению деформации, контролируемым зернограничными процессами производства полных (решеточных) дислокаций на тройных зернограничных стыках [10].

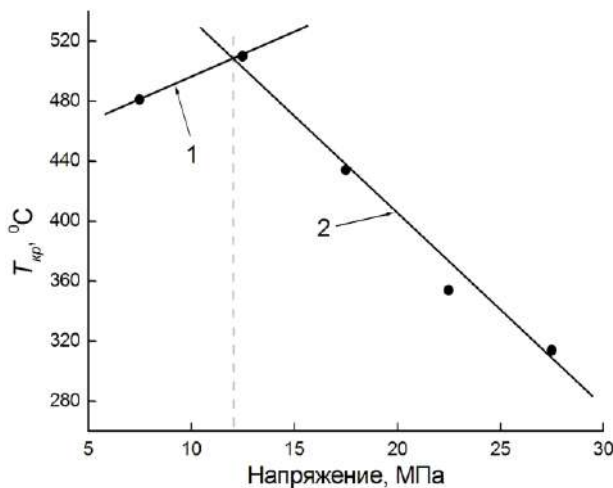


Рисунок 2 – Зависимость граничной температуры деформационного структурного перехода от механического напряжения в циклах: 1 – температурная область накопления деформации, контролируемая переполнением дислокаций; 2 – температурная область накопления деформации, контролируемая зернограничными процессами

реализуется лишь при достижении механическими напряжениями некоторого критического значения. В нашем случае величина критического напряжения составляет примерно 12 МПа. Для реализации деформационного структурного перехода в нашем случае из области 1 в область 2 величина колебательной энергии акустической эмиссии также должна быть критической.

Переход к осцилляции механического напряжения может свидетельствовать о существенном изменении микромеханизма накопления деформации, а увеличение амплитуды акустических импульсов по мере повышения температуры характеризует увеличение колебательной энергии акустической эмиссии в объеме деформируемого материала.

Проведенный анализ смены механизма накопления деформации при переходе из области 1 в область 2 в техническом алюминии показал (рис.2), что температура перехода зависит от механического напряжения как функция с максимумом.

Совокупность полученных данных по осцилляциям механического напряжения в области 2, граничным температурно-силовым параметрам процесса, изменению скорости накопления деформации при

На рисунке 2 «левая» и «правая» ветви этой зависимости аппроксимированы линейными функциями. Зависимость 1 на рисунке 2 характеризует температуру деформируемого объема, обеспечивающей диффузионно-контролируемый приток дислокаций путем переполнения в активированную плоскость скольжения при заданном уровне механического напряжения. Зависимость 2 на рисунке 2 характеризует температуру, при которой начинается продуцирование полных дислокаций за счет зернограничных механизмов, обеспечивающих существенно возросшие величину и скорость накопления деформации.

Собственно температура деформационного структурного перехода как функция механического напряжения это зависимость 2 на рисунке 2. То есть такой переход

Накопление энергии акустической эмиссии возможно лишь путем формирования стоячих акустических волн путем преобразования первичных сигналов (точнее волновых пакетов) акустической эмиссии на естественных резонаторах в деформируемом объеме образца [11].

Таким образом, деформационный структурный переход в техническом алюминии происходит при достижении механическим напряжением, температурой и энергией акустической эмиссии некоторых критических значений, являясь результатом совместного действия тепловых флуктуаций, статических смещений атомов в поле механических напряжений и динамических смещений в поле стоячих акустических волн, сформированных на естественных резонаторах деформируемого объема образца первичными сигналами акустической эмиссии.

Список литературы:

1. Песчанская Н.Н., Шпейзман В.В., Синани А.Б. Смирнов Б.И. Скачки деформации микронного уровня на разных стадиях ползучести кристаллических тел // ФТТ. 2004. Т. 46. №11. С. 1991-1995.
2. Криштал М.М. Особенности образования полос деформации при прерывистой текучести // ФММ, 1993. Т. 75, №5. С. 31-35.
3. Криштал М.М., Мерсон Д.Л. Взаимосвязь макролокализации деформации, прерывистой текучести и особенностей акустической эмиссии при деформировании алюминиево-магниевого сплава // ФММ, 1996. Т. 81, № 1. С. 156-162.
4. Шибков А.А., Кольцов Р.Ю., Желтов М.А., Шуклинов А.В., Лебедин М.А. Известия РАН. Серия физ. 2006. Т. 20. № 9. С. 1372-1376.
5. Шибков А.А., Золотов А.Е., Желтов М.А., Гасанов М.Ф., Денисов А.А. Макролокализация пластической деформации при прерывистой ползучести алюминий-магниевого сплава АМг6 // ЖТФ, 2014. Т. 84. №4. С. 40-46.
6. Плотников В.А., Макаров С.В. Деформационные эффекты и акустическая эмиссия при высокотемпературной деформации алюминия // Письма в ЖТФ. 2008. Т. 34. № 6. С. 65-72.
7. Макаров С.В., Плотников В.А., Колубаев Е.А. Деформационное поведение алюминиево-магниевого сплава в условиях термомеханического нагружения // Известия АлтГУ. 2015. № 2. С. 36-39.
8. Макаров С.В., Плотников В.А. Об акустических эффектах корреляции элементарных деформационных актов в металлических материалах при высокотемпературном переходе // Деформация и разрушение материалов. 2015. № 10. С. 21-25.
9. Мышляев М.М. Ползучесть полигонизованных структур. – Несовершенства кристаллического строения и мартенситные превращения. М: Наука, 1972. С. 194-234.
10. Гудкин М.Ю., Овидько И.А., Скиба Н.В. Зернограничное скольжение и эмиссия решеточных дислокаций в нанокристаллических материалах при сверхпластической деформации // ФТТ, 2005. Т. 47 № 9. С. 1602-1613.
11. Макаров С.В., Плотников В.А., Потекаев А.И. Спектральная плотность сигналов акустической эмиссии и макроскопическая корреляция деформационных актов в слабоустойчивом состоянии кристаллической решетки при высокотемпературном нагружении алюминия // Известия вузов. Физика. 2014. №7. С. 81-86.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ НА ОСНОВЕ ЗОНДОВОГО КАРТИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКОГО ПОТЕНЦИАЛА

¹Пантелеев К.В., ²Кравцевич А.В., ²Ровба И.А., ¹Свистун А.И.,
¹Тявловский К.Л., ¹Самарина А.В., ¹Жарин А.Л.

¹Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Беларусь,

²Гродненский филиал «НИЦ проблем ресурсосбережения» ГНУ «Институт тепло- и массообмена им. А. В. Лыкова НАН Беларуси», г. Гродно, Беларусь, E-mail: nilpt@tut.by

Введение

Полимеры и композиты в процессе производства, технологической обработки и эксплуатации способны приобретать и хранить длительное время электростатический потенциал (заряд). Наличие в объеме и на поверхности собственного и/или приобретенного в результате внешних воздействий электростатического заряда и, следовательно, электрического поля, оказывают существенное влияние на свойства полимера, а также на кинетику физико-химических процессов. В настоящее время широкое распространение получают различные модификации сканирующего зонда Кельвина, позволяющие получить карты пространственного распределения электростатического потенциала материалов с микрометровым разрешением [1].

В работе приводятся результаты экспериментальных исследований композитов на основе термопластов по пространственному распределению поверхностного электростатического потенциала. Результаты получены с помощью сканирующего зонда Кельвина, разработанного в НИЛ ПТ БНТУ (г. Минск) [2, 3]. Показано, что анализ карт пространственного распределения электростатического потенциала позволяет характеризовать не только неоднородность электрофизических свойств полимерных образцов, но и выявлять скрытые дефекты в объеме полимерного образца.

Материалы и методы исследований

В качестве опытных образцов использованы многослойные материалы-конструкции на основе термопластов. Образцы изготовлены в ГНУ НИЦПР НАН Беларуси (г. Гродно). Характеристика образцов и их условные обозначения приведены в таблице 1.

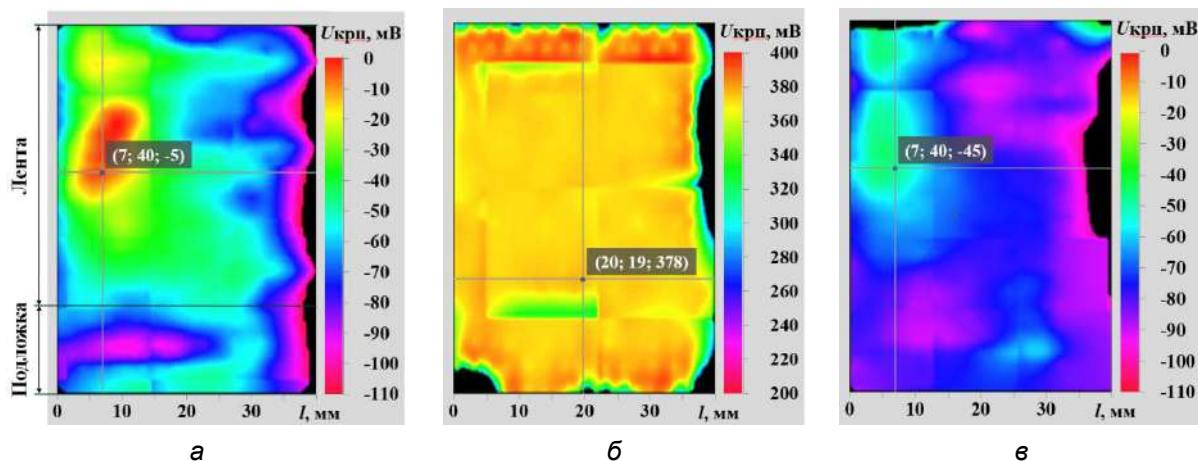
Таблица 1 – Условные обозначения и характеристика опытных образцов

№ пп.	Характеристика образцов материалов-конструкций	Условное обозначение
1	Вторичный ПЭВД (ТУ РБ 500055085.016-2015) и лента сигнальная ЛС (ТУ РБ 101333870.003-2010, ООО «ИНТЕРБЕЛТРЕЙД»)	a1
2	Вторичный ПЭВД и лента сигнальная серии ЛС (НИЦПР НАНБ.)	a2
3	Вторичный ПЭВД и армирующая стеклосетка ССШ-160 (ТУ РБ 05780349.017-97, ОАО «Полоцк-Стекловолокно»)	b1
4	ПЭВД и армирующая стеклосетка ССШ-160 (ТУ РБ 05780349.017-97, ОАО «Полоцк-Стекловолокно»)	c1

В процессе производства, транспортирования и хранения образцов возможна статическая электризация. Поэтому перед измерением требуется стабилизация электрофизических свойств образцов, т.е. дополнительная подготовка, обеспечивающая удаление статического заряда, приобретенного в процессе неконтролируемой электризации. Подготовку образцов к измерению выполняли в соответствии с методикой МИ. ЦМОП 424115.013.023-2016 «Программа и методика измерения пространственного распределения собственного и/или приобретенного в результате внешних воздействий электростатического потенциала полимеров». Методика базируется на стандартизованном методе определения поверхностных потенциалов по ГОСТ 25209-82 и позволяет получать сопоставимую информацию.

На рисунке 1 представлены визуализированные карты пространственного распределения электростатического потенциала для образца a2. Одной из задач

исследования являлось определение закономерностей формирования электропотенциального рельефа образцов до и после отслаивания ленты от материала основания. При этом на рисунке 1,а и в приведены результаты измерений после нормализации и кондиционирования образца (в соответствии с МИ. ЦМОП 424115.013.023-2016). На рисунке 1,б кондиционирование и нормализация не проводились.



а – до отслаивания ленты, после нормализации образца; б – после отслаивания ленты, без нормализации подложки; в – после отслаивания ленты и нормализации подложки
Рисунок 1 – Карты пространственного распределения электростатического потенциала образца–конструкции а2 (подложка из вторичного ПЭВД и лента сигнальная серии ЛС)

После отслаивания ленты (рис.1,б) наблюдается практически равномерное распределение электропотенциала на уровне 370–390 мВ. После последующего кондиционирования и нормализации (рис.1,в), неоднородность пространственного распределения электростатического потенциала подложки повторяет неоднородности образца-конструкции (рис.1,а). Из визуализированных изображений можно сделать вывод, что выявленные экстремумы, характеризуют скрытые дефекты в материале подложки. При этом вклад в суммарный электропотенциал образца-конструкции от ленты относительно стабилен и связан с перераспределением электронов второго электрического слоя на границе раздела.

Обработка результатов измерений включает построение гистограмм распределения относительных значений электростатического потенциала образца до и после отслаивания ленты, определение математического ожидания значений электростатического потенциала и полуширины гистограммы распределения. Гистограммы распределения электростатического потенциала для образца а2 представлены на рисунке 2. Ширина столбца гистограммы принята равной 2 мВ, что соответствует погрешности измерительной установки. Из результатов построения гистограмм следует, что распределение относительных значений электростатического потенциала поверхности образца имеет трехмодальный характер, причем первый максимум (n_1) относится к подложке образца-конструкции, второй (n_2) – к материалу ленты, а третий (n_3) – к области с дефектами (рис.2,а,б).

Закон распределения в каждой из трех областей близок к нормальному. Третья область (с центром распределения -25 мВ (рис.2,а) и -55 мВ (рис.2,б)), наиболее вероятно, указывает на наличие дефекта в объеме образца-конструкции.

Количественные результаты определения статистических характеристик распределения значений электропотенциала серии экспериментальных образцов (табл.1) сведены в таблицу 2.

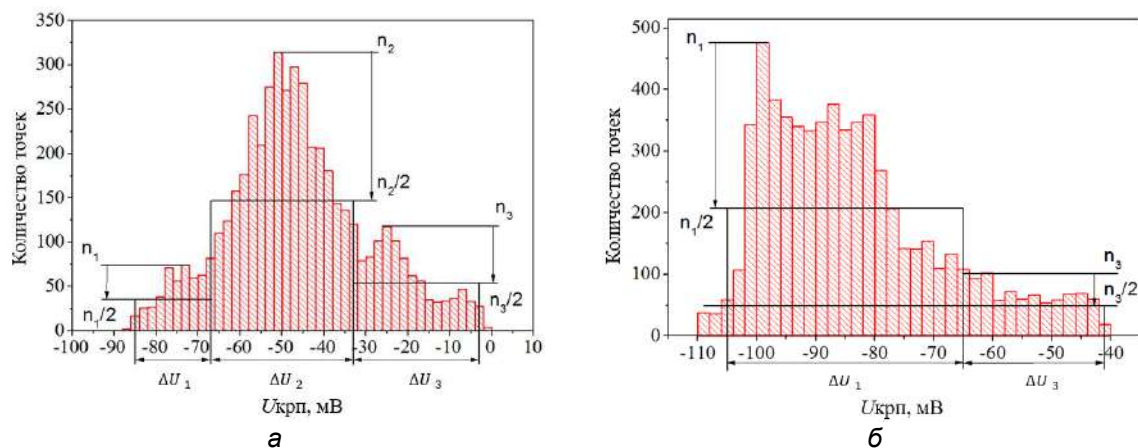


Рисунок 2 – Гистограммы пространственного распределения электростатического потенциала образца-конструкции а2

Таблица 2 – Статистические параметры распределения значений электростатического потенциала поверхности

Область	Образец							
	a1	a2	b1	b2	a1	a2	b1	b2
	Математическое ожидание значений электростатического потенциала U , мВ				Полуширина гистограммы распределения ΔU , мВ			
Образец-конструкция	-36	-52	-24	60	42	50	56	80
Материал подложки	-72	-76	-68	-8	20	98	48	75
Дефект	25	-34	30	30	30	50	54	20

Результаты аналогичных экспериментальных исследований показали, что для объектов такого рода визуализированные изображения электростатического потенциала позволяют выявить области скопления дефектов с характерными размерами последних вплоть до единиц нанометров. Количественная характеристика однородности электрофизических свойств многослойных материалов-конструкций может быть получена на основе построения и обработки гистограмм распределения электростатического потенциала исследуемого образца.

Список литературы:

1. Ebrahimi, G. Investigation on corrosion protection mechanism of polyaniline nanoparticles doped with phosphoric acid by scanning Kelvin probe and other electrochemical methods / G. Ebrahimi, F. Rezaei, J. Neshati // Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers.–2016.– P.1–10; <http://dx.doi.org/10.1016/j.jtice.2016.11.007>.
2. Пантелеев, К. В. Построение измерителей контактной разности потенциалов / К.В.Пантелеев, В. А. Микитевич, А.Л. Жарин //Приборы и методы измерений. – 2016. – Т. 7, № 1. – С. 7–15.
3. Пантелеев, К. В. Цифровой измеритель контактной разности потенциалов / К. В. Пантелеев, А. И. Свистун, А. К. Тявловский, А. Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2016. – Т. 7, № 2. – С. 136–144.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ
МАТЕРИАЛОВ ЦИФРОВЫМ ЗОНДОМ КЕЛЬВИНА**

**Пантелеев К.В., Тявловский А.К., Гусев О.К.,
Воробей Р.И., Свистун А.И., Жарин А.Л.**

*Белорусский национальный технический университет,
г. Минск, Беларусь, E-mail: nilpt@tut.by*

В настоящей работе приводятся результаты экспериментальных исследований с использованием разработанных в НИЛ ПТ БНТУ (г. Минск) цифровых зондов Кельвина, предназначенных для систем зондового картирования пространственного распределения работы выхода электрона поверхности (металлы, сплавы и полупроводники) и электростатического потенциала (диэлектрические материалы). Цифровой зонд Кельвина отличается от традиционных аналоговых (метод Кельвина–Зисмана [1]) улучшенными точностными характеристиками (0,1–1 мВ), производительностью (время одного измерения в 20–50 раз меньше, чем в традиционных зондах), расширенным диапазоном измерений (для диэлектрических материалов до сотен вольт и более) при пространственном разрешении от 0,5 мм, что в совокупности значительно расширяет область их применения. Кроме того, разработанные зонды представляют собой функционально законченные измерительные устройства, обладающие относительно небольшими габаритами (70x50x15 мм), что обеспечивает их использование в составе практически любых специализированных измерительных систем и комплексов, испытательных стендов и технологических линиях.

Цифровой зонд Кельвина

В традиционном методе Кельвина–Зисмана вибрирующий чувствительный элемент и измеряемая поверхность образуют обкладки динамического конденсатора. Вследствие различия работы выхода электрона материалов пластин в зазоре конденсатора возникает контактная разность потенциалов (КРП). Процедура измерения заключается в подаче на измерительный конденсатор внешнего постоянного напряжения для компенсации КРП. Обычно напряжение компенсации вырабатывается автоматически с помощью фазовых следящих систем.

В цифровом зонде Кельвина [2] реализована косвенная (некомпенсационная) схема определения напряжения компенсации, заключающаяся в математическом анализе компенсационной зависимости сигнала измерительного динамического конденсатора, полученной по фиксированным внешним потенциалам. Потенциалы вырабатываются с помощью драйвера управляющим микропроцессором, который также задает вибрацию зонда. Фазовое детектирование и интегрирование выходного сигнала для автокомпенсации измеряемой величины при этом не требуется, что в несколько десятков раз (по сравнению с аналоговым зондом по методу Кельвина–Зисмана) уменьшает время измерения, исключает погрешности следящей системы и цифро-аналогового преобразования. При соответствующем перепрограммировании цифровой зонд перестраивается для работы в режиме измерения электростатических потенциалов диэлектрика и обеспечивает измерение в широком диапазоне возможных потенциалов, достигающих до сотен вольт и более (для аналоговых зондов последнее является недоступным вследствие необходимости компенсации).

Исследование прецизионных поверхностей цветных металлов и сплавов

В качестве объектов исследования использовались образцы медных и алюминиевых сплавов [3]. Образцы изготавливали по технологии алмазного наноточения (НИИПФП БГУ, г. Минск). Данная технология обеспечивает шероховатость обработки поверхности на уровне $Ra \leq 0,005$ мкм. Технологическое воздействие резца приводит к окислительным процессам и изменению физико-химических свойств обрабатываемой поверхности. При этом толщина образующейся оксидной пленки может быть сравнима или больше высоты максимальной шероховатости. Поэтому для достижения заданных свойств поверхности контроль геометрических параметров оказывается недостаточным. Исследования показали, что

работа выхода электрона и ее относительные отклонения по поверхности, в совокупности с геометрическими параметрами, позволяют в полной мере контролировать достижение заданных эксплуатационных характеристик обрабатываемых поверхностей. Для корректной интерпретации результатов исследования отметим, что наноточение происходит на уровне кристаллической решетки, и деформация зерен материала практически отсутствует. Результаты исследований образца алюминиевого сплава АМг-2 с 12 и 14 классом чистоты обработки поверхности представлены на рисунке 1, а и б, соответственно.

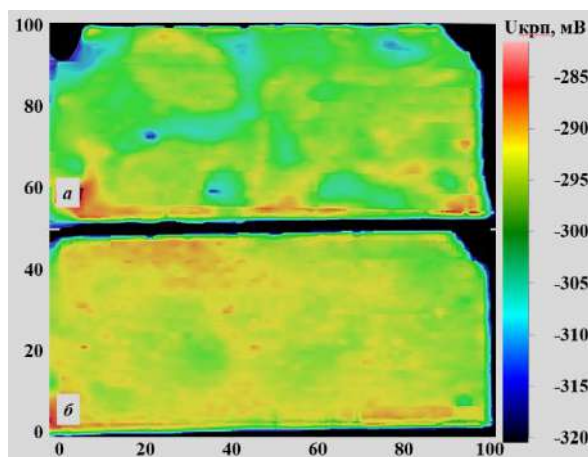


Рисунок 1 – Топологии распределения работы выхода электрона поверхности образцов из алюминиевого сплава АМг-2 с 12 (а) и 14 (б) классом чистоты обработки поверхности, обработанных по технологии алмазного наноточения

Исследование поверхности полупроводниковых пластин

На рисунке 2 представлены результаты исследований поверхности полупроводниковой пластины марки КДБ-10 покрытой оксидом кремния (ОАО «ИНТЕГРАЛ», г. Минск) по пространственному распределению электростатического потенциала [4].

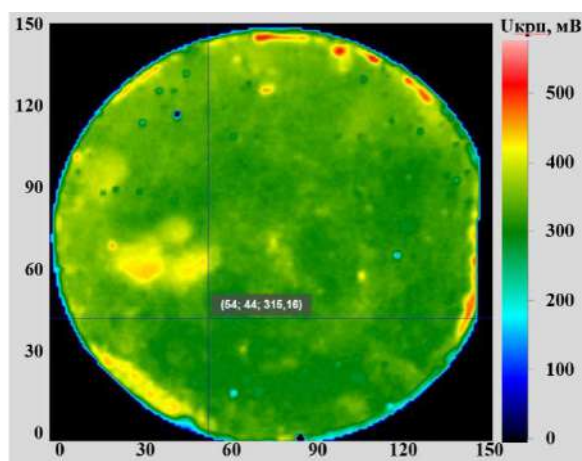


Рисунок 2 – Визуализированные изображения топологии распределения электростатического потенциала поверхности полупроводниковой пластины марки КДБ-10 с диэлектрическим покрытием SiO₂ диаметром 150 мм

Сопоставление результатов, полученных с использованием предложенной методики, с результатами традиционных методов на основе исследования $C-V$ характеристик, показало, что в целом результаты измерений сравнимы и хорошо коррелируют между собой. При этом информативность контроля может быть повышена путем использования дополнительных зондирующих воздействий, таких как освещение оптическим излучением различных длин волн, зарядение поверхности в коронном разряде, импульсное магнитное воздействие, нагрев и др. Анализ изменения потенциального рельефа в процессе и после внешних воздействий позволяет получить дополнительную информацию о природе и свойствах объекта контроля, определять тип и физические параметры наиболее распространенных дефектов.

Визуализация пространственного распределения электростатического потенциала полимеров

Задача определения электростатического потенциала (заряда) диэлектрических материалов, его пространственного распределения и изменения во времени является актуальной, например, для исследования механизмов электризации и релаксации зарядов электретов, изоляторов аэрокосмической аппаратуры, металлополимерных трибосопряжений, материалов для хранения продуктов питания и др. Как правило, заданные свойства композитов достигаются введением в полимерную матрицу дисперсных частиц. Эти частицы образуют центры структурообразования, а границы раздела функциональных групп и надмолекулярных образований имеют особую структуру насыщения центрами захвата с различными энергиями активации, в которых стабилизируются электроны. Поэтому неоднородность распределения электропотенциала характеризует не только электрофизические свойства, но и изменения надмолекулярной структуры, степени ориентации макромолекул, дефектности и др. На рисунке 3 представлено визуализированное изображение распределения электропотенциала диэлектрического композита ПА-6+30 % МУНТ, полученного методом экструзии (ИММС НАНБ, г. Гомель). Основным наблюдаемым эффектом – неоднородное распределение потенциала относительно верхнего и нижнего края.

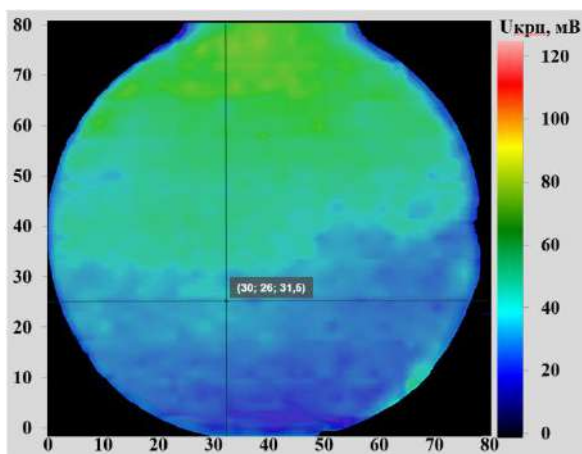


Рисунок 3 – Визуализированное изображение топологии пространственного распределения электростатического потенциала композита ПА-6+30 % МУНТ

Авторы благодарят Мухурова Н. И., Шаронова Г. В., Пилипенко В. А., Кривогуза Ю. М. за предоставленные для исследования опытные образцы материалов.

Список литературы:

1. Пантелеев, К. В. Построение измерителей контактной разности потенциалов / К. В. Пантелеев, В. А. Микитевич, А. Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2016. – Т. 7, № 1. – С. 7–15.
1. Цифровой измеритель контактной разности потенциалов / К. В. Пантелеев, А. И. Свистун, А. К. Тявловский, А. Л. Жарин // Приборы и методы измерений. – 2016. – Т. 7, № 2. – С. 136–144.
2. Pansialeyeu, K. U. Charge sensitive techniques in control of the homogeneity of optical metallic surfaces / K. Pansialeyeu, A. Zharin, K. Kierczynski // Przegląd Elektrotechniczny. – 2016. – R. 92, №8. – P. 190 – 193.
3. Неразрушающий контроль изделий с прецизионными поверхностями на основе методов зондовой электрометрии / Р. И. Воробей, О. К. Гусев, А. В. Дубаневич, А. Л. Жарин, К. В. Пантелеев, А. И. Свистун, А. К. Тявловский, К. Л. Тявловский // Неразрушающий контроль и диагностика. – 2016. – № 1. – С. 4–17.

КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ХАЛЬКОГЕНИДНЫХ СИСТЕМ, ПЕРСПЕКТИВНЫХ ДЛЯ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ

¹Аплеснин С.С., ²Аплевич А.В., ³Афиногенов Е.А., ²Галяс А.И., ²Демиденко О.Ф., ²Живулько А.М., ²Кривченя Д.А., ²Лапотко П.Ю., ²Маковецкий Г.И., ³Наумов Г.Н., ²Янушкевич К.И.

¹Институт физики им. Л.В. Киренского СО РАН, г. Красноярск, Россия

²ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Беларусь

³Институт неорганической химии СО РАН,

г. Новосибирск, Россия, E-mail: kazimir@ifftp.bas-net.by

Экспериментально установленный факт, что монохалькогениды 3d-элементов испытывают кристаллические и магнитные фазовые переходы, сопровождающиеся изменениями транспортных свойств от полупроводникового характера проводимости к металлической, делают их привлекательными для теоретиков и практиков. Во-первых, по причине получения новых фундаментальных знаний для описания поведения многих взаимодействующих параметров, отражающих свойства вещества. Во-вторых, по причине практического интереса для разработки и создания технических устройств нового поколения, особенно в микроэлектронике. Например, мультислои на основе ZnSe/MnSe используются в магнитооптических устройствах [1], мультислойные пленки GdTe/MnTe [2] интенсивно исследуются и уже используются для записи информации, монокристаллы и пленки NiS в датчиках температуры и переключателях, поликристаллы CrTe в датчиках высокого давления [3-5]. Большинство известных монохалькогенидов и их взаимных твердых растворов являются магнитными полупроводниками, обладающими магнитными и электрическими фазовыми превращениями при температурах вблизи и выше комнатных. Немаловажным фактором является высокая устойчивость соединений сульфидов, селенидов, теллуридов к окислительным процессам. В ряду халькогенов - кислород, сера, селен, теллур, полоний, все последующие за кислородом элементы халькогенов являются более «сильными окислителями» чем сам кислород. На этом явлении базируется металлургия цветных металлов. Устойчивость к окислительным процессам позволяет минералам, содержащим халькогены S, Se, Te, находясь на поверхности и в недрах Земли сохранять тысячелетиями свой состав практически неизменным.

В рамках выполнения совместного проекта БРФФИ – СО РАН «Твердые растворы на основе монотеллурида марганца: термоэлектрические и магнитные свойства» синтезированы твердые растворы квазибинарного разреза MnTe–GdTe.

Изучены их кристаллические и магнитные свойства. Рентгеноструктурные исследования показали, что исследуемые составы системы $Mn_{1-x}Gd_xTe$, в интервале концентраций $0 < x < 0,042$ обладают кристаллической структурой $B8_1$ пространственной группы $S.G.: R\bar{6}_3/mmc$. Характерные рентгенограммы приведены на рисунке 1,а. Рентгенофазовый анализ твердых растворов при катионном замещении марганца на редкоземельный элемент показал на незначительное увеличение параметров элементарной гексагональной ячейки вследствие влияния размерного фактора, подобно наблюдаемому явлению в селенидах марганца. При катионном замещении имеет место заметная деформация элементарной кристаллической ячейки MnTe и частичное разрушение кристаллического упорядочения при увеличении содержания редкоземельного иона в синтезированных твердых растворах.

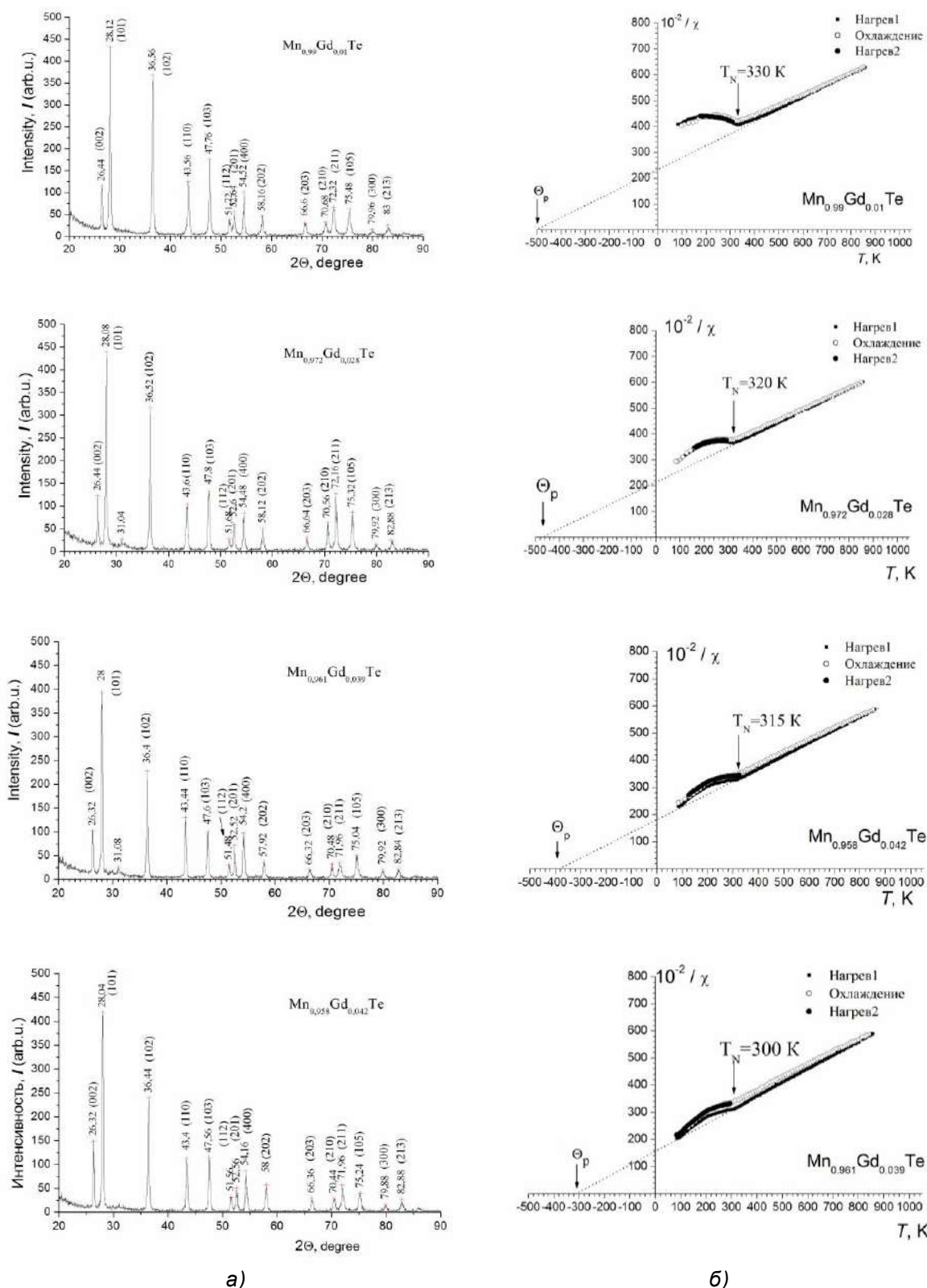


Рисунок1 – Рентгенограммы твердых растворов при комнатной температуре (а); температурные зависимости магнитной восприимчивости (б)

Величины параметров а и с элементарных кристаллических ячеек гексагональной структуры синтезированных твердых растворов приведены в таблице 1. Температурные зависимости измерения обратной величины удельной магнитной восприимчивости $10^{-2}/\chi=f(T)$ твердых растворов Mn_{0.99}Gd_{0.01}Te, Mn_{0.972}Gd_{0.028}Te, Mn_{0.958}Gd_{0.042}Te, Mn_{0.961}Gd_{0.039}Te в диапазоне температур ~80–850K приведены на

рисунке 1,б. Результаты исследований поперечными фундаментальными магнитными характеристиками синтезированных впервые твердых растворов $Mn_{1-x}Gd_xTe$, показывают, что с увеличением содержания гадолиния удельная магнитная восприимчивость увеличивается. Начиная от состава с концентрацией $x=0,01$, уменьшается величина температуры T_N фазового превращения «магнитный порядок – магнитный беспорядок». Претерпевает изменение и эффективная температура Кюри – Вейсса по абсолютному значению в сторону уменьшения. Уменьшается и величина эффективного магнитного момента, определенная с использованием тангенса угла наклона проекции на ось температур высокотемпературной составляющей восприимчивости в парамагнитной области. Имеет место небольшое увеличение значений удельной намагниченности при комнатной температуре (табл.1.)

Таблица 1 – Параметры элементарной гексагональной ячейки твердых растворов $Mn_{1-x}Gd_xTe$ при комнатной температуре; изменение величины температуры Нееля твердых растворов при изменении содержания гадолиния; величины эффективных температур Кюри – Вейсса; величины эффективных магнитных моментов; величины удельной намагниченности твердых растворов при комнатной температуре

Состав	a, нм	c, нм	T_N , К	Θ_p , К	$\mu_{эфф}$, μ_B	$\frac{\sigma}{A \cdot M^2 \cdot K^{-1}}$
$Mn_{0.99}Gd_{0.01}Te$ (55)	0,415	0,673	330	- 500	5,78	0,20
$Mn_{0.972}Gd_{0.028}Te$ (56)	0,416	0,674	320	- 470	5,71	0,21
$Mn_{0.958}Gd_{0.042}Te$ (57)	0,416	0,675	315	- 390	5,64	0,23
$Mn_{0.961}Gd_{0.039}Te$ (58)	0,416	0,675	300	- 310	5,43	0,34

Список литературы:

1. I. P. Smorchkova, N. Samarth, J. M. Kikkawa, and D. D. Awschalom, Phys. Rev. Lett. 78, 3571 (1997).
2. S. Scholl, J. Gerschutz, F. Fischer, A. Waag, D. Hommel, K. Von Schierstedt, B. Kuhn-Heinrich, and G. Landwehr, Appl. Phys. Lett. 62, 3010 (1993).
3. К.И.Янушкевич/ Твердые растворы монохалькогенидов 3d-металлов//Минск Вараксин А.Н., 2009.- 256 с.
4. S.Ohta, T.Kanamota, T.Kaneko, H. Yoshida /Pressure effect on the Curie temperature and thermal expansion of CrTe // J.Phys.: Condens.Matter. – 1993. – V.5. – P.2759-2768.
5. P. Chen, Y.W. Du / Giant Magnetoresistance in NiS // Journal of the Physical Society of Japan. – 2001. - Vol.70, No.1. – P. 209 – 211.

**УСЛОВИЯ СИНТЕЗА, КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА
ЭВТЕКТИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА GaSb-CrSb**

¹Рагимов Р.Н., ²Мамедов И.Х., ³Галяс А.И., ³Митюк В. И., ³Янушкевич К.И.,
¹Араслы Д.Г., ¹Халилова А.А.

¹Институт Физики НАН Азербайджана, г. Баку, Азербайджан

²Национальная Академия Авиации Азербайджана, г. Баку, Азербайджан

³ГНПО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»
г. Минск, Беларусь, E-mail: rashadrahim48@gmail.com

Введение

Эвтектические композиты на основе соединений III-V групп и 3d-переходных металлов (Fe, Mn, Cr) представляют собой полупроводниковую матрицу с параллельно ориентированными металлическими включениями. Такие эвтектические композиты ведут себя как неоднородные полупроводники и их физические свойства существенно зависят от электронной конфигурации 3d-элементов, геометрии включений и особенностей формирования межфазных зон, имеют воспроизводимые и стабильные характеристики, не зависящие от внешних воздействий [1-3]. Исследуемый нами эвтектический композит GaSb-CrSb состоит из матрицы – алмазоподобного соединения GaSb со структурой цинковой обманки и металлических включений CrSb с гексагональной структурой типа NiAs и ниже 700K представляет собой антиферромагнетик [4]. С этой точки зрения композит GaSb-CrSb, как разбавленный магнитный полупроводник, представляет собой перспективный материал для использования в устройствах микроэлектроники, для создания высокоскоростной системы памяти. Ранее нами исследована микроструктура, проведены DSC, TG и DTA анализы, а также изучены особенности электронных и фононных процессов в этом композите [5]. Определены температуры начала и завершения плавления, 670K и 692K, соответственно, определена энтальпия плавления -56.45808 J/g. В настоящей работе приведены результаты рентгенофазового анализа, исследования микроструктуры, элементного состава и магнитных свойств композита GaSb-CrSb.

Эксперимент

Синтез композита GaSb-CrSb проводился в два этапа. Бинарное соединение GaSb синтезировано сплавлением элементов в стехиометрических количествах и подвергнуто горизонтальной зонной очистке. Образцы имели p-тип проводимости с концентрацией носителей заряда $n=1,2 \times 10^{17} \text{ см}^{-3}$. Эвтектика получена вертикальным методом Бриджмена со скоростью перемещения фронта кристаллизации 0.3мм/мин в вертикальной геометрии сплавлением GaSb с 13.4 вес % CrSb. Полученные композиты имеют проводимость p-типа с концентрацией носителей тока $2 \times 10^{18} \text{ см}^{-3}$. Рентгенофазовый анализ проведен при комнатной температуре на дифрактометре «Advance D8», микроструктура и элементный состав изучены сканирующим электронным микроскопом «Zeiss SigmaTM Field Emission SEM», укомплектованным приборами «Oxford EDS» и «HKL EBSD». Температурные зависимости удельной намагниченности и магнитной восприимчивости исследованы в интервале 100÷1000K в полях с индукцией до 1,0 Тесла пондеромоторным методом на образцах, помещенных в вакуумированные кварцевые ампулы.

Результаты и обсуждение

Установлено, что наиболее интенсивные дифракционные рефлексы на рентгенограммах соответствуют соединению GaSb (указаны индексы Миллера) [6], а при угловых положениях $2\theta=30^{\circ}$; 44.08° ; 52.12° ; 54.13° ; 69.13° (обозначенные звездочкой) – соединению CrSb, имеющую гексагональную структуру пространственной группы $R\bar{6}_3/mmc$ [4] (рис.1).

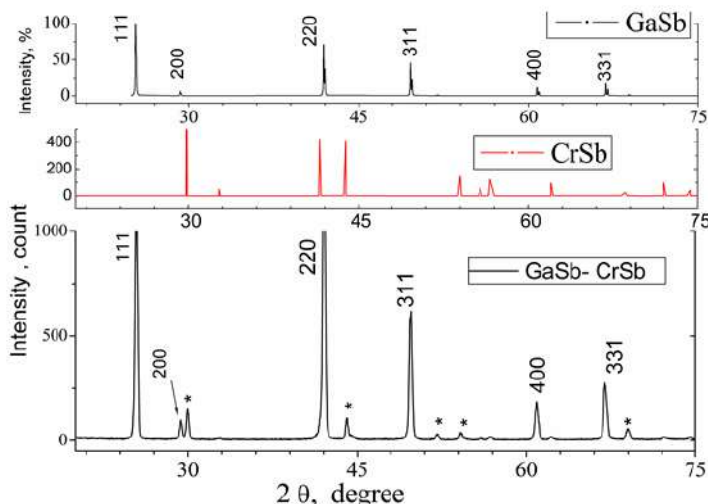


Рисунок 1 – Дифрактограммы GaSb, CrSb и эвтектического композита GaSb-CrSb

Результаты электронной микроскопии эвтектики GaSb-CrSb позволили выявить наличие в полупроводниковой матрице металлических включений длиной $30 \div 50 \mu\text{m}$, диаметром $\sim 1.4 \mu\text{m}$ равномерно и параллельно распределенных вдоль фронта кристаллизации. Изучая элементный состав композита в геометрии перпендикулярного направления фронту кристаллизации установлено, что матрица содержит Ga=36.1 вес%, Sb=63.9 вес% (спектр1), а включение – Cr=27.8 вес%, Sb=72.2 вес% (спектр2). Эти данные соответствуют стехиометрическому составу эвтектического композита GaSb-CrSb.

На рисунке 2 представлены результаты изучения удельной намагниченности $M=f(T)$ соединения CrSb и композита GaSb-CrSb в магнитном поле с индукцией $B=0,86\text{T}$ в интервале температур $80 \div 750\text{K}$. Зависимость $M=f(T)$ характерна для антиферромагнитного состояния.

Результаты исследований показали, что удельная намагниченность композита GaSb-CrSb на порядок меньше, чем соединения CrSb. Из литературных источников известно, что CrSb имеет структуру типа NiAs, состоящую из ферромагнитных плоскостей, направленных перпендикулярно к оси c и антиферромагнитно связанных между собой. Антимонид хрома представляет собой антиферромагнетик с температурой Нееля $T_N=705\text{K}$ и температурой Кюри-Вейса $\sim (-625\text{K})$ [7], что близко к полученным нами данным

Уменьшение величины удельной намагниченности при образовании композита, вероятнее всего, обусловлено ослаблением обменных магнитных взаимодействий между ферромагнитными плоскостями.

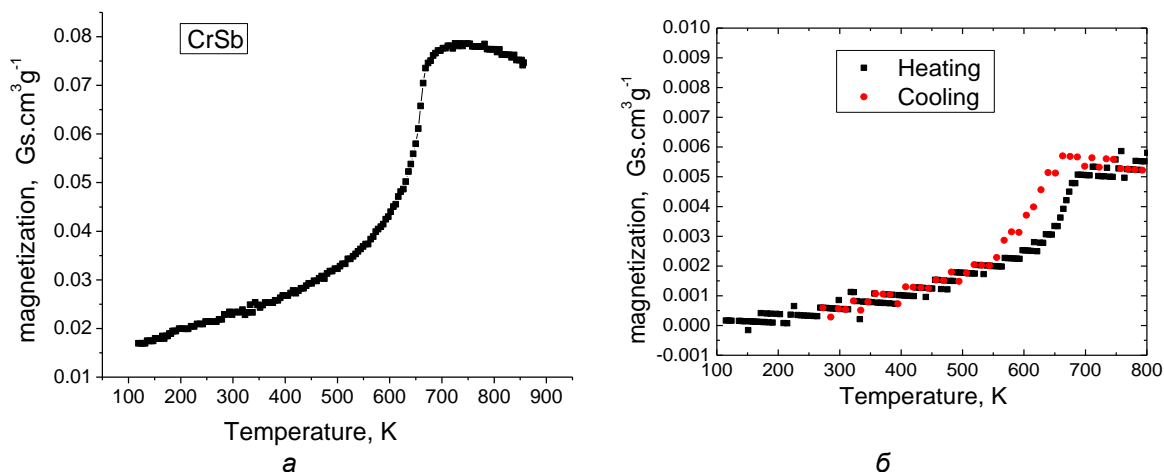


Рисунок 2 – Удельная намагниченность CrSb (а) и эвтектического композита GaSb-CrSb (б)

Необходимо отметить, что в процессе синтеза композита наряду с образованием ориентированных игольчатых включений происходит легирование матрицы атомами хрома. Известно, что соединение GaSb, легированное Cr, является ферромагнетиком [9], а включения CrSb – антиферромагнитны. Композит содержит две магнитные подсистемы: легированную матрицу, имеющую слабый магнетизм и магнитные металлические включения.

Таким образом, установлено, что эвтектический композит GaSb-CrSb и соединение CrSb антиферромагнетики в температурном интервале 80-600K. Определены температура Нееля ~650K для композита и асимптотические температуры Кюри-Вейса ~(-300K) и ~(-620K) для композита и соединения CrSb, соответственно.

Список литературы:

1. Aliyev M.I., A.A.Khalilova, Arasly D.H., Rahimov R.N., Tanoglu M., Ozyuzer L. // J.Phys.D: Appl. Phys. -2003. - V.36. - P.2627-2633.
2. Rahimov R.N., Khalilova A.A., Arasly D.H., Aliyev M.I., Tanoglu M., Ozyuzer L. // Sensors and Actuators A: Physical. -2008. - V.147, no 2, 3 - P.436-440.
3. Mamedov I.Kh., Arasly D.H., Khalilova A.A., Rahimov R.N. // Inorg. Mat. 2016. - V.52, no4. - P.423-428.
4. Willis T.M. // Acta Cryst. -1963. - V.6. - P.425-430.
5. Rahimov R. N., Mammadov I.Kh., Kazimov M.V., Arasly D. H., and Khalilova A.A. // Moldavian Journal of the Physical Sciences. -2015. - V14, no1-2. - P.44-50.
6. Бурдиан И.И. // ФТТ. – 1959. - Т.1. -С.1360.
7. Abe S., Kaneko T. Ohashi M., Yoshida H., Kamigaki K. // Journal of the Physical Society of Japan. – 1984. - V.53, no 8. - P.2703- 2709.
8. Shandong Li, Jenq-Gong Duh, Feng Bao, Kai-Xin Liu, Cheng-Lun Kuo, XiaoshanWu, Liya Lü, Zhigao Huang and Youwei Du. // J. Phys. D: Appl. Phys. (2008, V.41, 175004 (4p)
9. Kondrin M.V., Gizatullin V.R, S.V.Popova, Lyapin A.G, Brazhkin V.V, Ivanov V.Y, Pronin A.A, Lebed Y.B. Sadykov R.A. // Journal of Physics Condensed Matter, 23 (2011) 44,446001.

УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ СВОЙСТВА CU-AU-ZN СПЛАВОВ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ

¹Любимова Ю.В., ^{1,2}Кустов С.Б.

¹Университет ИТМО, г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: liubimovaiuliia@corp.ifmo.ru

²Университет Балеарских островов, Отделение Физики,
г. Пальма де Майорка, Испания, E-mail: seboku5403@gmail.com

Материалы, подвергающиеся обратимым мартенситным фазовым превращениям, представляют интерес для практического применения во многих областях: например, в качестве медицинских сенсоров или как устройства для преобразования энергии [1]. Способность многократно проходить через мартенситное превращение (МП) без ухудшения свойств имеет решающее значение для таких применений. В работе [1] авторы исследовали сплавы Cu-Au-Zn с различным содержанием Au ($25 \leq x \leq 30$) и предполагают, что переходный слой между двумя фазами вызывает энергетический барьер, который является причиной температурного гистерезиса и приводит к образованию дислокаций и зарождению микротрещин, что, в свою очередь, приводит к функциональной деградации и сбоям. Следовательно, высокая функциональная устойчивость может быть достигнута путем понижения или устранения этого упругого переходного слоя [1].

Однако, в работе [2] был предложен механизм «кинетической» стабилизации мартенсита, не связанный с старением мартенсита. Микроскопическая интерпретация кинетической стабилизации основана на замораживании интерфейсов, движущихся при обратном преобразовании, при помощи механизма «sweeping» закаленных дефектов и предполагает их высокую диффузионную подвижность посредством интерфейсов. Авторы данной работы считают, что в случае сплава Cu-Au-Zn данный механизм также имеет место и приводит к сильным температурным аномалиям неупругих и упругих свойств сплавов с эффектом памяти формы [3].

Эксперимент был выполнен методом ультразвуковой механической спектроскопии. Методика составного пьезоэлектрического осциллятора была использована для измерения внутреннего трения, его линейной и нелинейной составляющих и частоты в температурном диапазоне 17–300 К. Экспериментальная методика позволяет проводить измерения на частоте около 90 кГц при амплитудах деформации ϵ_0 от 10^{-7} до 10^{-4} [4]. В качестве материала исследования был выбран образец сплава $\text{Cu}_{30}\text{Au}_{25}\text{Zn}_{45}$, температура мартенситного превращения T_M составляет 327 К.

На рисунке 1 представлены температурные зависимости линейной (амплитудно-независимое внутреннее трение, амплитуда деформации 10^{-7}) и нелинейной (амплитудно-зависимое внутреннее трение, амплитуда деформации 10^{-5}) частей внутреннего трения. При охлаждении нелинейная часть внутреннего трения появляется ниже 270 К, но демонстрирует атермическое поведение ниже температур около 130 К. При нагреве амплитудно-зависимое внутреннее трение остается атермическим вплоть до 150 К и затем полностью подавляется в диапазоне температур 150-260 К.

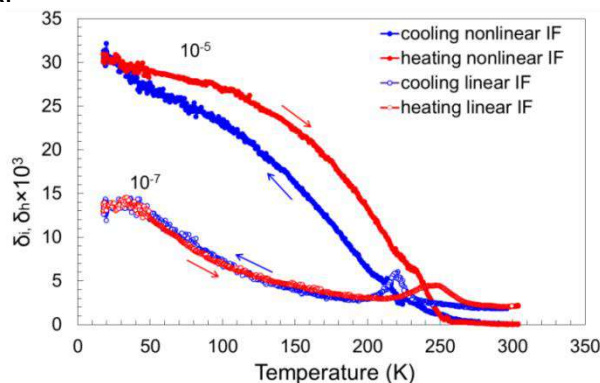


Рисунок 1 – Температурные зависимости линейной (амплитуда деформации 10^{-7}) и нелинейной (амплитуда деформации 10^{-5}) составляющих внутреннего трения при нагреве и охлаждении в диапазоне 17 – 300 К

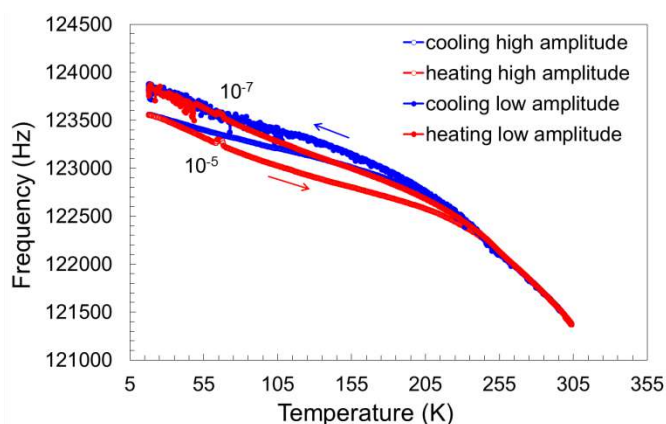


Рисунок 2 – Температурные зависимости частоты и амплитудно-зависимой составляющей дефекта модуля Юнга для амплитуд деформации 10^{-7} и 10^{-5} при нагреве и охлаждении в диапазоне 17 – 300 К

Температурный гистерезис между охлаждением и нагревом в нелинейной части внутреннего трения подтверждает явление депиннинга под воздействием термических напряжений. На рисунке 2 представлена зависимость частоты от температуры в диапазоне 17–300 К при охлаждении и последующем нагреве при амплитудах деформации 10^{-5} и 10^{-7} .

На рисунке 3 изображены зависимости внутреннего трения от амплитуды деформации в диапазоне 5×10^{-8} – 10^{-4} при нагреве от 17 К. Такая картина является типичной для процессов депиннинга и последующего повторного пиннинга при термоциклировании. При низких температурах, примерно до 60 К, наблюдается только нелинейная составляющая внутреннего трения. Такое поведение указывает на нахождение системы в состоянии депиннинга. При нагреве от 60 К происходит постепенное подавление нелинейной составляющей внутреннего трения. Дальнейший нагрев приводит к формированию линейного фона и сильному подавлению нелинейного затухания.

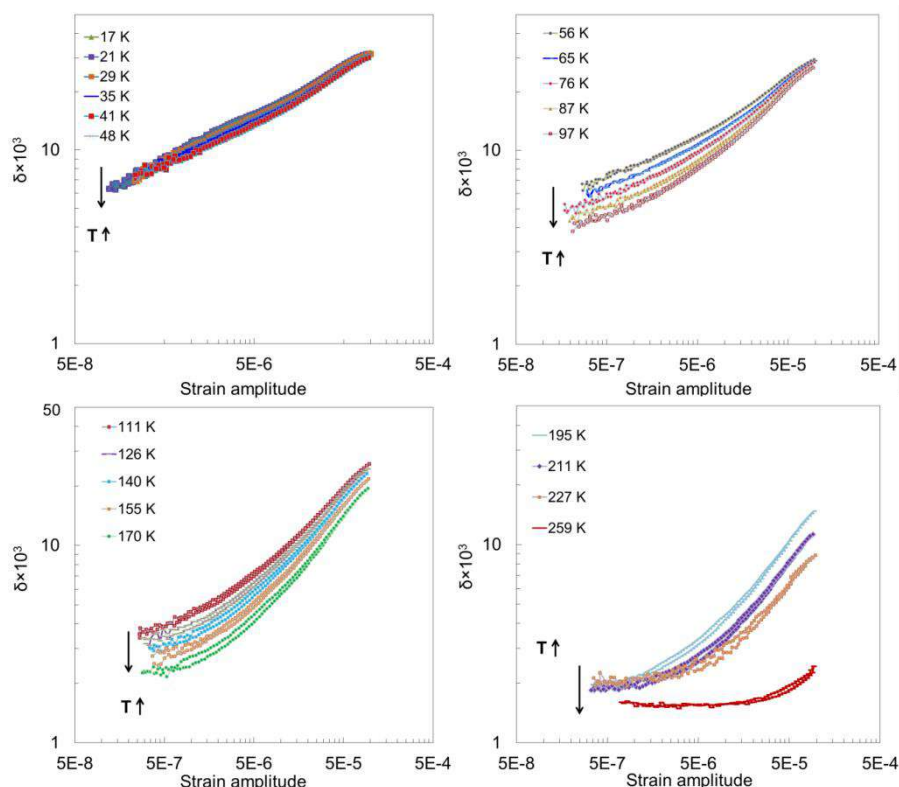


Рисунок 3 – Внутреннее трение в зависимости от амплитуды деформации от 5×10^{-8} до 10^{-4} при фиксированных температурах в диапазоне 17 К – 260 К

Таким образом, подвижность двойниковых границ, проявляющаяся в экспериментах по измерению нелинейной неупругости, чрезвычайно чувствительна к пиннингу. При охлаждении в поливариантных образцах термических напряжений достаточно для инициации движения двойниковых границ. При низких температурах диффузионная мобильность центров пиннинга «заморожена» и двойниковые границы достигают свободного состояния (состояния депиннинга) под воздействием термических напряжений. При нагреве двойниковые границы закрепляются: при повышенных температурах центры пиннинга способны двигаться квазистатически вместе с двойниковыми границами, которые остаются в состоянии пиннинга.

Список литературы:

1. Y. Song et al. Nature 502 (2013) 85.
2. S. Kustov et al. Acta mater. 52 (2004) 3083-3096.
3. S. Kustov et al. FML 10, 1 (2017) 1740010.
4. S. Kustov et al., Mater. Sci. Eng. A 442 (2006) 532-537.

КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАГНИТНО-МЯГКИЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ ЖЕЛЕЗА ASC100.29

Говор Г.А., Вечер А.К., Ларин А.О., Янушкевич К.И.

ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Беларусь

Введение

Разработка и исследование технологии производства магнитно-мягкого композиционного материала на основе порошков железа представляет как научный, так и практический интерес для изготовления с их использованием электродвигателей с повышенной удельной мощностью, в том числе для электромобилей, инверторных источников питания и ряда других изделий. Подобные исследования проводятся во многих странах, но существенных успехов в создании композиционного магнитно-мягкого материала достигла компания «Hoganas» [1-4]. Отдельные изделия этой фирмы, к примеру с использованием порошков «Somaloy 500», превосходят по своим параметрам устройства из электротехнической стали.

Однако наличие распределенного изолирующего немагнитного зазора приводит к снижению максимальной магнитной проницаемости материала до $m_m=200-300$ и величины магнитной индукции порядка $B_m=1,6-1,7$ Тесла.

Прогресс в улучшении магнитных свойств композиционных материалов достигнут в настоящей работе за счет использования в качестве изолирующих покрытий различных магнитных оксидов, где толщина покрытий частиц железа была снижена до нескольких нанометров [5]. Технология изготовления порошков таких композиционных магнитно-мягких материалов приведена в патенте [6]

Экспериментальная часть

Исследования основных магнитных характеристик композиционных магнитных материалов с использованием порошков железа ASC100.29 (Китай, Hoganas) проведены в сравнении с аналогичными параметрами для электротехнической стали Э320. С этой целью изготовлены сердечники 24x13x10 мм из ленточной стали и композиционных магнитных материалов плотностью $\rho=7,6$ г/см³, исследованы статические и динамические магнитные характеристики и гистерезисные потери. Образцы из композиционного магнитного материала были подвергнуты отжигу в вакууме при температуре 400С в течение 3 часов. Статические характеристики исследовались с использованием микроверметра Ф5050, а динамические характеристики и потери – флаксометром и экспресс-магнетометром в частотном диапазоне до 10 кГц и магнитных полей до 30 кА/м. Приведены также сравнительные испытания композиционных материалов с использованием водно- и воздухомасляных железных порошков различных производителей

Результаты и их обсуждение

На рисунке 1 приведены динамические кривые намагничивания и композиционного магнитного материала на основе железного порошка ASC100.29 (кривая 1) и электротехнической стали (кривая 2), измеренные на частоте 1 кГц. Из рисунка видно, что магнитная индукция композиционного материала превосходит значение для электротехнической стали практически во всем диапазоне магнитных полей и только в слабых полях индукция электротехнической стали несколько выше. Магнитная индукция при напряженности $H=25$ кА/м для композиционного магнитного материала равна $B_m=1,95-2,0$ Т, а для стали – $B_m=1,7$ Т при плотности образцов $\rho=7,6$ г/см³.

Статические характеристики – кривая намагничивания и полевая зависимость магнитной проницаемости, композиционного магнитного материала на основе порошка ASC100.29, приведены на рисунке 2.

На рисунке 3,а приведены полевые зависимости гистерезисных потерь при перемагничивании по полной петле для композиционного материала на основе ASC100.29 (кривая 1) и электротехнической стали Э320 (кривая 2). Как видно из приведенных графиков, потери в стали Э320 квадратично возрастают при увеличении

магнитной индукции. Потери в электротехнической стали во многом определяются вихревыми токами [7]:

$$P_c = (\rho \cdot B_m \cdot f \cdot h)^2 \cdot 6 \cdot c$$

f – частота перемагничивания, h – размер зерна, c – удельное сопротивление, B_m – магнитная индукция. В тоже время, в композитах потери на вихревые токи практически отсутствуют, остаются только магнитные потери, которые возрастают линейно с индукцией до величины порядка 1,5 Тесла.

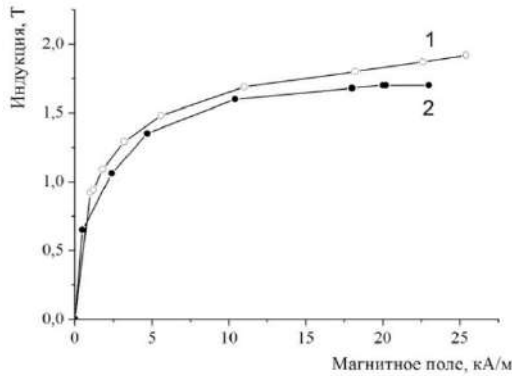


Рисунок 1 – Кривые намагничивания на частоте 1 кГц композиционного магнитного материала на основе порошка ASC100/29– 1 и ленточной стали Э320 -2 при одинаковой плотности изделий 7,6г/см³

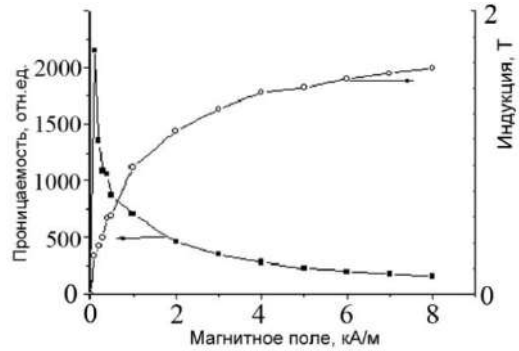
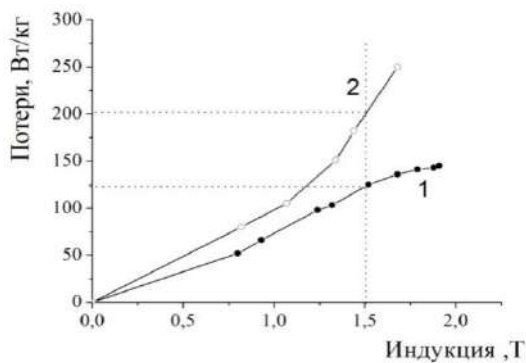
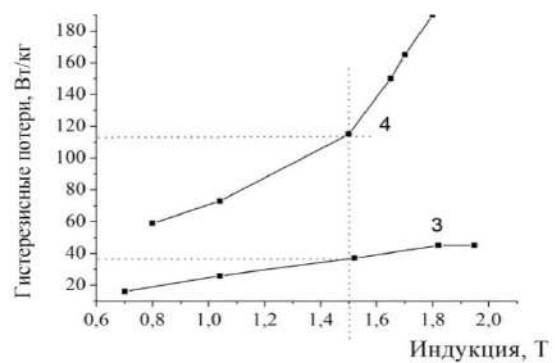


Рисунок 2 – Магнитная проницаемость и магнитная индукция в зависимости от поля композиционного магнитного материала на основе порошка ASC100

Полевые зависимости гистерезисных потерь при намагничивании по частной петле от нулевого значения для композиционного материала и стали Э320 показаны на рисунке 3,б соответственно кривые 3 и 4. Видно, что потери на частоте 1 кГц при намагничивании по частной петле для композиционного материала при индукции $B=1,5T$ составляют $P=40Вт/кг$, а для электротехнической стали примерно $P=120 Вт/кг$. Существенно меньшие потери для композиционного материала при намагничивании в сравнении с потерями при перемагничивании определяются коэрцитивной силой композиционного материала порядка, равной $H_c=150-200 А/м$.



(а)



(б)

Рисунок 3 – Зависимость гистерезисных потерь от индукции на частоте перемагничивания 1 кГц для полного цикла (а) и частного для намагничивания от нулевой точки (б) композиционного материала на основе ASC100.24 (кривые 1,3) и электротехнической стали (кривые 2,4)

Проведенные сравнительные исследования композиционных материалов на основе железных порошков, распыленных воздухом и водой показаны в таблицах. К примеру, в таблице 1 приведены сравнительные данные по потерям для композиционных материалов на основе железных порошков распыленных воздухом (поз.1 и 2 в табл.1) и водно-распыленных (поз 3-5 в табл.1)

Таблица 1 – Сравнительные данные по потерям для композиционных материалов на основе железных порошков

	Тип железного порошка	Отн. потери в поле 2кА/м	Отн. потери в поле 10кА/м
1	ПЖВ2 (Россия)	1,33	1,27
2	LaiwuTaidon (Китай)	1,25	1,5
3	ASC10.29 (Китай)	1,01	1,12
4	ASC100.29 (Швеция)	1,06	1,17
5	ABC100.30 (Швеция)	1	1

Таблица 2 – Состав распыленного воздухом порошка LaiwuTaidongPowder (Китай) и распыленного водой порошка ASC100.29 (Швеция)

	Fe	Mn	Si	C	P
LaiwuTaidongPowder (Китай)	98,69	0,35	0,1	0,022	0,028
ASC100.29 (Швеция)	99,5	0,08	0,04	0,08	0,01

Заключение

В целом сравнительные исследования магнитных композиционных материалов показали некоторое преимущество в величине потерь на перемагничивание более чистых порошков железа, таких как ASC100 29, полученных водно-распылительным методом в сравнении с порошками, распыленными воздухом.

Преимущества композиционного магнитного материала перед электротехнической сталью, несомненно, обеспечат самое широкое их применение в электрических машинах повышенной удельной мощности, в особенности с высокой скоростью вращения, где электротехнические стали имеют большие потери.

Список литературы:

1. Патент RU 2389099 МПК H01F1/24, 2006
2. Jansson.P. Soft Magnetic Materials 98, Barcelona, 1998
3. Jack A.G. PM World Congress Special Interest Seminar. 1998
4. ФишГ.Е. ТИИЭР. 78. №6. 1990 с.60-86
5. Говор Г.А., Михневич В.В. Неорганические материалы. 43.№7.2007с. 805 -807.
6. Патент RU 2465669 МПК H0 1F/24, 2012
7. D.E GayD.E.. Intern. PowderMetallurgy. 32. 1996.p .13-25

**КОМПОЗИТНЫЙ МАТЕРИАЛ ДЛЯ МАГНИТНЫХ ХОЛОДИЛЬНИКОВ
НА ОСНОВЕ СПЛАВА $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$**

Говор Г.А., Вечер А.К., Галяс А.И., Гончаров В.С., Василевский С.С.
ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», г. Минск, Беларусь

В последние годы проблеме разработки и исследованию теплоносителей для магнитных холодильников, позволяющих существенно снизить потребление электроэнергии, уделяется большое внимание. В этой связи в работе проведено исследование физических свойств, в том числе магнетокалорического эффекта (МСЕ), гейслеровского сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ и композитов на его основе.

Известно, что одним из претендентов на роль теплоносителя в магнитном холодильнике является эквивалентный арсенид марганца – $MnAs$, при нормальных условиях ферромагнетик с намагниченностью насыщения $3,4 \mu_B$ на атом марганца [1-2]. При температуре $T_0=315 K$ в относительно небольших магнитных полях наблюдается фазовый переход 1-го рода с разрушением упорядоченного ферромагнитного состояния. Отличительной особенностью этого перехода является то, что, наряду с разрушением упорядоченного ферромагнитного состояния, имеет место структурный переход с изменением удельного объема элементарной ячейки на величину $-\Delta V/V_0=-0,02$ [2]. Значения магнетокалорического эффекта для $MnAs$ в сравнении с другими теплоносителями приведены в таблице 1 [3].

Таблица 1 – Температура Кюри, эффективный момент, наблюдаемая и ожидаемая $-\Delta S_M^{max}$ для материалов, проявляющих гигантский МСЕ, в полях до 5 Тл вблизи или ниже комнатной температуры

Материал	Температура Кюри, К	J или S	Наблюдаемая ΔS_M^{max} , J/(kg·K)	Ожидаемая ΔS_M^{max} , J/(kg·K)
$Gd_5Si_2Ge_2$	272	3,5	36,4	88,9
$MnAs$	318	2	40	103
$FeMnAsP$	305	1	18	117
$MnAs_{0,9}Sb_{0,1}$	283	2	30	103
$La(Fe_{0,88}Si_{0,12})_{13}H_1$	274	1	23	127

В [4] по результатам исследования магнитных свойств в закаленном сплаве $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ показано, что МСЕ для данного сплава примерно такой же, как и в $MnAs$.

Сплав $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ в сравнении с арсенидом марганца, поскольку не содержит мышьяка, с экологической точки зрения предпочтителен для использования. В этой связи предпринято настоящее исследование физических свойств сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ и композитов на его основе с тем, чтобы выяснить возможность его использования в качестве теплоносителя для магнитного холодильника.

Сплав $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ был получен методом твердофазного синтеза с последующим длительным нормализующим отжигом при плавном снижении температуры. Кроме того, для сравнения свойств нормализованного сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ с закаленным, проведена плавка сплава при температуре 1200 °С с последующей закалкой. Проведены комплексные исследования свойств нормализованного и закаленного сплавов: исследование кристаллической структуры сплавов, температурных зависимостей удельной намагниченности и измерение МСЕ.

В результате рентгеноструктурных исследований показано, что кристаллическая структура сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ в закаленном состоянии – гексагональная типа $B8_2$, для нормализованного состояния сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$

характерна деформированная гексагональная структура орторомбического типа В31.

На рисунке 1 приведены температурные зависимости удельной намагниченности сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ в нормализованном (а) и закаленном состояниях (б). Из приведенных результатов видно, что изменение удельной намагниченности в закаленном состоянии приближается по характеру к фазовому магнитному переходу 1-го рода в отличие от температурной зависимости удельной намагниченности для нормализованного состояния. Кроме того, температура фазового перехода для закаленного состояния близка к $T_c=300$ К в отличие от нормализованного состояния, для которого $T_c=400$ К.

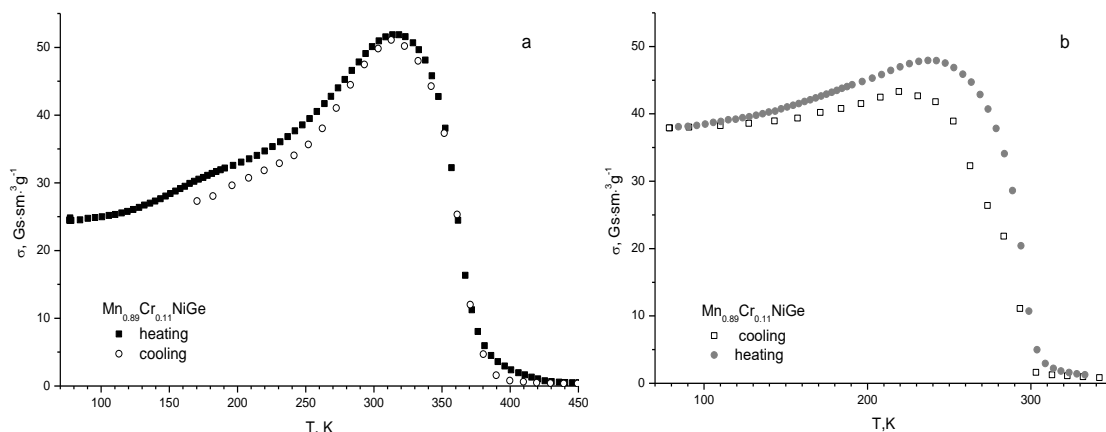


Рисунок 1 – Температурные зависимости удельной намагниченности мелкодисперсного сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ в нормализованном (а) и закаленном состояниях (б)

На рисунке 2 приведены температурные зависимости удельной намагниченности сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ в виде закаленного поликристаллического массивного образца (а) и композиционного сплава с добавкой 2% ПВА.

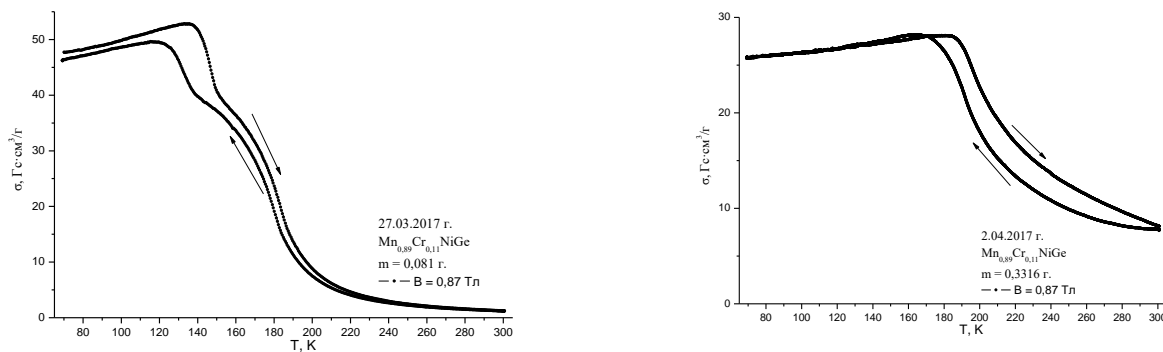


Рисунок 2 – Температурные зависимости удельной намагниченности сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ в виде закаленного поликристаллического массивного образца (а) и композиционного сплава с добавкой 2% ПВА

Видно существенное влияние характера обработки образца на температуру магнитного перехода. На рисунке 3 приведены результаты измерения МСЕ в магнитных полях до 14 Тесла для нормализованного и закаленного образца $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$

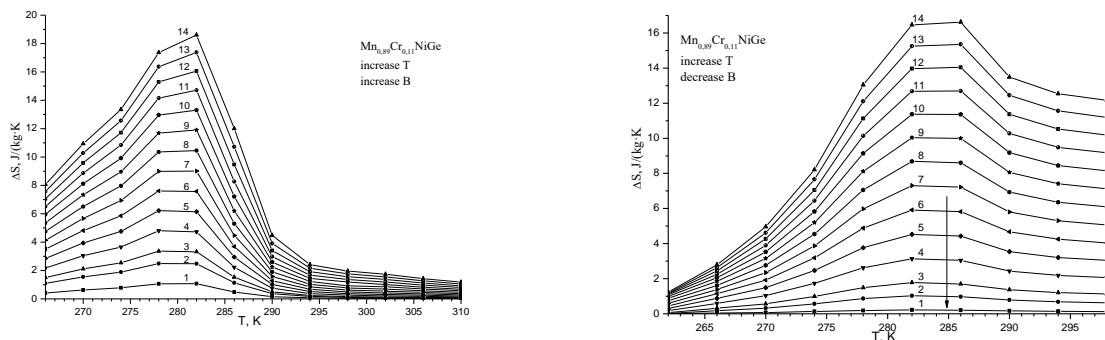


Рисунок 3 – МСЕ в магнитных полях до 14 Тесла для нормализованного и закаленного образца $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$

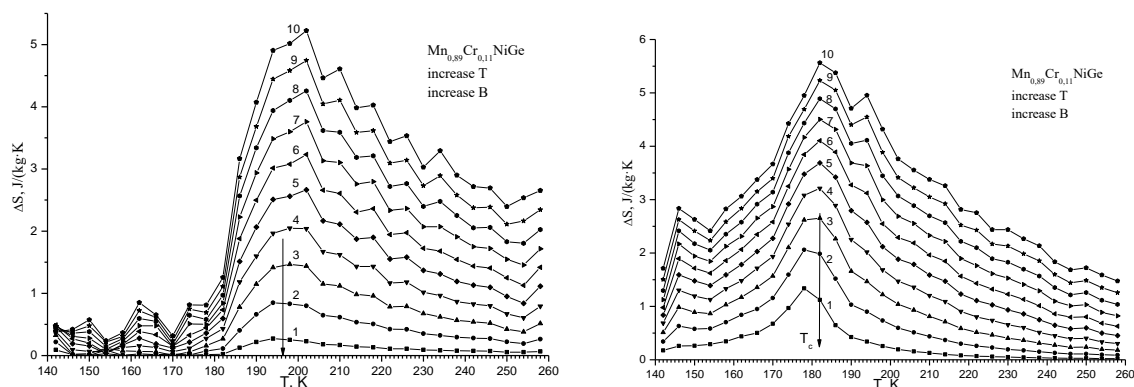


Рисунок 4 – МСЕ в магнитных полях до 10Тесла для поликристаллического массивного образца $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ (а) и композиционного сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ с добавкой 2% ПВА

Выводы

Проведенное исследование нормализованного и закаленного сплава $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ показало подверженность его свойств режиму обработки. Величина МСЕ $Mn_{0,89}Cr_{0,11}NiGe$ в сравнении с МСЕ для $MnAs$ меньше чем на порядок, что исключает его применение в качестве теплоносителя для магнитного холодильника

Список литературы:

1. Говор Г.А. // ФТТ. – 1981. - Т. 23. - С. 841.
2. Govor G.A. et al // Phys.Stat.Sol.(a). – 1989. - Vol.118. - P.403.
3. M.-H.Phan, S.-C.Yu. JMMM. 2016.v.308. .P.325
4. Sivachenko A.P., et.al. Low Temperature Physics. -2016. -Vol. 39. - P. 1081-1084.

**ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ЦИКЛИЧЕСКОЙ НАГРУЗКИ НА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ
ПОВЕДЕНИЕ СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА**

Ti-22Nb-6Zr В МОДЕЛЬНОМ ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ РАСТВОРЕ

Коробкова А.А., Жукова Ю.С., Дубинский С.М., Ияз Ф.М., Филонов М.Р.

*Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»,
г. Москва, Россия, E-mail: nastyakorobkova@gmail.com*

Материал для внутрикостных имплантатов должен соответствовать строгим требованиям биомеханической и биохимической совместимости с костной тканью. Это означает, что механические свойства материала должны быть близки к кости (модуль Юнга 10–40 ГПа и сверхупругое поведение с восстанавливаемой деформации не менее 2%); он должен содержать только безопасные, с медицинской точки зрения, и совместимые элементы, обладать высокой коррозионной стойкостью в различных средах человеческого тела. Данным требованиям полностью соответствуют сплавы на основе Ti-Nb-Zr, которые демонстрируют сверхупругое поведение из-за вызванного напряжением обратимого $\beta(\text{ОЦК}) \leftrightarrow \alpha$ (ромбическая решетка) мартенситного превращения [2,3].

Существует проблема коррозионного усталостного разрушения, связанная с знакопеременной нагрузкой, вызванной микродвижениями между контактирующими поверхностями [1,4]. Таким образом, коррозионное и электрохимическое исследования в условиях, имитирующих режим эксплуатации готовых изделий имеют большое практическое значение.

В качестве материала исследования был получен сплав Ti-22Nb-6Zr (ат.%) (далее Ti-Nb-Zr) методом вакуумной дуговой плавки с расходуемым электродом в компании FlowserveCorp., США. После плавки слиток диаметром 80 мм был подвергнут горячей ковке при 1173 К и механической обработке до диаметра 50 мм, после закалки. Затем слиток подвергали серии термомеханической обработки, которые включали волочение при комнатной температуре с промежуточными отжигами при 973 К в течение 30 минут, последнее волочение происходило без отжига и остаточной накопленной степени деформации $\epsilon=0,3$ [5]. Конечный диаметр холоднокатаной проволоки составляет 0,5 мм и длина 100 мм. Затем проволока была подвергнута последеформационному отжигу (ПДО) при 873 К в течение 30 мин с последующей закалкой в воде. Также α -тип чистого Ti (далее Ti) был подвергнут термической обработке при 973 К в течение 30 мин, главным образом, для получения рекристаллизованного состояния. В конце концов, чтобы удалить окисленную поверхность все образцы термически обработанной проволоки механически шлифуются наждачной бумагой из карбида кремния зернистостью P1200.

Во время испытаний на усталость, электрохимическое поведение оценивалось при помощи потенциостата IPC Pro MF (Volta Co, Россия) при 298 К. В качестве электролита, использовали 0,9% физиологический раствор NaCl (B.Braun, Германия). Электрохимические потенциалы были измерены стандартным электродом серебро/хлорсеребряный (Ag/AgCl) (RE). Также получены данные по соответствующим потенциалам свободной коррозии, записанные на каждом этапе: стационарном и во время динамического циклирования.

Для испытаний была специально разработана и сконструирована установка, позволяющая деформировать образец, находящийся непосредственно в рабочем растворе, в интервале деформаций, характерных для наблюдаемых в реальных условиях эксплуатации.

В таблице 1 приведены полученные результаты в процессе циклических испытаний на усталость при деформации 1,5% в каждом цикле, выбранное в соответствии с областью сверхупругого поведения в настоящее время изученного сплава Ti-Nb-Zr, и частоте циклов 0,9 Гц [6].

Таблица 1 – Сравнение экспериментальных результатов испытаний функциональной циклической долговечности

Сплав	Число циклов до разрушения (N_f)	E (мВ)(Ag/AgCl)		
		E_{st}	E_c	$\Delta E_{(Est-Ec)}$
Ti	700	-87	-413	-326
Ti-22Nb-6Zr	1500	-56	-199	-143

Циклическая усталость была введена после определения соответствующего времени инвариантных стационарных состояний. Значение потенциала для сплава Ti-Nb-Zr (-56 мВ) несколько выше, чем для Ti (-87 мВ). После определения стационарного состояния для двух образцов провели цикл с постоянной деформацией 1,5%. Можно отметить, что после запуска цикла потенциал как для образцов Ti, так и для образцов сплава Ti-Nb-Zr смещается в сторону отрицательных значений. Тем не менее, эти сдвиги потенциала в сторону отрицательных значений обусловлены резкой катодной поляризацией. Однако, в случае с образцами Ti большая вероятность изменения значений в отрицательную сторону. Действительно, значение E_c для образцов Ti и сплава Ti-Nb-Zr равны -413 и -199 мВ соответственно.

Кроме того, ΔE больше для образцов из Ti по сравнению с Ti-Nb-Zr. Это означает, что пассивная оксидная пленка более устойчива при механическом сгибе в случае образца сплава Ti-Nb-Zr. Между тем, можно также отметить, что в начальный период циклирования E_c для Ti смещается в положительную сторону с течением времени на первых 50 циклах, которые могут быть связаны с восстановлением механически поврежденного слоя, а также влиянием химико-механического эффекта [7]. Однако позже E_c для Ti монотонно смещается в отрицательную сторону до разрушения, в основном из-за разрушения защитной пленки и/или за счет растворения пленки, преобладающее над ее формированием [8,9].

С другой стороны, E_c для сплава Ti-Nb-Zr наблюдается увеличение с продолжительностью времени, в течение приблизительно первые 400 с, а затем сохраняется относительно стабильное значение. Следовательно, защитные пассивные пленки начинают расти на поверхности образца сплава Ti-Nb-Zr, а затем образуют устойчивую пассивную пленку во время циклирования. Еще одна причина образования этой стабильной пассивной пленки, может быть связано с «механохимическим эффектом», который вызывает граница раздела образец / электролит [7].

Сравнивая результаты микроструктурных данных с потенциалом свободной коррозии можно сделать вывод, что увеличение усталостного цикла сплава Ti-Nb-Zr, во-первых, относится к стабильному пассивному образованию пленки, которая препятствует местному коррозионному воздействию и, во-вторых, реверсивные обратимое мартенситное превращение под напряжением [8,9], которые могут накапливать деформацию при последующей цикле разгрузки и в конечном итоге исключают динамическое усталостное разрушение в течение длительного периода времени.

В заключение, можно отметить, что был спроектирован, собран и настроен недорогой и эффективный физиологический испытательный стенд для контроля механических и электрохимических характеристик разрабатываемых сверхупругих биомедицинских сплавов. Сплав Ti-Nb-Zr показал более высокие значения E_c и его пассивная оксидная пленка оказалась более стабильной и достаточно устойчивой к воздействию динамической циклической нагрузки по сравнению с Ti. Фрактографические исследования подтвердили, что сравнительно долгий срок службы по усталости для сплава Ti-Nb-Zr коррелирует с появлением большой области усталостной бороздчатости, которая связана с обратимым мартенситным превращением наведенным напряжением.

Список литературы:

1. D.M. Brunette, P. Tengvall, M. Textor, P. Thomsen, Titanium in medicine: material science, surface science, engineering, biological responses and medical applications, Springer, 2001.

2. S. Miyazaki, H.Y. Kim, and H. Hosoda, Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys, *Mater. Sci. Eng. A*, 438-440, 2006, p. 18–24.
3. V. Brailovski, S. Prokoshkin, M. Gauthier, K. Inaekyan, S. Dubinskiy, M. Petrzhik, and M. Filonov, Bulk and porous metastable beta Ti-Nb-Zr(Ta) alloys for biomedical applications, *Mater. Sci. Eng. C*, 31, 2011, p. 643–657.
4. C. Fleck, D. Eifler, Corrosion, fatigue and corrosion fatigue behaviour of metal implant materials, especially titanium alloys, *International Journal of Fatigue* 32 (2010) 929–935.
5. S.M. Dubinskiy, S.D. Prokoshkin, V. Brailovski, K.E. Inaekyan, A.V. Korotitskiy, M.R. Filonov, M.I. Petrzhik, *Phys. Met. Metallogr.* 112, 503 (2011).
6. V. Brailovski, S. Prokoshkin, K. Inaekyan, S. Dubinskiy, M. Gauthier, *Mater. Sci. Forum.* 706-709 ,455 (2012).
7. Y.A. Pustov, Y.S. Zhukova, M.R. Filonov, *Prot. Met. Phys .Chem. Surf.* 50, 524 (2014).
8. Y.S.Zhukova, Y.A.Pustov, A.S.Konopatsky, M.R. Filonov, *J. Alloy Compd.* 586 ,5535 (2014).
9. Y.S. Zhukova, Y.A. Pustov, A.S. Konopatsky, S.M. Dubinskiy, M.R. Filonov, V. Brailovski, *Mater. TodayProc.* 2S, S991 (2015).

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОФЛЮЕНСНОГО ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ (TiHfZrVNb)N

¹Константинов С.В., ¹Комаров Ф.Ф., ²Погребняк А.Д., ¹Пилько В.В.

¹Научно-исследовательское учреждение «Институт прикладных физических проблем имени А.Н. Севченко» БГУ,

г. Минск, Беларусь, E-mail: komarovF@bsu.by, mymail3000@tut.by

²Сумский государственный университет, г. Сумы, Украина

Высокоэнтропийные нитридные системы, такие как (TiHfZrVNb)N представляют большой интерес ввиду своих уникальных свойств. Как было показано в работе [1] при экстремальном увеличении энтропии системы релаксационные процессы не успевают происходить, и система остаётся в неравновесном состоянии. В случае покрытий это способствует улучшению важных эксплуатационных свойств их таких, как твёрдость, износостойкость, коррозионная стойкость, жаростойкость и жаропрочность [2]. Поведение этого интересного для покрытий класса материалов при воздействии потоков ионизирующих излучений, и, в частности, быстрых ионов в литературе не рассматривалось.

Покрытия (TiHfZrVNb)N были нанесены методом сепарируемого вакуумно-дугового осаждения с различным потенциалом смещения на подложке U_b и при различном парциальном давлении азота P в вакуумной камере (табл. 1). Использовался вакуумно-дуговой источник «Булат-3Т» с ВЧ-генератором [3]. Образцы подвергались облучению ионами гелия с энергией 500 кэВ и флюенсами от $5 \cdot 10^{16}$ до $3 \cdot 10^{17}$ ион/см² на ускорителе ионов AN2500 фирмы «HighVoltageEngineeringEuropeB.V.». Затем проводился термический отжиг покрытий при температура 773 К в течении 15 мин. Состав облучённых покрытий изучался методом резерфордского обратного рассеяния (ROP) ионов гелия с энергией 1,5МэВ. Структура покрытий исследовалась методами оптической микроскопии, рентгеноструктурного и фазового анализа на установке ДРОН-3. Также структура и морфология покрытий исследовались методом сканирующей электронной микроскопии на электронном микроскопе HitachiSU3400.

Методом ROP (табл.1) установлено однородное распределение концентрации элементов по толщине покрытия.

Таблица 1 – Элементный состав покрытия (TiHfZrVNb)N (ат. %)

№	U_b , В	P , Па	Концентрация, ат. %						Параметр решётки, нм
			N	Ti	V	Zr	Nb	Hf	
505	-110	$5 \cdot 10^{-1}$	49.15	16.63	5.91	8.17	8.88	11.26	0.4405
507	-50	$5 \cdot 10^{-1}$	51.13	25.31	4.72	5.70	6.31	6.84	0.4362
512	-200	$8 \cdot 10^{-2}$	46.65	17.03	2.79	12.01	12.54	8.99	0.4435
515	-200	$3 \cdot 10^{-2}$	36.05	20.13	2.28	17.12	17.50	6.93	0.4433
523	-200	$2.3 \cdot 10^{-1}$	43.44	17.80	1.45	16.39	16.99	3.92	0.4408

Наличие вредных примесей, таких как кислород, сера, фосфор не обнаружено, что свидетельствует о высоком качестве полученных плёнок покрытий. Установлено наличие азота в составе покрытий на уровне 50 ат. %.

На рисунке 1 представлены рентгеновские дифрактограммы от покрытий (TiHfZrVNb)N до (а) и после (б) облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ и флюенсом $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² и отжига.

Общая характеристика дифракционной картины от покрытий (TiHfZrVNb)N после облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ и флюенсом $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² принципиально не изменяется, как это следует из рисунка 1,б. По-прежнему в покрытиях присутствует только одна фаза – твёрдый раствор азота в металлической ГЦК решётке типа NaCl. Текстура покрытий типа (111) также сохраняется после облучения. Смещений угловых положений рефлексов от кристаллографических плоскостей отражения не происходит

после облучения, что свидетельствует о постоянстве периода кристаллической решетки покрытий до и после облучения. Отсутствие сегрегаций новых фаз после облучения свидетельствует о стабильности фазы твердого раствора (TiHfZrVNb)N, несмотря на сложный элементный состав и высокую энтропию системы. Не обнаружено аморфизации вследствие облучения покрытий.

При этом установлено, что облучение ионами гелия до флюенсов $1 \cdot 10^{17}$ – $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² приводит к измельчению кристаллитов покрытий (TiHfZrVNb)N. Так, размер кристаллитов покрытий (TiHfZrVNb)N после облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ и флюенсом $2 \cdot 10^{17}$ ион/см², рассчитанный по формуле Селякова-Шеррера [4], составил величину 5-10 нм при начальном среднем размере 240–250 нм, т.е. средний размер зерен уменьшился больше чем на порядок величины.

На рисунке 2 представлены микрофотографии покрытий (TiHfZrVNb)N до (а) и после облучения и отжига (б), полученные методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

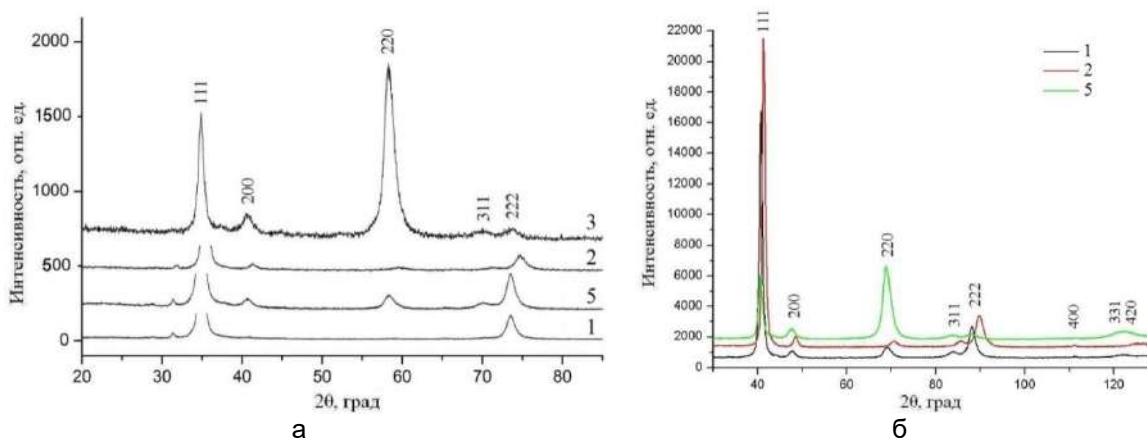


Рисунок 1 – Рентгеновские дифрактограммы от покрытий (TiHfZrVNb)N: до облучения (а) и после облучения ионами He⁺ с энергией 500 кэВ, флюенс $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² и отжига (б)

Флекинг (отшелушивание) покрытий (TiHfZrVNb)N наблюдался после облучения ионами He⁺ с энергией 500 кэВ и флюенсом $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² и отжига при температуре 500 °С и флюенсом $3 \cdot 10^{17}$ ион/см² без отжига. На фотографиях отчетливо различимы кристаллиты покрытий. На рисунке 2,б приведена фотография, снятая с области после отслоения части покрытия при облучении ионами гелия с флюенсом $3 \cdot 10^{17}$ ион/см², когда выявляется более структурированный рельеф поверхности. Размер кристаллитов составил величину 240–250 нм до облучения (рис.2,а) и 5–15 нм после облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ и флюенсом $3 \cdot 10^{17}$ ион/см². Данные результаты подтверждают результаты рентгеноструктурного фазового анализа, где был установлен аналогичный размер кристаллитов покрытий до и после облучения. Следовательно, облучение высокими флюенсами ионов ($3 \cdot 10^{17}$ ион/см²) приводит к сильному измельчению кристаллитов покрытий (TiHfZrVNb)N на основе высокэнтропийных сплавов. Анализ покрытий методом СЭМ не выявил заметных блистеров, следовательно, гелий не агломерируется в масштабные пузыри, по крайней мере до размеров 40-50 нм. Возможно, происходит накопление гелия в структуре покрытий после облучения на наноуровне, как это было показано в работе [5].

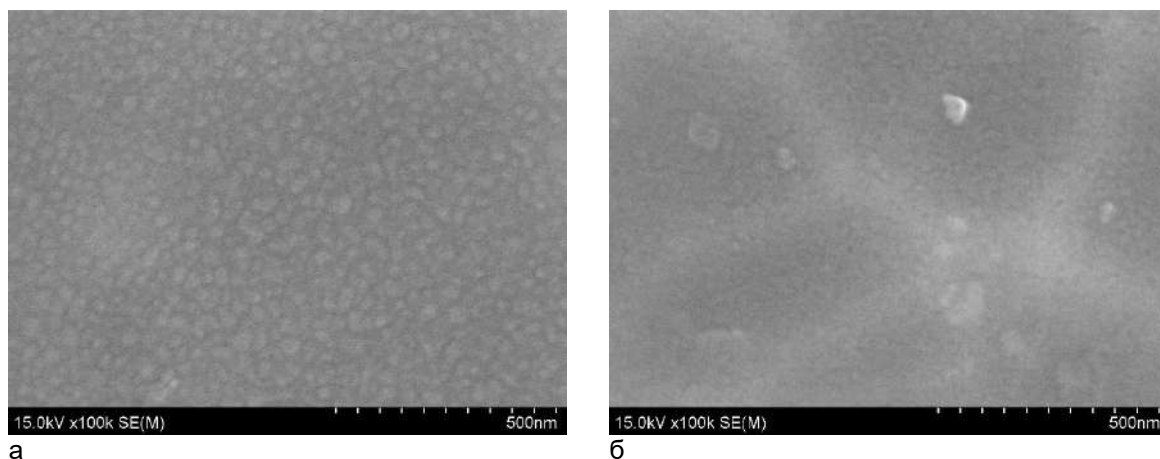


Рисунок 2 – Фотографии СЭМ микроструктуры покрытий (TiHfZrVNb)N:
 а – исходное покрытие, б – после облучения ионами He⁺ с энергией 500 кэВ и флюенсом 3·10¹⁷ ион/см² и отжига

Таким образом, установлено, что высокая энтропия системы (TiHfZrVNb)N стабилизирует формирование однофазной системы в виде неупорядоченного твёрдого раствора и предотвращает формирование интерметаллических соединений в процессе кристаллизации покрытия. Покрытия имеют структуру с размером кристаллитов 240-250 нм. Обнаружено, что облучение покрытий (TiHfZrVNb)N ионами гелия с энергией 500 кэВ не приводит к заметным изменениям структурно-фазового состояния их до флюенса 2·10¹⁷ ион/см² кроме измельчения среднего размера кристаллитов. Также установлено отсутствие макро- и микроблистеринга покрытий при всех исследованных флюенсах облучения. При облучении с флюенсом 3·10¹⁷ ион/см² происходит эксфолиация (отшелушивание) плёнки покрытия до глубины локализации максимума концентрации радиационно-индуцированных дефектов и внедренного гелия.

Список литературы:

1. Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов и нитридных покрытий на их основе / А. Д. Погребняк [и др.]. – Успехи химии. – 2015. – Т. 83, Вып. 11. – С. 1027–1061.
2. Huang, P. K. Effects of nitrogen content on structure and mechanical properties of multi-element (AlCrNbSiTiV)N coating // P. K. Huang, J. W. Yeh. – Surface and Coatings Technology. – 2009. – Vol. 203. – p. 1891–1896.
3. Комаров, Ф. Ф. Радиационная стойкость высокоэнтропийных наноструктурированных покрытий (Ti, Hf, Zr, V, Nb)N / Ф. Ф. Комаров, А. Д. Погребняк, С. В. Константинов // Журнал технической физики. – 2015. – Т. 85, Вып. 10. – С. 106–111.
4. Русаков А. А. Рентгенография металлов / А. А. Русаков. – М.: Атомиздат, 1977. – 480 с.
5. Ion irradiation stability of multilayered AlN/TiN nanocomposites / M. Milosavljević [et al.]. – Journal of Physics D: Applied Physics. – 2010. – Vol. 43. – p. 065302.

**МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ
(TiHfZrVNb)N**

¹Константинов С.В., ¹Комаров Ф.Ф., ²Погребняк А.Д., ¹Пилько В.В.

¹Научно-исследовательское учреждение «Институт прикладных физических проблем имени А.Н. Севченко» БГУ,

г. Минск, Беларусь E-mail: komarovF@bsu.by, vityail3000@tut.by

²Сумский государственный университет, г. Сумы, Украина

Высокоэнтропийные сплавы, состоящие из 5 и более элементов в близких пропорциях, а также покрытия на их основе являются новым перспективным классом материалов [1]. Такие материалы могут обладать высокими эксплуатационными свойствами, такими как повышенная твердость, износостойкость, коррозионная стойкость и жаропрочность [2]. Актуальными являются исследования радиационной стойкости высокоэнтропийных сплавов и покрытий на их основе [3].

Исследования проводились на образцах покрытий (TiHfZrVNb)N, нанесенных методом сепарируемого вакуумно-дугового осаждения в различных режимах. Подробно процесс формирования покрытий описан в работе [4]. Образцы подвергались облучению ионами гелия с энергиями 500 кэВ и флюенсами от $5 \cdot 10^{16}$ до $3 \cdot 10^{17}$ ион/см² на ускорителе ионов AN 2500 фирмы «HighVoltageEngineeringEuropeB.V.». Затем проводился термический отжиг покрытий при температуре 773 К в течение 15 мин. Были проведены дюрометрические испытания покрытий (TiHfZrVNb)N по методу восстановленного отпечатка для исследования влияния облучения на эксплуатационные свойства покрытия. Измерения микротвердости покрытий (TiHfZrVNb)N проводились на установке DuraScan 20. Использовались нагрузки в диапазоне величин 0,09–0,98 Н.

В таблице 1 указаны значения микротвердости покрытий (TiHfZrVNb)N различного состава (МПа), измеренные до и после отжига при температуре 500°C в течение 15 мин.

Наибольшей микротвердостью 46 533 МПа обладает покрытие, нанесенное с избытком азота – образец 2, $P=5 \cdot 10^{-1}$ Па, с концентрацией атомов N в покрытии, равной 51,13 ат. %. Уменьшение концентрации азота на 1,98 ат. % (образец 1) приводит к уменьшению микротвердости на 5 607 МПа до 40 926 МПа. Дальнейшее снижение давления азота в процессе нанесения до $2,3 \cdot 10^{-1}$ Па (образец 5) приводит к снижению концентрации азота в покрытии на 5,71 ат. % до 43,44 ат. % и к снижению микротвердости на 1 403 МПа до 39 523 МПа. В случае концентрации азота в покрытии 36,05 ат. % (образец 4) микротвердость минимальна и составляет 23 410 МПа. В первом случае (образец 2), кроме максимальной микротвердости, установлено также сильное растрескивание покрытия при приложении нагрузки на индентор, что свидетельствует о неудовлетворительной пластичности покрытия. В остальных случаях суммарная длина трещин по поверхности покрытия уменьшается с уменьшением концентрации азота в покрытии и достигает минимума при концентрации азота, равной 36,05 ат. %.

В общем случае следует, что избыток азота (концентрация выше 50 ат. % в покрытии) позволяет добиться максимальной микротвердости, однако за счет снижения пластичности покрытия и адгезии к подложке. Концентрация азота в покрытии менее стехиометрической (менее 50 ат. %) позволяет добиться высокой пластичности, минимизировать растрескивание под нагрузкой, улучшить адгезию, однако микротвердость оказывается заметно ниже, чем в случае избытка или стехиометрической концентрации азота. Разумный баланс свойств покрытия – высокую микротвердость и приемлемый уровень пластичности с хорошей адгезией позволяет получить режим нанесения со стехиометрической концентрацией азота – 50 ат. % N \pm 1 ат. %.

Таблица 1 – Микротвердость покрытий (TiHfZrVNb)N различного состава

Образец	Микротвердость покрытия, МПа	
	до отжига	после отжига
1	40 926	26 103
2	46 533	30 819
3	32 436	27 894
4	23 410	19 773
5	39 523	32 144

Как видно из результатов измерения (табл.1), микротвердость всех образцов покрытий (TiHfZrVNb)N уменьшилась после отжига. Это произошло ввиду перевода системы в термодинамически более стабильное состояние, из метастабильного, сформированного после нанесения. Из этого следует, что фиксация метастабильного состояния покрытия с максимально возможным энергетическим порогом ΔE , который необходимо преодолеть для перевода системы в стабильное состояние, позволит значительно повысить эксплуатационные характеристики покрытия и, в частности, микротвердость.

В уменьшении микротвердости покрытий (TiHfZrVNb)N после отжига наблюдаются определенные закономерности. Микротвердость покрытия с концентрацией азота 43,44 ат. % (образец 5) уменьшилась минимально, сохраняя максимальное значение микротвердости после отжига, на 7 379 МПа, то есть на 18,7 % от первоначальной микротвердости. Также микротвердость покрытия с концентрацией азота 46,65 ат. % (образец 3) уменьшилась только на 4 542 МПа, или на 14 %. Оба эти случая соответствуют нанесению покрытия с недостатком азота. Умеренное снижение микротвердости на 14 823 МПа или на 36,2 %, наблюдалось в случае покрытия со стехиометрической концентрацией азота, равной 49,15 ат. % (образец 1). И максимальное снижение микротвердости на 15 714 МПа или на 33,8 % наблюдалось в случае нанесения покрытия (TiHfZrVNb)N в режиме с избытком азота (образец 2), концентрация азота в покрытии составляла 51,13 ат. %. Снижение микротвердости покрытий (TiHfZrVNb)N после отжига происходит за счет двух эффектов. Во-первых, термический отжиг активизирует диффузионную подвижность атомов материала как следствие имеет место увеличение размера кристаллитов покрытия и за счет этого – снижение микротвердости. Во-вторых, при большем содержании азота он может выделяться в нанопузыри при отжиге, а это вызывает деградацию микротвердости и других эксплуатационных свойств.

Из приведенных результатов следует, что наиболее стабильным состоянием, обладает покрытие, нанесенное в режиме с возможно минимальной концентрацией азота. С увеличением концентрации азота степень неупорядоченности в структуре покрытия возрастает, возрастает при этом также и микротвердость, однако стабильность свойств такого покрытия при термическом воздействии ниже, чем в случаях нанесения с недостатком и стехиометрической концентрацией азота.

Установлено нелинейное влияние флюенса облучения на микротвёрдость высокоэнтропийных покрытий (TiHfZrVNb)N, как это следует из рисунка 1.

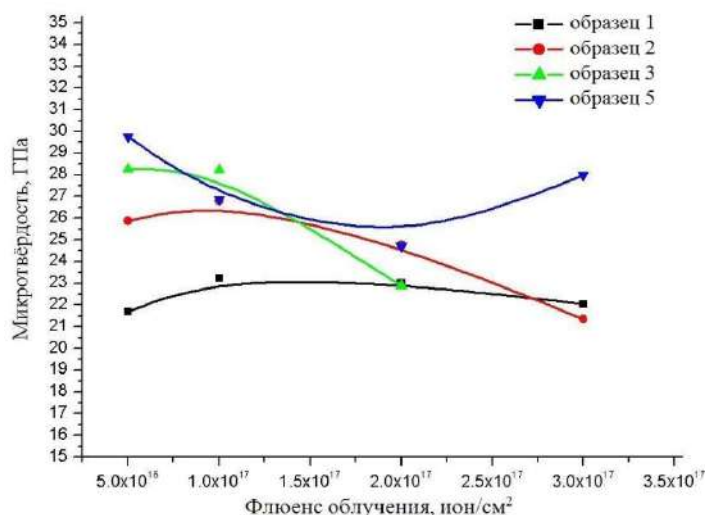


Рисунок 1 – График зависимости микротвёрдости покрытий (TiHfZrVNb)N толщиной 4,7 мкм от флюенса облучения ионами гелия с энергией 500 кэВ после отжига при 500 °С в течение 15 мин

Тенденция такова, что для образцов 1, 2 и 3 происходит упрочнение покрытий до флюенса $1 \cdot 10^{17}$ ион/см² приблизительно на 4–10 %. Далее, при увеличении флюенса до $3 \cdot 10^{17}$ ион/см² наблюдается уменьшение микротвёрдости на 9–15 %. Для образца с минимальной концентрацией атомов самого тяжелого компонента –Hf наблюдается противоположная зависимость микротвердости от флюенса ионов гелия. Микротвердость покрытия с ростом флюенса до $2 \cdot 10^{17}$ ион/см² уменьшается, а затем заметно возрастает при $D=3 \cdot 10^{17}$ ион/см². Измерение при этом флюенсе проводилось на неповрежденной части, без следов флехинга на поверхности покрытия [4].

Обнаружено, что облучение ионами He⁺ слабо сказывается на прочностных характеристиках покрытий (TiHfZrVNb)N. Изменения величины микротвёрдости наблюдаются в пределах 9-17 % при облучении ионами He⁺ с энергией 500 кэВ в диапазоне флюенсов от $5 \cdot 10^{16}$ ион/см² до $3 \cdot 10^{17}$ ион/см².

Установленная высокая радиационная стойкость высокоэнтропийных покрытий обусловлена эффективными механизмами рекомбинации точечных радиационно-индуцированных дефектов в наноструктурированных покрытиях, в первую очередь на границах кристаллитов. Можно прогнозировать, что данные покрытия являются перспективными в качестве радиационно-стойких на оболочках тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов) ядерных реакторов.

Список литературы:

1. Murty, B. S. High-Entropy Alloys / B. S. Murty, J. W. Yeh, S. Ranganathan. – London: Elsevier, 2014. – 213 p.
2. Microstructures and properties of high-entropy Alloys / Y. Zhang [et al.]. – Progress in Materials Science. – 2014. – Vol. 61. – p. 1–93.
3. Влияние остаточного давления и ионной имплантации на структуру, элементный состав и свойства нитридов (TiZrAlYNb)N / А. Д. Погребняк [и др.] – Журнал технической физики. – 2015. – Т. 85, Вып. 8. – С. 72–79.
4. Комаров, Ф. Ф. Влияние высокофлюенсного ионного облучения на структуру и механические свойства покрытий из наноструктурированных нитридов высокоэнтропийных сплавов (Ti, Hf, Zr, V, Nb) / Ф. Ф. Комаров, С. В. Константинов, А. Д. Погребняк // Доклады НАН Беларуси. – 2015. – Т. 59, № 5. – С. 24–30.

СТРУКТУРНЫЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ, МОДИФИЦИРОВАННОГО КОМПРЕССИОННЫМ ПЛАЗМЕННЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ

¹Мудрый А. В., ¹Бородавченко О. М., ¹Живулько В. Д.,

²Асташинский В. М., ²Кудактин Р. С., ³Леоненя М. С., ³Яблонский Г. П.

¹Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь, E-mail: mudryi@physics.by

²Институт тепло- и массообмена им А. В. Лыкова НАН Беларуси»,
г. Минск, Беларусь

³Институт физики имени Б. И. Степанова НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь

Монокристаллический кремний является одним из основных наиболее востребованных материалов современной полупроводниковой опто-, микро- и наноэлектроники [1]. Поэтому научный интерес к изучению физических свойств этого полупроводника в последние годы только усиливается и идёт поиск новых направлений его практического применения. Недавно были опубликованы работы по изучению влияния воздействия компрессионных плазменных потоков на модификацию физических свойств монокристаллического [2,3] и пористого [4] кремния. В настоящей работе приводятся новые данные по изучению оптических и структурных характеристик монокристаллического Si, подвергнутого воздействию компрессионных плазменных потоков.

Исследования проводились на монокристаллическом кремнии р-типа проводимости с удельным сопротивлением 4.5 Ом·см. Обработка пластинок кремния с размерами 8x8 мм² осуществлялась в плазме азота с давлением ~400 Па при плотности ~ 10¹⁷ см⁻³ в течение 100 мсек. Энергия плазмы составляла ~5–9 Дж·см⁻².

На рисунке 1 представлены изображения поверхности от нескольких участков кремниевой пластинки после компрессионной плазменной обработки в атмосфере азота, снятые с разрешением 20–100 мкм. Изображения были получены с помощью оптического микроскопа Olympus G-41 с использованием широкополосных окуляров, обеспечивающих резкое изображение в светлом и тёмном поле с увеличением до 1000 крат.

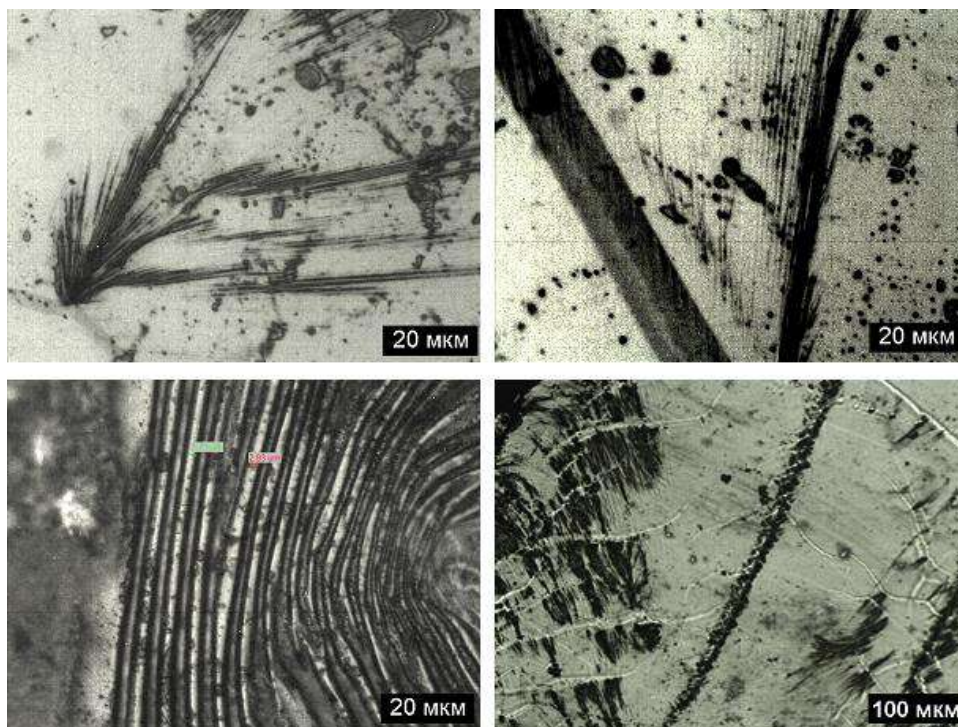


Рисунок 1 – Изображения поверхности от нескольких участков кремниевой пластинки после компрессионной плазменной обработки, снятые с разрешением 20 – 100 мкм

Как видно, после плазменного воздействия проявляется микрорельеф поверхности кремния с аксессуарами различного типа, которые отражают эффект расплавления и перекристаллизации поверхности. В частности, наблюдаются различные выступы и впадины, перекристаллизованные фигуры, слоисто ступенчатые разветвляющиеся образования и т.д. На поверхности отчетливо видны локальные области зарождения волнообразных или линейных фронтов плавления и перекристаллизации кремния. Все эти поверхностные микрообразования обусловлены высокой скоростью расплавления и перекристаллизацией поверхностных слоёв. Микрорельеф поверхности кремния неоднороден, что может быть связано с неравномерностью распределения плотности мощности компрессионного плазменного потока, падающего на исходную полированную и протравленную поверхность.

На рисунках 2,а и 2,б приведены спектры фотолюминесценции (ФЛ) Si после компрессионного плазменного воздействия, снятые для двух образцов 1 и 2 при температуре жидкого гелия ~ 4.2 К и азота ~ 78 К, соответственно. Спектры ФЛ зарегистрированы при возбуждении Si твердотельным лазером, работающим на длине волны ~ 532 нм.

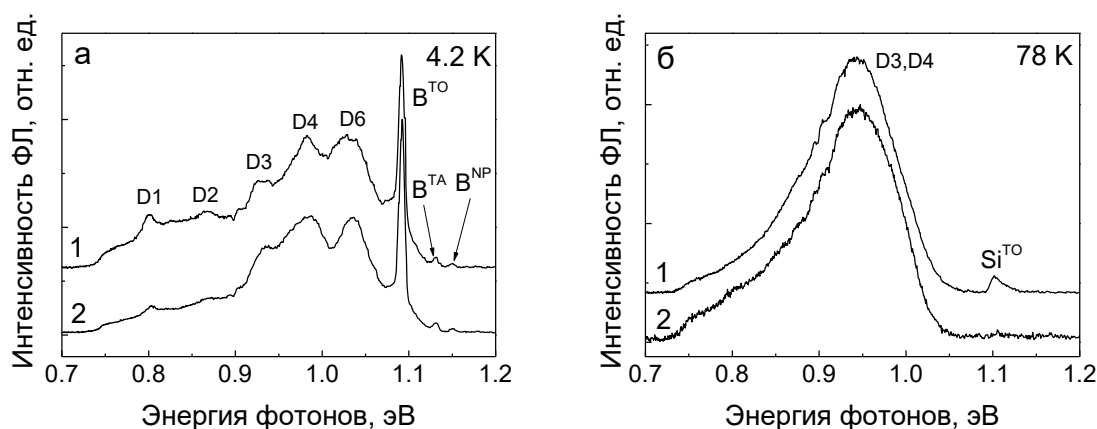


Рисунок 2 – Спектры ФЛ кремния после компрессионного плазменного воздействия

В спектрах ФЛ при 4.2 К присутствует узкая линия $B^{NP} \sim 1.15$ эВ, относящиеся к бесфононной излучательной рекомбинации экситонов, локализованных на атомах бора, как основной легирующей примеси кремния, рисунок 2,а. Линии $B^{TA} \sim 1.133$ эВ и $B^{TO} \sim 1.093$ эВ являются её фонными повторениями (символы TA и TO обозначают поперечные акустические и оптические фононы с энергиями ~ 18 мэВ и 58 мэВ). Широкие полосы ФЛ с максимумами в спектральной области D1 ~ 0.801 , D2 ~ 0.868 , D3 ~ 0.934 , D4 ~ 0.983 и D6 ~ 1.033 эВ могут быть отнесены к излучательной рекомбинации неравновесных носителей заряда на дислокациях [4,5]. Необходимо отметить, что в спектрах ФЛ исходного Si до компрессионной плазменной обработки наблюдались только узкие линии от экситонов, связанных на атомах бора: B^{NP} , B^{TA} и B^{TO} . В спектрах ФЛ исходного Si в области энергий 0.70–1.05 эВ никаких дополнительных полос обнаружено не было.

После компрессионной плазменной обработки в спектрах ФЛ Si при 78 К наблюдается широкая дислокационная полоса D3, D4 ~ 0.943 эВ и высокоэнергетическая полоса $Si^{TO} \sim 1.10$ эВ, обусловленная излучательной рекомбинацией свободных экситонов с испусканием поперечных оптических фононов TO ~ 58 мэВ в монокристаллическом Si.

На рисунке 3 приведены спектры ФЛ, снятые при 78 К, для трёх других образцов Si после компрессионного плазменного воздействия. Как видно на рисунке 3, для каждого образца характерен свой набор полос дислокационной люминесценции, различающихся спектральной формой и энергетическим положением. Например, для образца 1 характерно наличие четырёх дислокационных полос D1 ~ 0.818 , D2 ~ 0.860 , D3 ~ 0.933 и D4 ~ 0.992 эВ с наиболее интенсивной полосой D1. Как правило, такое

соотношением относительных интенсивностей полос дислокационной люминесценции наблюдается для пластически деформированного кремния [4].

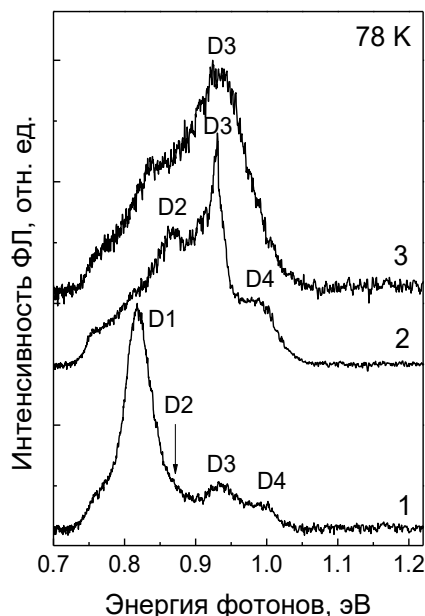


Рисунок 3 – Спектры ФЛ трёх образцов Si

Для образца 2 положение полос составляло D2~0.868, D3~0.930 и D4~0.983 эВ, а для образца 3 наблюдалась широкая полоса D3,D4~0.933 эВ. Эксперименты показали, что энергетическое положение полос дислокационной люминесценции, их интенсивность и спектральная форма могут изменяться при сканировании возбуждающего лазерного луча по поверхности образцов. Разброс спектрального положения полос дислокационной люминесценции в разных образцах составлял ~3–20 мэВ. Это свидетельствует о разном преимущественном типе создаваемых дислокаций, их разной концентрации и неоднородном характере распределения в поверхностных слоях Si после воздействия компрессионным плазменным потоком. Причиной этого может являться неравномерное распределение плотности энергии плазменного пучка на поверхности кремниевой пластинки. Физическая причина разброса энергетических уровней дислокаций в запрещенной зоне Si может быть связана с разной величиной внутренних напряжений вблизи локализации соответствующих дислокаций. Кроме этого при компрессионном плазменном воздействии расплавление монокристаллического Si может приводить к сегрегации кислорода и углерода, как остаточных технологических примесей, на дислокациях и изменять их энергетические состояния.

Список литературы:

1. E. Galla. Crystal Growth and Evolution of Silicone for VLSI and ULSI. CRC Press. Taylor and Francis Group, New York, 2014.
2. V. V. Uglov, N. T. Kvasov, R. S. Kudakstin, Yu. A. Petukhou, V. M. Astashinski, A. M. Kuzmitski. Energy Procedia 44, 10 (2014).
3. N. G. Galkin, D. T. Yan, E. A. Chusovitin, A. B. Rasin, K. N. Galkin, M. V. Bozhenko, V. V. Mararov, V. M. Astashinsky, A. M. Kuzmitsky. Solid State Phenomena 213, 90 (2014).
4. N. A. Drozdov, A. A. Patrino, V. D. Tkachev. Письма в ЖЭТФ 23, 597 (1976).
5. R. Sauer, J. Weber, J. Stolz. Appl. Phys. A36, 1 (1985).

СТРУКТУРНЫЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТОНКИХ ПЛЁНОК СОЕДИНЕНИЯ InN

Живулько В.Д., Мудрый А.В., Бородавченко О.М.

Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению,
г. Минск, Беларусь, E-mail: vad.zhiv@gmail.com

Полупроводниковое соединение InN является базовой основой для создания твердых растворов InGaN, считающихся наиболее перспективным материалом современной оптоэлектроники для формирования высокоэффективных светодиодов и лазерных структур ближней инфракрасной области спектра 0.7–2.0 мкм [1–3]. Однако отсутствие надежных данных по оптическим фундаментальным параметрам InN с различной концентрацией электронов сдерживает продвижение технологии создания светодиодных структур на основе InGaN для ближнего инфракрасного диапазона спектра >0.7 мкм. Установление достоверной модели процессов излучательной рекомбинации в соединении InN может привести к значительному повышению квантовой эффективности светодиодных структур на основе InN и твердых растворов InGaN.

В работе исследовались тонкие пленки InN, осажденные на сапфировые подложки с использованием метода молекулярно-лучевой эпитаксии. Рентгенографический анализ пленок проведен на рентгеновском дифрактометре «ДРОН-3» в $\text{Cu-K}\alpha$ – излучении. Съемка рентгенограмм осуществлена в интервале углов $2\theta \sim 20\text{--}100^\circ$ с шагом сканирования 0.03° и временем экспозиции 3 с. Угловые положения дифракционных рефлексов определены по максимумам соответствующих симметричных линий на рентгенограммах. При проведении качественного и полуквантитативного рентгеноструктурного анализа был определен элементный состав и на основе элементного состава выполнен поиск возможных фаз в этой системе по данным «PDF.dat» картотеки JCPDS (PDWIN и ASTM).

В качестве примера на рисунке 1 представлены рентгенограммы, снятые при комнатной температуре, для тонких пленок InN с концентрацией электронов $\sim 3.6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (M1) и $\sim 5.4 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (M2). На рентгенограмме образца M1 в области углов $2\theta \sim 31.37^\circ$ и $2\theta \sim 65.43^\circ$ присутствуют рефлексы 0002 и 0004, относящиеся к фазе InN. На рентгенограмме образца M2 присутствуют интенсивные рефлексы от фазы InN (0002 при $2\theta \sim 31.36^\circ$ и 0004 при $2\theta \sim 65.43^\circ$), а также менее интенсивные рефлексы, относящиеся к фазе GaN (0002 при $2\theta \sim 34.55^\circ$ и 0004 при $2\theta \sim 72.79^\circ$) и фазе Al_2O_3 (0006 при $2\theta \sim 41.68^\circ$). Наличие рефлексов от соединения GaN для образца M2 указывают на относительно большую толщину буферного слоя GaN в этом образце. Рефлексы от тонких пленок InN имели сопоставимую интенсивность для обоих образцов.

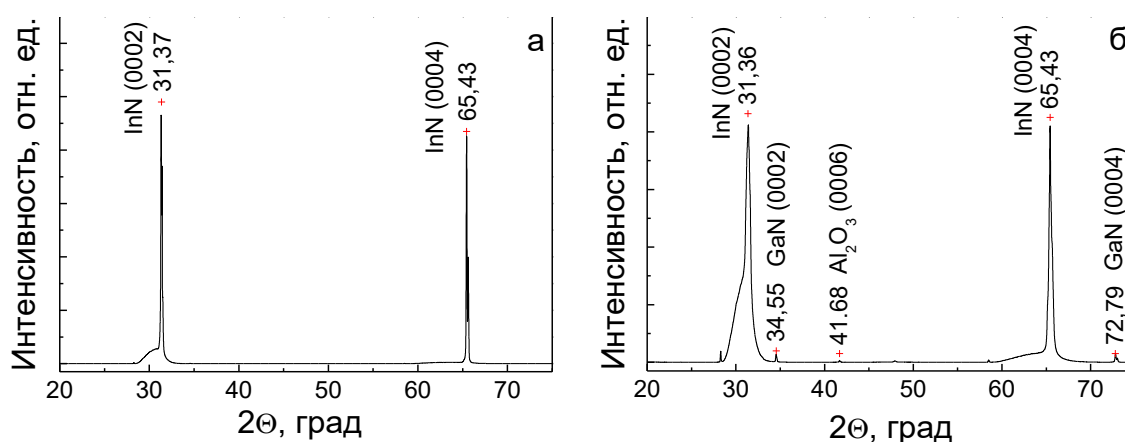


Рисунок 1 – Рентгенограммы тонких пленок InN с разными концентрациями электронов (а – образец M1, б – образец M2)

Наличие на рентгенограммах доминирующего по интенсивности рефлекса 0002, подтверждает гексагональную структуру кристаллической решетки, выращенных тонких пленок, с преимущественной ориентацией вдоль оси с. Образец M1 имеет

наименьшую полуширину рефлекса 0002, обладает электронным типом проводимости и наименьшей концентрацией электронов $\sim 3.6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$, и, следовательно, наименьшей степенью автолегирования собственными структурными дефектами, предположительно, вакансиями азота. Для образца M2 характерна большая полуширина рефлекса 0002, так как он обладает более высокой концентрацией электронов. Отличие полуширин рефлексов указывает на существование различных значений величин внутренних напряжений в тонких пленках InN и их различное структурное совершенство.

Спектры оптического пропускания регистрировались при комнатной температуре на двулучевом спектрофотометре Cary UV-Vis-NIR в диапазоне от 200 до 3000 нм. Измерение спектров оптического пропускания проводилось также на монохроматоре МДР-23У с фокусным расстоянием зеркального объектива $f \sim 0.6 \text{ м}$, оснащённого дифракционной решёткой 600 штр/мм (обратная линейная дисперсия $\sim 26 \text{ \AA/мм}$).

На рисунке 2 приведены спектры пропускания двух образцов InN с разной концентрацией электронов $\sim 3.6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (кривые 1) и $\sim 5.4 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (кривые 2) и спектральная зависимость параметра $(\alpha h\nu)^2$ от энергии фотонов $h\nu$.

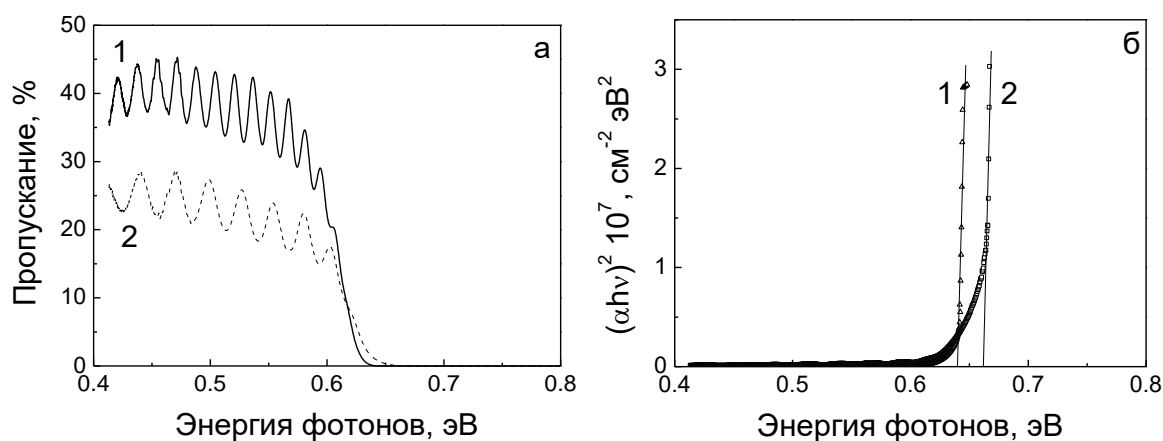


Рисунок 2 – Спектры пропускания тонких пленок InN с разными концентрациями электронов (а) и спектральная зависимость параметра $(\alpha h\nu)^2$ от энергии фотонов $h\nu$ (б)

Как видно из рисунка 2, образец M1 обладает более высоким значением пропускания, чем образец M2 и, соответственно, для образца M1 коэффициент пропускания составляет 35–45%, а для образца M2–20–30%.

Коэффициент поглощения плёнок InN рассчитывался с использованием следующего выражения [4]:

$$\alpha = 1/d \times \ln(1 - R)^2/T, \quad (1)$$

где α – коэффициент поглощения, d – толщина плёнки, T и R – коэффициенты пропускания и отражения, соответственно. На основании измерения спектров отражения соответствующий коэффициент отражения принимался равным ~ 0.15 .

На рисунке 2,б представлена спектральная зависимость параметра $(\alpha h\nu)^2$ от энергии фотонов $h\nu$, рассчитанная с использованием выражения (1) для соединения InN с разной концентрацией электронов. Численное значение ширины запрещённой зоны E_g для соединения InN определялось экстраполяцией линейной части спектральной зависимости параметра $(\alpha h\nu)^2$ к оси энергии фотонов $h\nu$. Ширина запрещенной зоны для тонких пленок InN с концентрациями электронов $\sim 3.6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (образец M1) и $\sim 5.4 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (образец M2) составила $E_g \sim 0.63 \text{ эВ}$ и $E_g \sim 0,66 \text{ эВ}$, соответственно.

На рисунке 3 представлена температурная зависимость спектров фотолюминесценции тонких пленок InN с разными концентрациями электронов $n_e \sim 3.6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (а) и $n_e \sim 5.4 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$ (б), снятая в интервале температур от 4.2 К до 78 К.

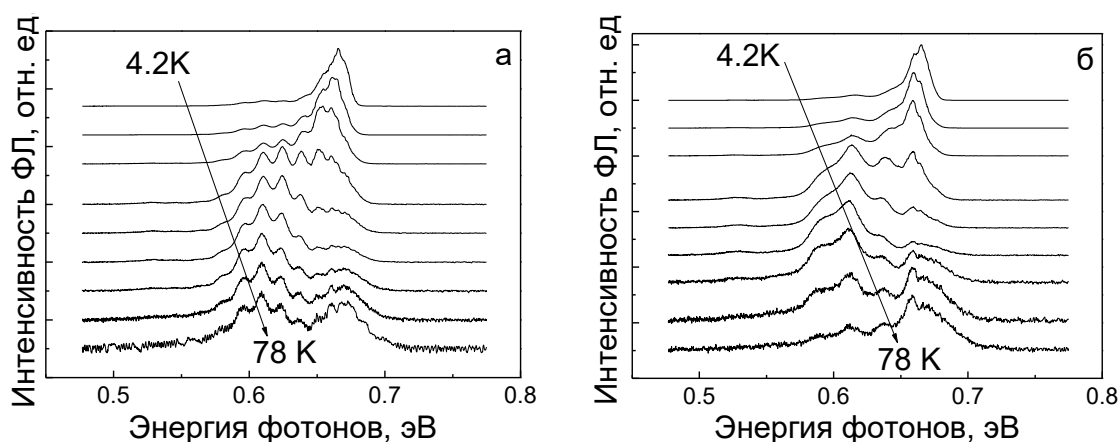


Рисунок 3 – Спектры фотолюминесценции тонких пленок InNc разной концентрацией электронов

На рисунке 3 видна последовательность перераспределения интенсивностей полос люминесценции. Обращает на себя внимание смещение полосы ближней люминесценции в область низких энергий для температур 18–35 K (центральные спектры на рис.3), а затем ее смещение в область более высокой энергии. Такие S-образные смещения максимумов полос люминесценции характерны для многих полупроводников [5]. Для объяснения аномальных температурных зависимостей необходимо привлечь модель локализованных состояний. Поэтому в традиционную формулу Варшни, объясняющую температурную зависимость ширины запрещенной зоны полупроводников, необходимо вводить дополнительное выражение, отражающее перераспределение носителей заряда, в системе энергетических уровней, создаваемых наличием флуктуаций потенциала, в кристаллической решетке исследуемых полупроводников.

Список литературы:

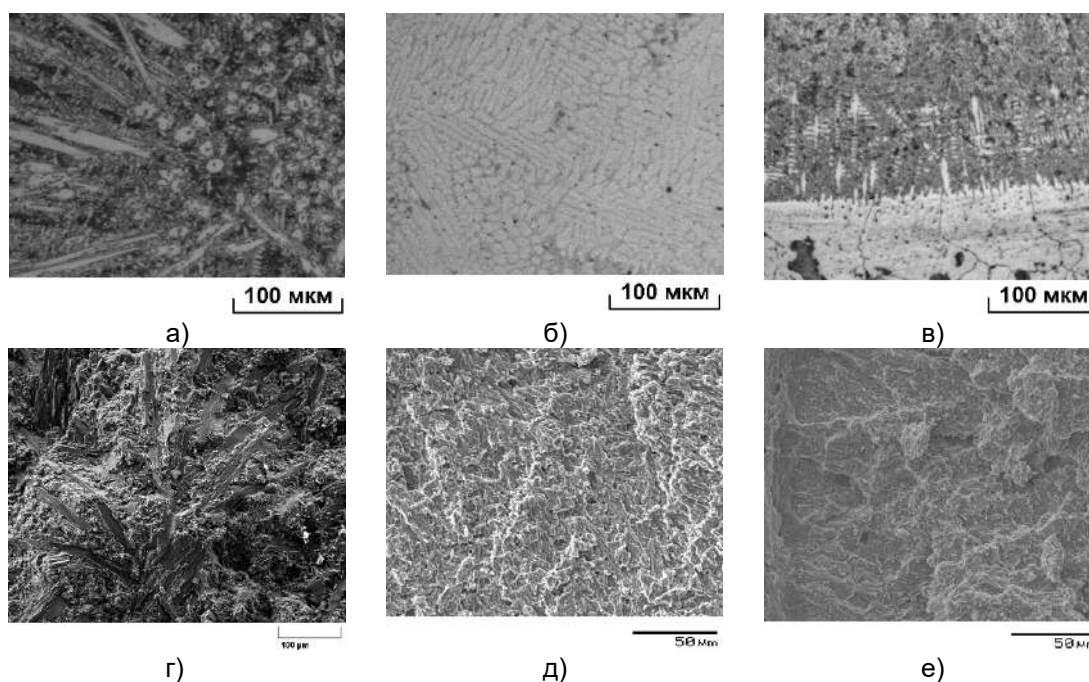
1. Z. Mi, S. Zhao. Phys. Status Sol. (b). 252, 1050 (2015).
2. B. H. Lee, S. Zhao, N. H. Tran, Z. Mi. Appl. Phys. Lett. 105, 231124 (2014).
3. V. Yu. Davydov, A. A. Klochihin, R. P. Seisyan, V. V. Emtsev, S. V. Ivanov, F. Bechstedt, J. Furthmuller, H. Harima, A. V. Mudryi, J. Aderhold, O. Semchinova, J. Graul. Phys. Stat. Sol. (b), 229, R1-R3 (2002).
- 4 Ю. И. Уханов, Оптические свойства полупроводников. М.: Наука, 1977.
5. Q Li, S J Xu, M H Xie, S Y Tong. J. Phys.: Condens. Mater. 17, 4853 (2005).

НЕОДНОРОДНЫЕ СТРУКТУРЫ В ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЯХ НА ОСНОВЕ ТВЁРДЫХ СПЛАВОВ И ИХ РАЗРУШЕНИЕ

Ахмедова Т.Ш., Пережогин В.Ю., Соколовская Э.А., Кудря А.В.
НИТУ «МИСус», г. Москва, Россия, E-mail:tanya060592@gmail.com

Прогресс в создании новых твердосплавных материалов на основе железа для сельскохозяйственной техники [1] возможен на основе конструирования структур под заданные свойства с учётом понимания природы их деформации и разрушения. В этой связи были исследованы твердосплавные покрытия толщиной от 2 до 4 мм на основе сплавов типа ПГ-ФБХ-6-2 и ПР-Х30СРНДЮ (далее 1 и 2 соответственно). Их структуру исследовали на оптическом микроскопе Axio Observer D1m Carl Zeiss ($\times 50$ – 1000), изломы – на сканирующем электронном микроскопе VEGA 3 SBH TESCAN.

Структура твердых сплавов была неоднородна (рис.1), по толщине наплавов (от 2 до 4 мм) наблюдалась градиентная структура: износостойкий слой – периферийный (в нем крупные карбиды различной формы: иглы или многогранники); промежуточный (однородная структура, чаще всего дендритная, но встречалась и мелкодисперсная – игольчатая) и переходный – приграничная к металлу основы зона (крупные дендриты в однородной прослойке из смеси твердосплавного порошка и стали). Это нашло свое отражение в строении изломов.



а, г – периферийный слой; б, д – промежуточный слой; в, е – переходный слой
Рисунок 1 – Пример структур при увеличении $\times 200$ (а, б, в) исследуемого твердого сплава 1 и его изломов при увеличении $\times 500$ (г, д, е)

Наблюдаемая взаимосвязь между строением структур и изломами твердых сплавов отражает вклад неоднородности структур в формирование различной способности сплавов сопротивляться преждевременному разрушению. Отсюда, необходимость количественной оценки структур и изломов, в частности, для прогноза риска преждевременного разрушения изделия.

Количественной оценке геометрии изображений структур и изломов, предшествовала их бинаризация – преобразование из 256 оттенков серого в матрицу «1-0», где 1 – объект, 2 – фон, с порогом бинаризации, определённым по перегибу на S-образной кривой [2]; фильтрацию бинаризованных изображений (удаление шумов). Далее измеряли геометрические параметры изображений (площадь, периметр, анизотропия, преимущественная ориентировка на плоскости шлифа, плотность и объемная доля) и проводили их статистическую обработку. В таблице 1 представлены геометрические параметры структур сплавов 1 и 2.

Таблица 1 – Результаты измерения геометрических параметров структур (белых объектов) твердосплавных покрытий из сплавов 1 и 2

Сплав	Параметр геометрии структуры	Слой		
		периферийный	промежуточный	переходный
1	Объемная доля белых объектов, %	44,7	31,8	54,4
	Средняя площадь белых объектов, мкм ²	17,6 ± 0,43	9,0 ± 0,11	9,6 ± 0,18
	Плотность, шт/мкм ²	0,03	0,04	0,06
	Анизотропия белых объектов	1,8 ± 0,003	1,8 ± 0,002	1,9 ± 0,002
	Средний периметр белых объектов, мкм	15,8 ± 0,29	11,4 ± 0,10	10,9 ± 0,15
	Преимущественная ориентировка, град	-90 – -45	45 – 90	45 – 90
2	Объемная доля белых объектов, %	54,4	64,0	55,0
	Средняя площадь белых объектов, мкм ²	4,5 ± 2,8	21,4 ± 18,7	9,3 ± 4,8
	Плотность, шт/мкм ²	0,12	0,02	0,05
	Анизотропия	1,7 ± 0,02	1,7 ± 0,04	1,8 ± 0,03
	Средний периметр белых объектов, мкм	4,5 ± 1,57	12,0 ± 6,6	8,2 ± 1,5
	Преимущественная ориентировка, град	-90 – -45	-90 – -45	-90 – -45

Измерение геометрических параметров существенно для сопоставления строения структур различных сплавов, оценки влияния технологических изменений на их морфологию микроструктур, уточнения механизмов деформации и разрушения разнородных структур [3,4].

Различие в морфологии структур нашло свое отражение в строении изломов не только при качественном анализе, но и при количественных оценках. Разрушение такого рода материалов (уровень твердости превышал 54 HRC) может быть преимущественно хрупким. В изломах всех исследуемых наплавов отсутствовали макропризнаки пластической деформации. На микроуровне строение изломов как правило отличалось от классического хрупкого разрушения, где характерной элементарной площадкой разрушения является фасетка. В нашем случае это были отдельные плоские фрагменты, отвечающие упрочняющей фазе (или её отпечатку на относительно вязкой матрице твёрдого сплава), отличающиеся либо вытянутостью, либо огранкой. Очевидно, также, что при использовании порошка дисперсностью 0,1–0,6 мм в рамках технологии плазменного нанесения покрытий [1], неизбежно появление в процессе разрушения наплавки элементарных актов (событий), определяемых масштабом фракционности порошка. Фактически разрушение таких покрытий можно рассматривать как разрушение относительно взятой среды с упрочняющими составляющими структуры различной морфологии и свойствами (карбиды, дендриты и др.).

В изломах (при помощи компьютеризированных процедур) были выделены фрагменты квазивязкой составляющей (так называемые «мосты») – результат слияния перемычек между хрупкими очагами трещины, как фактор повышающий сопротивляемость разрушению твердых сплавов (рис.2).

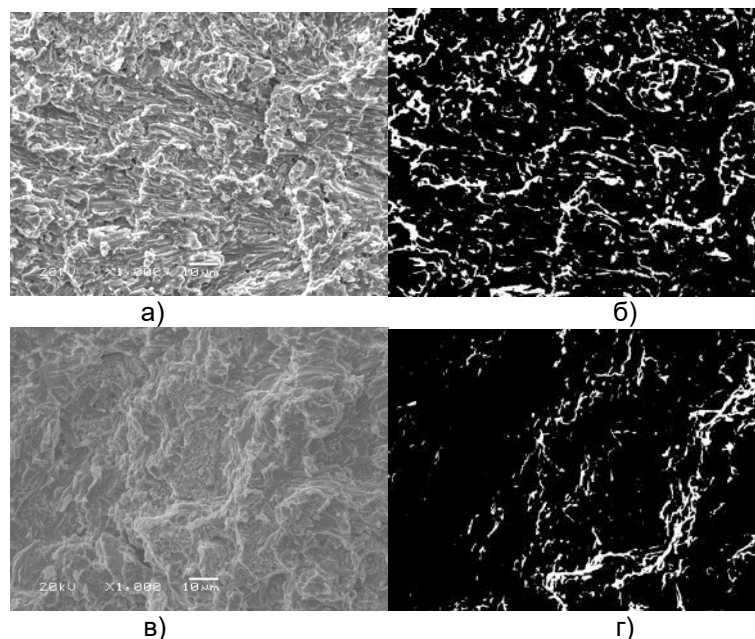


Рисунок 2 – Типичные изображения изломов сплава 1 и 2 (а, в) и выделенные на них квазивязкие участки – «мосты» (б, г) соответственно

Различие в объемной доле «мостов» характеризует уровень сопротивляемости разрушению серийных сплавов (табл. 2).

Таблица 2 – Соотношение доли перемычек в изломах («мостов») твёрдых сплавов 1 и 2

Сплав	Объемная доля, занимаемая «мостами» в изломе, %
1	16,1
2	6,9

Таким образом, полученные результаты в целом выявили ряд закономерностей в строении структур и изломов твердых сплавов, влияние неоднородности геометрии структурных составляющих и их конфигурации на деформацию и разрушение. Это важно для определения требований к геометрии исследуемых структур (размеров упрочняющих частиц, с учётом их природы, особенностей их размещения в объеме наплавки, масштабов толщин прослоек матрицы между ними) с целью повышения сопротивляемости твёрдых сплавов деформации и снижению риска их преждевременного разрушения в конструкции.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках Соглашения № 14.578.21.0129 о предоставлении субсидии для финансового обеспечения (возмещения) затрат, связанных с выполнением ПНИЭР по теме: «Разработка импортозамещающих твердых сплавов с повышенными износными и технологическими характеристиками для упрочнения быстроизнашиваемых деталей сельхозмашин, эксплуатирующихся в абразивной среде». Уникальный идентификатор ПНИЭР RFMEFI57815X0129.

Список литературы:

1. Сидоров А.И. Восстановление деталей машин напылением и наплавкой. М.: Колос. 1993. -195 с.
2. Соколовская Э.А. // Вопросы материаловедения. -2013. -№ 4 (76). -С. 143-153.
3. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть II. Деформация М.: МИСиС. 1997. – 527 с.
4. Разрушение. В 2 кн. Кн. 2. Разрушение структур: моногр./ М.А. Штремель. – М.: Изд. Дом МИСиС. 2015. – 976 с.

ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПРИРОДНЫХ ГЕТЕРОГЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ ДИНАМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

Кочанов А.Н.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем комплексного освоения недр РАН, г. Москва, Россия, E-mail: kochanov@mail.ru

Разрушение материалов является важной научной проблемой, решению которой посвящены многочисленные исследования, имеющие как прикладную, так и фундаментальную направленность и связанную с установлением закономерностей развития трещин на разных масштабных уровнях[1]. Закономерности протекания процесса разрушения во многом определяются структурой, которая характеризуется формой и размером зерен, пористостью, наличием микродефектов, и наряду с химическим составом определяет физические свойства материалов, в том числе и прочностные. Применительно к горным породам надежная аттестация их структурных и прочностных характеристик является необходимым инструментом для максимально безопасного и эффективного освоения недр, например при строительстве подземных сооружений [2] или ведении горных работ, в том числе с целью предупреждения катастрофического разрушения в виде горных ударов и других опасных динамических явлений.

Горные породы в абсолютном большинстве представляют собой поликристаллические или гетерогенные природные минеральные системы, состоящим из совокупности отдельных элементов – зерен различных минералов, имеющих, как правило, различные упругие и прочностные характеристики. Зернистость горных пород является важным свойством структурного строения, во многом определяющим прочность горных пород, которая с увеличением размеров зерна обычно снижается. Важным элементом структуры материала являются микротрещины, которые представляют собой нарушение сплошности твердого тела, дефекты от атомного до субзеренного масштаба, между берегами которых разорваны молекулярные связи. Исходя из экспериментальных результатов, минимальный размер микротрещин в твердом теле составляет ~ 0,1 мкм [3]. Применительно к горным породам нет единого мнения о геометрических параметрах микротрещин. В целом принято считать, что длина микротрещин в горных породах достигает 1,0-100,0 мкм, но в отдельных случаях принимается, что они могут иметь ту же протяженность, что и размеры слагающих породу зерен минералов (до 1-10 мм). При этом определяющая роль в процессах разрушения и деформирования горных пород принадлежит микротрещинам длиной ~100 мкм. Микротрещины изначально присутствуют в горной породе с момента ее образования, и, в зависимости от типа горной породы или даже размера зерен существует свой характерный размер микротрещины. Содержание кварца в горных породах оказывает значительное влияние на образование микротрещин.

Для оценки размеров природных микротрещин в граните проведены исследования, которые показали, что характерный размер микротрещин составляет ~100 мкм при величине раскрытия ~ 0,5 мкм по данным электронной микроскопии и ~ 50-100 мкм величина раскрытия по данным оптической микроскопии. Электронно-микроскопическое изображение природных микротрещин в граните представлено на рисунке 1,а, которое в какой-то степени отражает субструктуру данной горной породы, так как согласно классификации она выявляется при увеличении в 1000 и более раз.

С целью изучения микротрещин и их эволюции при динамическом разрушении выполнены экспериментальные исследования на образцах различных горных пород, результаты которых представлены в работе [4]. В ходе проведения экспериментальных исследований осуществлялось динамическое воздействие на образцы горных пород, помещенные в специальные ампулы сохранения. С помощью электронной микроскопии анализировались поверхности фрагментов образцов горных пород до и после динамического воздействия. Всего было получено примерно тысяча отдельных изображений при различных масштабных уровнях рассмотрения с использованием электронного микроскопа JEOL-JSM 5910LV. Наиболее характерные изображения микротрещин, образовавшихся после динамического разрушения в граните представлены на рисунке 1,б.

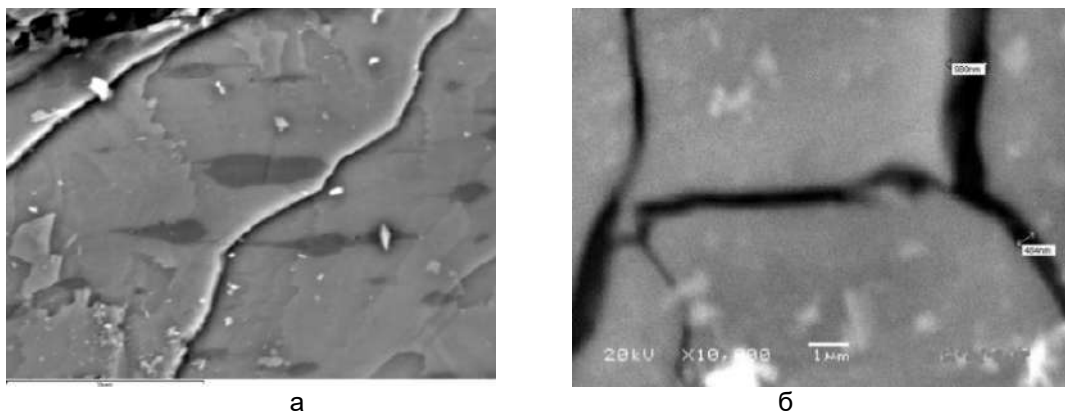


Рисунок 1 – Природные микротрещины в граните (а) и после динамического воздействия (б) по данным электронной микроскопии

На основании экспериментов установлено, в условиях действия высокого импульсного давления $\sim 1-10$ ГПа возможно образование микротрещин, минимальная величина раскрытия которых составляет $\sim 0,1$ мкм. Величина раскрытия микротрещин является важной характеристикой, определяющей условия их развития. Коэффициент облика микротрещины, как отношение величины ее раскрытия к длине, в большинстве случаев, составлял $\sim 10^{-2}$.

Следует отметить, что каждому типу породы определенного минерального состава соответствует диапазон изменения свойств, определяемый его структурными особенностями: наличием микродефектов и состоянием межзеренных границ. В естественном состоянии любой образец, а также отдельные его области, могут находиться в любом интервале диапазона. В зависимости от этого при действии физических полей его поведение будет изменяться в определенных пределах, допускаемых общими возможностями границами свойств горных пород. Исследования, выполненные с помощью ультразвукового контроля, показали, что значения скорости продольных волн в отдельных локальных точках образца горных пород могут существенно различаться, и это распределение с течением времени с момента первоначальных измерений может видоизменяться[5]. При динамическом воздействии его результат существенным образом зависит от степени неоднородности горных пород. В качестве примера на рисунке 2 представлено распределения относительных изменений скорости продольных волн (%) в образце мрамора после динамического воздействия. Осуществлялось прозвучивание образца по сетке с шагом 3 см с использованием прибора УК-14П.

Неоднородность состава горных пород как совокупности зерен минералов, имеющих в силу различного химического состава отличные физические свойства, в том числе упругие и прочностные, обуславливает разброс их значений, который принято количественно оценивать коэффициентом вариации. Для оценки упругих и прочностных свойств отдельных минералов и горных пород проведены экспериментальные исследования с применением методов нано- и микроиндентирования, позволяющие определять твердость и модуль Юнга, вязкость разрушения образцов на различных масштабных уровнях. Результаты исследований отражены в работе [3] и частично представлены в таблице 1.

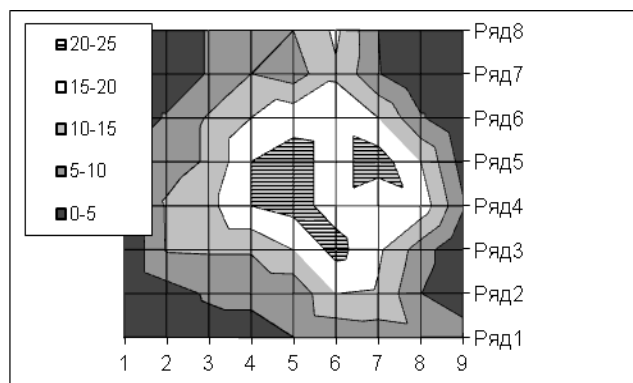


Рисунок 2 – Изменение скорости продольных волн в образце мрамора после динамического воздействия

Таблица 1 – Результаты исследований упругих и прочностных свойств горных пород

Показатели	Кварцит	Песчаник	Доломит	Гранит
Модуль Юнга, ГПа	170	90	40	85
Коэффициент вариации, %	9,1	9,0	20,1	5,0
Твердость, ГПа	6,5	9,3	0,9	9,5
Коэффициент вариации, %	17,8	14,4	57,0	7,1

Таким образом, с помощью современных методов физического эксперимента оптической и электронной микроскопии, ультразвукового контроля, нано- и микроиндентирования выполнено изучение элементов структуры горных пород, рассмотрена ее эволюция в условиях динамического воздействия как результат развития микродефектов.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (проект № 16-17-00066).

Список литературы:

1. Ботвина, Л.Р. Разрушение: кинетика, механизмы, общие закономерности /Л.Р. Ботвина. – М.: Наука, 2008. –334 с.
2. Шемякин, Е.И. Геомеханика глубоких подземных сооружений /Е.И. Шемякин //Бюллетень Белорусской горной академии. 1998 –№1. С.4-9.
3. Бетехтин, В.И. Эволюция микроскопических трещин и пор в нагруженных твердых телах/ В.И. Бетехтин, А.Г.Кадомцев //Физика твердого тела.2005. т.47, вып.5 . С.801-807.
4. Викторов, С.Д. Развитие микротрещин при динамическом разрушении горных пород / С.Д. Викторов, А.Н.Кочанов// Изв. РАН.Серия физическая. – 2015. – т.79, №6. – С. 829-831.
5. Викторов, С.Д. Динамика упорядочивания микроструктуры и свойств образцов горных пород в результате взрывного воздействия/ С.Д. Викторов, А.Н. Кочанов// Изв. РАН. Серия физическая. – 2014. – т.78, №4. – С. 385-391.
6. Головин, Ю.И., Размерные эффекты упругих и прочностных свойств отдельных фаз и межфазовых границ поликристаллических материалов /Ю.И. Головин, С.Д. Викторов, А.И. Тюрин, А.Н. Кочанов., А.В. Шуклинов, Т.С. Пирожкова, И.А. Шуварин // Изв. РАН. Серия физическая. 2016. –Т. 80, № 5. –С. 573–577.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ И ПРОЦЕССОВ ПОЛЯРИЗАЦИИ
КРИСТАЛЛОВ ТГС С ПЛАВНЫМ ГРАДИЕНТОМ КОНЦЕНТРАЦИИ
ПРИМЕСИ L-А- АЛАНИНА**

¹Шут В.Н., ¹Мозжаров С.Е., ²Кашевич И.Ф.

¹Институт технической акустики НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь

²ВГУ им. П.М. Машерова, г. Витебск, Беларусь, E-mail: kashevich@tut.by

Наличие градиента неизоморфной и неполярной примеси хрома в кристаллах ТГС приводит к формированию униполярного состояния – несимметричности диэлектрических характеристик образцов по отношению к знаку приложенного поля [1,2]. Это объяснялось поляризующим действие градиента концентрации примеси grad (σ_c) (σ_c – вариация концентрации примеси) на формирование униполярной доменной структуры и стабилизацию спонтанной поляризации. Наиболее ярким примером создания униполярного состояния и стабилизации спонтанной поляризации является допирование во время выращивания кристаллов ТГС полярными примесями L- α -аланина (АТГС), которые изоморфно замещают часть молекул глицина I. Представляет интерес исследование доменной структуры и свойств кристаллов ТГС с градиентом изоморфной и полярной примеси L- α - аланина.

Изучение доменной структуры кристаллов ТГС с плавным градиентом концентрации полярной примеси L- α - аланина (ТГС-АТГС) проводили методом нематических жидких кристаллов в поляризационном свете с помощью оптического микроскопа. На полярный скол неоднородного кристалла ТГС с L- α - аланином, полученном по разработанной методике, наносили термо- и светостабилизированный НЖК и наблюдали доменную структуру в проходящем поляризованном свете. Исследование влияния градиента концентрации примеси L- α - аланина на формирование доменной структуры проводили путем сравнения с доменной структурой чистого кристалла ТГС, в качестве которого использовалась область затравки. Для этих целей при выращивании кристаллов размер затравки специально подбирался не менее 5 мм. Причем чистые кристаллы ТГС, из которых вырезались затравки, были получены в таких же термодинамических условиях, как и их дальнейшее доращивание из раствора с изменяющимся содержанием примеси.

На рисунке 1 приведены микрофотографии полученной доменной структуры ТГС с плавным градиентом примеси L- α - аланина. Фотографии поверхности образца сделаны последовательно с шагом 2,0 мм, начиная от области затравки, в направлении нормально к грани (110), т.е. от беспримесной области к краю образца, содержащего максимальное количество примеси L- α - аланина (4,6 % вес. в растворе). По мере продвижения по образцу концентрация примеси плавно увеличивалась, т.к. согласно условиям роста, концентрация примеси в растворе изменялась приблизительно со скоростью 0,5 % вес./мм.

Из рисунка 1 видно, что доменная структура беспримесной области соответствует типичной полидоменной структуре ТГС с небольшим коэффициентом униполярности k . По мере увеличения примеси в растворе происходит достаточно быстро частичная (рис.1,б,в) или полная (рис.1,г) монополизация доменной структуры при концентрациях примеси аланина 2,5–3,5 % вес. в растворе.

Согласно литературным данным [3], полностью монодоменным состоянием характеризуется ТГС, легированный аланином не менее 10% вес. в кристалле. Поскольку коэффициент распределения примеси в данном случае меньше единицы, то можно предположить, что монодоменизирующее влияние на состояние доменной структуры кристаллов ТГС с плавным градиентом примеси L- α - аланина оказывает неоднородное распределение примеси.

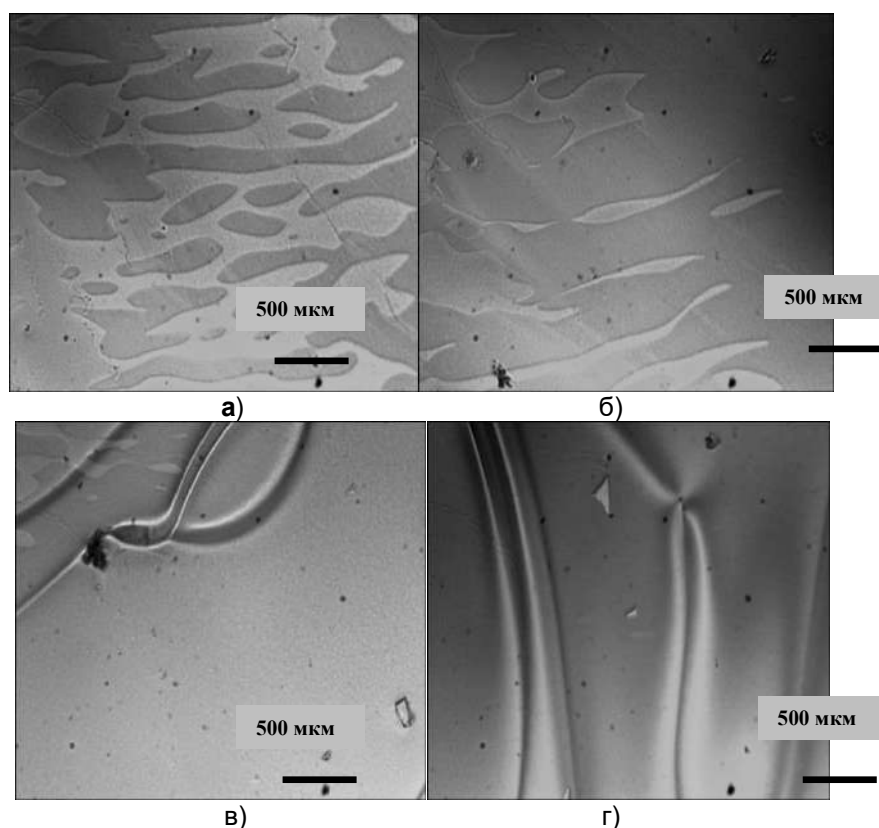


Рисунок 1 – Микрофотографии доменной структуры ТГС – АТГС: а – область беспримесного кристалла, б, в, г – области, соответствующие росту кристалла из раствора, содержащего примесь L-α- аланина ~ 1 вес.%; 2,5 вес.%; 3,5 вес.%, соответственно

Исследовать формирование определенного характера доменной структуры по границам не представлялось возможным – быстрорастущие грани выклинились, морфология образца была представлена немногочисленными медленно растущими границами.

В результате проведенных исследований было также установлено, что поляризационные свойства полученных кристаллов зависели от индекса пирамиды роста и концентрации примеси аланина. На рисунке 2 приведены петли диэлектрического гистерезиса для областей, которые соответствуют всему образцу (рис.2,а), беспримесной центральной части (рис.2,б) и участкам образца, приведенных на рисунке 1,б, в (рис.2,в,г). Эти данные принадлежат областям образца с различным типом доменной структуры – полидоменной, униполярной, монодоменной.

Из рисунка видно, что коэффициент униполярности целого образца составляет $k^* \sim 30\%$ (см. рис.2,а), по оси Р петля симметрична. Для области затравки, т.е. беспримесного кристалла, характерна симметричная петля с коэффициентом динамической униполярности не выше 10%. Участки кристалла, включающие градиент примеси, имели смещенные петли гистерезиса как по оси Е, так и по оси Р, с низкими значениями реверсируемой спонтанной поляризации. Согласно этим данным переключаемая часть спонтанной поляризации уменьшается, свидетельствуя о зажатии (пиннинге) доменов. Необходимо отметить, что наряду с переполяризационными свойствами и доменной структурой, характерной для достаточно «жесткого» сегнетоэлектрика (области кристалла ТГС принадлежащие пирамидам роста $\{111\}$ и $\{110\}$), кристалл имел участки, обладающие полидоменной структурой и небольшими коэффициентами динамической и статической униполярности.

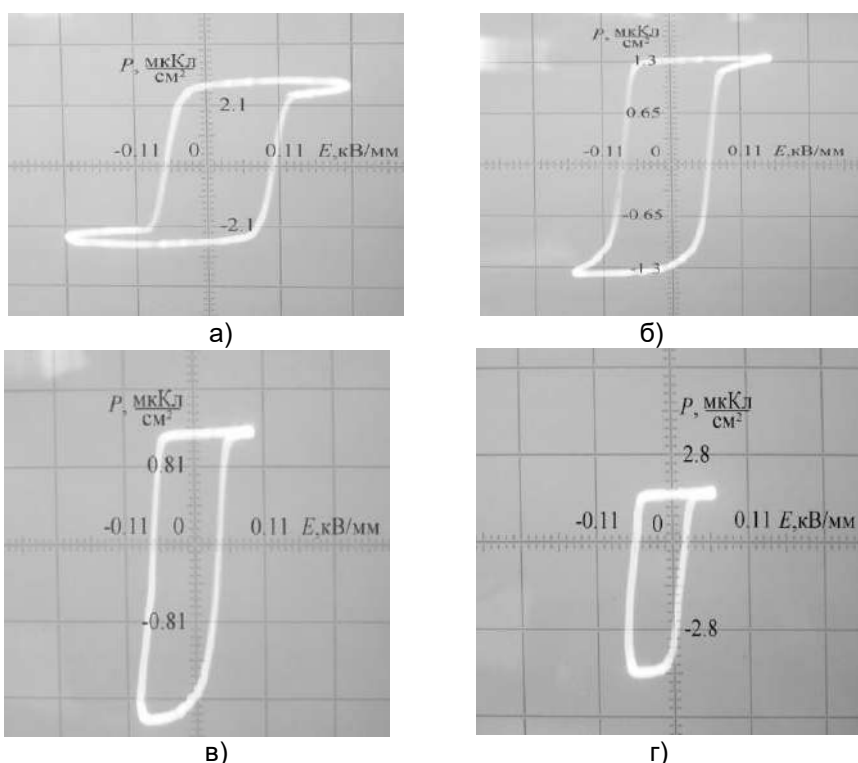


Рисунок 2 – Петли диэлектрического гистерезиса ТГС –АТГС: а) – для всего образца, б) – для области затравки, в), г) – для областей, соответствующие росту кристалла из раствора, содержащего примесь L-α- аланина ~ 2,5 вес.% и 3,5 вес.% соответственно

Это связано, по-видимому, с взаимодействием векторов спонтанной поляризации P_s и градиента концентрации примеси $\text{grad}(\sigma_c)$ – в данном случае они нормальны друг другу, и поляризующее влияние на состояние доменной структуры оказывает только полярная примесь аланина.

Указанные выше характеристики целого образца являются интегральными, включающими участки с противоположной поляризацией областей, и поэтому для него не наблюдалось высоких униполярных свойств, характерных для легированных полярной примесью кристаллов ТГС.

Проведенные исследования показали, что существует корреляция доменной, примесной структур и поляризационных свойств кристаллов ТГС с плавным изменением концентрации полярной примеси аланина. Создание плавного градиента изоморфной примеси L-α- аланина, которая является полярной примесью и оказывает поляризующее действие даже при однородном распределении, может быть эффективным фактором для монодоменизации образцов ТГС при невысоких концентрациях L-α- аланина.

Список литературы:

1. V. N. Shut, I. F. Kashevich. Formation of the unipolar state in hydrogenous ferroelectric crystals// *Ferroelectrics*. – 2007. - V.350. - P. 57-64.
2. Кашевич И.Ф., Шут В.Н, Воттс Б.Э. Сегнетоэлектрические водорастворимые кристаллы с закономерно-неоднородным распределением примеси // *Кристаллография*.- 2004.- Т.49, №2. – С. 253-257.
3. N. Kubota, J. Fukazawa, H. Jashiro// *J. Crystal Growth* . -V.149 (1995).-P. 113.

**НОВАЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННАЯ КЕРАМИКА ИЗ БАДДЕЛЕИТА С
УЛУЧШЕННЫМИ МЕХАНИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ ДЛЯ БИМЕДИЦИНСКИХ
ПРИМЕНЕНИЙ**

**Тюрин А.И., Жигачев А.О., Умрихин А.В., Родаев В.В.,
Коренков В.В., Пирожкова Т.С.**

*Научно-исследовательский институт «Нанотехнологии и наноматериалы» ФБГОУ
ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»,
г. Тамбов, Россия, E-mail: tyurin@tsu.tmb.ru*

Одной из фундаментальных материаловедческих проблем является исследование процессов, приводящих к повышению прочностных характеристик различных материалов, физических механизмов такого упрочнения и разработка на этой основе эффективных технологий производства высокопрочных материалов. Успешные шаги в этом направлении способны обеспечить дальнейшее развитие таких наукоемких отраслей как авиационная и космическая техника, атомная энергетика, медицина, наноэлектроника и пр., а также машино- и судостроение, обрабатывающая и добывающая промышленность и т.д. Упрочнение материала подразумевает необратимое улучшение комплекса механических характеристик и повышение их стойкости по отношению к механическим, химическим, электромагнитным, тепловым, радиационным и др. воздействиям. Такое упрочнение может быть достигнуто как при обработке уже готового изделия, так и непосредственно в процессе производства материала.

При этом, как с фундаментальной, так и с практической точки зрения огромный интерес вызывают керамические материалы. Высокая биосовместимость; химическая, радиационная и коррозионная стойкость в сочетании с уникальными механическими характеристиками определяют применимость керамических материалов в медицине, металлургии, машиностроении, атомной, добывающей, перерабатывающей, электротехнической и легкой промышленности [1-4]. Подавляющее большинство керамических материалов, обладающих перечисленными выше свойствами, было разработано на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия при комнатной температуре в высокотемпературной тетрагональной фазе (*t*-фаза), поскольку стабилизированный диоксид циркония обладает рекордно высокими для оксидных керамик прочностью на изгиб (более 900 МПа) и ударной вязкостью (более 9 МПа·м^{1/2}). Однако высокая стоимость исходного сырья (искусственно синтезированного диоксида циркония и стабилизатора) заставляет искать альтернативные и более дешевые аналоги.

В качестве таких аналогов могут выступать бадделеит (дешевый природный диоксид циркония) и оксид кальция. Однако, несмотря на наличие крупных природных месторождений бадделеита, до сих пор не существует хорошо разработанных методик и технологий получения наноструктурированных керамик на его основе, обладающих высокими пластичными и прочностными свойствами, способными удовлетворять высоким требованиям, предъявляемым в медицине (например, к медицинским имплантам).

Поэтому целью работы заключалась в разработке нового класса высокопрочных наноструктурированных циркониевых керамик на основе бадделеита и стабилизирующей добавки (СаО), установление взаимосвязи между условиями синтеза, структурой и прочностными свойствами.

Традиционные методы, используемые для синтеза наноструктурированных керамик на основе искусственно синтезированного диоксида циркония практически не могут быть использованы для бадделеита – природного диоксида циркония. В настоящем исследовании наноструктурирование исходного сырья проводили с помощью высокоэнергетического размола бадделеита вместе со стабилизирующей добавкой СаО. Молотый порошок сушили при 80° С и атмосферном давлении в течение 24 ч, чтобы удалить воду. Высушенные порошки формовали в виде таблеток, диаметром 10 мм и толщиной 2-3 мм. Для получения плотных наноструктурированных керамик спекание осуществляли двухступенчато. Образцы нагревали до 1300°С, затем выдерживали при этой температуре в течение 5 минут, затем охлаждали до

температуры 1200 °С и выдерживали в течение 4 ч, после чего охлаждали до комнатной температуры. Скорость нагрева и охлаждения составляла 5°С/мин. Описанный выше режим спекания позволяет избежать создания больших внутренних напряжений и растрескивания керамики. Описанный режим позволяет получить керамики с относительной плотностью выше 0,98-0,99 и размером зерна менее 120 нм.

Основные механические свойства полученной керамики – твердость – H , модуль Юнга – E , вязкость разрушения – K_{IC} и локальный коэффициент трения – k определяли с помощью методов микро- и наноиндентирования [5–14] на приборах TriboindenterTi – 950 (Hysitron, США) и DuraminA300 (Struers, Дания) с использованием инденторов Берковича и Виккерса.

Определенные значения H и E в зависимости от глубины вдавливания для ряда новых наноструктурированных керамик на основе бадделеита представлены на рисунке 1. Для сравнения на этом же рисунке приведены значения твердости и модуля Юнга, характерные для типичной наноструктурированной циркониевой керамики на основе искусственно синтезированного диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия.

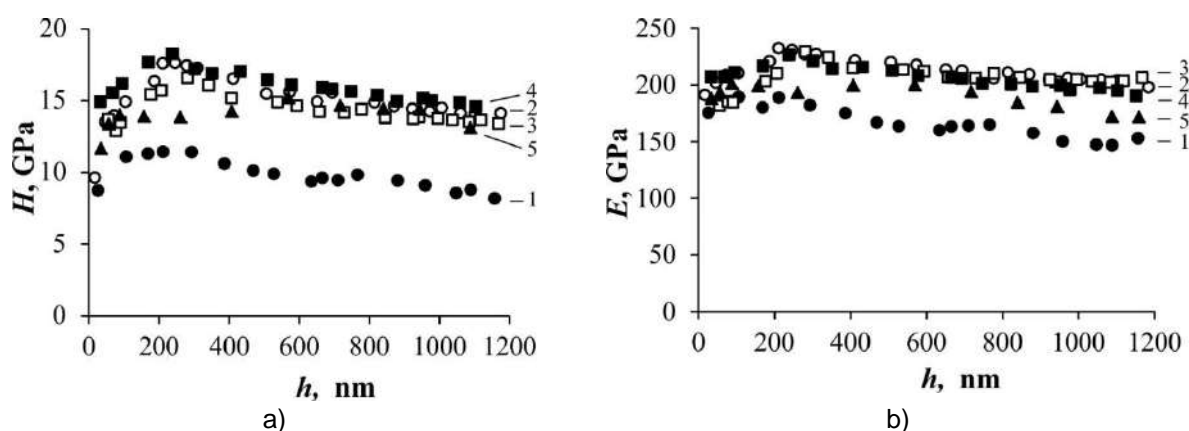


Рисунок 1 – Зависимость твердости H (а) и модуля Юнга E (б) от глубины отпечатка h при индентировании наноструктурированной керамики на основе бадделеита (1 – 2,2 % CaO; 2 – 4,4 % CaO; 3 – 6,5 % CaO; 4 – 10,5 % CaO) и на основе искусственно синтезированного диоксида циркония (5)

Проведенные исследования (рис.1) показывают, что локальные механические свойства полученных керамик в значительной степени зависят от концентрации стабилизирующей добавки (CaO). Так наибольшие значения твердости и модуля Юнга при глубинах 50 нм и 1000 нм показали керамики с концентрацией 6,5 % CaO, а наименьшие – с концентрацией 2,2 % CaO.

Из рисунке 1,б видно, что твердость всех полученных керамик возрастает с ростом нагрузки на индентор и глубины отпечатка, вплоть до глубины порядка 100-120 нм, а затем начинает закономерно уменьшаться с ростом глубины отпечатка.

Зависимость твердости от нагрузки на индентор или глубины отпечатка известно как размерный эффект при индентировании. За последние несколько десятилетий для разных материалов, был разработан целый ряд объяснений размерного эффекта от хорошо установленной теории градиентной пластичности и зарождения дислокаций до изменения доминирующих микромеханизмов пластичности во время формирования отпечатка; фазовых переходов; процессов микрорастрескивания и д.т.

Исследование вязкости разрушения – K_{IC} и коэффициента трения – k показало, что для приготовленной керамики значения K_{IC} находятся в пределах от 4 до 13,3 МПа·м^{1/2}, а значения k ниже 0,15. Наивысшее значение $K_{IC}=13,3$ МПа·м^{1/2} соответствует твердости 10,8 ГПа и наблюдается в керамике при 6,5% CaO. Эти значения не уступают и даже несколько лучше, чем аналогичные значения для промышленной стабилизированной иттрием керамики, полученной из химически осажденного диоксида циркония.

Таким образом, на основе анализа физико-механических и трибологических свойств полученных керамик и, принимая во внимание то, что циркониевые керамики

является биосовместимыми и химически инертными, можно сделать вывод о том, что по своим механическим свойствам новые разработанные наноструктурированные керамики на основе бадделеита не уступают более дорогим циркониевым керамикам на основе искусственно синтезированного диоксида циркония.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 16-19-10405).

Список литературы:

1. Antoniaci V. (ed.) Handbook of Bioceramics and Biocomposites. Springer. 2015. 1386 p.
2. Attaf B. (ed.) Advances in composite materials for medicine and nanotechnology. In Tech, 2011. 648 p.
3. Ivanova E.P., Bazaka K., Crawford R.J. New functional biomaterials for medicine and healthcare. Wood head Pub. 2014. 226 p.
4. Ma P.X. (ed.) Biomaterials and Regenerative Medicine. Cambridge University Press. 2014. 704 p.
5. Oliver W.C., Pharr G.M. // Journal of materials research. 2004. V. 19. P. 3-20.
6. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2008. 312 с.
7. Ponton C.B., Rawlings R.D. // Materials Science and Technology. 1989. V. 5. P. 865-872.
8. Ponton C.B., Rawlings R.D. // Materials Science and Technology. 1989. V. 5. P. 961-976.
9. Bhushan B. Introduction to tribology. John Wiley & Sons, Ltd. New York. 2013. 714 p.
10. Golovin Yu. I., Ivolgin V.I., Tyurin A.I., Khonik V.A. // Physics of the Solid State. 2003. V. 45. № 7. P. 1267–1271.
9. Головин Ю.И., Тюрин А.И. // Кристаллография. 1995. Т. 40. № 5. С. 884-886.
10. Головин Ю.И., Шибков А.А., Боярская Ю.С., Кац М.С., Тюрин А.И. // ФТТ. 1988. № 11. С. 3491-3495.
11. Golovin Yu.I., Tyurin A.I. <http://elibrary.ru/item.asp?id=13234008> // Physics of the Solid State. 1996. Т. 38. № 6. С. 1000-1003.
12. Головин Ю.И., Иунин Ю.Л., Тюрин А.И. // ДАН. 2003. Т. 392. № 3. С. 336-339.
13. Викторов С.Д., Головин Ю.И., Кочанов А.Н., Тюрин А.И., Шуклинов А.В., Шуварин И.А., Пирожкова Т.С. // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2014. № 4. С. 46-54.
14. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Aslanyan E.G., Pirozhkova T.S., Vorob'ev M.O. // Measurement Techniques. 2016. V. 59. N 9. P. 911-915.

ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРНЫХ ЭФФЕКТОВ В КОЭФФИЦИЕНТЕ ТРЕНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ В МИКРО- И НАНОШКАЛЕ

Тюрин А.И., Пирожкова Т.С.

Научно-исследовательский институт «Нанотехнологии и наноматериалы»
ФБГОУ ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»,
г. Тамбов, Россия, E-mail: tyurin@tsu.tmb.ru

Трение является одним из неотъемлемых процессов сопровождающих взаимодействие различных деталей и механизмов. При этом, несмотря на огромный опыт эксплуатации готовых изделий и большое количество публикаций [1–10], до сих пор остаются дискуссионными вопросы связанные с изучением процесса трения и поведением коэффициента трения различных материалов в микро- и наномасштабе.

Это обусловлено тем, что взаимодействие сопрягающихся поверхностей при трении происходит на микро- и наномасштабе, путем множественных локальных быстротечных контактов возникающих на неровностях с характерными размерами достигающими сотен и даже десятков нанометров и осуществляем достаточно хорошо аттестованных методик и оборудования, способного исследовать и характеризовать эти множественные контакты в большом количестве. Вместе с тем развитие нанотехнологий, переход к устройствам НЭМС и МЭМС стимулирует исследование вопросов связанных с природой трения особенно на микро- и наномасштабе. При этом прямые исследования крайне затруднительны и практически невозможны. Однако смоделировать условия эксплуатации различных конструкций в максимально контролируемых условиях возможно современными методами микро- и нанометрирования, которые позволяют исследовать широкий спектр локальных физико-механических свойств различных материалов [1,7,11-17].

Целью работы явилось смоделировать и изучить процессы, возникающие при трении на микро- и наномасштабе.

Для исследования применяли метод динамического индентирования, который заключается в одновременном приложении к индентору нормальной и латеральной нагрузок и записи кинетически происходящих при этом процессов.

В качестве объектов исследования был выбран ряд практически важных материалов – керамика (высокопрочная наноструктурированная TZP керамика на основе бадделеита – природного диоксида циркония), металлы и металлические сплавы (Al, сталь 3), ионные и ковалентные монокристаллы (LiF, Si, Ge), покрытие WC, полимеры (ПТФЭ, ПММА) для которых в литературе практически отсутствуют данные по масштабной зависимости коэффициента трения, особенно в микро- и наномасштабе.

В качестве контртела применялся сферический индентор (с радиусом $R = 310$ мкм) выполненный из высокопрочной наноструктурированной TZP керамики на основе бадделеита.

Непрерывная регистрация нормальной и латеральной составляющих сил (F_N и F_L) и смещений (h_N и h_L) реализуемых при воспроизведении трибоконтактов индентором и дальнейший анализ регистрируемых данных позволяет моделировать процессы трения и износа. Мерой оценки служит коэффициент трения $k_{тр}$, который определяется отношением силы сопротивления относительно перемещению индентора при трении (латеральной силы F_L) и нормальной составляющей реакции внешних сил F_N , действующих на поверхность тела в зоне контакта.

Полученные зависимости значений $k_{тр}$ от F_N для ряда исследованных материалов приведены на рисунке 1. Их анализ показывает, что все они имеют характерный достаточно ярко выраженный минимум, соответствующий некоторому оптимальному значению нормальной силы F_{Nopt} .

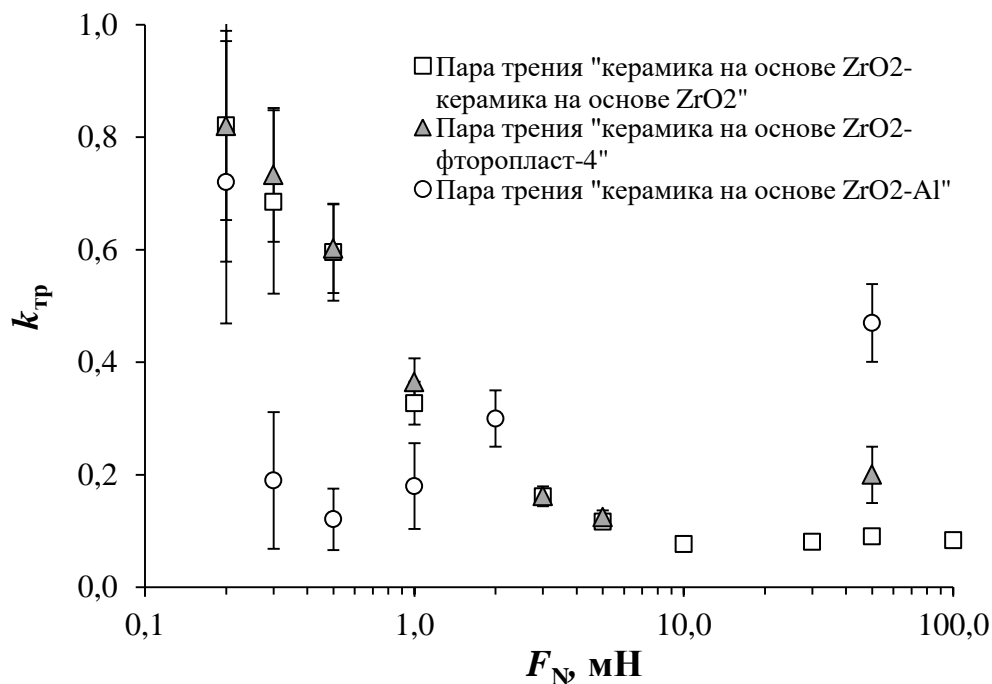


Рисунок 1 – Экспериментальная зависимость коэффициента трения $k_{тр}$ от величины нормальной нагрузки F_N для ряда исследованных материалов

В теоретических оценках, проводимых на основе молекулярно-механической теории трения, развитой Ф.Боуденом, Д.Тейбором, Б.В.Дерягиным и др. [1-10], процессы трения принято рассматривать как процесс взаимодействия шероховатости и волнистости поверхностей контактирующих тел. Этот процесс происходит всегда дискретно, т.е. происходит в отдельных пятнах локальных контактов и разбивается на молекулярную $k_{тр.мол.}$ и деформационную $k_{тр.деф.}$ составляющие коэффициента трения [1-10]. При этом $k_{тр}$ может быть представлен в виде выражения (1)

$$k_{тр} = k_{тр.мол.} + k_{тр.деф.} = \frac{F_{тр.мол.}}{F_N} + \frac{F_{тр.деф.}}{F_N} \quad (1)$$

Теоретический анализ [3-5] показывает, что при упругом контакте с увеличением нагрузки молекулярная составляющая коэффициента трения уменьшается, а деформационная – возрастает. В общем случае это приводит к тому, что на зависимости коэффициента трения от нормальной нагрузки наблюдается характерный минимум, соответствующий некоторым оптимальным значениям F_N [5].

Сопоставление полученных экспериментальных данных (рис.1) с ходом теоретической зависимости коэффициента трения от нормальной нагрузки показывает на их хорошее качественное соответствие для всех исследованных материалов.

Кроме того полученные данные показывают на наличие размерных эффектов в коэффициенте трения для всех исследованных материалов, которые выражаются в том, что с ростом нагрузки, а следовательно и размера зоны контакта взаимодействующих тел, коэффициент трения вначале достаточно резко падает с ростом нормальной нагрузки, вплоть до некоторого значения $F_{N_{опт}}$, а затем начинает расти с ростом F_N . Величина $F_{N_{опт}}$ зависит от типа исследованного материала и пары трения. Так, например, для пары трения TZP керамика – фторопласт величина $F_{N_{опт}} = 5$ мН; для пары трения TZP керамика – Al, $F_{N_{опт}} = 0,5$ мН; для пары трения TZP керамика – TZP керамика, $F_{N_{опт}} = 10$ мН (см. рис.1.).

Таким образом в работе для широкого класса материалов (керамики, ковалентные и ионные монокристаллы, металлы и металлические сплавы, полимеры) установлено влияние масштабного фактора на коэффициент трения в микро- и

наношкале. Для всех материалов и пар трения, в исследованном диапазоне нормальных нагрузок, показано хорошее качественное соответствие хода теоретических и экспериментальных зависимостей коэффициента трения от F_N .

Исследование выполнено за счет средств гранта Российского научного фонда (проект 15-19-00181).

Список литературы:

1. Bhushan B. Introduction to tribology. John Wiley & Sons, Ltd. New York. 2013. 714 p.
2. Lyubimov D., Dolgopolov K., Pinchuk L. Micromechanisms of Friction and Wear: Introduction to Relativistic Tribology. – Springer Science & Business Media, 2013. 210.
3. Мышкин Н.К., Петроковец М.И. Трение, смазка, износ: физические основы и технические приложения трибологии. М.: ФИЗМАТЛИТ. 2007. 370 с
4. Основы трибологии (трение, износ, смазка) / под ред А.В. Чичинадзе. М.: Машиностроение. 2001. 664 с.
5. Пенкин Н.С., Пенкин А.Н., Сербин В.М. Основы трибологии и триботехники. М: Машиностроение, 2008. 206 с
6. Боуден Ф.П., Тейбор Д. Трение и смазка твердых тел. М.: Машиностроение. 1968. 544 с.
7. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2008. 312 с.
8. Дедков Г.В. Нанотрибология: экспериментальные факты и теоретические модели // Успехи физических наук. 2000, Т.170, №6, С. 586-618.
9. Рехвиашвили С. Ш. Дислокационный механизм трения при взаимодействии нанозонда с поверхностью твердого тела // Журнал технической физики. 2002. Т. 72. №. 2. С. 140-142.
10. Myshkin N. K., Braunovich M., Konchits V. V. The mechanics and tribophysics of electrical contacts // Journal of Friction and Wear. 2015. V. 36. №. 6. P. 454-467.
11. Golovin Yu. I., Ivolgin V.I., Tyurin A.I., Khonik V.A. Serrated deformation of aPd₄₀Cu₃₀Ni₁₀P₂₀ bulk amorphous alloy during nanoindentation // Physics of the Solid State. 2003. V. 45. № 7. P. 1267–1271.
12. Головин Ю.И., Тюрин А.И. Динамика и микромеханизмы ранних стадий внедрения жесткого индентора при микроиндентировании ионных кристаллов // Кристаллография. 1995. Т. 40. № 5. С. 884-886.
13. Головин Ю.И., Шибков А.А., Боярская Ю.С., Кац М.С., Тюрин А.И. Импульсная поляризация ионного кристалла при динамическом индентировании // Физика твердого тела. 1988. № 11. С. 3491-3495.
14. Golovin Yu.I., Tyurin A.I. Dynamics and micromechanisms of the deformation of the ionic crystals in pulsed microindentation // Physics of the Solid State. 1996. Т. 38. № 6. С. 1000-1003.
15. Головин Ю.И., Иунин Ю.Л., Тюрин А.И. Скоростная чувствительность твердости кристаллических материалов в условиях динамического наноиндентирования // Доклады Академии наук. 2003. Т. 392. № 3. С. 336-339.
16. Викторов С.Д., Головин Ю.И., Кочанов А.Н., Тюрин А.И., Шуклинов А.В., Шуварин И.А., Пирожкова Т.С. Оценка прочностных и деформационных характеристик минеральных компонентов горных пород методом микро- и наноиндентирования // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2014. № 4. С. 46-54.
17. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Aslanyan E.G., Pirozhkova T.S., Vorob'ev M.O. Local physicomechanical properties of materials for use in calibration of nanoindentation instruments // Measurement Techniques. 2016. V. 59. N 9. P. 911-915.

**РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВАХ И
МИКРОМЕХАНИЗМЫ ЛОКАЛЬНОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ
ПРИ НАНО- И МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ**

Головин Ю.И., Тюрин А.И., Пирожкова Т.С.

*Научно-исследовательский институт «Нанотехнологии и наноматериалы» ФБГОУ
ВО «Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина»,
г. Тамбов, Россия, E-mail: golovin@tsu.tmb.ru*

Физико-механические свойства многих материалов (как традиционных, так и особенно новых, наноструктурированных) в субмикронных и нано- объемах, тонких пленках и приповерхностных слоях могут сильно отличаться от макроскопических. Такое различие принято квалифицировать как размерные эффекты (РЭ) [1–4].

В качестве характерного размера R^* , определяющего границу перехода между макроскопическими и наноразмерными свойствами, могут выступать как внешние геометрические размеры образца, радиус контактного пятна при локальном деформировании, так и характерные размеры микроструктуры (размеры фаз, зерен, пор, дислокационных скоплений, двойников, толщина слоев/пленок и др.). С точки зрения чувствительности нано- и микромеханических свойств к величине R^* все материалы можно условно разделить на два класса – имеющие РЭ и не демонстрирующих таковых (по крайней мере, в диапазоне R^* от единиц nm до многих десятков μm) [4-9]. Атомные механизмы столь различного поведения не вполне ясны.

Целью работы было исследование РЭ в твердости; проведение термоактивационного анализа и выявление доминирующих атомных механизмов локального деформирования материала под индентором на разных стадиях его погружения, т.е. при разном характерном размере зоны пластической деформации, за который принималась глубина отпечатка h ; установление взаимосвязи между РЭ и атомными механизмами локального деформирования ряда репрезентативных представителей материалов различных классов.

Для исследования были выбраны репрезентативные представители материалов различных классов: мягкие металлы (монокристаллический Al, поликристаллические Cu, Nb, Ni); жесткие ионные и ковалентные монокристаллы (сапфир, кремний, фторид лития); полимеры (поликарбонат, PC и политетрафторэтилен, PTFE); наноструктурированная TZP керамика с размером зерен ~ 130 nm на основе бадделеита – природного диоксида циркония и аморфный материал (плавленный кварц).

В совокупности эти материалы охватывают широкий диапазон упругих и прочностных свойств: около 3 порядков по твердости H и более 2 порядков по модулю Юнга E .

Измерение твердости на микро- и наноуровне проводили на нанотрибоиндентометре (TribolIndenter TI-950) фирмы Hysitron (USA) в диапазоне нормальной силы от 10 μN до 1 N, прикладываемой к индентору. Для испытаний в микро- и макрошкале использовали твердомеры G200 фирмы MTS (USA), Duramin A300 фирмы Struers (Denmark) и TNi-micro (собственной разработки). Значения E и H_0 определяли по методике Оливера-Фарра [9] из характерных $P-h$ диаграмм.

Анализ зависимостей твердости от глубины отпечатка для исследованных материалов показывает, что твердость поликарбоната и сапфира, как и плавленного кварца, не зависит от P и h , оставаясь практически постоянной в диапазоне глубин отпечатка от нескольких десятков nm до нескольких μm . Другая группа материалов (TZP керамика, Si, LiF, PTFE и др.) демонстрирует слабую размерную зависимость твердости, проявляющуюся в уменьшении ее величины с ростом глубины отпечатка в диапазоне от 100 nm до нескольких десятков μm , а также еще большее уменьшение твердости с уменьшением нагрузки и глубины отпечатка в область $h < 100$ nm.

Наиболее ярко РЭ проявляется в исследованных металлах (Al, Cu, Nb, Ni), у которых на зависимостях $\lg H(\lg h_c)$ можно выделить несколько прямолинейных участков, имеющих различные коэффициенты наклона n . Так, например, для Cu, Nb и Ni РЭ проявляется вплоть до глубины в несколько μm , после которой начинается

область с $H=\text{const}$. Для Al участок с $n=0.17$ простирается по h_c более, чем на три порядка величины (от 30 nm и, по меньшей мере, до 90 μm), и даже при такой глубине еще не достигается состояние с $H=\text{const}$.

Для выявления физических причин наличия или отсутствия РЭ, а также выяснения микромеханизмов массопереноса под индентором был проведен термоактивационный анализ и определены активационные и энергетических параметры (активационный объем $-\gamma$ и удельная энергия образования пластического отпечатка - W) процесса локального деформирования [4, 10-14].

Анализ зависимостей γ и W от h показывает, что в исследованном диапазоне глубин (от 20 nm до нескольких десятков μm) значения величин γ для плавленого кварца, PC, Si и PTFE вначале растут до некоторого критического значения глубины отпечатка h_{cr} , а затем остаются практически постоянными (например, для плавленого кварца $-h_{cr} \approx 100$ nm, для поликарбоната $h_{cr} \approx 200$ nm). Для сапфира, TZP керамики, LiF и Al числовые значения γ растут во всем исследованном диапазоне h .

Величина W для всех исследованных материалов вначале растет до некоторого значения h_w , принимая при этом максимальные значения, а затем начинает уменьшаться с ростом h и выходит на постоянный уровень. При этом, для плавленого кварца, PC и PTFE достижение значений h_{cr} , отмечаемое как выход на насыщение величины γ , соответствует и выходу на постоянные значения величины W (см. рис.1).

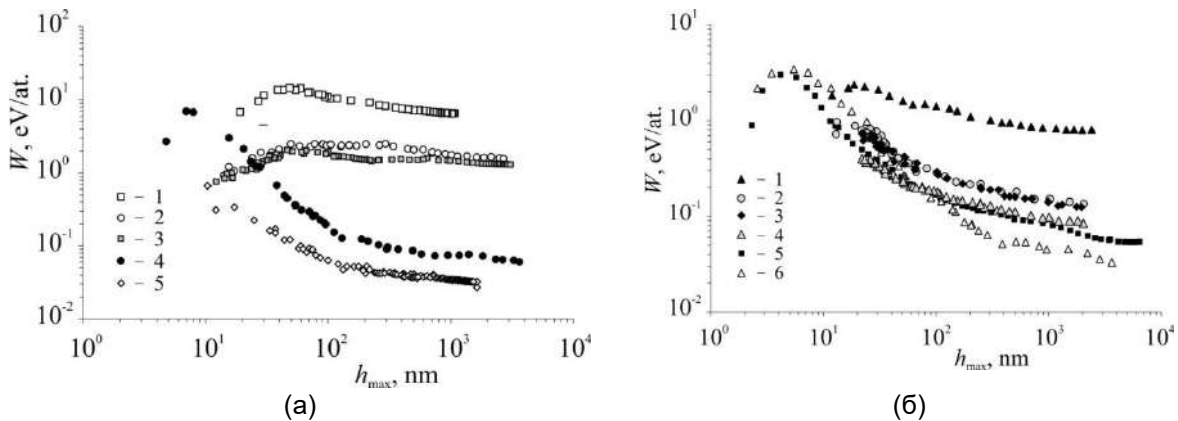


Рисунок 1 – Зависимость удельной энергии W , рассеиваемой при формировании отпечатка, от максимальной глубины отпечатка – h_{max} .
 а) сапфир (1), TZP керамика (2), плавленый кварц (3), политетрафторэтилен (4), поликарбонат (5);
 б) Si (1), Nb (2), Ni (3), Cu (4), LiF (5), Al (6)

Числовые значения величин γ и W , полученные для исследованных материалов в интервале h_{max} от нескольких десятков nm до единиц μm , составляют от 10^{-31} до $2 \cdot 10^{-27}$ m^3 и от 0.025 до 10 eV/atom соответственно (в зависимости от типа исследуемого материала и глубины отпечатка).

Низкие значения γ , составляющие $\sim b^3$ (для кристаллических материалов), и порядка нескольких атомарных объемов (для аморфных и полимерных материалов) и высокие – W (от нескольких десятых долей до единиц eV/atom), полученные на начальных стадиях формирования отпечатка, характерны для моно- и/или малоатомных механизмов локального деформирования.

Выход на насыщение величин γ и W при глубинах отпечатка выше некоторого критического значения, характерного для каждого исследованного материала (см. рис.1), может означать начало установившегося доминирующего процесса пластической деформации материала под индентором. На этом участке высокие числовые значения величин γ и низкие для W , полученные для ряда исследованных материалов (LiF, Al, PC и PTFE), свидетельствуют в пользу многоатомных микромеханизмов пластичности. И для LiF, и для Al они согласуются со значениями, характерными для дислокационного течения.

Таким образом, методами микро- и наноиндентирования в широком диапазоне глубины отпечатка h (от десятков nm до нескольких μm) изучены размерные эффекты в

твердости нескольких классов материалов: ионные и ковалентные монокристаллы (сапфир, кремний, фторид лития); металлы (монокристаллический Al, поликристаллические – Cu, Ni, Nb); керамики (высокопрочная наноструктурированная TZP керамика на основе природного минерала диоксида циркония – бадделеита); аморфные материалы (плавленый кварц); полимеры (поликарбонат и политетрафторэтилен). Показано, что некоторые из них демонстрируют сильные РЭ в твердости, другие – слабые, а третьи – вовсе их отсутствие. Проведен термоактивационный анализ и определены активационные и энергетические характеристики процессов локального деформирования под индентором, которые поставлены в соответствие с доминирующими микромеханизмами пластичности исследованных материалов на разных стадиях формирования отпечатка, а также с особенностями РЭ.

Исследования выполнены при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 15-19-00181).

Список литературы:

1. Springer Handbook of Nanotechnology / ed. B. Bhushan. Springer-Verlag, Berlin. (2010). 1968 p.
2. Головин Ю.И. Основы нанотехнологий. Машиностроение, М. (2012). 656 с.
3. Fischer-Cripps A.C. Nanoindentation. Springer, New York. (2011). 279 p.
4. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. Машиностроение, М. (2009). 312 с.
5. Nix W.D., Gao H. // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 1998. V. 46. N 3. P. 411-422.
6. Головин Ю.И. // ФТТ. 2008. V. 50. N 12. С. 2113-2142.
7. Головин Ю.И., Васюков В.М., Коренков В.В., Столяров Р.А., Шуклинов А.В., Поляков Л.Е. // ЖТФ. 2011. Т. 81. N 5. С. 55-58.
8. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Асланян Э.Г., Пирожкова Т.С., Воробьев М.О. // Измерительная техника. 2016. № 9. С. 7-10.
9. Oliver W.C., Pharr G.M. // J. Mater. Res. 2004. V. 19. N 1. P. 3-14.
10. Головин Ю.И., Тюрин А.И. // Кристаллография. 1995. Т. 40. № 5. С. 884-888.
11. Головин Ю.И., Иунин Ю.Л., Тюрин А.И. // ДАН. 2003. Т. 392. № 3. С. 336-339.
12. Викторов С.Д., Головин Ю.И., Кочанов А.Н., Тюрин А.И., Шуклинов А.В., Шуварин И.А., Пирожкова Т.С. // Физико-технические проблемы разработки полезных ископаемых. 2014. Т. 50. Т 4. С. 46-54.
13. Головин Ю.И., Тюрин А.И., Хлебников В.В. // ЖТФ. 2005. Т. 75. N 4. С. 91-95.
14. Golovin Yu.I., Tyurin A.I., Farber V.Ya. // Philosophical Magazine A. 2002. V. 82. N 10. P.1857-1864.

ВЫСОКОСКОРОСТНАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВОВ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ ВЫСОКОЙ МОЩНОСТИ^{1,2}Малашенко В.В., ³Малашенко Т.И., ²Глазунов А.А., ²Носов М.А.¹Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина,
г. Донецк, Украина, E-mail: malashenko@fti.dn.ua²Донецкий национальный университет, г. Донецк, Украина³Донецкий национальный технический университет, г. Донецк, Украина⁴Донецкая академия управления и государственной службы, г. Донецк, Украина

Использование лазеров стало мощным инструментом влияния на различные свойства функциональных материалов, в том числе механические [1]. Уникальные свойства лазерного излучения, в частности, высокая плотность энергии в импульсе, позволяют оказывать существенное влияние на улучшение механических свойств различных изделий. Использование лазеров дает возможность управлять изменениями в системе структурных дефектов, которые влияют на прочность, пластичность и другие механические характеристики обрабатываемых материалов. Лазерные импульсы обеспечивают возможность высокого темпа введения энергии в среду. При облучении кристаллов мощными лазерными импульсами (10^7 - 10^8 Вт см⁻²) образуется ударная волна, при этом генерация точечных дефектов (вакансий и междоузлий) происходит во всем объеме твердого тела, по которому прошел волновой фронт. Изменяя мощность лазерного воздействия, мы можем в широких пределах изменять плотность неравновесных дефектов.

В последние годы все более широкое применение находит высокоскоростная пластическая деформация ([2], [3]), которая реализуется, в частности, при воздействии на кристаллы лазерными импульсами высокой мощности [4]. В ходе этих процессов скорость пластической деформации достигает значений 10^3 - 10^7 с⁻¹, а изменение механических свойств кристаллов определяется главным образом движением дислокаций и их взаимодействием с элементарными возбуждениями кристалла и потенциальными барьерами, создаваемыми различными дефектами структуры. При этом дислокации движутся со скоростями $v \geq 10^{-2}c$, где c – скорость распространения поперечных звуковых волн в кристалле, и преодолевают эти барьеры без помощи тепловых флуктуаций. Это так называемая динамическая область скоростей. Механизм диссипации при динамическом взаимодействии со структурными дефектами заключается в необратимом переходе кинетической энергии дислокации в энергию ее изгибных колебаний в плоскости скольжения ([5],[6],[7]). Этот механизм весьма чувствителен к виду спектра дислокационных колебаний. При высокоскоростной деформации плотность дислокаций достигает весьма больших значений, а взаимодействие дислокаций между собой приводит к перестройке дислокационного спектра, что в свою очередь оказывает существенное влияние на динамическое взаимодействие движущихся дислокаций с различными структурными дефектами. В результате изменяются механические свойства материалов, в частности, динамический предел текучести.

Существенное влияние на движение дислокаций, а, следовательно, и на механические свойства кристаллов, оказывает динамическое взаимодействие дислокаций с зонами Гинье-Престона, образующимися в сплавах в результате искусственного или естественного старения [8].

В работах [8,9] методом молекулярной динамики анализировалось движение краевой дислокации в упругом поле зон Гинье-Престона. В настоящей работе показано, что возрастание плотности подвижных дислокаций при высокоскоростном деформировании приводит к возникновению эффекта сухого трения при их динамическом взаимодействии с зонами Гинье-Престона, в результате чего возрастает динамический предел текучести сплава.

Пусть бесконечные краевые дислокации совершают скольжение в положительном направлении оси OX с постоянной скоростью v в кристалле, содержащем хаотически распределенные зоны Гинье-Престона. Линии дислокаций параллельны оси OZ , их векторы Бюргерса $b=(b,0,0)$ одинаковы и параллельны оси

ОХ. Плоскость скольжения дислокаций совпадает с плоскостью ХОZ. Положение k -ой дислокации определяется функцией

$$X_k(y=0, z, t) = vt + w_k(y=0, z, t) \quad (1)$$

Здесь $w_k(y=0, z, t)$ – случайная величина, описывающая изгибные колебания дислокации, возбужденные ее взаимодействием с хаотически распределенными дефектами. Среднее значение этой величины по длине дислокации и по хаотическому распределению дефектов равно нулю.

Зоны Гинье-Престона будем считать одинаковыми, имеющими радиус R и распределенными случайным образом в плоскостях параллельных плоскости скольжения дислокации ХОZ. Такая ситуация реализуется, например, в сплавах Al-Cu, где зоны Гинье-Престона имеют форму пластинок моноатомной толщины. [9].

Уравнение движения k -ой дислокации может быть представлено в следующем виде

$$m \left\{ \frac{\partial^2 X}{\partial t^2} - c^2 \frac{\partial^2 X}{\partial z^2} \right\} = b \left[\sigma_0 + \sigma_{xy}^G \right] + F_k - B \frac{\partial X}{\partial t} \quad (2)$$

где σ_{xy}^G – компонента тензора напряжений, создаваемых на линии дислокации зонами Гинье-Престона, F_k – сила, действующая на дислокацию со стороны остальных дислокаций ансамбля, m – масса единицы длины дислокации (массы всех дислокаций считаем одинаковыми), c – скорость распространения в кристалле поперечных звуковых волн, B – константа демпфирования, обусловленная фононными, магнанными или электронными механизмами диссипации. Здесь, как и в работах [10–13], будем считать выполненным условие $\left[Bbv/(mc^2) \right] \ll 1$, позволяющее пренебречь влиянием константы B на силу торможения дислокации структурными дефектами.

Воспользовавшись методом, развитым в работах [10–13], силу динамического торможения движущейся краевой дислокации зонами Гинье-Престона вычислим по формуле

$$F_{def} = \frac{n_G b^2}{8\pi^2 m} \int d^3 q |q_x| \cdot \left| \sigma_{xy}^G(\mathbf{q}) \right|^2 \delta(q_x^2 v^2 - \omega^2(q_z)) \quad (3)$$

где $\omega(q_z)$ – спектр дислокационных колебаний, $\sigma_{xy}^G(\mathbf{q})$ – Фурье-образ компоненты тензора напряжений, созданных зонами Гинье-Престона, n_G – объемная концентрация этих зон.

В рассматриваемом нами случае спектр дислокационных колебаний имеет вид

$$\omega^2(q_z) = c^2 q_z^2 + \Delta^2 \quad (4)$$

При воздействии на кристалл лазерными импульсами высокой мощности плотность подвижных дислокаций значительно возрастает и может достигать значений $\rho = 10^{15} \text{ м}^{-2}$. Именно коллективное взаимодействие дислокаций в этом случае вносит главный вклад в формирование спектральной щели, величина которой согласно [5] определяется формулой

$$\Delta = \Delta_{dis} = \pi b \sqrt{\frac{\mu \rho}{6\pi m(1-\gamma)}} \approx c \sqrt{\rho} \quad (5)$$

где μ – модуль сдвига, γ – коэффициент Пуассона.

Выполняя вычисления, получим, что в интервале $v < v_G = R\Delta_{dis}$ сила динамического торможения дислокации зонами Гинье-Престона приобретает характер сухого трения и ее вклад в величину динамического предела текучести может быть описан выражением

$$\tau_G = \frac{n_G \mu \eta^2 b R}{(1-\gamma)^2 \sqrt{\rho}} \quad (6)$$

где η – размерный фактор.

Полученное выражение справедливо при скоростях движения дислокации $v < v_G$. Оценим величину характерной скорости v_G . Для значений $\rho = 10^{15} \text{ м}^{-2}$, $b = 3 \cdot 10^{-10} \text{ м}$, $c = 3 \cdot 10^3 \text{ м/с}$, $R = 3 \cdot 10^{-9} \text{ м}$ получим $v_G = 10^{-1} c$.

Выполним численную оценку вклада исследуемого механизма диссипации в величину динамического предела текучести. Для типичных значений $\mu = 5 \cdot 10^{10} \text{ Па}$, $\eta = 10^{-1}$, $b = 3 \cdot 10^{-10} \text{ м}$, $R = 3 \cdot 10^{-9} \text{ м}$, $n_G = 4 \cdot 10^{24} \text{ м}^{-3}$, $\gamma = 0.3$ получим $\tau_G = 10^8 \text{ Па}$, т.е. вклад динамического торможения зонами Гинье-Престона может составлять десятки процентов.

Проведенный анализ показывает, что при высокоскоростной деформации состаренных сплавов, подвергнутых воздействию мощных лазерных импульсов, зоны Гинье-Престона могут существенно влиять на пластические свойства этих сплавов.

Список литературы:

1. Мирзоев Ф.Х., Панченко В.Я., Шелепин Л.А. Лазерное управление процессами в твердом теле // УФН.-1996.- Т. 166.–С. 3-32.
2. Lee J., Veysset D., Singer J., Retsch M., Saini G., Pezeril T., Nelson K., Thomas E. High strain rate deformation of layered nanocomposites / J. Lee, D. Veysset, J. Singer, M. Retsch, G. Saini, T. Pezeril, K. Nelson, E. Thomas // Nature Communications. - 2012.- No. 3.- P.1164.
3. Hallberg H., Rytberg K., Ristinmaa M. Model Describing Material-Dependent Deformation Behavior in High Velocity Metal Forming Processes // ASCE J. Eng. Mech.- 2009.- V. 135, N. 4.- P. 345-357.
4. Tramontina D., Bringa E., Erhart P., Hawreliak J., Germann T., Ravelo R., Higginbotham A., Suggit M., Wark J., Park N., Stukowski A., Tang Y. Molecular dynamics simulations of shock-induced plasticity in tantalum // High Energy Density Physics.- 2014. -V. 10.- P. 9-15.
5. Малашенко В.В. Коллективное преодоление дислокациями точечных дефектов в динамической области / В.В. Малашенко // ФТТ. -2014.- Т. 56, № 8.- С. 1528–1530.
6. Малашенко В.В. Особенности динамики дислокаций в облученных металлах и сплавах с гигантской магнитострикцией / В.В. Малашенко // ПЖТФ. -2012.- Т. 38, № 19.- С. 61–65.
7. Malashenko V.V. Dynamic drag of edge dislocation by circular prismatic loops and point defects / V.V. Malashenko // PhysicaB: Phys. Cond. Mat. 2009. V. 404, № 2. P. 3890–3892.
8. Singh C.V., Warner D.H. // Acta Materialia. V. 58. No. 17. P. 5797–5805.
9. Куксина А.Ю., Янилкина А.В. // МТТ. 2015. № 1. С. 54–65.

**ОБ УЧЕТЕ ПРИРОДЫ ОБЪЕКТА ПРИ ВЫБОРЕ АЛГОРИТМОВ ОБРАБОТКИ
ИЗОБРАЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ**

Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Нго Нгок Ха, Соколовская Э.А., Кудря А.В.
НИТУ «МИСис», г. Москва, Россия, E-mail: perevitayr@mail.ru

Сравнение с эталоном (картинкой) – отличительная особенность контроля различных структур в материаловедении [например, 1]. Однако при оценке роли их неоднородности в разрушении (в масштабах образца или изделия) и для снижения субъективности получаемых результатов необходимы массовые, документированные и быстродействующие измерения структур. В ряде работ [2-4] предприняты усилия по отработке метрологического обеспечения такого рода компьютеризированных процедур. Пока не совсем ясно, в какой мере разрабатываемые решения являются инвариантными к различным типам структур, отличающихся геометрией своего строения, например, феррито-перлитная полосчатость в листе из низколегированной стали и серный отпечаток (по Бауману) в крупных поковках из улучшаемой среднелегированной стали. Это обстоятельство и явилось основанием для постановки настоящей работы.

В качестве объекта исследования были выбраны изображения (рис.2) типичных структур: феррито-перлитной полосчатости в трубной стали, дендритной структуры в крупных поковках из улучшаемой стали 38ХНЗМФА (включая серный отпечаток в той же плоскости шлифа и металлографическое изображение неметаллических включений) и твердого сплава на железной основе для наплавов [5]. В 256 оттенках серого (как основной форме цифрового представления структур и изломов) всё многообразие исследуемых изображений отличается по степени яркости отдельных объектов и их геометрии (размерам, форме, конфигурации элементов структуры). Это определяет, в частности, порядок проведения фильтрации (удаление шумов), выбор процедуры бинаризации (локальная и глобальная – в масштабах отдельных элементов изображения и всего изображения в целом, соответственно), применения процедур дилатации и эрозии, в т.ч. совместного, для выделения отдельных групп однородных объектов на изображении.

Показано, в частности, что процедура фильтрации может отличаться для объектов замкнутого типа (например, зерно феррита) и точечных (частицы включений). Выбор фильтра определяется также задачей исследования, он может различаться для одной и той же структуры, например, для микроструктуры с феррито-перлитной полосчатостью при измерении размера зерна феррита и оценке шага полосчатости. Масштабы фильтрации – на основе нахождения порогового значения размеров составляющих структуры («снизу») с учетом их разрешения и минимально возможных физических размеров.

Различные виды бинаризации (метод Оцу, мульти-Оцу, S-образной кривой и локальные методы среднего, Niblack, Bernsen) дают визуально отличающиеся результаты при обработке одних и тех же структур (рис.3), в т.ч. с учётом различий в последовательности их применения, например, до и после предварительной фильтрации с целью удаления точечных шумов.

Существенный фактор объективности обработки – сканирование объектов по их линейным размерам (метод секущей) или площадям. Здесь важен выбор числа объектов (пикселей) – соседей, или масштаба их связности. Так, например (рис.1), при четырёхкратной связности можно наблюдать 2 белых и 15 чёрных объектов, а восьмикратной – по одному белому и чёрному объектам. Поэтому, в частности, для измерения размеров белых зёрен (феррита) предпочтительнее вариант четырёхкратной, а для выделения и измерения границ восьмикратной связности.

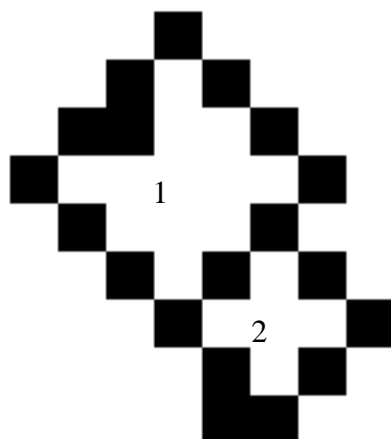
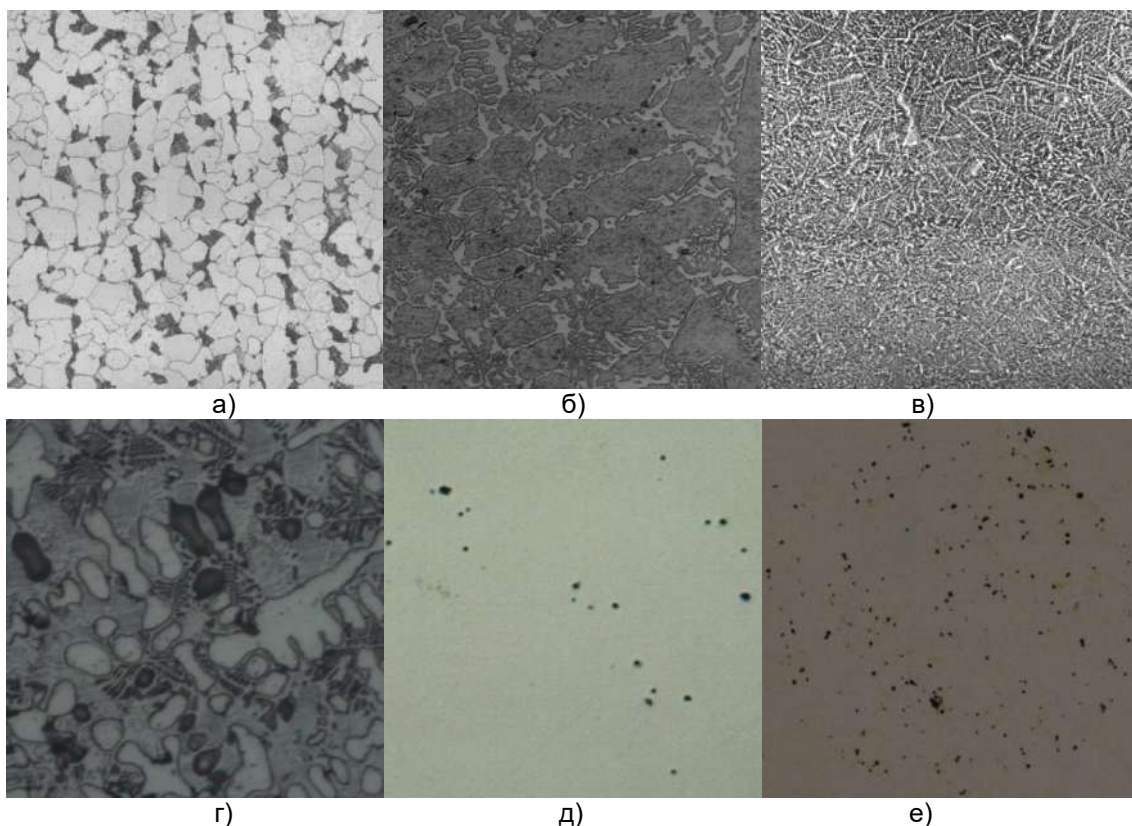
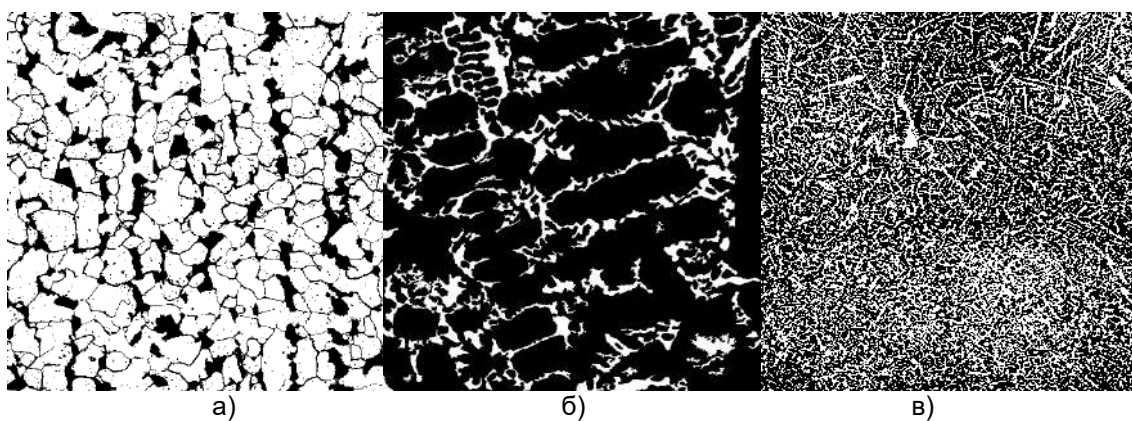


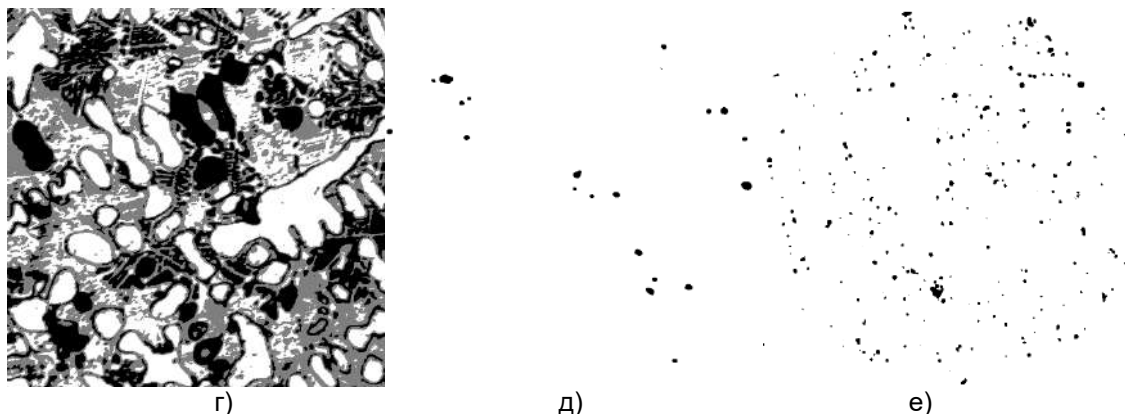
Рисунок 1 – Пример работы разного вида связности



а – зёрнистая и полосчатая структура; б – дендритная структура твёрдого сплава; в – дендритная структура стали; г – смешанная структура; д – неметаллические включения; е – серный отпечаток.

Рисунок 2 – Типы изображений в металлографии





а – зёрнистая и полосчатая структура; б – дендритная структура твёрдого сплава;
в – дендритная структура стали; г – смешанная структура; д – неметаллические включения;
е – серный отпечаток.

Рисунок 3 – Изображения после бинаризации и фильтрации

Получаемые результаты измерения геометрии различных площадей имеют асимметричное распределение [5], поэтому их сопоставление проводили с использованием непараметрического критерия Колмогорова – Смирнова, а также критерии сравнения изображений. Это позволило сопоставить результаты применения различных алгоритмов обработки на однородных изображениях, оценить «механизм» их функционирования. Полученные результаты полезны при определении границ эффективного применения различных видов бинаризации, фильтрации и сегментации для задач количественной металлографии (с учётом природы анализируемых объектов).

Список литературы:

1. Сталь на рубеже столетий / Под ред. Ю.С. Карабасова. - М.: МИСиС. - 2001. - С. 445-543.
2. Ping-Sung Liao and Tse-Sheng Chen and Pau-Choo Chung A Fast Algorithm for Multilevel Thresholding – 2001, J. Inf. Sci. Eng., №17, pp. 713-727.
3. Компьютерное зрение [Электронный ресурс] / Л. Шапиро, Дж. Стокман; пер. с англ. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. – 752 с.
4. Соколовская Э.А. О воспроизводимости результатов измерений структур и изломов с использованием компьютеризированных процедур // Вопросы материаловедения. – 2013. – № 4 (76). – С. 143-153
5. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. Использование компьютеризированных процедур для оценки неоднородности структур твердых сплавов// Металлург, 2016, №12, с.77.

ПОЛУЧЕНИЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ti_2AlNb .

Сенкевич К.С., Серов М.М., Умарова О.З.

*МАИ (Национальный исследовательский университет),
Россия, г. Москва, E-mail: senkevichks@yandex.ru*

Интерметаллидные сплавы на основе орто-фазы Ti_2AlNb являются перспективными материалами для замещения жаропрочных титановых сплавов и жаропрочных сталей в деталях ГТД, работающих при температурах 600°-700°С, благодаря более высоким удельным прочностным характеристикам и сопротивлению окислению при повышенных температурах [1-3]. В настоящее время разрабатываются различные методы получения таких сплавов, включая традиционные литейные технологии и различные методы порошковой металлургии. К перспективным методам порошковой металлургии интерметаллидов на основе титана относят различные способы получения порошков и волокна быстрой закалкой расплава и их последующим горячим компактированием [4,5]. Такие методы быстрой закалки, как экстракция висящей капли расплава позволяют получать непрерывные и дискретные волокна сплавов с размером структурных составляющих меньших, чем у порошков, получаемых традиционными методами распыления [6,7]. Дополнительное измельчение волокна может позволить получить ультрадисперсный порошок, применяемый для получения полуфабрикатов методами ГИП и искрового спекания, а также с помощью аддитивных технологий.

В настоящей работе рассматриваются возможности получения быстрозакаленных волокон орто-сплавов с целью дальнейшего получения из них пористых и компактных материалов методами спекания и горячего прессования.

Быстрозакаленные волокна получали на установке ЭВКР-ЭЛУ с элетронно-лучевым плавлением материала заготовки. Рассматривались возможности получения волокна из 2 орто-сплавов: классический модельный состав Т-22Al-27Nb (сплав 1) и сплав, разработанный в ВИАМ марки ВТИ-4 (сплав 2).

Сплав №1 получали методом порошковой металлургии – спеканием исходных порошковых компонентов сплава. Для этого порошки подвергали смешиванию в планетарной шаровой мельнице в течение 1 часа при скорости 100 оборотов в минуту. Полученные порошковые смеси прессовали и спекали при температуре 1400°С в течении 3 часов. Микроструктурный и рентгеноструктурный анализы полученных заготовок показали, что они обладают значительной пористостью и неоднородным фазовым составом (рис.1,а и б). Это связано с плавлением алюминия в процессе спекания на стадии нагрева, формированием отдельных участков, обогащенных интерметаллидами на основе ниобия и алюминия, которые препятствуют процессам усадки при окончательной стадии спекания.

Так как метод экстракции висящей капли включает полное расплавление заготовки для распыления и прохождения диффузионной гомогенизации расплава, то была изучена возможность использования такой заготовки с имеющимися структурными и фазовыми несовершенствами.

Внешний вид и микроструктура волокон сплава №1, полученных методом экстракции висящей капли, представлены на рисунке 2, а и в. Волокна имеют ширину 280-400 мкм, структура волокна мелкозернистая, и зерна имеют размер не более 15 мкм. Рентгеноструктурный анализ волокон показал, что фазовый состав сплава представлен высокотемпературной β -фазой. Режим распыления позволил получить волокна в виде иголок. Такой вид полуфабриката удобен для получения компактных образцов методом горячего прессования.

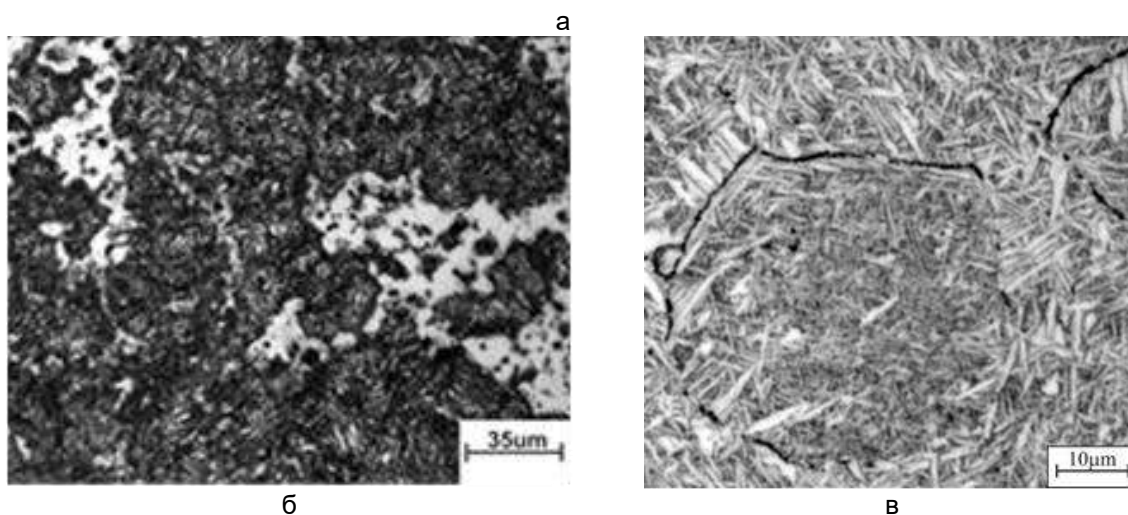
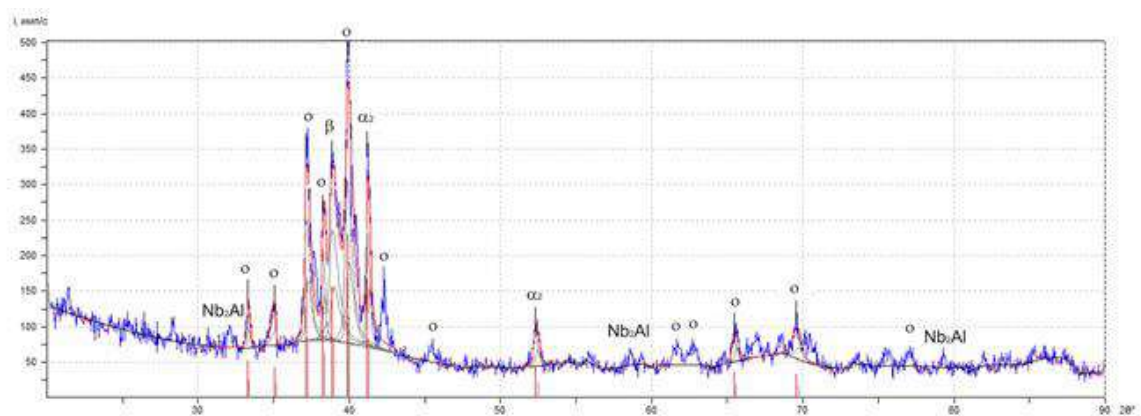


Рисунок 1 – Рентгенограмма и микроструктуры распыляемых заготовок сплавов: а и б (сплав №1), в – сплав №2

Сплав №2 был получен вакуумно-дуговой плавкой с несколькими переплавами, что позволило получить заготовку для распыления с крупнозернистой микроструктурой, состоящей из орто-фазы Ti_2AlNb (рис.1,в).

Из заготовки сплава №2 получено непрерывное волокно, которое имеет микрокристаллическую структуру с округлыми зернами размером не более 20 мкм и фазовым составом, также представленным высокотемпературной β -фазой (рис.2,б,г). Волокно имеет серповидное сечение, ширину менее 200 мкм.

Установлено, что метод экстракции висящей капли позволяет получать быстрозакаленные волокна из орторомбических титановых сплавов на основе Ti_2AlNb . Полученные волокна обладают мелкозернистой структурой и однородным фазовым составом. При этом для распыления возможно использование заготовок полученных методами литья и порошковой металлургии. В случаи использования метода порошковой металлургии возможно наличие в заготовке остаточной пористости и неоднородного фазового состава. Из волокон спеканием при температуре 1100°C получены пористые образцы, а измельчением волокон – порошки угловатой формы размером меньше 100 мкм.

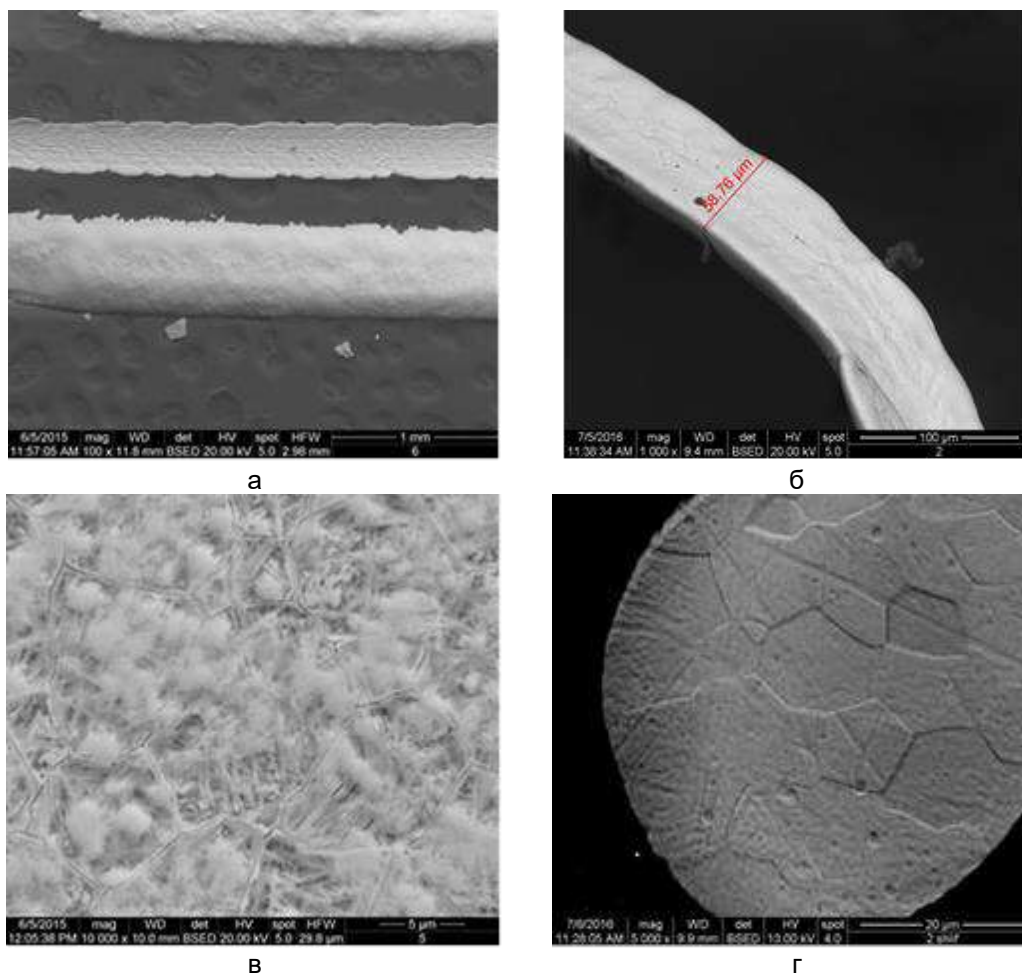


Рисунок 2 – Волокна и микроструктура волокон сплавов №1 (а и в) и сплава №2 (б и г), полученных методом экстракции висящей капли расплава

Список литературы:

1. D. Banerjee The intermetallic Ti₂AlNb // Progress in Materials Science, Volume 42, Issues 1–4, 1997, Pages 135-158.
2. L. Germann, D. Banerjee, J.Y. Guédou, J.-L. Strudel Effect of composition on the mechanical properties of newly developed Ti₂AlNb-based titanium aluminide // Intermetallics, Volume 13, Issue 9, September 2005, Pages 920-924.
3. Leyens, M. Peters, Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003.
4. Yolton C.F., Beckman J.P. Powder metallurgy processing and properties of the ordered orthorhombic alloy Ti – 22at.%Al – 23at.%Nb // Materials Science and Engineering. A. 28 February 1995. V. 192 – 193, Part 2. P. 597 – 603.
5. Chen W., Li J.W. Development of Ti₂AlNb Alloys: Opportunities and Challenges // Advanced Materials & Processes. 2014. V. 172, No. 4. P. 23 – 27.
6. Анциферов В.Н., Серов М.М., Лежнин В.П., Сметкин А.А. О получении, свойствах и применении быстроохлажденных // Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2011. №4. С. 36-40.
7. Васильев В.А., Лозован А.А., Пашков И.Н., Серов М.М. Научные предпосылки и практика производства метастабильных материалов. М.: МАТИ - РГТУ им. К.Э. Циолковского, 2002. 206 с

**ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ
ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННОГО СПЛАВА
Ti-18Zr-14Nb (В АТ.%) МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ**

¹Кудряшова А.А., ¹Шереметьев В.А., ¹Цатурянц М.С., ¹Дубинский С.М.,
¹Галкин С.П., ¹Прокошкин С.Д., ¹Филонов М.Р., ²Браиловский В.

¹НИТУ «МИСус» г. Москва, Россия

²Ecole de Technologie superieure,

Montreal, Canada, E-mail: nastya.cudriaschova@yandex.ru

С развитием медицины, в частности имплантологии, возрастают требования к металлическим материалам для костных имплантатов. Материал для костных имплантатов должен отвечать требованиям биомеханической совместимости с костной тканью, он должен быть близок к ней по механическому поведению. Металлические материалы для современных имплантатов имеют гораздо более высокий модуль Юнга (более 100 ГПа) по сравнению с костной тканью (1–27 ГПа). Различие в упругих модулях приводит к нарушению механико-биологического равновесия в организме человека и, как следствие, к разрушению механического соединения в зоне контакта имплантата и кости во время циклических нагрузок [1].

Низкие значения модуля Юнга (50–80 ГПа) и сверхупругое поведение, близкое к поведению костной ткани, демонстрируют сплавы с памятью формы (СПФ) [2]. Традиционный СПФ никелид титана (Ti-Ni) содержит токсичный никель, что ограничивает его медицинское применение [3]. В последние десятилетия все больший интерес ученых привлекают безникелевые СПФ на основе систем Ti-Nb, Ti-Zr и Ti-Zr-Nb [4,5]. Главным преимуществом этих сплавов является более высокая биомеханическая и биохимическая совместимость по сравнению с другими титановыми сплавами.

Известно, что термомеханическая обработка (ТМО) является инструментом для эффективного управления структурой и функциональными свойствами СПФ. Выбор рациональной схемы ТМО приводит к существенному увеличению функциональной усталостной долговечности сплавов на основе Ti-Nb [6]. Радиально-сдвиговая прокатка (РСП), как один из методов термомеханической обработки, эффективна для производства круглого сортового проката широкого сортамента размеров, необходимого при изготовлении костных имплантатов. Применение радиально-сдвиговой прокатки обеспечивает формирование уникального структурного строения металла путем глубокой проработки его структуры в длинномерных объемах. У материала после такой обработки резко повышается комплекс механических и функциональных свойств. Таким образом, изучение возможностей получения СПФ на основе Ti-Zr-Nb с высоким комплексом функциональных свойств методами ТМО является перспективным направлением для исследований.

В данной работе сплав Ti-18Zr-14Nb (в ат.%) был подвергнут многостадийной ТМО, включающей РСП (прокатка осуществлена на оборудовании НПЦ «ОМД» (министан 10-30)) ($\epsilon=49\%$) при температуре 900°C, холодную деформацию прокаткой ($\epsilon=25\%$) и последеформационный отжиг (ПДО) при температурах от 450-900°C. Структуру и фазовый состав сплава до и после ТМО изучали методами световой микроскопии (микроскоп) и рентгеноструктурного анализа (дифрактометр «PANalytical X'pert Pro» при использовании $Cu-K\alpha$ излучения в интервале брэгговских углов 2θ от 30° до 100°). Усталостные испытания на растяжение образцов с длиной рабочей части 60 мм проводили при комнатной температуре на испытательной машине «MTS MiniBionix 858» по схеме «деформация растяжением на $\epsilon_c=2\%$ – разгрузка» до разрушения. Из полученных диаграмм деформации-разгрузки определяли условный модуль Юнга E , остаточную деформацию в цикле ϵ_f , максимальное напряжение в цикле σ_{max} и фазовый предел текучести σ_{tr} . Также определяли количество циклов до разрушения (N_{max}) и накопленную в ходе механоциклирования до разрушения остаточную деформацию (ϵ_{acc}).

В результате исследования методом световой микроскопии определили характер неоднородности структуры после радиально-сдвиговой прокатки. По всему периметру слитка поверхностный слой толщиной около 3 мм имеет мелкозернистую структуру,

смесь мелких рекристаллизованных (средний размер около 30 мкм) и более крупных полигонизованных зерен (средний размер 80 мкм). Внутренняя структура заготовки после РСП состоит из полигонизованных зерен (средний размер 120 мкм). Из внутренней части были вырезаны пластины для последующей ТМО.

На рисунке 1 представлены рентгеновские дифрактограммы поверхности сплава Ti-18Zr-14Nb после ТМО по разным режимам. Во всех случаях основной линией является ОЦК β -фаза. Рефлексы ω -фазы после горячей прокатки и последующего охлаждения на воздухе не обнаружены. После холодной прокатки присутствуют линии α' -мартенсита. При отжиге в интервале 450-500°C наблюдали незначительное количество низкотемпературной α -фазы.

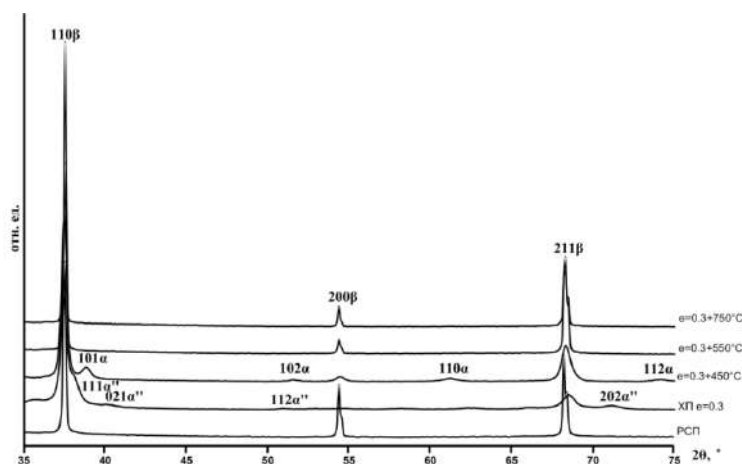


Рисунок 1 – Рентгеновские дифрактограммы поверхности сплава Ti-18Zr-14Nb после ПДО по разным режимам

По изменению ширины линий β -фазы определяли дефектность структуры в разных состояниях. С увеличением температуры ПДО ширина линий уменьшается, что связано с протекающими процессами разупрочнения деформированного сплава. После ПДО при 450°C наблюдали дислокационную субструктуру возврата. Повышение температуры ПДО до 600°C приводит к формированию полигонизованной субструктуры β -фазы субзернами в интервале размеров от нано до субмикрометрового диапазона. Выше 600°C проходит рекристаллизация и последующий рост рекристаллизованных зерен. Стоит особо отметить, что линии после РСП шире, чем в рекристаллизованном состоянии (после ПДО 700-750°C), что свидетельствует о наличии в составе частично полигонизованной субструктуры. Величина кристаллографического ресурса обратимого мартенситного превращения, определенная по параметрам решеток β - и α' -фаз составила 6 %.

На рисунке 2 представлены типичные диаграммы деформации-разгрузки, полученные в результате функциональных усталостных испытаний. Во всех случаях в первых циклах наблюдается несовершенное сверхупругое поведение, о чем можно судить по незамкнутой сверхупругой петле. По мере увеличения количества циклов сверхупругое поведение сплавов совершенствуется. Наиболее совершенное сверхупругое поведение и высокое сопротивление функциональной усталости сплав проявляет после РСП, особенно в мелкозернистом состоянии (внешний слой заготовки). Дополнительная ТМО приводит к уменьшению усталостной долговечности сплава, однако, увеличивается комплекс функциональных свойств (разница между дислокационным и фазовым пределами текучести, реактивное напряжение). Судя по результатам функциональных испытаний оптимальные температуры ПДО лежат в диапазоне 500-550°C.

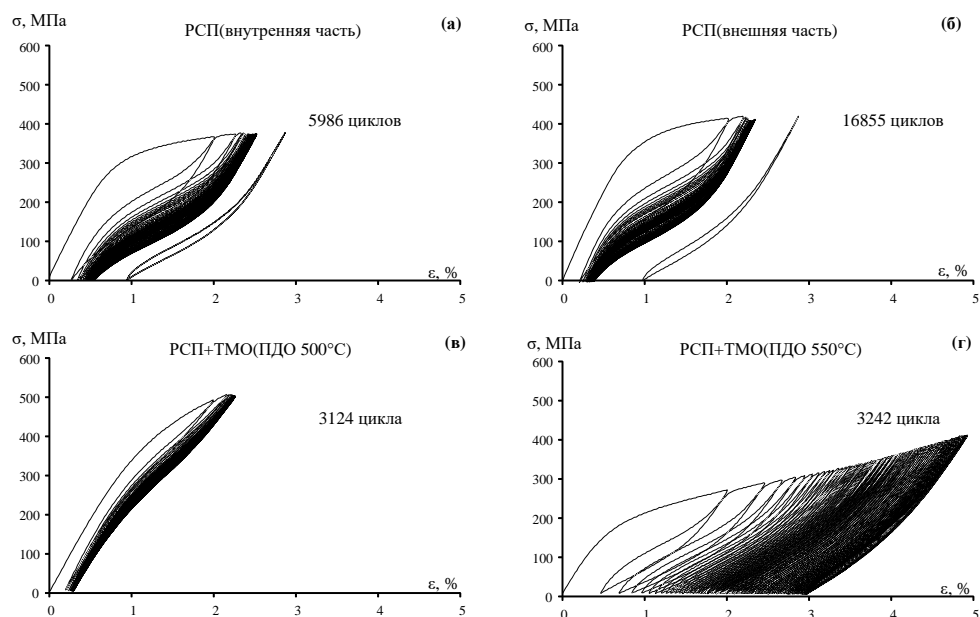


Рисунок 2 – Типичные диаграммы деформации-разгрузки сплава Ti-18Zr-14Nb после РСП внутренняя часть заготовки (а), внешняя часть заготовки (б), после ПДО при 500°C (в), после ПДО при 550°C (г)

Список литературы:

1. J. R. Davis (ed.), Handbook of Materials for Medical Devices. – Materials Park, Ohio: ASM International, 2003, pp. 341.
2. L. Jahia, Shape Memory Implants, Springer-Verlag, 2000.
3. K. Takamura, K. Hayashi, N. Ishinishi, T. Yamada, Y. Sugioka, Evaluation of carcinogenicity and chronic toxicity associated with orthopedic implants in mice, Journal of Biomedical Materials Research, 1980, No. 28, pp. 583-589.
4. S.Prokoshkin, V.Brailovski, S.Dubinskiy, Y.Zhukova, V.Sheremetyev, A.Konopatsky, K.Inaekyan, Manufacturing, structure control and functional testing of Ti-Nb-based SMA for medical application, Shape Memory and Superelasticity, 2016, v. 2, No. 2, pp. 130-144.
5. V.Brailovski, S.Prokoshkin, K.Inaekyan, M.Petrzhik, M.Filonov, Y.Pustov, S.Dubinskiy, Y.Zhukova, A.Korotitskiy, V.Sheremetyev. Thermomechanical treatment of Ti-Nb solid solution based SMA. Materials Science Foundations, 2015, v. 81-82, pp. 342-405.
6. V.Sheremetyev, V.Brailovski, S.Prokoshkin, K.Inaekyan, S.Dubinskiy, Functional fatigue behavior of superelastic beta Ti-22Nb-6Zr(at%) alloy for load-bearing biomedical applications, Materials Science and Engineering C, 2016, v. 58, pp. 935-944.

**СТАБИЛЬНОСТЬ СТРУКТУРЫ И СВЕРХУПРУГОГО ПОВЕДЕНИЯ СПЛАВОВ НА
ОСНОВЕ Ti-Zr и Ti-Nb С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ**

¹Шереметьев В.А., ¹Кудряшова А.А., ¹Лукашевич К.Е., ¹Ияз Ф.М.,
¹Конопацкий А.С., ²Браиловский В., ¹Прокошкин С.Д.

¹НИТУ «МИСис» г. Москва, Россия

²Ecole de Technologie superieure, Montreal, Canada, E-mail: sheremetyev@misis.ru

Титановые сплавы обладают уникальным сочетанием свойств, которые делают их пригодными для применения в биомедицине: высокая прочность, хорошая деформируемость и превосходная коррозионная стойкость [1]. Однако они имеют гораздо более высокий модуль Юнга (более 100 ГПа) по сравнению с костной тканью (1–27 ГПа), что приводит к нарушению механико-биологического равновесия в организме человека и, как следствие, к разрушению механического соединения в зоне контакта имплантата и кости [2]. В последние десятилетия наблюдается активное развитие исследований безникелевых титановых сплавов с памятью формы (СПФ) в качестве перспективных материалов для костных имплантатов. Благодаря уникальному сочетанию высокой биологической (только биосовместимые компоненты в составе) и биомеханической совместимости (низкий модуль Юнга (30-60 ГПа) и сверхупругое поведение, схожее с поведением костной ткани) СПФ на основе систем Ti-Nb и Ti-Zr являются наиболее перспективным классом металлических материалов для имплантатов [3].

Инструментом для эффективного управления функциональными свойствами СПФ является термомеханическая обработка (ТМО). Определены режимы ТМО для сплавов на основе Ti-Nb, позволяющие сформировать полигонизованную дислокационную субструктуру β -фазы с размерами структурных элементов в нано- и субмикронных диапазонах, которая обеспечивает наилучший комплекс функциональных и механических свойств, в т.ч. низкое значение модуля Юнга (30-40 ГПа) и сверхупругое поведение при температуре человеческого тела [4].

Увеличение срока службы материалов для имплантатов, замещающих костную ткань, повышение стабильности их функциональных свойств является одной из важнейших задач современного металловедения. В этой связи исследование стабильности параметров сверхупругости и структуры в ходе многоцикловых функциональных усталостных испытаний, а также в ходе длительных изотермических выдержек, имеет большое значение с точки зрения практического использования материала для костных имплантов. При исследовании стабильности функционального поведения сплавов Ti-Nb-Zr и Ti-Nb-Ta были установлены закономерности изменения характеристик сверхупругого поведения [5]. Показано, что исходная величина модуля Юнга исследуемых наносубзеренных сплавов низкая (30-40 ГПа), она уменьшается в ходе первой серии циклических испытаний до 22-30 ГПа, восстанавливает исходное значение после выдержки в течение 40 дней, после чего остается стабильной в ходе последующей выдержки 365 дней [6]. Однако стабильность функционального поведения СПФ на основе Ti-Zr с повышенным кристаллографическим ресурсом обратимого мартенситного превращения еще не исследована. Целью настоящей работы было изучение стабильности структуры и сверхупругого поведения сплавов на основе систем Ti-Zr и Ti-Nb в ходе многоцикловых функциональных испытаний и промежуточных выдержек.

Для исследований и испытаний были выбраны сплавы Ti-22Nb-6Zr, Ti-18Zr-14Nb и Ti-18Zr-13Nb-2Ta (в ат.%). Слитки сплавов после горячего изостатического прессования разрезали на пластины и подвергли ТМО по режиму: холодная прокатка с истинной степенью деформации $\epsilon=0,3$ и последеформационный отжиг (ПДО) при 600°C в течении 30 мин.

Образцы с заранее протравленной поверхностью для рентгеноструктурного анализа подвергли испытаниям по схеме, представленной на рисунке 1. Механические испытания на растяжение проходили по схеме: деформация на 2% – разгрузка (10 циклов). Через 1 день после проведения первой серии испытаний эти же образцы подвергли повторным испытаниям по такой же схеме. Затем выдержки между

испытаниями составили 5 и 20 дней. После 4 серии испытаний образцы подвергли температурному сканированию под нагрузкой по схеме: деформация на 3% при температуре -150°C , нагрев до 250°C и разгрузка при этой же температуре. За температурным сканированием последовала 5 серия функциональных испытаний по стандартной схеме. В исходном состоянии и после каждой серии испытаний проводили рентгеноструктурный анализ. Рентгенограммы сплава Ti-18Zr-14Nb, полученные в 8-ми экспериментальных точках представлены на рисунке 2.

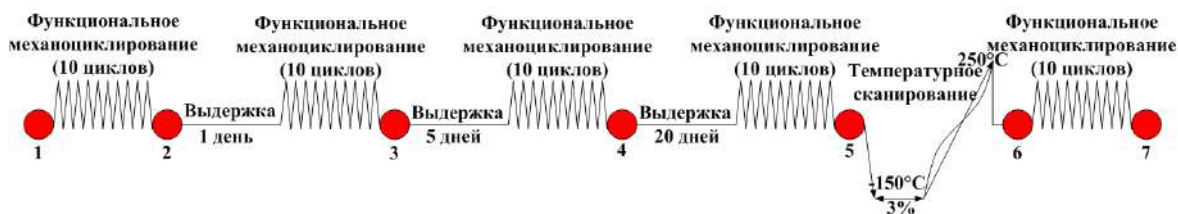


Рисунок 1 – Схема проведения эксперимента

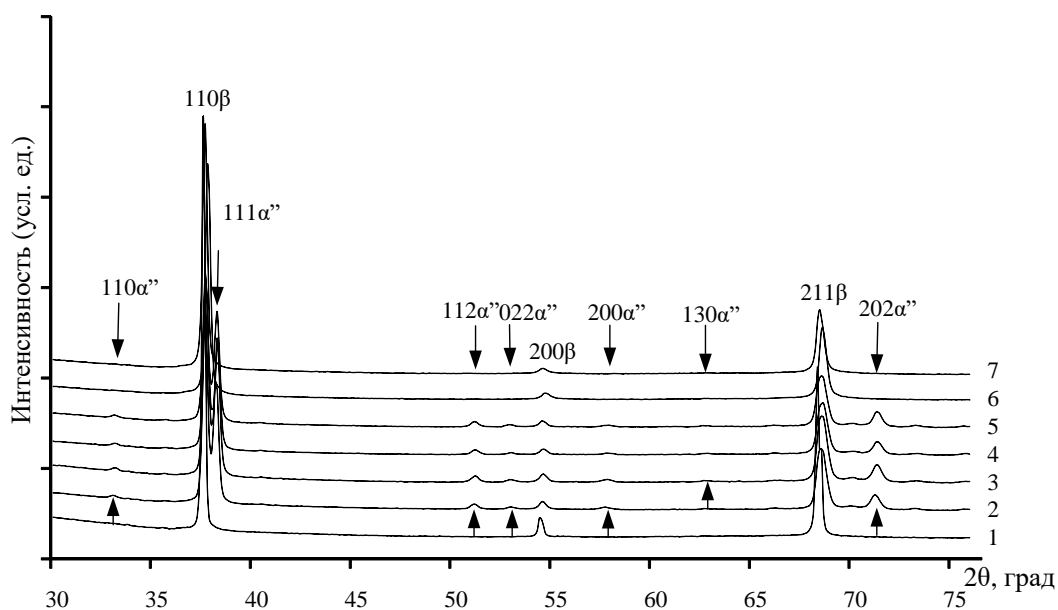


Рисунок 2 – Рентгенограммы сплава Ti-18Zr-14Nb в соответствии с экспериментальными точками

Во всех случаях основной фазой является ОЦК β -фаза. Первая серия функциональных циклических испытаний приводит к образованию остаточного α'' -мартенсита. В ходе последующих 4-х серий испытаний линии α'' -мартенсита сохраняются на рентгенограмме (см. рис.2). В результате температурного сканирования остаточный α'' -мартенсит превращается в β -фазу под воздействием температуры. Последующая серия испытаний не приводит к повторному образованию α'' -мартенсита. Были рассчитаны параметры решеток фаз, по которым был определен кристаллографический ресурс обратимой деформации, значение которого возрастает с 5 до 6% со 2 по 4 экспериментальные точки.

В результате 5-ти серий функциональных механических испытаний с промежуточными выдержками 1, 5 и 20 дней были получены диаграммы деформации-разгрузки. Типичный набор диаграмм деформации-разгрузки для сплава Ti-18Zr-14Nb представлен на рисунке 3.

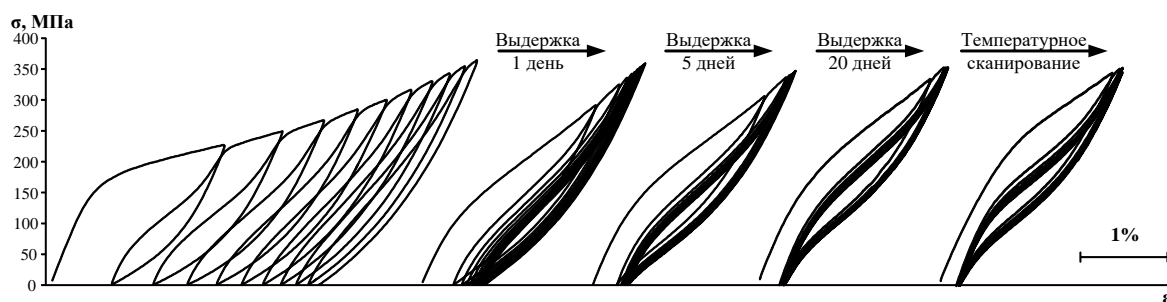


Рисунок 3 – Изменение диаграмм деформации-разгрузки при циклических испытаниях сплава Ti-18Zr-14Nb

В ходе первой серии функционального механоциклирования у сплава Ti-18Zr-14Nb, в отличие от Ti-18Zr-13Nb-2Ta и Ti-22Nb-6Zr, наблюдается накопление значительной величины остаточной деформации (см. рис.3). Это объясняет образование остаточного α'' -мартенсита, наблюдаемого на рентгенограммах после испытания (см. рис.2). В первых 4-х сериях наблюдается стабилизация сверхупругого поведения сплава Ti-18Zr-14Nb (см. рис.3). У сплавов Ti-18Zr-13Nb-2Ta и Ti-22Nb-6Zr стабилизация происходит уже в первых 2-х сериях испытаний. 4-я серия испытаний подтверждает стабильное сверхупругое поведение всех сплавов примерно на одном уровне. После температурного сканирования резко возрастает уровень напряжений сплавов Ti-18Zr-13Nb-2Ta и Ti-22Nb-6Zr и пропадает характерная сверхупругая петля. Сверхупругое поведение сплава Ti-18Zr-14Nb сохраняет характерную петлю, возрастает величина фазового предела текучести, которая резко уменьшается в ходе механоциклирования.

Список литературы:

1. M. Abdel-Hady Gerpeel, M. Niinomi, Biocompatibility of Ti-alloys for long-term implantation, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2013, No. 20, pp. 407-415.
2. J. R. Davis (ed.), *Handbook of Materials for Medical Devices*. – Materials Park, Ohio: ASM International, 2003, pp. 341.
3. Q. Chen, G.A. Thouas, *Metallic implant biomaterials*, *Materials Science and Engineering R.*, 2015, v. 87, pp. 1-57.
4. S.Prokoshkin, V.Brailovski, S.Dubinskiy, Y.Zhukova, V.Sheremetyev, A.Konopatsky, K.Inaekyan, *Manufacturing, structure control and functional testing of Ti-Nb-based SMA for medical application*, *Shape Memory and Superelasticity*, 2016, v. 2, No. 2, pp. 130-144.
5. V.Sheremetyev, S.Prokoshkin, V.Brailovski, S.Dubinskiy, M.Filonov, M.Petrzhik, *Long-term stability of superelastic behavior of nanosubgrained Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta shape memory alloys*, *Materials Today: Proceedings*, 2015, v. 2S, pp. 26–31.

**КОНТРОЛЬ И УПРАВЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИМИ ПАРАМЕТРАМИ КАЧЕСТВА
БУМАЖНЫХ МАТЕРИАЛОВ В ПРОЦЕССЕ ПРОИЗВОДСТВА**

¹Василевич Л.Н., ²Говорун Л.В., ²Сметанко А.Л., ¹Сердюк В.М., ¹Титовицкий И.А.

¹Институт прикладных физических проблем имени А. Н. Севченко

Белорусского государственного университета, г. Минск, Беларусь;

²ООО «Аквар-Систем», г. Минск, Беларусь, E-mail: titoviitsky@bsu.by

Автоматизированные системы контроля качества бумажного полотна на выходе бумагоделательной машины (БДМ) представляют собой комбинацию аппаратных и программно-алгоритмических средств и обеспечивают непрерывность измерения основных параметров бумажной продукции с целью адекватного управления технологическими процессами для достижения необходимых потребительских характеристик выпускаемого материала. Одним из основных показателей качества бумажного полотна служит равномерность распределения массы по его поперечному профилю, что определяется равномерностью распределения водно-целлюлозной пульпы по ширине сетки БДМ. Для управления поперечным профилем подачи пульпы применяются различные устройства, и самым распространенным из них является регулируемая верхняя губа напорного ящика (НЯ). Вместе с фиксированной нижней губой она образует протяженную горизонтальную напускную щель (НЩ), через которую пульпа подается на сетку БДМ. Ширина этой щели может меняться локально в узлах подвижного механического крепления верхней губы, и каждый такой узел может рассматриваться как отдельная независимая секция подачи пульпы. Их имеется несколько десятков, так что локальная регулировка ширины НЩ в каждой секции позволяет регулировать поперечный профиль распределения массы на сетке БДМ и в плоскости бумажного полотна.

Рассмотрим математическую модель НЯ как объекта управления (рис.1). Для него управляемыми переменными являются следующие физические параметры: уровень пульпы h ; суммарный напор H ; расход массы сквозь НЩ Q_{MO} , а управляющими переменными считаются: расход воздуха, подаваемого в НЯ g_n ; расход массы, подаваемой в НЯ $Q_{МП}$; высота НЩ a . Такая модель описывается следующей символической системой уравнений с лапласовским аргументом p :

$$P(p) = k_g g^*(p) + k_h h(p); H(p) = h(p) + P(p); Q_{MO}(p) = k_h H(p) + k_a a(p) \quad (1a)$$

$$h(p) = (Q_{МП}(p) - Q_{MO}(p)) / (Fp); g^*(p) = (g_n(p) - k_{2p} P(p)) / p \quad (1б)$$

где $k_g = R\theta V$, R – газовая постоянная; θ – температура воздушной подушки, V – объём последней; $k_h = FP_0/V$, F – площадь поперечного сечения напускной камеры, P_0 – установившееся значение давления воздуха воздушной подушки; $k_h = Q_{MO0}/(2H_0)$, Q_{MO0} – установившееся значение расхода массы, протекающей через НЩ, H_0 – установившееся значение суммарного напора; $k_a = Q_{MO0}/a_0$, a_0 – высота НЩ; $k_{2p} \approx 0$; $P(p)$, $h(p)$, $H(p)$, $Q_{MO}(p)$, $Q_{МП}(p)$, $g^*(p)$, $a(p)$, $g_n(p)$ – лапласовские изображения давления воздуха воздушной подушки, уровня массы в напускной камере, суммарного напора, расхода массы, протекающей через НЩ, расхода массы, поступающей в НЯ, количества воздуха воздушной подушки, высоты НЩ и расхода воздуха, поступающего в НЯ, соответственно. Во временной области система уравнений (1) будет иметь следующий вид:

$$P(t) = k_g g^*(t) + k_h h(t); H(t) = h(t) + P(t); Q_{MO}(t) = k_h H(t) + k_a a(t) \quad (2a)$$

$$dh(t)/dt = (Q_{МП}(t) - Q_{MO}(t)) / F; dg^*(p)/dt = g_n(t) - k_{2p} P(t) \quad (2б)$$

В данной модели изменение любого из трёх управляющих воздействий неизбежно приведет к изменению всех трёх управляемых переменных, так что в рассматриваемом объекте управления (НЯ) имеется девять взаимосвязанных каналов: $Q_{МП}-H$; $Q_{МП}-h$; $Q_{МП}-Q_{MO}$; g_n-H ; g_n-h ; g_n-Q_{MO} ; $a-H$; $a-h$; $a-Q_{MO}$. При условии стабильности всех других каналов управления регулирование расходом массы на сетке будет

зависеть от ширины открытия секций губы НЯ. В результате структура объекта управления по каналу $a-Q_{MO}$ примет вид, представленный на рисунке 2.

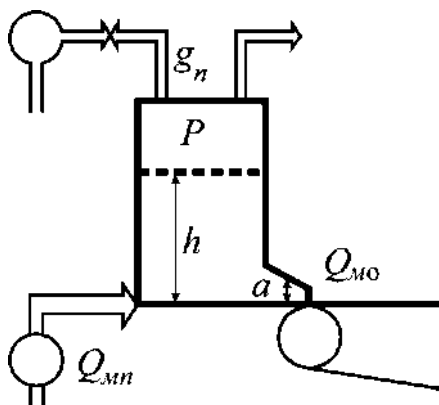


Рисунок 1 – Схема напорного ящика с воздушной подушкой

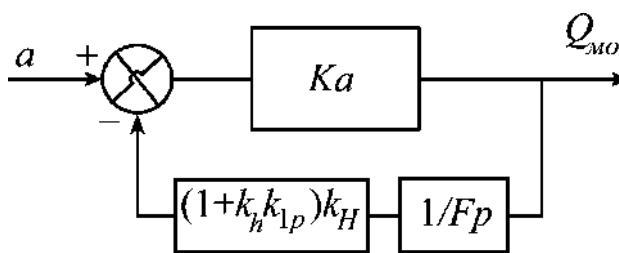


Рисунок 2 – Структурная схема объекта управления

Передаточная функция данной системы после приведения к стандартному виду будет равна: $W_{a-Q_{MM}}(p) = k_{oy} / (1 + T_{oy})$, где $k_{oy} = k_s F \lambda (1 + k_h k_{1p}) k_H$; $T_{oy} = F \lambda (1 + k_h k_{1p}) k_H$. С учетом транспортного запаздывания τ по каналу управления для нее получим:

$$W_{a-Q_{MM}}(p) = k_{oy} e^{-p\tau} / (1 + T_{oy}) \quad (3)$$

Объемный расход пульпы определяется следующим выражением:

$$Q_{MO} = ba\mu\sqrt{2gh} \quad (4)$$

где b – ширина щели НЯ, μ – коэффициент вытекания массы (коэффициент НЯ, обычно принимающий значения 0,95–0,99). Расход абсолютно сухого волокна в единицу времени вычисляется по формуле:

$$F_{ACB} = Q_{MO} C_{НЯ} \quad (5)$$

где $C_{НЯ}$ – концентрация массы в НЯ. Отсюда можно определить поперечный профиль распределения поверхностной массы для абсолютно сухого целлюлозного волокна:

$$M_{ACB} = F_{ACB} / (V_c b_c) \quad (6)$$

где V_c – скорость движения сетки. Все аргументы выражений (4)–(6) являются n -мерными векторами, где n – количество регулирующих секций НЦ: $Q_{MO}[a_1, \dots, a_n]$, $F_{ace}[Q_{MO1}, \dots, Q_{MO1}]$, $M_{ace}[F_{ace1}, \dots, F_{ace1}]$. Управление профилем должно вестись по плотности содержания сухого целлюлозного волокна на сетке.

Из вида передаточной функции (3) следует, что в соответствующей системе автоматического управления нужно использовать ПИД (в частном случае ПИ) – регуляторы. Для определения необходимых воздействий на каждую секцию губы НЯ определяется расчетный профиль массы по датчикам положения губы согласно формуле, аналогичной соотношениям (4) и (6):

$$M_{ACBi}^* = b_i a_i \mu \sqrt{2gh} c_{НЯ} / (V_c b_c) ; \quad b_1 = b_2 = \dots = b_n \quad (7)$$

После получения расчетного профиля полученные данные сверяются с текущим профилем на накате с учетом весовых коэффициентов, которые определяют взаимное влияние регулирующих секций. Затем рассчитывается необходимая форма верхней губы (величины a_i для каждой i -й секции) с целью обеспечения заданного профиля бумажного полотна M_{ACBi}^{SP} . Коррекция положения губы производится таким образом, чтобы относительное суммарное отклонение от нулевого положения всегда было постоянным. Тогда дисперсия массы будет описываться таким же законом распределения, но так как имеется доопытная (априорная) информация в виде управляющего воздействия на исполнительные механизмы секций НЦ, то распределение дисперсий массы будет носить псевдослучайный характер.

Изменение положения одной из секций губы НЯ обычно оказывает влияние на расход массы не только через данную секцию, но и через соседние вследствие растекания пульпы. Поэтому приходится осуществлять управление сразу множеством секций. Для формирования алгоритма такого управления используется математический аппарат расчёта дисперсий и математических ожиданий. Он работает по следующей схеме. На сервере системы управления производится непрерывный расчёт среднего значения поперечного поверхностного профиля массы: $M = \text{сумма}(M_i)/n$, где $i=1, \dots, n$ – номер секции НЯ. Там же рассчитываются дисперсии на каждом цикле проведения поперечных измерений профиля бумажного полотна по каждой секции на накате; это даёт оценку разброса массы, которая вычисляется как среднеквадратичное отклонение $(M - M_i)^2$ по всем i . Этот метод работает по умолчанию для выравнивания профиля массы и получения минимальных отклонений от его среднего значения.

В случае, когда необходимо получить какой-то заданный профиль, производится расчёт дисперсий по отклонению текущего профиля от заданного для каждой секции напорного ящика. Следующим шагом является определение секций, требующих корректировки. Это участки с наибольшим отклонением от математического ожидания (с максимальной дисперсией). Для них устанавливается пороговое значение разброса регулируемого параметра, отклонение от которого в ту или иную сторону инициирует процесс регулирования. Участки полотна, на которых наблюдаются минимальные значения дисперсий и которые находятся в границах допустимого диапазона, исключаются из регулирования, но не исключаются из расчётов. Далее определяется разность между заданным значением профиля по i -ой секции и значением, полученным от системы контроля качества по тому же участку на накате $M_{sp} - M_i = \Delta$. Следующим этапом является расчёт профиля на сетке для каждой секции по формуле (7). После этого производится коррекция полученных расчётных данных по накату: $M^*_{ACBF} = M^*_{ACBF} + 0,8\Delta$. Коэффициент 0,8 во втором слагаемом учитывает недорегулирование в канале управления. Наконец, из выражения (7) определяется новое положение a секции губы НЯ, минимизирующее разность $M_{sp} - M_i = \Delta$, и производится перерасчёт положений секций, на которые повлияло изменение положения i -ой секции по следующей системе: $a[i-j+m] = k[i-j+m]a[i]$; $a[i+j-m] = k[i+j-m]a[i]$, где $m=0, \dots, j-1$; $j=2, \dots, p$; $k[i-j+m] = k[i+j-m]$ – матрицы коэффициентов усиления размерностью $1 \times j$, причём коэффициент коррекции k лежит в диапазоне от 0 до 1. Матрицы равны между собой, т.к. регулирование производится симметрично относительно i -ой секции, требующей регулировки, по закону нормального распределения. По новым значениям положений секций губы НЯ производится выдача сигналов управления на исполнительные механизмы.

Данный алгоритм является оптимальным для подобной системы, так как все математические выкладки производятся на «верхнем уровне» на рабочей станции, что не оказывает влияния на быстродействие системы управления технологическим процессом и оборудованием БДМ.

ВЛИЯНИЕ ТАНТАЛА НА СОДЕРЖАНИЕ ω -ФАЗЫ В СВЕРХУПРУГИХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ

Конопацкий А.С., Жукова Ю.С., Филонов М.Р., Прокошкин С.Д.
НИТУ «МИСис», г. Москва, Россия, E-mail: konopatskiy@misis.ru

Аннотация: проведено исследование влияния легирования сверхупругих титановых сплавов на основе Ti-18Zr-14Nb танталом на содержание в них мелкодисперсной ω -фазы. Установлено, что даже небольшие добавки тантала (до 3%), за счет снижения содержания ниобия приводит к полному подавлению образования атермической ω_{ath} -фазы и существенному снижению содержания изотермической ω_{iso} -фазы.

Введение

В последние годы большое внимание привлекли безникелевые сверхупругие титановые сплавы медицинского назначения, к наиболее перспективным из которых относят сплавы системы Ti-Nb [1-5]. В основе свойства сверхупругости сплавов данной системы лежит обратимое мартенситное превращение высокотемпературной β -фазы в низкотемпературную α'' -фазу. Критерием оценки сверхупругого поведения сплава можно считать кристаллографический ресурс обратимой деформации, показывающий максимально возможную деформацию решетки β -фазы при мартенситном превращении. Было показано, что в сплавах этой системы с повышенным содержанием циркония достигаются высокие значения величины обратимой деформации [6]. К особенностям сплавов системы Ti-Nb является образование в них вторичной мелкодисперсной ω -фазы, способной приводить к нежелательному охрупчиванию материала [8, 9]. По этой причине контроль образования этой фазы является важной практической задачей.

Материалы и методы

Для исследования были выбраны следующие сплавы: Ti-18Zr-14Nb (18-14), Ti-18Zr-14Nb-1Ta (18-14-1), Ti-18Zr-13Nb-1Ta (18-13-1), Ti-18Zr-13Nb-2Ta (18-13-2), Ti-18Zr-12Nb-2Ta (18-12-2) и Ti-18Zr-11Nb-3Ta (18-11-3). В качестве сплава сравнения был выбран хорошо изученный ранее Ti-22Nb-6Zr (22-6) (здесь и далее состав приведен в ат. %, в скобках приведены условные обозначения сплавов по легирующим элементам). Слитки были получены методом вакуумно-дугового переплава с нерасходуемым вольфрамовым электродом. Масса каждого слитка составила около 40 г.

Термомеханическую обработку (ТМО) проводили с использованием лабораторных печей *СНОЛ-16251/11-ИЗ* и *Borel KN 1050-320*. В качестве режимов ТМО были выбраны: отжиг при температуре 600 °С в течение 30 мин и старение при температуре 300 °С в течение 10 часов.

Рентгенографические исследования проводили на дифрактометре *PANaliticalX'PertPRO* в $CuK\alpha$ -излучении при комнатной температуре, а также в температурной камере *ТТК 450* при минус 160 °С.

Результаты и обсуждение

Согласно рентнограммам, полученным при комнатной температуре и -160 °С на образцах сплавов, подвергнутых отжигу при 600 °С в течение 30 мин, глубокое охлаждение ведет к формированию атермической ω_{ath} -фазы, которая растворяется при нагреве до комнатной температуры, как это показано на рисунке 1 (I), (II).

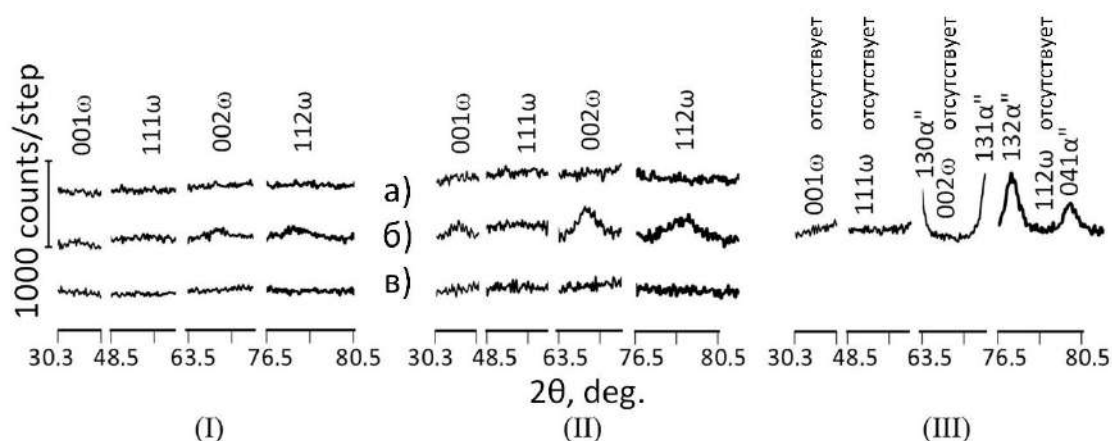


Рисунок 1 – Фрагменты рентгенограмм, демонстрирующих образование атермической ω_{ath} -фазы в условиях глубокого охлаждения и ее растворение при нагреве до комнатной температуры. (I) – 18-14, (II) – 18-14-1, (III) – 18-11-3; а) при комнатной температуре, б) при -160°C , в) при комнатной температуре после отогрева от -160°C

Согласно рисунку 1, на котором представлены фрагменты рентгенограмм, полученных при -160°C , повышение концентрации тантала ведет к снижению склонности сплавов к выделению атермической ω_{ath} -фазы, причем в сплаве 18-11-3 она не образуется вовсе.

Рентгенографические данные, полученные на образцах сплавов, подвергнутых старению при 300°C в течение 10 часов, позволили построить зависимость отношения суммарной интегральной интенсивности ω_{iso} и β -фаз от концентрации тантала в различных сплавах (рис.2).

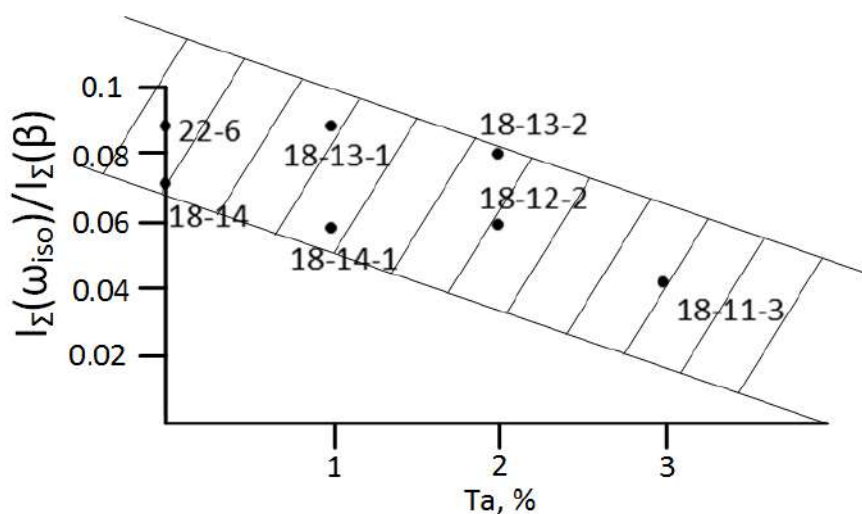


Рисунок 2 – Зависимость отношения относительной суммарной интенсивности ω_{iso} - и β -фаз $I_{\Sigma}(\omega_{iso}) / I_{\Sigma}(\beta)$ соответственно от концентрации Ta в сплавах

Из приведенной зависимости видно, что образование изотермической ω_{iso} -фазы заметно подавляется с ростом содержания в сплавах тантала. Таким образом добавки тантала приводят к подавлению образования ω -фазы как по изотермическому так и по атермическому механизму. Данный эффект может являться прямым следствием того, что тантал замедляет процессы диффузии в титановых сплавах, снижая подвижность атомов и препятствуя релаксации микронапряжений. Однако данное предположение неприменимо к вопросу образования атермической ω_{ath} , образующейся в условиях глубокого охлаждения, когда в целом диффузией можно пренебречь. Таким образом механизм влияния тантала на подавление атермической ω_{ath} требует дополнительного исследования.

Расчет параметров решетки гексагональной ω_{ath} - и ω_{iso} фаз подтвердил, что в пределах ошибки они обладают одинаковым характеристическим параметром

$c/a=0.613\pm 0.003$. Полученные результаты подтверждают, что ω_{ath} и ω_{iso} представляют собой одну и ту же фазу, имеющую различную кинетику процессов релаксации.

Заключение

Показано, что легирование сверхупругих сплавов системы Ti-Nb-Zr танталом ведет к подавлению образования как атермической, так и изотермической ω -фазы. Установлено, что ω_{ath} и ω_{iso} представляют собой одну и ту же фазу.

Список литературы:

1. P.J.S. Buenconsejo, H.Y. Kim, H. Hosoda, S. Miyazaki, Shape memory behavior of Ti-Ta and its potential as a high-temperature shape memory alloy, *Acta Mater.* 57 (4) (2009) 1068–1077.
2. J. Fu, H.Y. Kim, S. Miyazaki, Effect of annealing temperature on microstructure and superelastic properties of a Ti-18Zr-4.5Nb-3Sn-2Mo alloy, *J. Mech. Behav. Biomed.* 65 (1) (2017) 716–723.
3. I.Yu. Khmelevskaya, I.B. Trubitsyna, S.D. Prokoshkin, S.V. Dobatkin, V.V. Stolyarov, E.A. Prokofjev, Thermomechanical treatment of Ti-Ni-based shape memory alloys using severe plastic deformation, *Mat. S. Forum* 426–432 (3) (2003), 2765–2770.
4. S.D. Prokoshkin, I.Yu. Khmelevskaya, S.V. Dobatkin, I.B. Trubitsyna, E.V. Tatyandin, V.V. Stolyarov, E.A. Prokofiev, Alloy composition, deformation temperature, pressure and post-deformation annealing effects in severely deformed Ti-Ni based shape memory alloys, *Acta Mater.* 53 (9) (2005) 2703–2714.
5. V. Brailovski, S.D. Prokoshkin, I.Yu. Khmelevskaya, K. Inaekyan, V. Demers, S.V. Dobatkin, E.V. Tatyandin, Structure and properties of the Ti50.0at%Ni alloy after strain hardening and nanocrystallizing processing, *Thermomechanical Mat. Trans.* 47 (2006) 795–804.
6. S.D. Prokoshkin, V. Brailovski, K. Inaekyan, V. Demers, I.Yu. Khmelevskaya, S.V. Dobatkin, E.V. Tatyandin, Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti-Ni shape memory alloys, *Mat. Sci. Eng. A* 481–482 (2008) 114–118.
7. H.Y. Kim, J.F., H. Tobe, J.I. Kim, S. Miyazaki, Crystal structure, transformation strain, and superelastic property of Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta alloys, *Shape Memory Superelasticity* 1 (2015) 107–116.
8. K. Inaekyan, V. Brailovski, S. Prokoshkin, V. Pushin, S. Dubinskiy, V. Sheremetyev, Comparative study of structure formation and mechanical behavior of age-hardened Ti-Nb-Zr and Ti-Nb-Ta shape memory alloys, *Mater. Charact.* 103 (2015) 65–74.
9. S.M. Dubinskiy, V. Brailovski, S.D. Prokoshkin, V. G. Pushin, K. Inaekyan, V. Sheremetyev, M.I. Petrzhih, M. Filonov, Structure and Properties of Ti-19.7Nb-5.8Ta Shape Memory Alloy Subjected to Thermomechanical Processing Including Aging, *J. Mater. Eng. Perform.* 22(9) (2013) 2656–2664.

КОМПОЗИЦИОННЫЕ РАДИОПОГЛОЩАЮЩИЕ ВОЛОКНИСТО-ПЛЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ

Бокова Е.С., Девина Е.А., Коваленко Г.М.

Российский государственный университет имени А.Н. Косыгина (Технологии. Дизайн. Искусство), г. Москва, Россия, E-mail: leno4kavl@mail.ru

Активное развития радио- и электронной техники приводит к увеличению числа разнообразных источников электромагнитного излучения, воздействие которого негативно влияет на здоровье человека и создает нежелательные электромагнитные помехи для работы электронных устройств. В связи с этим, проблема снижения уровня электромагнитного воздействия на биологические объекты и обеспечение совместимости электронных устройств является актуальной и приоритетной для экологической, энергетической безопасности и энергоресурсосбережения.

К наиболее распространенным способам решения поставленной проблемы относятся: защита «расстоянием», то есть удаление от зоны действия электромагнитного излучения; «временем» то есть снижение продолжительности воздействия электромагнитного излучения; снижение мощности генераторов электромагнитного излучения; создание защитных экранов, а также применение защитных радиопоглощающих материалов (РПМ) [1].

Проблема применения РПМ в настоящее время достаточно полно решена в отношении маскировки техники и стационарных объектов, но не в полной мере проработана для защиты человека, прежде всего из-за большого веса и недостаточной гибкости экранирующих материалов.

Цель работы – разработка композиционных радиопоглощающих волокнисто-пленочных материалов, одинаково эффективных для индивидуальной защиты человека и экранирования электронных устройств.

В работе получены многослойные материалы, состоящие из двух полиэфирных нетканых полотен, модифицированных электропроводящим наполнителем [2], и наполненных полимерных пленок на основе поливинилхлорида (ПВХ) марки Е-6650-М [3]. В качестве модифицирующего наполнителя для придания поглощающих свойств, как для нетканого полотна, так и для ПВХ пленок использовано диспергированное углеродное волокно марки УГЦВ-1 длиной 5 мм. Исходя из ранее проведенных исследований содержание углеродного волокна в нетканых полотнах составляло 3 г/м² [4], в монолитных пленках – от 0,25 до 1,0 мас.ч. на 100 мас.ч. полимера. Покрытие формовали при помощи ножевой ракля с последующим желированием при температуре 175±5 °С в течение 5±1 мин.

На рисунке 1 представлены микрофотографии поперечных срезов модифицированных нетканых полотен (рис.1,а) и монолитных пленок на основе ПВХ (рис.1,б).

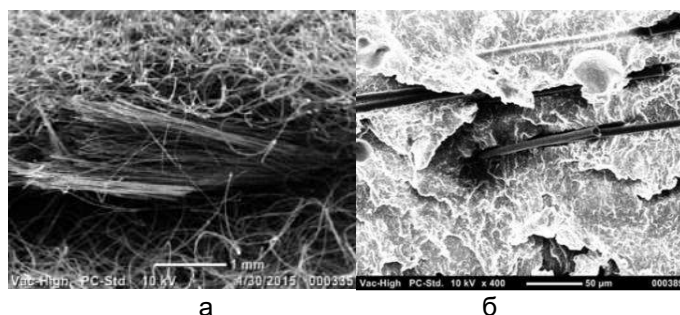


Рисунок 1 – Микрофотографии поперечных срезов: а – модифицированного нетканого полотна, б – наполненной монолитной пленки на основе ПВХ

В модифицированном нетканом полуфабрикате электропроводящий наполнитель равномерно распределен между двумя полотнами, скрепленными иглопробивным способом, а также проникает в их объем за счет захвата и протаскивания зазубринами игл (рис.1,а). В структуре наполненных полимерных пленок (рис.1,б) имеют место мелкие дефекты в виде полых полостей на границе раздела полимер-наполнитель при

этом углеродные волокна достаточно равномерно распределены в объеме полимерного покрытия и преимущественно ориентированы вдоль направления движения ракля.

Одной из основных функциональных характеристик РПМ является зависимость коэффициента отражения от длины падающей волны электромагнитного излучения или частотная зависимость коэффициента отражения [5].

Для определения коэффициента отражения полученных материалов использовали измерители коэффициента стоячей волны по напряжению (КСВН) панорамные типа Р2 с оконечной нагрузкой волноводного тракта в виде согласующих рупорных антенн. Рупорный метод измерений позволяет получить амплитудную зависимость модуля коэффициента отражения по мощности РПМ в диапазоне частот от 2,6 до 37,5 ГГц.

При проведении измерений коэффициента отражения образцы располагали на металлической подложке вплотную к раскрытию рупорных антенн [6]. Результаты измерений получали в виде значений коэффициента отражения (R) в относительных единицах – децибелах (дБ).

На рисунке 2 представлены характеристики частотных зависимостей коэффициента отражения композиционных радиопоглощающих волокнисто-пленочных материалов с различным содержанием углеродного волокна в полимерном покрытии на основе ПВХ. Для обеспечения согласования волнового сопротивления свободного пространства и волокнисто-пленочного РПМ, в качестве внешнего слоя материала было выбрано модифицированное нетканое полотно.

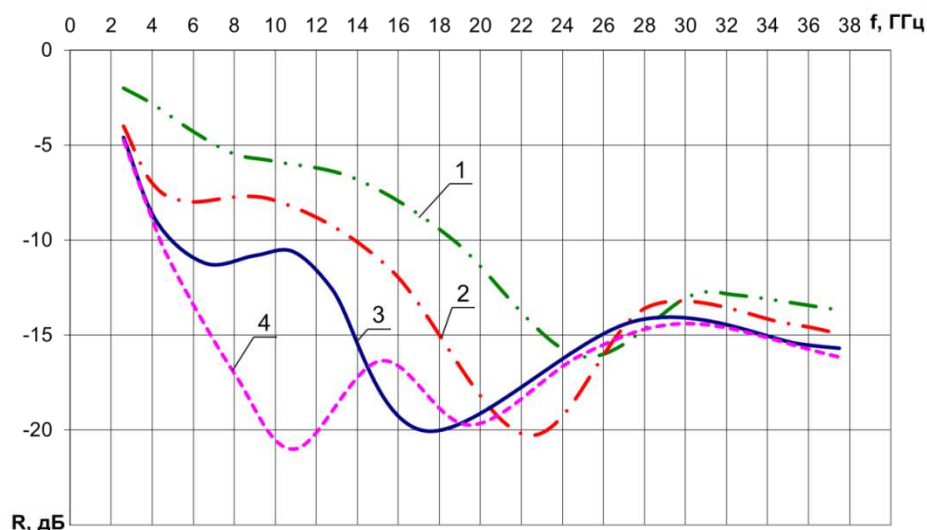


Рисунок 2 – Частотные зависимости коэффициента отражения образцов композиционных волокнисто-пленочных РПМ. Содержание углеродного волокна в полимерном покрытии, мас.ч.: 1 – 0,25; 2 – 0,5; 3 – 0,75; 4 – 1,0

Исходя из частотных зависимостей установлено, что наиболее эффективной радиопоглощающей способностью (при значениях коэффициента отражения менее минус 10 дБ) в широком диапазоне частот от 4,5 до 37,5 ГГц обладают композиционные волокнисто-пленочные РПМ, содержащие 1,0 мас.ч. наполнителя на 100 мас.ч. ПВХ.

Таким образом, в настоящей работе разработаны многослойные композиционные волокнисто-пленочные РПМ, состоящие из нетканых полотен и полимерного покрытия на основе поливинилхлорида, модифицированных диспергированным углеродным волокном.

Полученные РПМ обладают гибкостью, легкостью, работают в широком диапазоне частот, что позволяет применять их для изготовления специальной защитной одежды для человека и чехлов технического назначения для экранирования электронных устройств.

Список литературы:

1. Макаревич, А.В. Радиопоглощающие полимерные композиционные материалы в технике СВЧ / А.В.Макаревич, В.А. Банный // *Материалы, технологии, инструменты*. – 1999. – Т. 4, № 3. – С. 24-32.
2. Бабушкин С.В., Дедов А.В. и др. Пат. РФ на изобр. № 2197041. Способ получения радиопоглощающего материала. Оpubл. 20.01.2003.
3. Радиопоглощающий материал на основе поливинилхлорида, наполненного диспергированным углеродным волокном / Е.А. Власенко, Е.С. Бокова, А.В. Дедов, К.Л. Девин // *Пластические массы*. – 2016. – №5-6. – С. 41 – 43.
4. Влияние состава волокнисто-пористого композиционного материала на его радиофизические характеристики / Е.А. Девина, Е.С. Бокова, К.Л. Девин и др. // *Химические волокна*. – 2016. – № 6. – С. 42 – 45.
5. Любченков, А.В. Методики измерения отражательных характеристик радиопоглощающих материалов в радиолокационном диапазоне длин волн в интересах защиты информации на объектах информатизации / А.В. Любченков // *Вестник Воронежского государственного технического университета*. – 2009. – Т.5, №9. – С. 148-150.
6. Ковнеристый, Ю.К. *Материалы, поглощающие СВЧ-излучения* / Ю.К. Ковнеристый, И.Ю. Лазарев, А.А. Раваева, – М.: Наука, 1982. – 162 с.

УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЁВ GaN/Al₂O₃¹Гузилова Л.И., ¹Кардашев Б.К., ²Печников А.И.,¹Крымов В.М., ^{1,2}Николаев В.И.¹ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН, г. Санкт-Петербург, Россия²ООО «Совершенные кристаллы»,

г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: luba-guzilova@yandex.ru

Введение

Методы физической акустики позволяют исследовать упругие свойства и микропластичность материалов не разрушая их. Резонансный метод пьезоэлектрического вибратора нашел широкое применение для таких исследований. В данной работе нами показано, что этот метод позволяет исследовать не только объемные материалы, но и работать с такими образцами как эпитаксиальные пленки на подложках, Ранее для исследования которых в основном использовались методы: низкочастотных изгибных колебаний [1,2] и микро- и наноиндентирования [3,4], которые имеют ряд недостатков. Недостатком первого метода является то, что нельзя непосредственно измерить модули пленок, а микропластические свойства, в свою очередь, оцениваются по данным амплитудно-зависимого внутреннего трения очень сложным пересчетом. В случае же микро- и наноиндентирования подложка оказывает огромное влияние на измерения, слишком сильно влияет состояние поверхности материала и результаты зависят от величина нагрузки.

Объекты исследования (кристаллы GaN, эпитаксиальные слои GaN/c-Al₂O₃ и кристаллические подложки c- Al₂O₃)

Эпитаксиальные слои GaN были выращены методом хлорид-гидридной эпитаксии (HVPE) на базисной (с) грани сапфировых подложек, которые были изготовлены в виде длинных брусков размером 50×2×1 мм³, ориентированных вдоль направления а (в монокристалле сапфира). Соответственно, вдоль длинной оси образца слой GaN имел направление [10-10], а подложка Al₂O₃ [11-20]. Толщина слоёв составляла до ~100 мкм. По данным рентгеновской дифракции кривая качания GaN/Al₂O₃ имела полуширину 277 arcsec (рис.1), что свидетельствует об их высоком кристаллическом качестве. Для сравнения в работе использовались объемные поликристаллические образцы нитрида галлия, толщиной ~1 мм, выращенные аналогичным способом и отделенные от подложки.

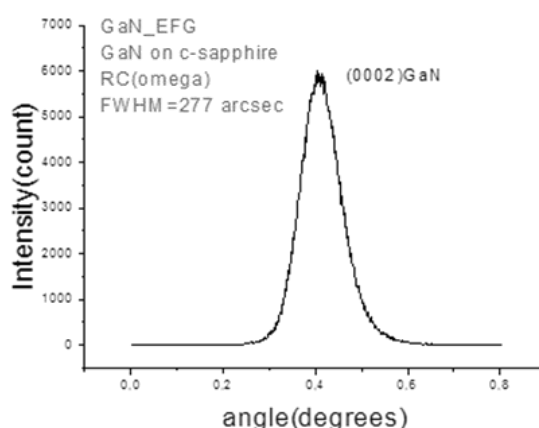


Рисунок1 – Рентгеновская кривая качания слоя GaN, выращенного на боковой грани сапфирового бруска (подложке)

Описание методики, используемой в работе

Метод составного пьезоэлектрического вибратора описан в [5,6]. Суть данного метода состоит в том, что с помощью пьезоэлектрического кварцевого преобразователя в испытуемом образце, приклеенном к кварцу, возбуждается продольная стоячая ультразвуковая волна. Акустическая система, состоящая из

пьезокварца с исследуемым образцом, настраивается в резонанс на определенной частоте (~100 кГц) возбуждающего электрического напряжения.

Зная резонансную частоту составного вибратора и резонансную частоту пьезокварца, можно определить резонансную частоту образца:

$$fm = f_2 m_2 - f_q m_q \quad (1)$$

Здесь f и m , $f_q m_q$ и m_q – соответственно резонансные частоты и массы образца и кварца, а f_2 и m_2 – частота и масса составного (двойного) вибратора.

По аналогичной формуле рассчитывается декремент образца δ :

$$\delta m = \delta_2 m_2 - \delta_q m_q \quad (2)$$

Измерения проводятся дважды: вначале определяются акустические параметры кварца, f_q и δ_q , затем двойного вибратора (кварца с приклеенным образцом).

Амплитуда пропорциональна току, проходящему через кварц, декремент – эквивалентному электрическому сопротивлению кварца или кварца с образцом, а модуль упругости (Юнга) рассчитывается по формуле:

$$E = 4\rho(lf)^2 \quad (3)$$

В данной формуле ρ и l – соответственно плотность и длина образца.

Результаты экспериментов

В настоящем исследовании измерения проводились дифференциальным путем, т.е. сначала определились характеристики подложки, затем той же подложки со слоем. Определение параметров слоя проводилось методом вычитания подложки. Для проверки справедливости такого подхода и уточнения других свойств нитрида галлия дополнительно проводились измерения и на объемных кристаллах GaN [7]. Необходимая для расчета модуля Юнга величина плотности была измерена на объемном образце методом гидростатического взвешивания и составляла для объемного материала 6,12 г/см³. Результаты экспериментов приведены на рисунках 2 и 3.

Таблица 1 – Сравнение данных о модуле Юнга GaN полученных в данной работе с литературными [8-10]

Образцы	E, ГПа
Литературные данные	
Монокристаллы [8]	302,7*
Эпитаксиальный слой GaN на SiC подложке [9]	330,0**
Высококачественный эпитаксиальный слой GaN (MOCVD) [10]	302,5*
Определено акустическим методом составного пьезоэлектрического вибратора	
Эпитаксиальный слой GaN (HVPE)	277,6
Объемный GaN	290,0
*Вычислено с помощью данных, полученных бриллюэновского рассеяния	
**Измерено методом микроиндентирования	

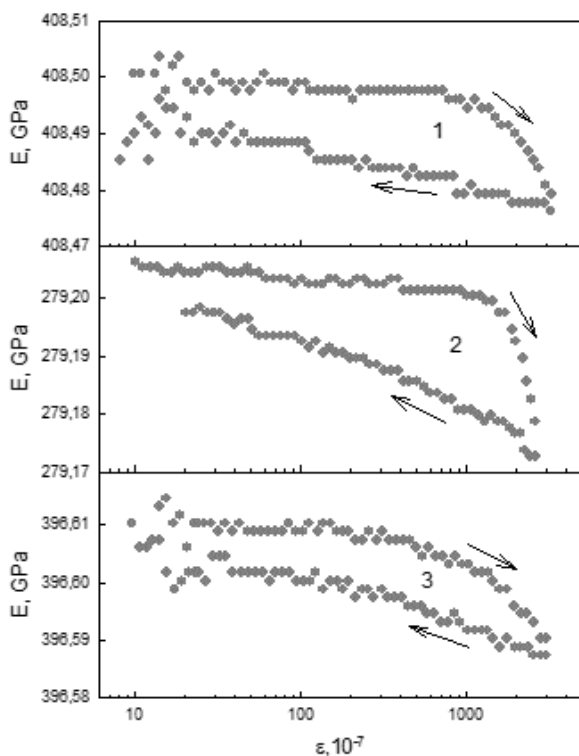


Рисунок 2 – Амплитудные зависимости модуля Юнга E для образцов сапфира (1), объемного GaN (2) и того же образца сапфира после нанесения эпитаксиального слоя GaN (3)

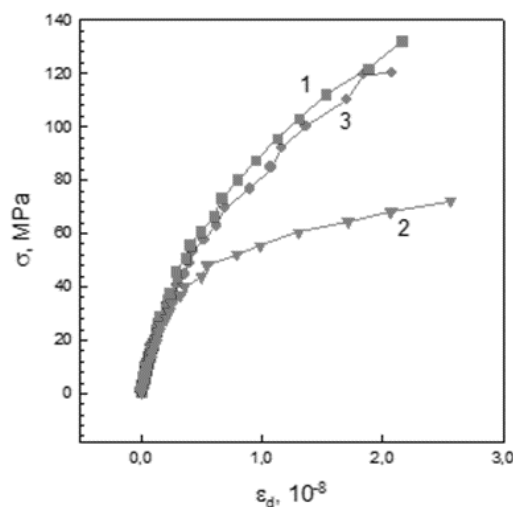


Рисунок 3 – Диаграммы микропластического деформирования образцов сапфира (1), объемного GaN (2) и сапфира после нанесения эпитаксиального слоя GaN (3)

Как оказалось, значения модуля Юнга для слоев GaN исследуемых в данной работе неплохо согласуются со значениями, полученными ранее в [8-10]. На наш взгляд предложенный подход расширяет возможности исследования упругих и неупругих свойств, таких объектов как эпитаксиальные слои. Более того методика позволяет измерять упругие свойства в направлении параллельном межфазной границе слой/подложка.

Список литературы:

1. Nishino Y., Ota Y., Kawazoe T. // *Materials Science and Engineering A* 370 (2004) 146-149.
2. Nishino Y., Ikai K. // *Materials Science and Engineering A* 442 (2006) 347–351.
3. Гузилова Л.И., Маслов В.Н., Айфантис К.Е., Николаев В.И., Романов А.Е. // *Научно-технический вестник информационных технологий, механики и оптики* 15 (2015) 546-549.
4. Гузилова Л.И., Гращенко А.С., Печников А.И., Маслов В.Н., Завьялов Д.В., Абдрахманов В.Л., Романов А.Е., Николаев В.И. // *Materials Physics and Mechanics* 29 (2016) 166-171.
5. Никаноров С.П., Кардашев Б.К. *Упругость и дислокационная неупругость кристаллов* (М., Наука, 1985), с. 254.
6. Кардашев Б.К. // *Кристаллография* 54 (2009) 1074-1086.
7. Мынбаева М.Г., Печников А.И., Ситникова А.А., Кириленко Д.А., Лаврентьев А.А., Иванова Е.В., Николаев В.И. // *Письма ЖТФ* 41 (2015) 84-90.
8. Polian A., Grimsditch M., Grzegory I. // *J. Appl. Phys.* 79 (1996) 3343-3344.
9. Nikolaev V.I., Shpeizman V.V., Smirnov B.I. // *Physics of the Solid State.* 42 (2000) 437-440.
10. Takagi Y., Ahart M., Azuhata T., Sota T., Suzuki K., Nakamura S. // *Physica B* 219&220, (1996) 547-549.

ИЗМЕРЕНИЕ МОДУЛЕЙ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ ЛАЗЕРНЫМ УЛЬТРАЗВУКОМ

Кожушко В.В., Сергиенко В.П.

Государственное научное учреждение «Институт механики металлополимерных систем имени В.А. Белого» НАН Беларуси,
г. Гомель, Беларусь, E-mail: info@laser-ultrasound.com

Разрабатываемые металлические композиты замещают материалы предыдущих поколений. Измерение упругих модулей новых материалов – важная задача материаловедения, решение которой необходимо, чтобы подтвердить соответствие фактических свойств значениям, требуемым в конструкциях и изделиях. Свойства металлических композитов в значительной степени определяются материалом, составляющим основу объёма или матрицу. Свойства поликристаллических материалов зависят как от композиционного состава, так и от среднего размера зёрен, которые являются анизотропными кристаллитами. В отсутствие текстуры на макроскопическом уровне свойства поликристаллов не зависят от направления в силу *статистической* изотропности. Упругие модули связаны с плотностью и скоростями ультразвуковых волн – сдвиговых и продольных, согласно выражениям:

$$M = \rho V_L^2, \quad G = \rho V_S^2, \quad (1)$$

где M и G модули продольных и сдвиговых волн, ρ – плотность, а V_L и V_S – скорость продольных и сдвиговых волн, соответственно. В расчётах обычно используют модуль Юнга и коэффициент Пуассона, которые также можно определить, зная плотность и скорости продольной и сдвиговой волн [1].

Целью настоящей работы является демонстрация возможностей применения лазерных методов для возбуждения ультразвуковых импульсов в металлических композитах и их последующая регистрация широкополосными преобразователями. В результате оптико-акустического преобразования в металлических композитах возбуждаются всевозможные упругие импульсы, при этом для успешного решения задачи, связанной с их регистрацией, используются различные подходы. Самая распространённая и простая схема измерения «на просвет», в которой лазером облучается одна сторона плоскопараллельной пластинки, а регистрация ультразвука происходит с противоположной стороны. В случае пьезоэлектрических преобразователей между образцом и преобразователем должен быть обеспечен акустический контакт, что требует механической обработки поверхности и наличия тонкого соединительного жидкого слоя, толщину которого сложно контролировать. Ультразвуковой импульс испытывает значительные искажения формы и спектра при прохождении через границу раздела сред, что можно минимизировать в случае иммерсионной методики, когда образец погружается в воду. Такая схема может быть использована для измерений скорости продольных импульсов в большинстве материалов. Если поглощение оптического излучения в исследуемом образце незначительно, то применяют внешние «генераторы» – пластинки сильно поглощающих пластиков, в которых возбуждается зондирующий продольный импульс, а затем направляется в исследуемый образец. Для регистрации широкополосных ультразвуковых импульсов используется преобразователь на основе поляризованной плёнки поливинилиден фторида (ПВДФ) толщиной 25 мкм с диаметром чувствительного элемента 2 мм. Для передачи сигнала по коаксиальному кабелю на вход осциллографа, реализован неинвертирующий усилитель с коэффициентом ≈ 27 дБ на одном операционном усилителе LMH 6624, при этом ёмкость чувствительного элемента включена параллельно сопротивлению на неинвертирующем входе [2]. Преобразователь работает в «коротко-замкнутом» режиме, при котором регистрируемый сигнал пропорционален производной импульса давления по времени.

В качестве примера на рисунке 1 приведён сигнал, измеренный в образце поликристаллической меди. Начало отсчёта для времени пробега устанавливается по нарастающему фронту сигнала фотодиода в момент облучения поверхности образца лазерным импульсом. Затухание амплитуды сигналов связано с поглощением

(преобразованием в тепло) и рассеянием ультразвука в результате преломления и отражения на границах акустически анизотропных зёрен. Рассеяние проявляется через преобразование зондирующего импульса в продольные и сдвиговые волны, распространяющиеся в направлениях, отличных от зондирующего импульса, и создающие «микроструктурный шум». Площадь ПВДФ-преобразователя позволяет усреднить рассеянные волны и снижает влияние «микроструктурного шума».

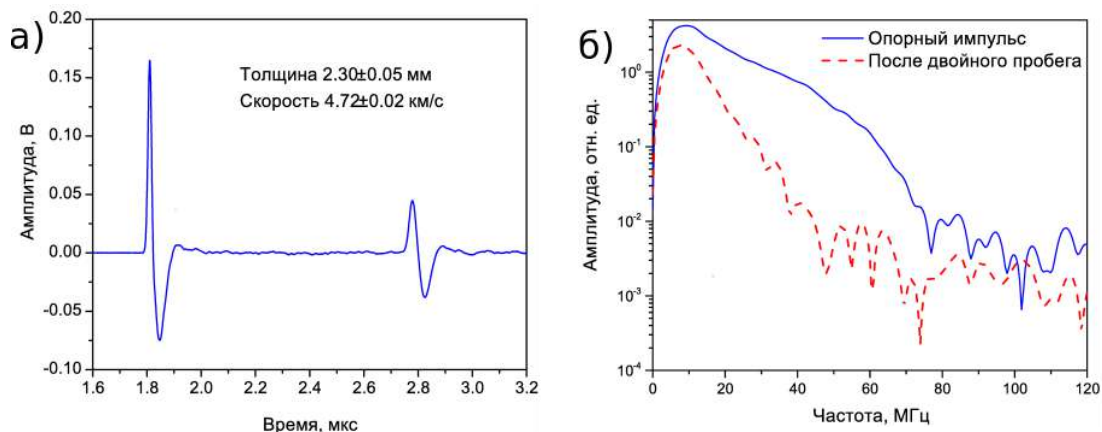


Рисунок 1 – Продольные ультразвуковые импульсы, зарегистрированные ПВДФ-преобразователем в поликристаллической меди (а) и спектры этих импульсов (б)

Электромагнитные акустические (ЭМА) преобразователи делают возможной регистрацию зондирующих ультразвуковых импульсов бесконтактным методом, что в совокупности с простотой реализации и низкой стоимостью представляется очень привлекательным для решения диагностических задач [3]. Комбинация лазерного возбуждения продольных импульсов с регистрацией ЭМА-преобразователем была рассмотрена в ряде работ, продемонстрировавших возможности расширения рабочего диапазон частот и улучшения разрешающей способности метода в задачах диагностики свойств [4]. Для возбуждения поверхностных импульсов излучение лазера фокусируется в отрезок цилиндрической линзой, в этом случае плотность мощности может превышать порог абляции и эффективность возбуждения обоих типов объёмных импульсов увеличивается, однако диаграммы направленности продольных и сдвиговых будут значительно отличаться. По схеме, представленной на рисунке 2,а, можно измерить значение обеих скоростей, локализовав источники вдоль оси образующей цилиндрической поверхности. Ультразвуковые импульсы воздействуют через силы Лоренца на вихревые токи и индуцируют переменное электромагнитное поле, которое регистрирует ЭМА-преобразователь у поверхности.



Рисунок 2 – Схема локализованного возбуждения импульсов (а). Образцы меди и бронзы (б)

Радиус цилиндрической поверхности образцов равен 10 мм, а толщина – 5 мм. В эксперименте излучение лазера фокусировалось цилиндрической линзой в отрезок длиной ≈ 4 мм и шириной порядка 0.1 мм, позиционирование пятна вдоль оси выполнялось микрометрическим столиком. В результате абляции материала на поверхности остаются незначительные отпечатки. Малые размеры источника приводят к потерям низкочастотной части спектра из-за дифракции. Потери высоких частот происходят из-за поглощения и рассеяния, разделить которые в эксперименте

затруднительно. Анизотропия упругих свойств монокристаллических зёрен материалов определяет интенсивность рассеяния в поликристаллах. Рассчитанное для кубических монокристаллов отношение Ценера $\eta = 2C_{44}/(C_{11} - C_{12})$ у меди составляет 3,2, у железа – 2,5 и у алюминия – 1,2. Модули поликристаллических материалов получаются в результате усреднения модулей зёрен, ориентированных случайным образом [3]. Таким образом, интенсивность рассеяния выше для микроструктуры с более крупным средним размером зерна. В рассматриваемом диапазоне рассеяние увеличивается с частотой. Спектр зондирующего импульса сужается с увеличением расстояния от источника, что приводит к уменьшению полного размаха амплитуды измеряемых сигналов. Приведённые на рисунке 3 сигналы показывают, что продольный импульс опережает сдвиговый импульс и рассеянное ультразвуковое поле. В образце бронзы определяются продольный и сдвиговый импульсы, а в сигнале, полученном в образце меди, выделить сдвиговый импульс затруднительно, что можно объяснить более существенным рассеянием. Полученные значения скорости согласуются с известными справочными значениями.

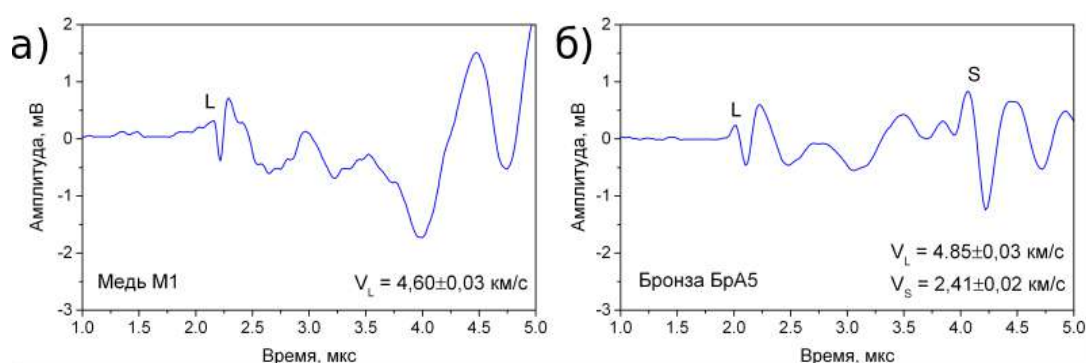


Рисунок 3 – Примеры сигналов, литеры L и S отмечают продольные и сдвиговые импульсы

В работе показаны подходы по применению оптико-акустического преобразования наносекундных лазерных импульсов в металлических композитах для измерения скорости продольных и сдвиговых импульсов, и последующего определения упругих модулей материалов. Бесконтактная регистрация возбуждаемого лазером ультразвука представляется перспективной для решения задач неразрушающего контроля и диагностики свойств.

Список литературы:

1. Ультразвуковой контроль материалов. Справ. изд. Й. Крауткремер, Г. Крауткремер; Пер. с нем. – М.: Металлургия, 1991. – 762 с.
2. Kozhushko, V. V. Broadband optoacoustic measurements of ultrasound attenuation in severely plastically deformed nickel / V.V. Kozhushko, G. Paltauf, H. Krenn, S. Scheriau, R. Pippan // J. Appl. Phys. – 2010. Vol. 107. – P. 094905-1-9.
3. Hirao, M. EMATs for science and industry: noncontacting ultrasonic measurements / M. Hirao, H. Ogi, – Boston: Kluewer Academic Publisher, 2003. – 372 p.
4. Кожушко, В.В. Регистрация наносекундных оптико-акустических импульсов в стали / В.В. Кожушко, Г. Палтауф, Х. Кренн // Акуст. журн. – 2013. т. 59. – с. 279-282.

ВЫЯВЛЕНИЕ И ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ДЕФЕКТОВ В МАТЕРИАЛАХ КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АКУСТИЧЕСКИХ ВОЛН

¹Кустов А.И., Мигель И.А

¹Воронежский государственный педагогический университет, г. Воронеж, Россия
ВУНЦ ВВС ВВА им. профессора Н.Е.Жуковского и Ю.А. Гагарина,
г. Воронеж, Россия, E-mail: akvor@yandex.ru

Проблема выявления и характеристики дефектов в материалах конденсированного состояния – одна из наиболее актуальных в современном материаловедении. При этом важна информация не столько о самих дефектах, сколько об их влиянии на свойства материала. Свойства же определяются структурным строением материала. Поэтому, важно исследовать структуру с минимальным дополнительным воздействием, выявлять в ней области залегания дефектов, определять тип дефектов и характеризовать их по форме, размеру, степени опасности развития и проч. Желательно, чтобы различные методы исследования перечисленных характеристик систем дефектов взаимодополняли друг друга и базировались бы на одних физических принципах. Всем этим требованиям отвечают активно развивающиеся в последние десятилетия АМД-методы [1,2]. Суть их заключается в облучении объекта исследований акустическими волнами (АВ) гигагерцового диапазона, с дальнейшим приемом отраженного сигнала и его анализом. Так как по сути дефекты, это неоднородности материала, в области их локализации существует изменение акустического импеданса, которое и выявляется с помощью сканирующего акустического микроскопа (САМ).

Было предложено разработать режимы работы САМ, позволяющие анализировать структуру материала, характеризовать её по акустическим изображениям и с помощью метода $V(Z)$ -кривых [3]. Однородность и изотропность структуры определялась по результатам измерений скоростей ПАВ и коэффициента поглощения АВ в материале, а также по акустическим изображениям, по сигналу строки и проч. Обнаружение и характеристика дефектных областей и их систем были проведены АМД-методами для монокристаллов, стекол, сталей, керамик, чистых металлов. Метод $V(Z)$ -кривых позволил рассчитать значения скоростей акустических волн (v_R) с точностью до 0,2%. Деформация металла, возникновение упругих неоднородностей или микротрещин, проявляется в трансформации характерной зависимости выходного сигнала преобразователя V от расстояния Z до линзы.

На первом этапе проведены эксперименты на модельных объектах с дефектными структурами, выявленными стандартными методами, или в результате использования взаимодополняющих методик (например, акустомикроскопической визуализации и измерения параметров АВ, рис.1).

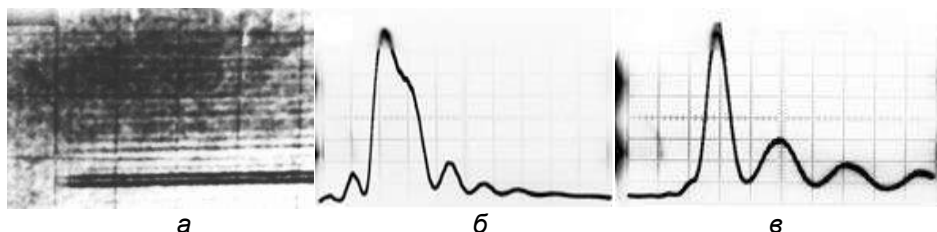


Рисунок 1 – Анализ дефектных структур АМД-методами а– акустическое изображение микротрещины в полупроводнике (Si<111>, масштаб 20 мкм/дел., $f = 402$ МГц, $Z = -16$ мкм); б, в– $V(Z)$ -кривые для полупроводниковых материалов (германий (б) и кремния(в), масштаб по вертикали 0,4 В, по горизонтали, соответственно, 1 дел.=11 мкм и 16 мкм)

На втором этапе были выявлены дефекты в стеклах различных марок, прошедших механическую обработку при различных параметрах воздействия. Такого типа дефекты не выявляются другими способами (рис.2,а). В районе их залегания существенно меняется вид $V(Z)$ -кривой (рис.2,б), что обеспечивает метод выявления микротрещин и характеристику их размеров и распределения в растре. Обнаружение

микротрещины в площади растра можно осуществить и с помощью режима строки (рис.2,в).

Обнаружена корреляция между параметрами обработки (давление на режущее устройство, глубина пропилов, скорость вращения режущего устройства и проч.) и количеством и размером дефектных областей, образующихся в стекле (рис.3).

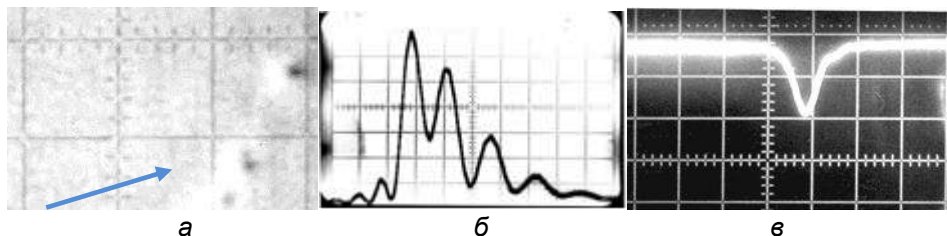


Рисунок 2 – Выявление и характеристика дефектов в стеклах АМД-методами (а – акустическое изображение трещины субмикронного размеров К-108; масштаб 11 мкм/дел.; б – изменение формы V(Z)-кривых в стекле в районе микротрещины; в – выявление микротрещины в режиме строки(по вертикали 1 дел.=0,25 В, по горизонтали 1 дел.=8 мкм)

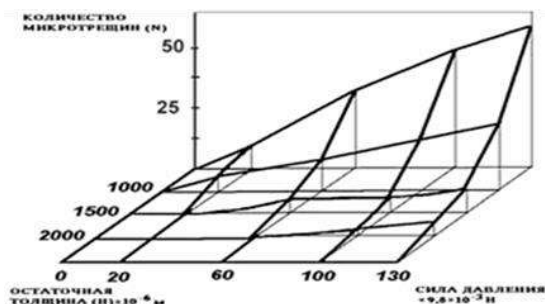


Рисунок 3 – Корреляция числа дефектов в стекле и параметров обработки (по результатам АМД-методов). Экспериментальная зависимость для стекла ТПС числа выявленных микронеоднородностей N от силы давления F на образец и глубины визуализации H

На третьем этапе рассматривались образцы сталей с микротрещинами, образовавшимися как в процессе изготовления, так и после деформационных воздействий различного типа. На рисунке 4 представлены корреляционные зависимости степени деформации и размера зерна стали, а также скорости ПАВ (v_R). Измеряя скорость ПАВ с помощью АМД-методов [4-6] можно надежно определять как размер зерна независимым способом, так и степень деформации. При образовании в результате деформации трещин в металле существенно изменяется характерная V(Z)-кривая (рис.4,в), что позволяет оценить и размер, и глубину залегания дефекта. Пример выявления с помощью САМ микротрещин

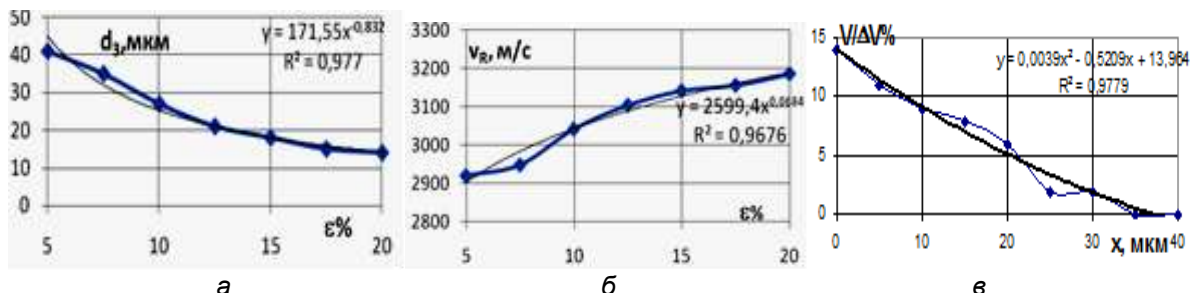


Рисунок 4 – Корреляционная зависимость размера зерна от степени деформации (ст. 20ХГСА); б) Зависимость скорости ПАВ в образце от степени деформации (ст. 20ХГСА); в) изменение коэффициента затухания АВ в меди (М1) с трещиной после деформационного воздействия

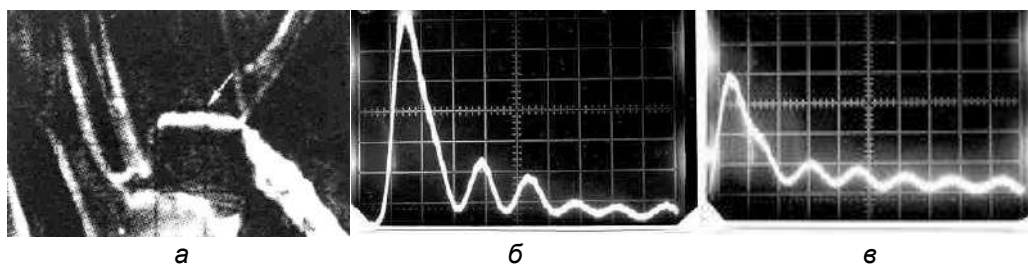


Рисунок 5 – Обнаружение дефектов металлических материалов после деформационного воздействия; а - акустическое изображение трещины субмикронного размера в стали аустенитного класса ($Z=40$ мкм, масштаб 20 мкм/дел); б – $V(Z)$ -кривые для одного из сортов стали (изменяется форма в районе микротрещины на 8–37%; ст. 30ХГСМЛ, $v_R=3,18 \cdot 10^3$ м/с, $\Delta Z_N=14,68$ мкм, $(\Delta V/V\%)_{\max}=37\%$, масштаб по вертикали 1 дел.= 0,25 В, по горизонтали – 1 дел.=12,2 мкм)

В сталях по акустическому изображению и с помощью $V(Z)$ -кривых (рис.5).

На четвертом этапе применяли АМД-методы для выявления и характеристики таких опасных дефектов как питтинги, так как очаги питтинговой коррозии являются концентраторами напряжений.

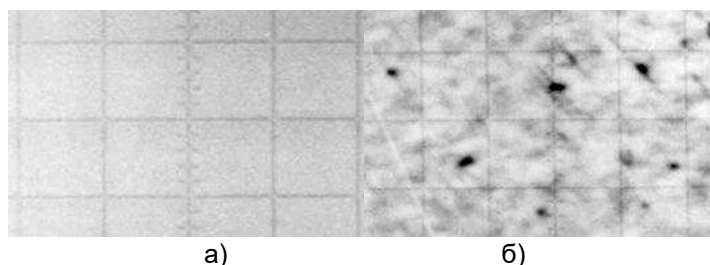


Рисунок 6 – Оптическое (а) 210^x и акустическое (б) изображения приповерхностного слоя стали (08X21H6M2T), подвергнутой коррозионным испытаниям (питтинг, масштаб 35 мкм/дел., $f=402$ МГц, б) $Z=-2$ мкм

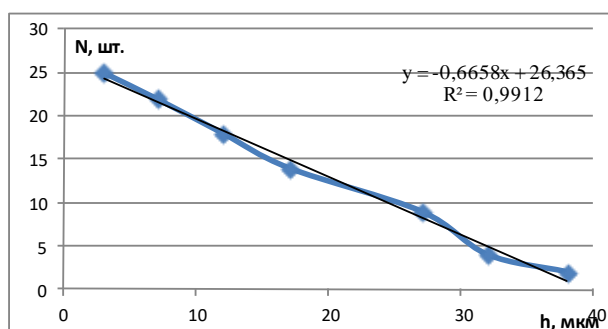


Рисунок 7 – Зависимость количества выявленных питтингов от глубины визуализации

При этом резко снижаются все механические свойства. В качестве объектов исследований были выбраны образцы сталей, подвергнутых питтинговой коррозии. Наиболее важными параметрами изменения состояния материала, вне зависимости от вида коррозии и марки стали, является наличие микродефектов, их размеры, количество, скорости роста, а также взаимосвязь этих параметров с прочностными характеристиками. При этом чаще всего сплав не является однородным материалом, и коррозия в нем носит локальный характер. Одной из разновидностей коррозионностойких сталей являются стали аустенитно-ферритного класса, содержащие 18–22% Cr, 2–7 % Ni, а также Mo и Ti. Для них существует проблема выявления локальных зон поражения, определения таких параметров дефектов, как диаметра и глубины проникновения. Чаще всего на поверхности материала питтинг не проявляется, а при изготовлении шлифов для исследований поверхностный слой часто «заполировывается»(рис.6). Эксперименты по оценке возможности выявления и характеристики микродефектов типа питтингов АМД-методами проводились на образцах сталей 08X21H6M2T и 06X14H6MD2T.

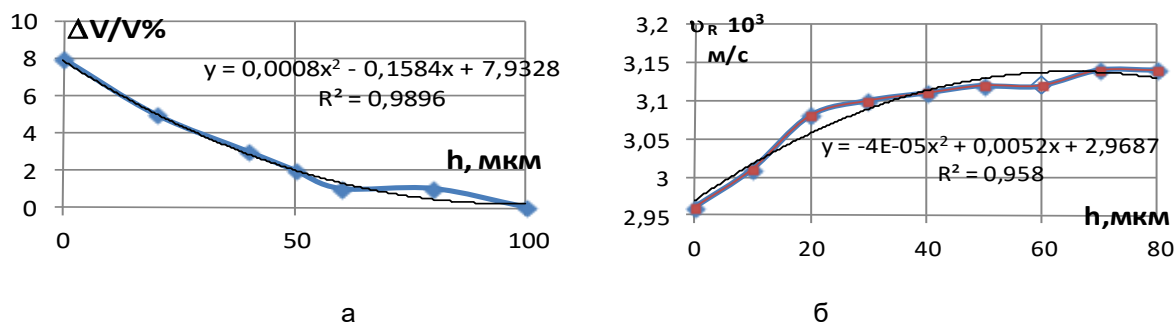


Рисунок 8 – Характеризация дефектных структур в стали с помощью АМД-методов;
 а – изменение уровня затухания АВ в образце с глубиной зондирования;
 б – изменение скорости ПАВ в образце с увеличением толщины снятого слоя.

На рисунке 6 представлены сравнительные оптическое и акустическое изображения поверхности стали 08Х21Н6М2Т после испытаний. Очаги микродефектов на оптическом снимке практически неразличимы. Существенный выигрыш при визуализации таких повреждений предоставляет АМД-метод [7]. Изменяя расстояние Z и используя зависимости коэффициентов трансформации на поверхности объекта (сталь–вода, сталь–ртуть, сталь–ацетон) с достаточно высокой точностью определяли глубину визуализации (h).

Измеряя на акустическом изображении диаметр питтинга на различных глубинах получали зависимости его размерного параметра от расстояния до поверхности. С учетом масштаба акустического изображения, размеры питтингов для образцов данной партии лежали в пределах 3–12 мкм. С увеличением глубины визуализации количество выявляемых питтингов сокращалось, а их диаметры уменьшались. При этом все отчетливее проявлялось структурное строение образцов. По сериям акустических изображений, аналогичных представленным на рисунке 6 получали зависимости количества (N) выявляемых питтингов от глубины визуализации (рис.7). Такие зависимости позволяют оценивать неразрушающим способом как максимальную глубину микродефектов, так и скорости их зарождения [5].

Для определения интегральной характеристики, позволяющей оценивать изменение параметров поверхности образца в целом более продуктивно использовать $V(Z)$ -метод. Эта характеристика – относительная высота ($\Delta V/V\%$) главного максимума $V(Z)$ – кривых. С ростом глубины питтингов и при увеличении их количества в приповерхностном слое стали повышается коэффициент затухания акустических волн, а значит и её значение (рис.8,а). Чувствительна к глубине и размерам питтингов и скорость акустических волн (рис.8,б). Следовательно, приняв за точку отсчета значение для бездефектного образца, можно по полученной зависимости оценивать степень поражения образца коррозией.

Таким образом, продемонстрирована эффективность АМД-методов при выявлении и характеристике дефектов в материалах конденсированного состояния. Они позволяют при изучении питтинговой коррозии без дополнительной обработки поверхности визуализировать подповерхностные микронеоднородности, определять их геометрические параметры, наблюдать трансформацию плотности и акустомеханических параметров.

Список литературы:

1. Мигель И.А., Кустов А.И. Изучение металлических слоев и полимерных композитов с помощью акустических волн // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения.*, том 12, №2., 2015. – ISSN 1811-1416 (с. 241 -247).
2. Кустов А.И., Мигель И.А. Выработка критериев оценки деформации поверхности твердотельных материалов АМД-методами // *Вестник Тамбовского университета. Сер. Естественные и технические науки.* - Тамбов, 2013. – Т. 18.– Вып.4.Часть 2. – 612 с. (с.1875-1877).
3. Кустов А.И., Мигель И.А. Определение параметров упрочнения или восстановления свойств поверхности материалов с помощью инновационных методов

физического эксперимента – АМД-методов // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения.*, том 11, №4/2., 2014. – с. 592 -598.

4. Кустов А.И. Мигель И.А. Изменение акустических характеристик материалов как явление, сопровождающее их пластичность и разрушение // *Вестник Тамбовского университета. Сер. Ест. и техн. науки.* – Тамбов, 2016. – Т.21. – Вып.3. – 1464 с. (с. 1097-1101).

5. Кустов А.И., Мигель И.А. Анализ трансформации структуры приповерхностных слоев сталей и их влияние на процесс упрочнения АМД-методами *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета., Машиностроение, Материаловедение.*, Т.18., №4, 2016., 205 с (с. 134-146).

6. Кустов А.И., Мигель И.А. Анализ поведения дефектных структур, возникающих в твердотельных материалах, АМД-методами *Фундаментальные проблемы современного материаловедения.*, Т.13., №4., 2016., с. 490 - 496.

7. Кустов А.И. Мигель И.А. Оценка степени деформации материалов и определение параметров их разрушения АМД-методами // *Вестник Тамбовского университета. Сер. Ест. и техн. науки.* – Тамбов, 2016. – Т.21. – Вып.3. – 1464 с. (с. 1102-1106).

**СИНТЕЗ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР
СОЕДИНЕНИЯ CuBS_2**

¹Желудкевич А.Л., ¹Игнатенко О.В., ¹Гончаров В.С., ¹Коновалова А.В.

¹Государственное научно-производственное объединение «Научно-практический центр Национальной академии наук Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь, E-mail: zheludkevich27@gmail.com

В последнее время весьма привлекательными являются многокомпонентные полупроводниковые материалы, в состав которых входит три и более химических элементов, характеризующиеся большим разнообразием и широтой диапазона изменений электрофизических и оптических свойств по сравнению с элементарными и бинарными полупроводниками. Среди них заметное место занимают тройные халькогенидные соединения типа $\text{A}^{\text{I}}\text{B}^{\text{III}}\text{C}^{\text{VI}}_2$ (где A^{I} –Cu, Ag; B^{III} –Fe, Ga, В; C^{VI} –S, Se) со структурой халькопирита.

Тройные полупроводниковые соединения класса $\text{A}^{\text{I}}\text{B}^{\text{III}}\text{C}^{\text{VI}}_2$ кристаллизуются в структуре типа халькопирита CuFeS_2 [1]. Кристаллическая структура халькопирита принадлежит к пространственной группе $D_{2d}^{12}(\bar{4}2m)$ и является сверхрешеткой структуры сфалерита ZnS (пространственная группа $T_d^2(\bar{4}3m)$). Элементарную ячейку халькопирита можно рассматривать как усложненный вариант решетки сфалерита [2]. Как и в решетке сфалерита, катионы (по 2 атома элементов I и III группы периодической системы) образуют правильный тетраэдр, в центре которого находится анион (халькоген VI группы), соответственно, каждый анион тетраэдрически окружен четырьмя катионами согласно рисунку 1, то есть в решетке халькопирита каждый атом имеет четырех, ближайших соседей и координационное число равно 4. Примитивная ячейка халькопирита содержит 8 атомов, т.е. две формульных единицы. Химическая связь в полупроводниках $\text{A}^{\text{I}}\text{B}^{\text{III}}\text{C}^{\text{VI}}_2$ по своей природе является промежуточной между гомеоплярной (ковалентной) и гетероплярной (ионной) [3].

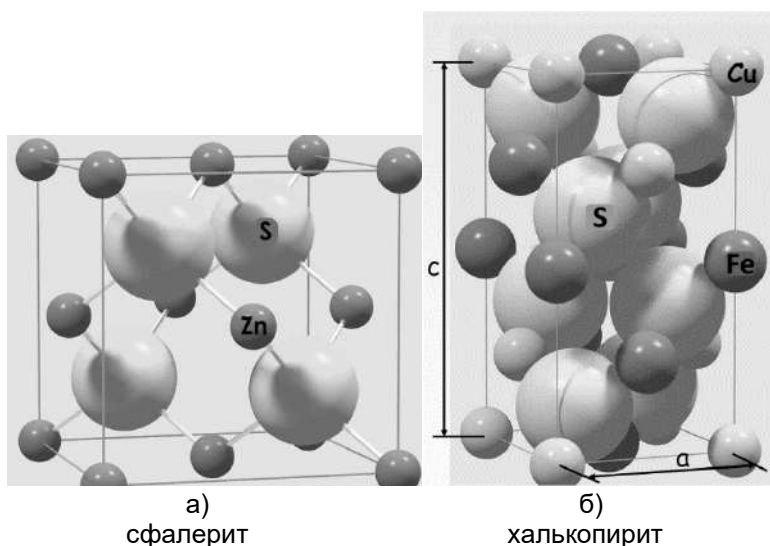


Рисунок 1 – Элементарная ячейка сфалерита и халькопирита

Существуют разные способы получения данных соединений [4]. В данной работе рассматривается способ получения CuBS_2 при воздействии высокого давления (до 5 ГПа) и температуры (до 1500 °С).

Установка для синтеза соединения CuBS_2 при высоком давлении и температуре включает в себя гидравлический пресс ДО 137 А, аппарат высокого давления (АВД), силовой трансформатор для электрического нагрева реакционного объема камеры высокого давления и программатор синтеза «ОПТРОН». Синтез осуществлялся в АВД с твердосплавными матрицами типа «наковальня с лункой».

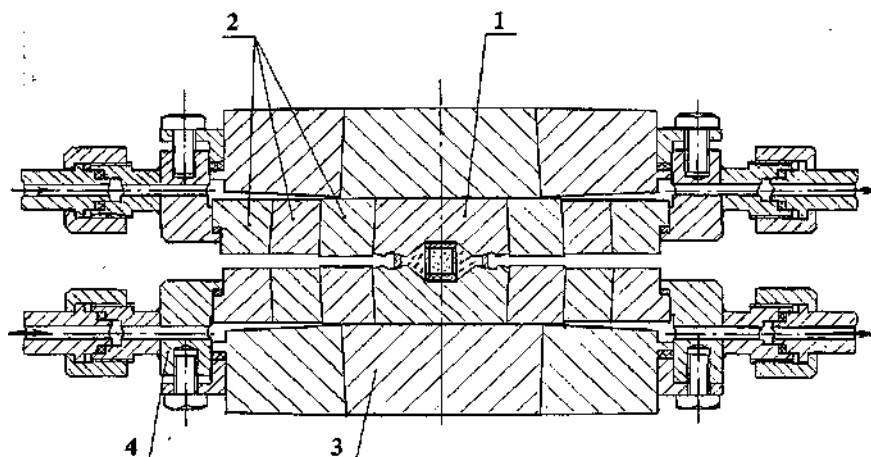


Рисунок 2 – Устройство высокого давления для синтеза сверхтвердых материалов;
 1 – твердосплавные матрицы с контейнером и нагревательным элементом; 2 – стальные поддерживающие кольца; 3 – твердосплавные опорные плиты с поддерживающими кольцами; 4 – корпус водяного охлаждения (стрелками указано направление входа и выхода воды)

Устройство высокого давления типа «наковальня с лункой» (рис.2) состоит из двух встречно перемещающихся твердосплавных матриц 1 (из ВК-6), скрепленных по боковым поверхностям стальными поддерживающими кольцами 2 (сталь 35 ХГСА). Плоские торцевые поверхности матриц соприкасаются с опорными плитами 3 (твердый сплав ВК-15), которые поддержаны бандажными кольцами 4. Внутри матриц помещается контейнер, изготавливаемый из литографского камня или пирофиллита с графитовым нагревателем и таблеткой реакционной смеси. При нагрузке в контейнере создается квазигидростатическое состояние, оцениваемое в единицах гидростатического давления. Нагрев реакционной смеси осуществляется пропусканием электрического тока через графитовый нагреватель. Большая плотность теплового потока, проходящего через твердосплавные матрицы, находящиеся в тепловом и электрическом контакте с нагревательным элементом, приводит к быстрому их разогреву. Поэтому для термостатирования аппарат помещали в корпус с водяным охлаждением (стрелками указано направление входа и выхода воды). Это обеспечивает стабильность теплового режима в реакционном объеме.

Нами был синтезирован ряд образцов соединений системы Cu-B-S_2 . Синтез проводился при давлении 5 ГПа (с учетом термического прироста давления, равного ~0,8 ГПа), при температурах от 500 °С до 1500 °С и в временных рамках синтеза от 1 до 600 секунд в твердосплавных камерах высокого давления типа «наковальня с лункой» в контейнерах из литографского камня. Подобранные условия синтеза позволили получить тройное халькогенидное соединение с высокой степенью фазовой чистоты.

Синтез проводили из элементарных составляющих, таких как: Cu – порошок меди, чистота 99,99%, размер частиц <50 мкм; В – порошок бора, чистота 99,9%; S – порошок серы, чистота 99,99%. Исходное стехиометрическое соотношение шихты равнялось $\text{Cu+B+S}_2=1:1:2$ (CuBS_2).

Исследования проводились с использованием дифрактометра ДРОН-3М в Cu-K_α -излучениях при комнатной температуре. Для отсекающего компонента излучений использовался графитовый монохроматор. Шаг сканирования составлял не более 0,03 градуса, время экспозиции – не менее 5 секунд. Фиксация данных производилась автоматически. Исследования кристаллической структуры проводились методом полного профильного анализа Ритвельда рентгеноструктурных данных. Уточнение спектров проводилось с помощью программного комплекса FullProf.

По результатам проведенных синтезов определено оптимальное время синтеза для получения соединений системы Cu-B-S_2 . Определена зависимость процессов фазообразования и физические характеристики в системе Cu-B-S_2 от продолжительности синтеза. Начиная с 500 °С начинает образовываться тройное

халькогенидное вещество CuBS_{2-x} (рис.3). Наряду с CuBS_{2-x} в образце присутствуют двойные сульфиды CuS_2 и BS .

При увеличении времени синтеза и температуры идет процесс диффузии и перераспределения, в образце начинает доминировать CuBS_{2-x} с незначительным присутствием примесей (не до конца прореагировавших исходных веществ и продуктов предреакций двойных соединений системы Cu-B-S_2).

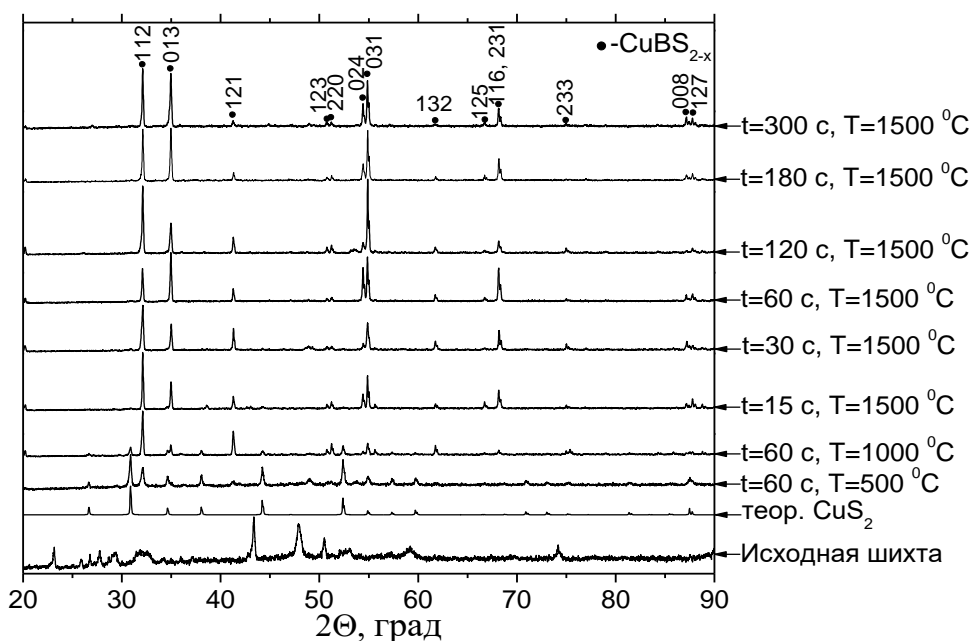


Рисунок 3 – Спектры рентгеновской дифракции образцов, полученных под высоким давлением 5 ГПа

Полученное тройное полупроводниковое соединения CuBS_{2-x} имеет тетрагональную сингонию (типа халькопирит). Элементарную ячейку CuBS_{2-x} можно рассматривать как усложненный вариант решетки сфалерита CuS_2 (кубическая сингония), в которой произошла упорядоченная замена металла, имеющего валентность Z , атомами двух металлов, валентность которых в среднем также равна Z . Такая замена ведет к приблизительно двукратному увеличению вдоль оси c с размерами ячейки, так что $c/a \approx 2$ (a, c – параметры элементарной ячейки). По методу Ритвельда были установлены параметры тетрагональной кристаллической ячейки CuBS_2 $a=0.5044$ нм и $c=0.8947$ нм.

Работа выполнена при поддержке Белорусского республиканского фонда фундаментальных исследований (Т16МС-009).

Список литературы:

1. Hahn H., Frank G., Klinger W. u. a. Über einige ternäre Chalkogenide mit Chalkopyritstruktur// Z. Anorg. Und Allgem. Chemie.-1953.-Bd.271, №3/4.-S.153-170.
2. Wagner S. Chalkopyrites// Topics in Applied Physics.-1977.-Vol. 17. P.171-196.
3. Кошкин В.М., Комник Ю.Ф., Орлова С. Д. Некоторые особенности химической связи в многокомпонентных полупроводниковых соединениях//Сб. Химическая связь в полупроводниках и твёрдых телах. Мн.:1965.-С.304-310.
4. Takahiro Kajiki, Yamato Hayashi, Hirotsugu Takizawa //High-pressure synthesis of anew coppert hioborate, CuBS_2 // Materials Letters 61 (2007) 2382–2384

ОСОБЕННОСТИ IN SITU ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В АППАРАТАХ БРИДЖМЕНА

¹Белоусов Н.Н., ¹Варюхин В.Н., ²Вьюненко Ю.Н.

¹ДонФТИ им. А.А.Галкина, г. Донецк, E-mail: bilniknik52@gmail.com

²ООО «Оптимикст ЛТД», г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: 6840817@mail.ru

Актуальность

Одним из основных научных направлений в физическом материаловедении, возникшем на стыке современной физики прочности (пластичности) и физики высоких давлений, является изучение кинетики формирования деформационных структур в экстремальных условиях внешних энергетических воздействий [1,2]. Наиболее актуальным является развитие технологии получения деформационно структурированных материалов с наноразмерными элементами в экстремальных условиях пластического деформирования под давлением в аппаратах Бриджмена [3].

Цель работы: инициировать и исследовать процесс деформационной стимуляции структурно-фазовых изменений в различных материалах (в объеме и на поверхности) в условиях комплексного влияния экстремально высоких значений деформации и давления, а также усовершенствовать метод микроиндентирования для установления взаимосвязи между структурно-фазовым состоянием и физико-механическими свойствами после мегапластической деформации под давлением.

Материалы и методика эксперимента

Для осуществления технологии получения объемных и поверхностных деформационных структур при сдвиге под давлением разработаны и изготовлены многофункциональные установки с наковальнями Бриджмена [3]. Для осуществления мегадеформации использовались наковальни в виде усеченных конусов, изготовленные из различных материалов: натуральные алмазы (монокристаллы) ($d=0.5-0.8$ мм, $h=0.1$ мм), металлокерамический W-Co композит (BK-6, $d=10$ мм, $h=1$ мм). Скорость деформации сдвига варьировалась в пределах $0.01-1$ рад/с; скорость деформации сжатия – $10^{-4}-10^{-2}$ с $^{-1}$.

Использовались образцы в виде дисков соответствующих диаметров и толщины, которые вначале подвергались одноосному сжатию, затем деформации кручения. Устанавливалась зависимость угла поворота φ от величины крутящего момента M для различных значений напряжения сжатия.

Установки позволяют: а) деформировать образцы непосредственно под наковальнями или в устройствах деформационной машины с компьютерной записью кривых сжатия и сдвига; б) контролировать процесс структуро- и фазообразования резистометрическим, акустическим и магнитометрическим методами; в) непосредственно следить за этапами структурно-фазовых изменений in situ – методами оптической металлографии и рентгеноструктурного анализа.

Объемные нанокристаллические структуры создавались методом кручения при $P \geq 5$ ГПа ($n \geq 10$), поверхностные – методом кручения при $P \leq 1$ ГПа ($n \geq 2$) в условиях фрикционно-контактного взаимодействия. Основным материалом исследования выбраны: Fe (различной чистоты) и твердые растворы на его основе Fe-(5, 20) % Co, Fe-(5, 10) % Mn, Fe-20 % Cr, Fe-N и высокоазотистая сталь (HNS) состава Fe-18 % Cr-10 % Mn-16 % Ni с различным содержанием азота $C_N=0.06-1.2$ % N.

Для исследования физико-механических свойств образцов, подвергнутых мегапластической деформации под давлением в наковальнях Бриджмена был усовершенствован метод динамического микроиндентирования (ДМИ) [3,4]. После усовершенствования данный метод применялся непосредственно в структурно-деформационной камере с алмазными наковальнями путем замены верхней наковальни на специальный миниатюрный алмазный индентор. Точности измерения: силы – $\Delta F = \pm 5 \cdot 10^{-4}$ Н, перемещения – $\Delta L = \pm 10^{-4}$ мм. Скорость внедрения алмазного индентора $10^{-4}-0.1$ мм/мин, оптическая точность измерения размеров микротрещин в окрестности отпечатка – $\Delta l = \pm 2 \cdot 10^{-4}$ мм.

Методом ДМИ измерялись следующие параметры: коэффициент интенсивности напряжений первого рода (трещиностойкость), невосстановленная микротвердость, длина радиальных трещин, эффективная (поверхностная) энергия разрушения и др.

Основные результаты исследований

Обнаружено, что в процессе поверхностной деформации кручения в условиях фрикционного взаимодействия контактирующих тел, кривая зависимости напряжения сдвига от деформации имела стадийный характер: а) стадия упругого фрикционно-контактного взаимодействия; б) стадия локальной пластической деформации поверхности; в) стадия неустойчивой поверхностной деформации. Показано, что для различных материалов последняя стадия часто обусловлена структурно-фазовыми изменениями, а также может быть связана с динамической рекристаллизацией и фрагментацией исходной структуры.

Методом PCA-in situ [3] обнаружена структурно-фазовая нестабильность образцов HNS в условиях поверхностной мегадеформации со сдвигом. Для образцов HNS ($C_N=0.06\%$ N) в деформационно-силовых условиях ($P \geq 8$ ГПа, $n \geq 5$) зафиксировано нарушение стабильности γ -фазы. Для образцов HN ($C_N=0.57\%$ N) подобных изменений не обнаружено.

Показано, что начало фазовой дестабилизации аустенита (образование α -фазы) связано с немонотонным изменением температуры, электросопротивления и интенсивности сигналов акустической эмиссии. Такие изменения свойств указывали на неустойчивый характер процесса структурно-фазовых изменений в условиях фрикционно-контактного взаимодействия. После прекращения деформации сдвига наблюдались: 1) релаксация напряжений; 2) исчезновение акустической эмиссии; 3) стабилизация температуры и электросопротивления; 4) остаточные структурно-фазовые изменения.

При объемной мегадеформации сдвига образцы HNS ($C_N=0.57\%$ N) оставались однофазными (γ -фаза) во всем диапазоне изменения давления ($P \leq 20$ ГПа, $n \geq 2$). Несмотря на фазовую стабильность, в рамках чувствительности метода PCA-in situ, было зарегистрировано наличие остаточной намагниченности до 10 % магнитной фазы (в пересчете на α -Fe). Показано, что такая наведенная намагниченность имеет деформационную природу и, может быть обусловлена изменением структурно-фазового и магнитного состояния межзеренного пространства наноструктурированных образцов HNS.

При мегадеформации образцов HNS ($C_N=0.3\%$ N) обнаружена структурно-фазовая дестабилизация аустенита и показано, что в условиях $P \leq 10$ ГПа и $n \geq 2$ рядом с линией (111) γ -фазы обнаружены две новые на фоне повышенного уровня диффузного рассеяния. Они идентифицированы как (110) и (1011) линии α - и ε -фазы. Показано, что их интенсивность (количество α - и ε -фазы) зависит от величины давления, деформации сдвига, температуры и времени выдержки под давлением.

Обнаружено, что деформационно-стимулированное фазовое превращение ($\gamma \rightarrow \alpha \rightarrow \varepsilon$) при контролируемом сдвиге под давлением инициировало повышение пластичности азотсодержащей стали. Исследованы механические свойства поверхностных и объемных структур. Обнаружено что для HNS ($C_N=0.3-0.57\%$ N) при деформациях $\varepsilon \geq 15$ структурное упрочнение поверхности намного больше, чем при деформации $\varepsilon \leq 10$, а для HNS ($C_N=0.06\%$ N) – наоборот.

При PCA –in situ исследовании армко – Fe при давлении $P \leq 20$ ГПа рядом с линией (110) α -фазы обнаружена новая, как результат деформационно-стимулированной фазовой неустойчивости решетки. Она идентифицирована как линия (1011) ε -фазы. При уменьшении давления интенсивность новой линии обратимо уменьшалась. Обнаружено, что количество ε -фазы зависит от величины деформации и времени выдержки под давлением.

Разработана новая in situ -технология управления деформационно-силовыми параметрами для стабилизации деформационно-индуцированной фазы методом циклирования по давлению в условиях постоянной сдвиговой деформации. Показано,

что при бароциклировании ($\Delta P \approx 5 \leftrightarrow 20$ ГПа, $n=20$, $T=300$ К) инициировалось изменение обратимого фазового превращения $\alpha \leftrightarrow \varepsilon$ в частично обратимое $\varepsilon \rightarrow \alpha$. Обнаружено, что $\alpha \rightarrow \varepsilon$ превращение сопровождалось формированием полидисперсной ($d=10-120$ нм) нанокристаллической структуры как в α - так и в ε -фазе. Установлено, что деформационно-стимулированное структурно-фазовое превращение инициировало изменение пластичности армко-Fe.

Методом ДМИ показано, что процесс структурно-фазовой неустойчивости характеризовался уменьшением модуля Юнга и выходом на насыщение деформационных зависимостей механических параметров. Для армко-Fe обнаружен выход на максимальные значения исследуемых параметров, а затем наблюдалась тенденция к их уменьшению. При микроиндентировании образцов HNSc $C_N=0.06-0.3$ % N в условиях структурно-фазовой неустойчивости обнаружено заметное увеличение коэффициента пластичности и определены значения коэффициента скоростной чувствительности.

Методом ДМИ предпринята попытка установления экспериментальной зависимости между параметрами внутризеренной структуры и сопротивляемостью поверхностной структуры зарождению и распространению трещин по оценке величины критического коэффициента интенсивности напряжений K_{Ic} . Экспериментально обнаружено, что чем меньше размеры блоков и больше их разориентация, тем больше коэффициент трещиностойкости K_{Ic} . Показано, что чем больше величина K_{Ic} , тем лучше поверхностная структура сопротивляется разрушению. Это открывает возможности повышения трещиностойкости объемных наноматериалов путём формирования поверхностных наноструктур в условиях комплексного влияния высокого давления и мегадеформации сдвига.

Таким образом, обнаружена деформационно-стимулированная пластичность материалов, вызванная фазовой неустойчивостью объемных и поверхностных наноструктур, полученных в условиях предельного состояния при комплексном воздействии экстремально высоких значений деформации и давления, показана возможность управления свойствами наноматериалов, путем целенаправленных структурно-фазовых изменений объема и поверхности.

Список литературы:

1. Р.З. Валиев. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. Логос, М (2000).
2. П.В. Бриджмен. Новейшие работы в области высоких давлений. ИЛ, М (1948).
3. Н.Н. Белоусов. ФТВД 16, 4, 90 (2006).
4. В.И. Барбашов. Н.Н. Белоусов, ФТВД 11, 2, 86 (2001).

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ОБРАБОТКИ КОЖИ

Андреева О.А., Майстренко Л.А., Никонова А.В.

Киевский национальный университет технологий и дизайна,
г. Киев, Украина, E-mail: nikonovaav@mail.ua

Упругопластические свойства натуральной кожи в значительной степени определяются условиями проведения процесса жирования и выбором жирующих материалов. В настоящее время жирование кож хромового дубления проводят с применением эмульсий жирующих материалов в виде композиций природных и (или) синтетических жиров, а также их модификатов, эмульгаторов и других веществ. С учетом широкого ассортимента и различного целевого назначения указанных материалов изучение их свойств с целью применения для обработки кожи всегда актуально [1]. В связи с этим в данной работе исследована серия современных нетоксичных анионных жирующих материалов: препараты SL и YY, представляющие собой смесь синтетических и натуральных сульфированных сложных эфиров; препарат LC – смесь натуральных и синтетических масел, сульфированных с лецитином; препарат PL – синтетический триглицерид в комбинации с неионогенными эмульгаторами.

При изучении основных физико-химических свойств исследуемых материалов установлено (табл. 1), что все они представляют собой вязкие вещества бело-желтого или желтовато-коричневого цвета. Наибольшие значения плотности и температуры плавления имел препарат YY вследствие его наиболее вязкой консистенции, наименьшие – препарат PL, имеющий жидкую консистенцию. При анализе устойчивости во времени 10 %-ных эмульсий наименее устойчивой оказалась эмульсия препарата YY. Больше содержание свободных жирных кислот характерно для препаратов SL, LC и PL, что указывает на эмульгирующую способность. При этом их более низкая по сравнению с препаратом YY плотность может свидетельствовать о наличии в структуре неопределенных связей. Наибольшее число омыления препарата LC, возможно, обусловлено высоким содержанием низкомолекулярных кислот.

Таблица 1 – Характеристика исследуемых жирующих материалов

Препарат	Плотность, г/см ³	Температура плавления, °С	Относительная вязкость 20 % эмульсии (20 °С)	Устойчивость 10 % эмульсии, МИН	Значение pH 10 % эмульсии	Активная субстанция, %	Кислотное число, мг КОН/г	Число омыления, мг КОН/г
SL	0,970	27,4	8,5	45	6,9	71,5	127,6	159,8
YY	0,998	28,9	16,5	38	6,5	44,8	97,0	121,2
LC	0,946	25,5	15,3	40	6,2	74,0	127,7	175,2
PL	0,959	24,5	5,5	40	6,5	71,3	125,2	170,1

Особенности взаимодействия жирующих материалов с коллагеном изучали методом ИК-спектроскопии на модели этого белкового вещества в виде волокнистого препарата, полученного из гольевых отходов шкур крупного рогатого скота и предварительно обработанного хромовым дубителем при расходе 10,0 % от массы образцов в пересчете на Cr₂O₃. Обработку жирующими материалами проводили в течение 1,0 ч при температуре 50 °С и расходе 10,0 % от массы образцов в пересчете на активную субстанцию. ИК-спектроскопический анализ высушенных, измельченных и спрессованных в таблетки с КВг образцов выполняли на спектрофотометре TENSOR-37 (фирма BRUCER, Германия) в диапазоне частот 4000-400 см⁻¹. Идентификацию ИК-спектров осуществляли с использованием характерных частот поглощения различных групп атомов с применением методов «базовой линии» и «внутреннего стандарта». За внутренний стандарт приняли частоты наименьшего изменения оптической плотности

препарата коллагена при 2950-2920 и 1340-1330 см⁻¹, соответствующие валентным (ν) и деформационным (δ) колебаниям групп -CH и -CH₂ [2-3]. Наиболее характерные полосы поглощения недубленого препарата коллагена приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Характерные полосы поглощения на ИК-спектрах исходного препарата коллагена

Частота, см ⁻¹	Тип соединения, группа	Частота, см ⁻¹	Тип соединения, группа
3330-3440	амид А (ν NH), имины (ν C=N), внутри- и межмолекулярные связи (ν OH)	1330-1345	алканы (δ CH ₃)
3070-3085	амид В (ν NH)	1230-1245	амид III (10 % ν CO, 30 % ν CN, 30 % δ NH, 10 % CN=O), спирты (δ C=O, ν C=O)
2920-2935	алканы (ν CH ₂), алкены (ν CH)	1200-1230	спирты втор, трет. (ν C=O), карбоновые кислоты (COC)
1640-1665	амид I (80 % ν CO, 10 % ν CN, 10 % δ NH)	1160-1200	спирты втор, трет. (ν C=O)
1530-1550	амид II (40 % ν CN, 60 % δ NH), карбоновые кислоты (ν COO ⁻)	1080-1095	карбонный скелет (C-C) спирты пер. (ν C=O)
~1444	алканы (δ CH ₃), спирты (δ OH), алкены (δ CH)	~675	транс- и цис- алкены (δ CH), спирты (δ OH связанные)

О возможном характере взаимодействия в системе «коллаген-химические материалы» судили по изменению относительной оптической плотности D_i/D_c (рисунок), при этом уменьшение интенсивности полос поглощения на спектрограммах обработанных образцов свидетельствовало о взаимодействии коллагена с химическими материалами, увеличение – как об этом взаимодействии, так и о присутствии функциональных групп (связей) применяемых материалов. Таким образом установили, что на спектрограммах препарата коллагена, обработанного только хромовым дубителем, уменьшение интенсивности полос поглощения происходит при частотах 3432, 1654, 1532 и 1232 см⁻¹, соответствующих колебаниям азотсодержащих групп пептидных связей (амиды А, I, II и III), вторичных и третичных аминов, карбоксильных групп карбоновых кислот и гидроксильных групп спиртов. Это вполне соответствует современным представлениям о механизме процесса хромового дубления [2].

На спектрограммах хромированных и обработанных жирующими материалами образцов во всех случаях сохраняется широкая полоса в области 3000-3600 см⁻¹, характерная для -NH и -CO групп, внутри- и межмолекулярно связанных водородной связью. Уменьшение интенсивности полос поглощения при этих частотах может свидетельствовать и о взаимодействии жиров с пептидными группами коллагена. Наличие четко выраженной полосы поглощения валентных колебаний -CH₂ групп при частоте 2925 см⁻¹, как и появление небольших узких пиков при 2854 и 2960 см⁻¹ в случае применения препарата YY, можно объяснить колебаниями валентных и симметрических -CH=CH- и -CH₂ групп, неопредельных связей в структуре жиров, что не противоречит результатам их физико-химического анализа (табл.1).

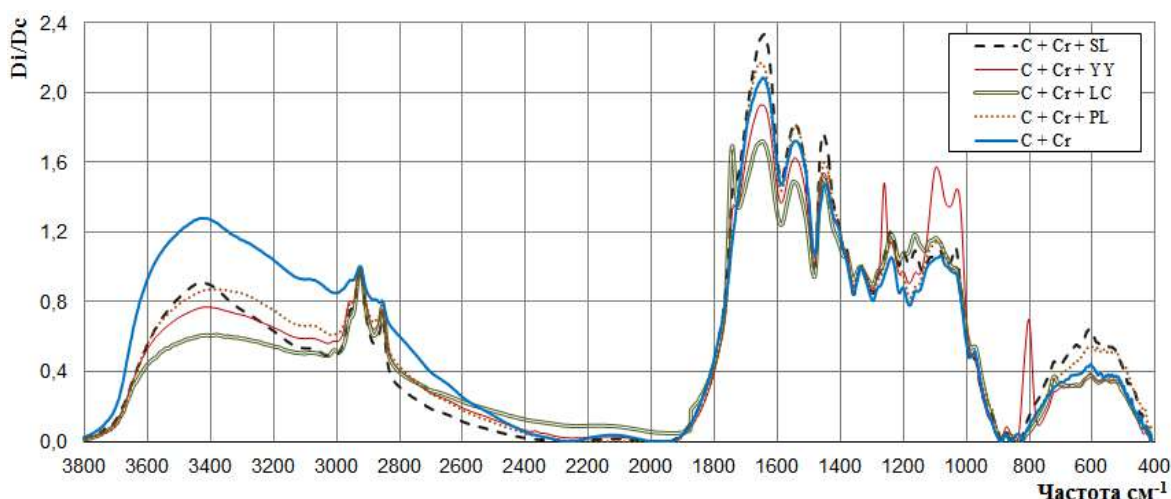


Рисунок 1 – ИК-спектры препарата коллагена после обработки хромовым дубителем и жирующими материалами

В области более низких частот ($1700-1300\text{ см}^{-1}$) по влиянию на хромированный коллаген анализируемые жирующие материалы условно можно разделить на две группы. К первой группе следует отнести препараты SL и PL, применение которых приводит к увеличению интенсивности полос поглощения при 1651 и 1553 см^{-1} , указывающее как на присутствие спиртовых групп жирующих материалов, так и на химическое взаимодействие последних с $-NH$ и $-C=O$ группами коллагена с образованием водородных связей. Ко второй группе следует отнести препараты YY и LC, применение которых приводит к уменьшению интенсивности полос поглощения при тех же частотах и появлению пика при частоте 1745 см^{-1} , соответствующей деформационным колебаниям групп $-C=O$. Вероятно, это происходит вследствие образования в системе «коллаген-химические материалы» дополнительных связей с участием пептидных, гидроксильных и карбоксильных групп основного белка дермы.

После обработки образцов любым из жирующих материалов в области частот $1300-600\text{ см}^{-1}$ появляются пики, обусловленные колебаниями $-CH_2$, $-CH=CH-$, $C-O-C$ и сульфогрупп жиров. При этом на спектрограммах препарата YY чётко выраженные пики обнаружены при частотах 1260 , 1095 , 1030 и 871 см^{-1} , ответственных за деформационные колебания $-S=O$ групп эфиров. Изменение интенсивности пиков при $\sim 600\text{ см}^{-1}$ можно объяснить проявлением валентных и деформационных колебаний алканов, ненасыщенных связей в структуре жира, а также $-CH_2$ групп коллагена.

Полученные результаты указывают на возможность применения исследуемых материалов для обработки кожи благодаря таким их свойствам, как нетоксичность, легкоплавкость, эмульгирующая и реакционная по отношению к коллагену способность. Это будет учтено в дальнейшем при разработке новых технологий.

Список литературы:

1. Modern technology of oils, fats&its derivatives / NIIRBoard. – Asia Pacific Business PressInc., 2013. – 576 p.
2. Практикум по химии и технологии кожи и меха / А.Г. Данилкович, В.И. Чурсин. – М.: ЦНИИКП, 2002. – 412 с.
3. ИК-спектры основных классов органических соединений [Справочные материалы] / Б.Н. Тарасевич. – М.: МГУ, 2012. – 55 с.

**ВЛИЯНИЕ ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ НА ПАРАМЕТРЫ N-КАНАЛЬНЫХ
МОП-ТРАНЗИСТОРОВ С КНИ-СТРУКТУРОЙ****¹Коршунов Ф.П., ¹Огородников Д.А., ²Сорока С.А., ¹Богатырев Ю.В.,
¹Ластовский С.Б.**¹НПЦ НАН Беларуси по материаловедению,г. Минск, Беларусь, E-mail: dimaogorodnikov@gmail.com²Институт физики им. Б.И. Степанова НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь

Технология «кремний на изоляторе» (КНИ) перспективна для производства МОП больших интегральных схем (БИС) с повышенной радиационной стойкостью к воздействию импульсной радиации [1, 2]. Однако в случае стационарного облучения значительную проблему создает наличие у КНИ-структур границы раздела полупроводник – захороненный окисел. Конструктивной особенностью при этом является образование паразитного транзистора, у которого в качестве подзатворного диэлектрика служит скрытый окисел, затвором является изолированная подложка. Существование границы раздела и возможность появления радиационно-индуцированного заряда в изолирующем окисле подложки может привести к образованию проводящего канала на обратной стороне кремниевой пленки. Эффективность образования такого проводящего канала существенно зависит от электрического режима облучения КНИ-транзисторов. Наиболее «жестким» для *n*-канальных МОП/КНИ-транзисторов является режим, при котором во время облучения на сток и исток подается напряжение +5 В, а на подложку, затвор и запитку канала – 0 В [3]. При таком подключении электрическое поле в захороненном окисле перераспределяет генерируемые излучением электронно-дырочные пары и способствует накоплению избыточного положительного заряда на границе раздела с полупроводником и, следовательно, сдвигу порогового напряжения паразитного транзистора. Уменьшение влияния электрического поля в этом случае достигается подачей на подложку определенной величины отрицательного смещения U_{Sub} . При этом в работах [4,5] нами экспериментально наблюдалось усиление эффекта отрицательного смещения при облучении гамма-квантами Co^{60} МОП/КНИ-транзисторов с ростом толщины пленки полупроводника d_{Si} и длины канала L . Цель данной работы – определить методом компьютерного моделирования распределение напряженности электрического поля в МОП/КНИ-транзисторах с каналом *n*-типа в зависимости от толщины пленки полупроводника, длины канала и значения отрицательного смещения на подложке при $U_{cm}=U_v=5$ В.

Объекты моделирования – тестовые МОП/КНИ-транзисторы с каналом *n*-типа. КНИ-структуры имели толщину эпитаксиальной пленки кремния 0,1–0,3 мкм, скрытого окисла – 0,4 мкм, длины канала $L=0,2–1,2$ мкм при ширине $W=4,8$ мкм, а также *H*-образную конфигурацию запитки канала. Моделирование проводилось в программном модуле Atlas комплекса Silvaco.

На рисунке 1,а приведены результаты моделирования в наиболее «жестком» режиме подключения МОП-транзистора (на подложке 0 В). По осям указаны геометрические размеры структуры: слева – толщина d слоев полупроводника, окисла и частично подложки. Стрелками показано распределение вектора напряженности электрического поля E . Видно, что в центральной области окисла вблизи границы с полупроводником ($d=0,2-0,3$ мкм) поле способствует накоплению избыточного положительного заряда и только при $d \geq 0,3$ мкм направление вектора E меняется на противоположное. Эта картина меняется, если на подложку МОП-транзистора подается отрицательный потенциал (рис.1,б). В этом случае по всей глубине окисла электрическое поле способствует отталкиванию от границы с полупроводником положительного и притяжению к границе отрицательного зарядов.

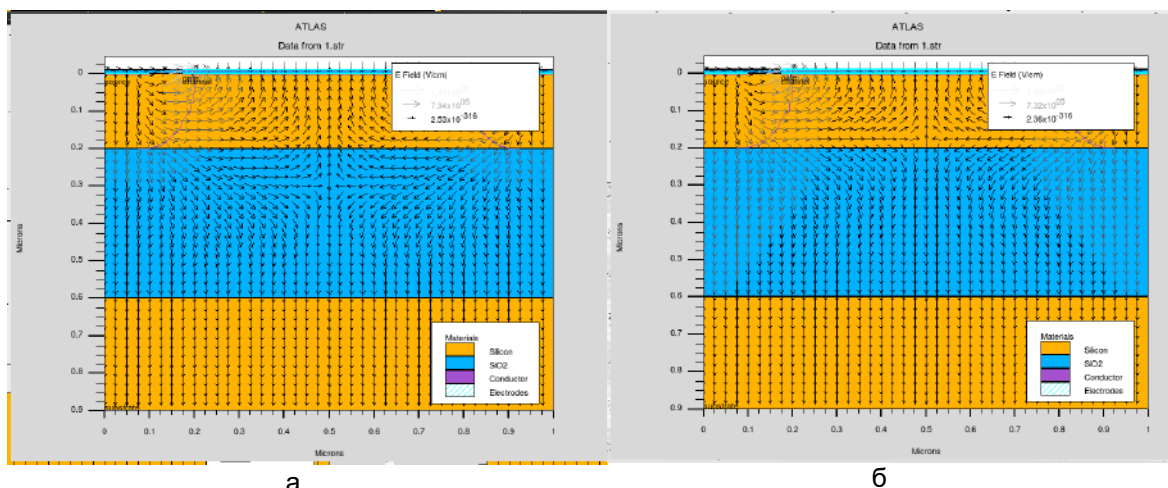


Рисунок 1 – Распределение вектора напряженности электрического поля в МОП-транзисторе ($L = 0,6$ мкм) без отрицательного смещения (а) и со смещением $U_{Sub} = -3$ В (б) на подложке

Результаты на рисунке 1 дают качественное объяснение эффекта отрицательного потенциала на подложке МОП/КНИ-транзисторов в процессе воздействия ионизирующих излучений. Изменение значения напряженности электрического поля в зависимости от d в середине структуры представлено на рисунке 2. Здесь направление вектора E вверх принято отрицательным, вниз – положительным. Из полученных результатов моделирования следует, что напряженность поля в окисле вблизи границы с полупроводником достигает значений $-30 \div -40$ кВ/м без смещения и $+2 \div +3$ кВ/м со смещением на подложке.

На рисунке 3,а представлены зависимости напряженности электрического поля в точке окисла ($d=0,205$ мкм) от величины обратного смещения для структур с различной длиной канала. Все зависимости $E(U_{Sub})$ имеют линейный характер: с ростом обратного смещения значение напряженности поля увеличивается. При определенном значении U_{Sub} происходит изменение знака E с отрицательного на положительный. Наибольшее значение U_{Sub} , при котором $E=0$, наблюдается у МОП-транзисторов с $L=0,5$ мкм. С увеличением L до 1,2 мкм и уменьшением до 0,2 мкм это значение обратного смещения уменьшается. Значение напряженности поля также немонотонно зависит от длины канала структур при любом значении U_{Sub} . Минимальное значение E достигается при $L=0,5$ мкм и увеличивается с ростом длины канала от 0,5 до 1,2 мкм а также уменьшением от 0,5 до 0,2 мкм.

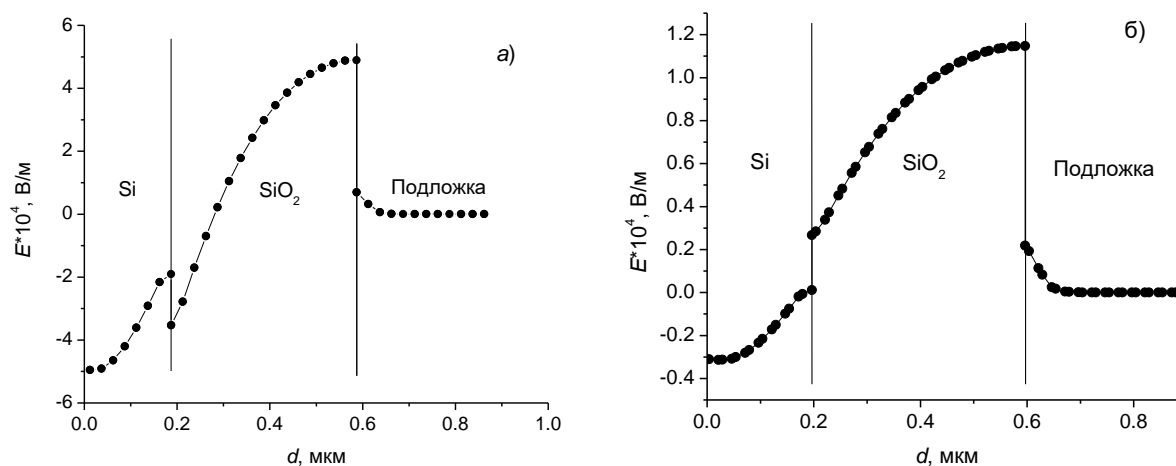


Рисунок 2 – Зависимости $E(d)$ в середине МОП-транзисторной структуры ($L=0,6$ мкм) без отрицательного смещения (а) и со смещением $U_{Sub}=-3$ В (б) на подложке

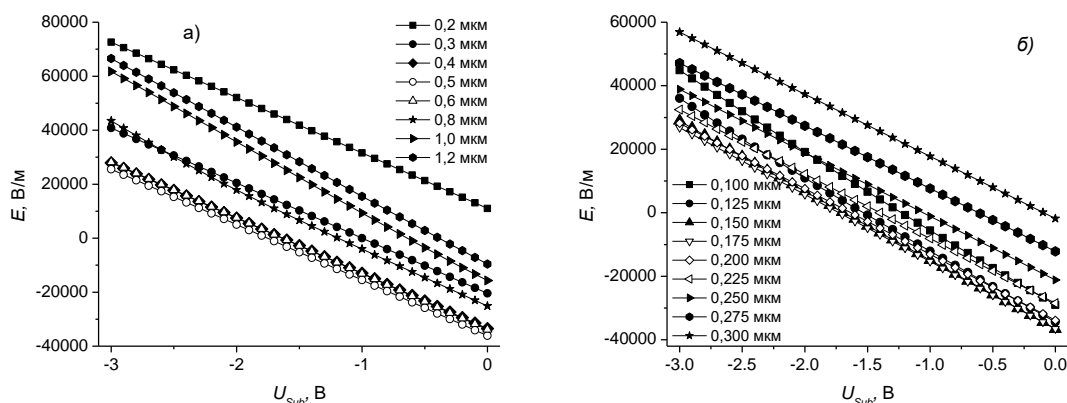


Рисунок 3 – Зависимости $E(U_{Sub})$ в точке окисла ($d=0,205$ мкм) в середине МОП-транзисторных структур с разной длиной канала (а) и толщиной пленки полупроводника (б)

На рисунке 3,б показаны зависимости напряженности электрического поля в точке окисла ($d=0,205$ мкм) от величины обратного смещения для структур с разной толщиной пленки полупроводника d_{Si} . Здесь также наблюдается немонотонная зависимость $E(d_{Si})$ при всех значениях U_{Sub} . Минимальное значение E достигается при $d_{Si}=0,15-0,18$ мкм и увеличивается с ростом d_{Si} до 3,0 мкм а также уменьшением до 0,1 мкм.

Таким образом, проведены расчеты распределения напряженности электрического поля E в МОП/КНИ-транзисторах с каналом n -типа в зависимости от толщины пленки полупроводника d_{Si} , длины канала L и значения отрицательного смещения на подложке U_{Sub} при напряжении на стоке и истоке +5 В. Показано, что с увеличением U_{Sub} меняется направление вектора E в скрытом окисле вблизи границы с полупроводником. Установлено, что значение E немонотонно зависит от L и d_{Si} и имеет минимальное значение при $d_{Si}=0,15-0,18$ мкм и $L=0,5$ мкм.

Список литературы:

1. Claeys C., Simoen E. Radiation Effects in Advanced Semiconductor Materials and Devices. Berlin, 2002.
2. Barnaby H.J. // IEEE Trans. Nucl. Sci., 2006. Vol. 53. P. 3103-3121.
3. Liu S.T. Electrochemical Society Proceedings / Liu S.T., Fechner P.E., Jenkins W.C. Vol. 3 – 2001. – P. 121–126.
4. Влияние гамма-излучения на МОП/КНИ транзисторы / Ю.В. Богатырев [и др.] // Доклады БГУИР. – 2016. – №3(97). – С. 75-80.
5. Радиационные эффекты в МОП-транзисторах с КНИ-структурой / Ю.В. Богатырев [и др.] // Сб. докладов международной научной конференции «Актуальные проблемы физики твердого тела» – Минск, 2016. – Т. 3 – С. 59-61.

ДИАГРАММЫ СЖАТИЯ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ И ПОСЛЕДУЮЩЕЕ ВОССТАНОВЛЕНИЕ ДЕФОРМАЦИИ ПАМЯТИ ФОРМЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ Ni-Fe-Ga-Co

¹Аверкин А.И., ²Солдатов А.В., ¹Тимашев Р.Б.,
¹Гузилова Л.И., ¹Малыгин Г.А., ^{1,3}Николаев В.И.

¹ФТИ им. ИоффеРАН, г. Санкт-Петербург, Россия

²СПбГПУ Петра Великого, г. Санкт-Петербург, Россия

³Университет ИТМО, г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: AndreyAverkin@mail.ru

Монокристаллы сплава $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$ с эффектом памяти формы после деформации вдоль $[110]_A$ способны к взрывоподобному восстановлению деформации памяти формы (ПФ) при обратном мартенситном превращении. Ранее была установлена зависимость максимальной скорости восстановления деформации ПФ от предварительной деформации, определена область на деформационной диаграмме, где реализуется высокоскоростное восстановление ПФ.

В настоящей работе исследована зависимость скорости восстановления деформации ПФ от температуры предварительного деформирования. Исследование проводилось на монокристаллах сплава $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$ с температурами прямого и обратного мартенситного превращения: $M_s=322K$, $M_f=262K$, $A_s=277K$, $A_f=336K$. (рис.1).

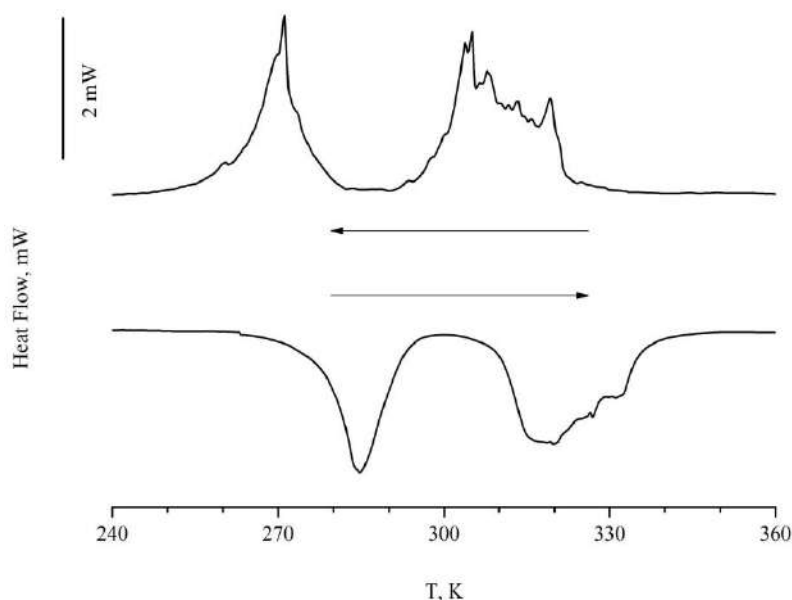


Рисунок 1 – Кривая ДСК монокристалла $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$

Полная деформация памяти формы (ПФ) задавалась образцам в диапазоне температур 210-340K (рис.2). При каждой из указанных температур величина остаточной деформации составляла $5.75\pm 0.25\%$. С увеличением температуры испытаний фазовый предел упругости возрастает. Диаграммы сжатия при всех температурах демонстрируют характерное для данного материала двухэтапное накопление деформации памяти формы.

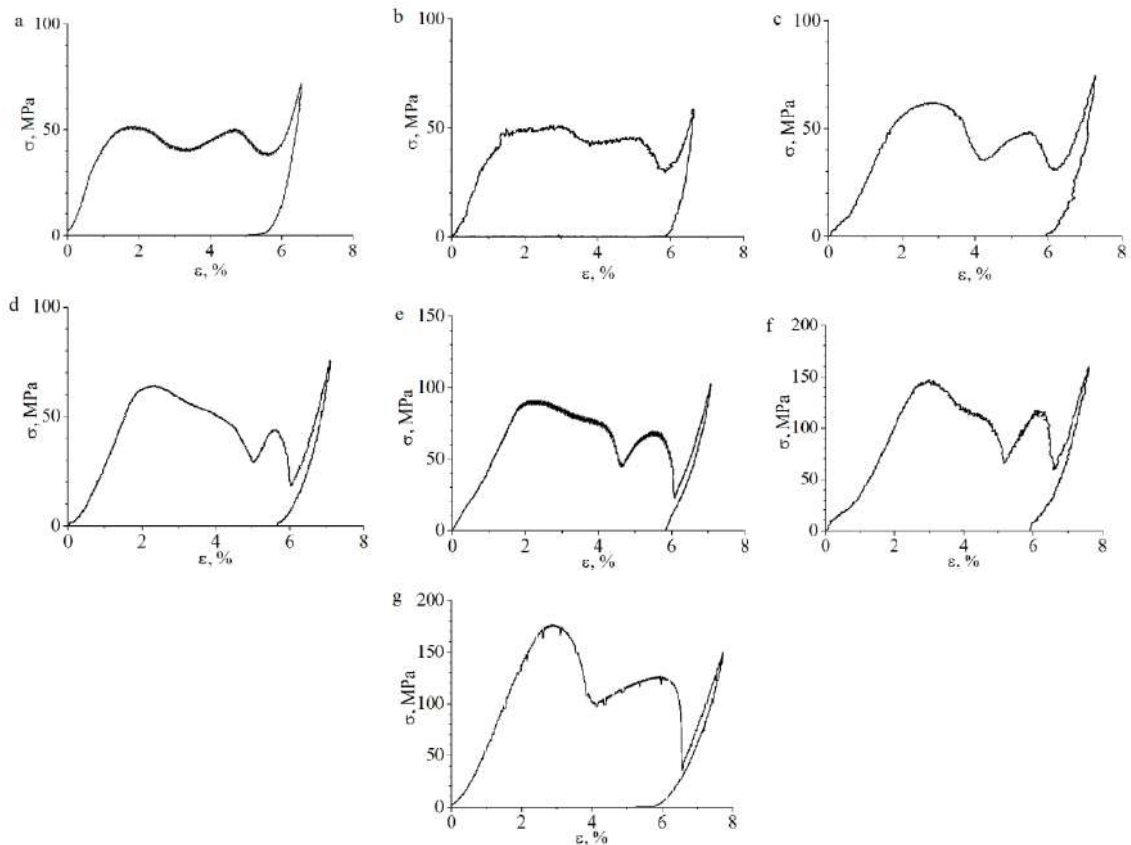


Рисунок 2 – Диаграммы сжатия монокристалла $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$ вдоль $[110]_A$ при различных температурах: (a) 213 K, (b) 227 K, (c) 246 K, (d) 371 K, (e) 292 K, (f) 320 K, (g) 339

Скорость и деформация восстановления формы при нагреве фиксировались при помощи лазерного интерферометрического как функция температуры. Скорость нагрева составляла 2 K/мин, разрешающая способность интерферометра 0.3 мкм.

Восстановление деформации ПФ всех испытанных образцов носило высокоскоростной характер. Группа образцов, деформация которых происходила при температуре меньше 320K, продемонстрировала близкие между собой значения максимальной скорости восстановления и температуры обратного мартенситного превращения, 18.0 ± 0.05 м/с и 390 ± 2 K соответственно.

Количественное различие в скорости и температуре восстановления наблюдалось для образцов сжатых при температурах 320K и 339K. Обратное мартенситное превращение в этих образцах происходило при более высоких температурах (401K и 410K) и с более высокими скоростями (19.8 м/с и 22.1 м/с).

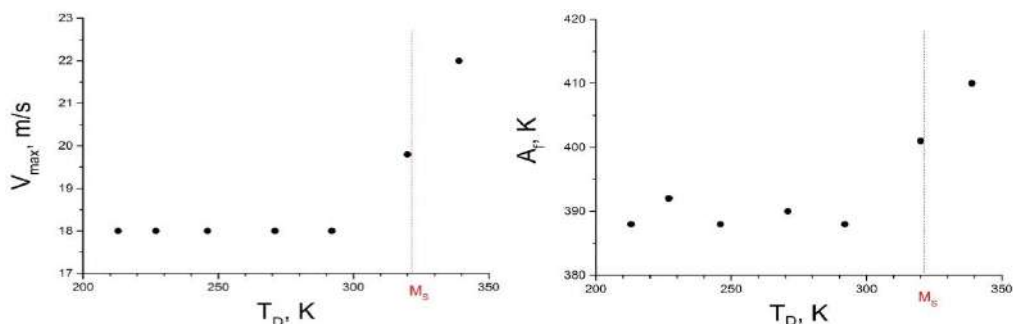


Рисунок 3 – Зависимость скорости восстановления (слева) и температуры обратного мартенситного превращения (справа) от температуры предварительного деформирования монокристалла $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$

Деформация образцов из первой группы происходила при температурах ниже M_s , т.е. мартенситная фаза в них образовалась при охлаждении и впоследствии

подверглась переориентировке в процессе деформации. В образцах сжатых при температурах выше M_s , мартенситная ваза возникала в процессе деформации и стабилизировалась при снятии нагрузки. Так как во втором случае в кристалле образуются мартенситные домены только определенной ориентации, то конечная структура оказывается более устойчивой при нагреве. Стабилизация мартенситной структуры приводит к возрастанию температуры обратного мартенситного превращения, и как следствие к возрастанию скорости восстановления деформации памяти формы.

В результате проведенной работы был выявлен способ увеличения скорости восстановления деформации памяти формы до 25%.

Работа поддержана Российским научным фондом (Грант РНФ № 16-19-00129).

ОПТИЧЕСКОЕ ПОГЛОЩЕНИЕ И ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ МОДИФИЦИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$

¹Ивлева Л.И., ¹Чухловина Т.В., ²Кузьмичева Г.М., ³Болдырев К.Н.

¹Институт общей физики им. А.М.Прохорова,
г. Москва, Россия, E-mail: ivleva@lst.gpi.ru

²Московский технологический университет (МИТХТ), г. Москва, Россия

³Институт спектроскопии РАН, г. Троицк, Россия

Ортогерманат висмута $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (BGO) является широко известным сцинтилляционным материалом, который успешно используется в физике высоких энергий, медицине, для мониторинга окружающей среды и геологических изысканиях [1]. Данный материал люминесцирует в ближнем ультрафиолетовом и видимом спектральных диапазонах при возбуждении ионизирующим излучением или заряженными частицами [2]. Кристаллы BGO выращивают из расплавов в окислительной атмосфере, преимущественно методом Чохральского как классическим, так и низкоградиентным [1,2]. Выращенные традиционными способами кристаллы BGO неокрашены и прозрачны в спектральном диапазоне 300-6500 нм. Относительно недавно методом Бриджмена из расплава при использовании исходной шихты, обогащенной водой, были получены окрашенные «red» кристаллы BGO, для которых характерно наличие люминесценции вблизи 1500 нм. Получение известного материала с новыми свойствами представляет несомненный интерес как с научной точки зрения, так и новых возможностей использования данных кристаллов, в частности, в качестве усилителей в волоконных системах связи [3,4,5]. Известно, что физические свойства материалов в конденсированном состоянии определяются не только элементным составом, но и реализуемой в них структурой. Основными фрагментами структуры кристаллов $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ (эвлитин) являются изолированные ортотетраэдры германия и изолированные октаэдры висмута, причем связи Ge-O являются равноценными, а связи Bi-O существенно неравноценны. Полагают, что дефекты структуры кристаллов BGO связаны с позицией висмута, в частности с наличием висмута в позициях германия (антиструктурный дефект).

Цель настоящей работы заключалась в выяснении влияния условий восстановительного отжига на структуру, оптическое поглощение и фотолюминесцентные свойства кристаллов BGO.

Методом Чохральского из собственных расплавов были выращены кристаллы $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ оптического качества: свободные от трещин, пузырей, включений вторых фаз и центров рассеяния, диаметром до 20 мм и длиной до 70 мм. Бесцветные прозрачные в области 300-6500 нм кристаллы не имели полос поглощения во всей исследованной области спектра. Для получения модифицированных кристаллов был использован метод восстановительной термообработки. Окрашенные (розовые) образцы BGO были получены путем дополнительной высокотемпературной обработки (900-950°C) бесцветных пластин BGO (толщина 1.5-2.0 мм) в графитовых тиглях в условиях форвакуума (10^{-2} Торр) и присутствии в камере оксалата олова SnC_2O_4 в качестве восстановителя в количестве нескольких миллиграмм. Время отжига варьировалось в пределах 6-10 часов.

Методом РСА установлены различия параметров ячейки исходных и модифицированных кристаллов BGO, что говорит об отличии их составов (рис.1). Параметр a для BGO(M) уменьшается по сравнению с BGO, 10.491(1) Å и 10.497(2) Å, соответственно; объем элементарной ячейки изменяется от 1156.63(1) Å³ для BGO до 1154.49(1) Å³ для BGO(M); рентгенографическая плотность кристалла BGO(M) возрастает до 7.168 г/см³ по сравнению с 7.155 г/см³ для BGO.

Для модифицированного (розового) кристалла возрастает число вакансий висмута в октаэдрической позиции, снижается доля антиструктурных дефектов (висмут в тетраэдрической позиции) и появляются кислородные вакансии. Полагают, что цвет кристалла может быть обусловлен центром окраски- F-центр ($V_{\text{O}}^{\bullet\bullet}, 2e'$)^x.

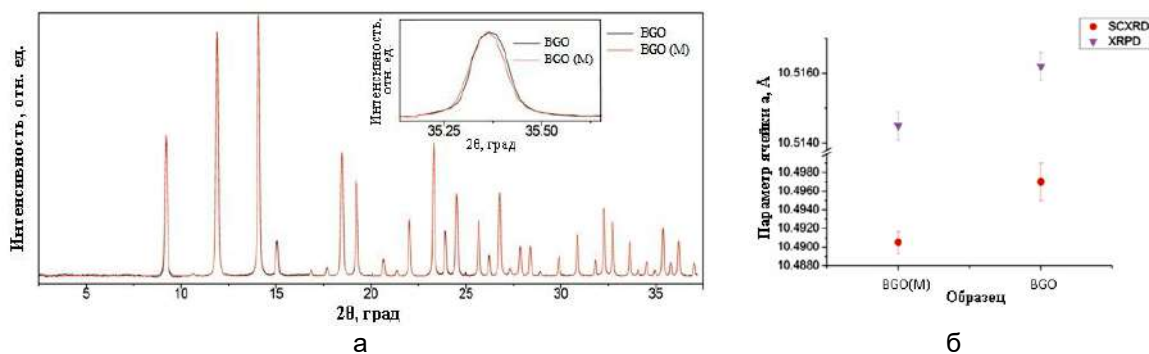


Рисунок 1 – Дифрактограммы измельченных в порошок монокристаллов ($\lambda=0.6889 \text{ \AA}$). На вставке профиль отражения для BGO и BGO(M)(а). Параметры элементарной ячейки для BGO и BGO(M) кристаллов по данным рентгеноструктурного анализа (РСА, микрочастиц кристалла) и по данным полнопрофильного метода (измельченные в порошок кристаллы)(б)

Спектры пропускания образцов толщиной 2 мм измерены в диапазоне длин волн от 300 до 3.3 мкм на спектрометре Lambda 900 (PerkinElmer) с шагом сканирования 1 нм. Модифицированные кристаллы BGO характеризуются наличием ряда полос поглощения в видимом диапазоне длин волн 365, 455, 518 нм. Слабые полосы поглощения проявляются также на 960, 1230 и 1800 нм (рис.2). При понижении температуры наблюдается смещение и расщепление полос поглощения, с максимумами на длинах волн 455 нм, 523 нм, 565 нм и 650 нм.

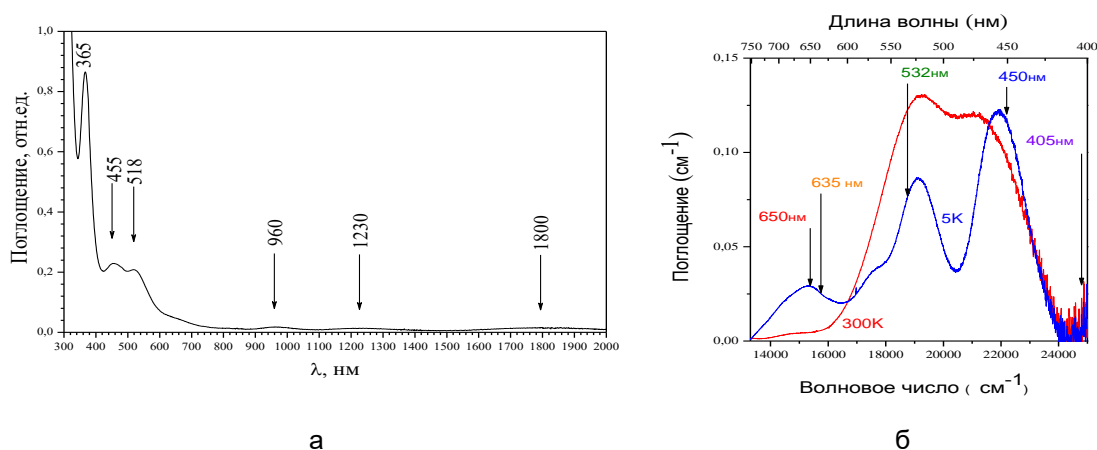


Рисунок 2 – Спектры поглощения кристаллов BGO(M) при комнатной (а,б) и гелиевой температурах(б)

Измерения спектров люминесценции и возбуждения люминесценции образцов проводились с помощью оптического спектрофлуориметре FLSP920 (EdinburghInstruments). В качестве источника возбуждения служила ксеноновая лампа мощностью 250 Вт, работающая в области длин волн 240-850 нм. С помощью монохроматора из исходного спектра лампы вырезалась полоса излучения определенной спектральной ширины $\Delta\lambda=1-10 \text{ нм}$, которая использовалась для возбуждения образца. Регистрация люминесценции осуществлялась в направлении, перпендикулярном к направлению возбуждающего излучения, с помощью фотоэлектронных умножителей для спектральной области 240-1650 нм. Спектральное разрешение полученных спектров люминесценции – 1 нм. Для устранения рассеянного возбуждающего излучения использовались стеклянные фильтры. При комнатной температуре наблюдается достаточно широкая люминесценция кристалла BGO (M) с максимумом в области 6650 см^{-1} (1.5 мкм) с полушириной линии 1200 см^{-1} .

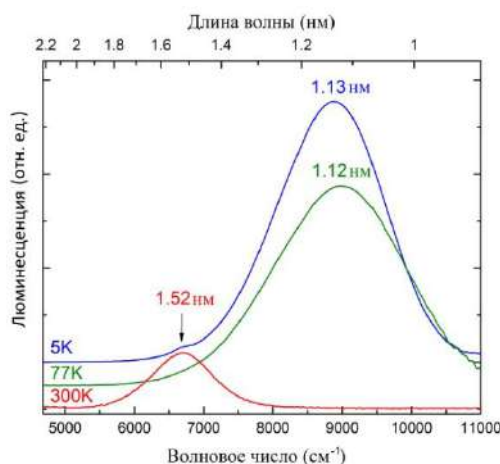


Рисунок 3 – Спектры люминесценции кристалла ВГО (М) (возбуждение лазером 445 нм) при различных температурах (300К, 77К, 5К)

При низких температурах 1.52 мкм люминесценция полностью исчезает, и появляется интенсивная (на порядок интенсивнее, чем на 1.52 мкм) и широкая (2200 см^{-1}) люминесценция с длиной волны 1.12 мкм. При гелиевой температуре интенсивность люминесценции еще более возрастает, и ее максимум сдвигается в длинноволновую область 1.13 мкм (рис.3).

В результате проведенных исследований получена совокупность экспериментальных данных, характеризующих структурные, оптические и люминесцентные свойства модифицированных кристаллов германата висмута со структурой эвлитина.

Список литературы:

1. M. J. Weber, R. R. Monchamp, J. Appl. Phys. 44, 5495 (1973).
2. R. Moncorge, B. Jacquier, G. Boulon, J. Lumin. 14, 337 (1976).
3. Pingsheng Yu, Liangbi Su, Hengyu Zhao, XinGuo, Hongjun Li, XiqiFeng, Qihong Yang, Jun Xu Spectroscopic properties of red $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ by vertical Bridgman method, Optical Materials 33 (2011) 831-835.
4. Pingsheng Yu, Liangbi Su, Hengyu Zhao, Jun Xu Optical and structural characterization of colored $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ crystals Journal of Luminescence, 154 (2014) 520-524.
5. Pingsheng Yu, Liangbi Su, QingguoWang, Hengyu Zhao, XinGuo, Qihong Yang, Jun Xu Near-infrared luminescence of red $\text{Bi}_4\text{Ge}_3\text{O}_{12}$ down to a temperature of 8K, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research 631 (2011) 40-42.

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ТОНКИХ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК Cu\Sn

Макрушина А.Н., Плотников В.А.

Алтайский государственный университет,
г. Барнаул, Россия, E-mail: makrushina3008@mail.ru

Структурное состояние и фазовый состав тонких бинарных пленок Cu/Sn определяются процессами, протекающими при конденсации слоев меди и олова на подложку из силикатного стекла. Согласно диаграмме состояния Cu-Sn фазовый состав тонкой бинарной пленки определяют интерметаллические соединения Cu_6Sn_5 и Cu_3Sn , а также остаточные Cu и Sn [1]. Основным процессом, формирующим структуру тонкой бинарной, является диффузия компонент в реакционные области (реакционные островки). На рисунке 1 приведена островковая структура бинарных пленок Cu/Sn, сконденсированных при температуре подложки 50 (а) и 100 (б) °С, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа.

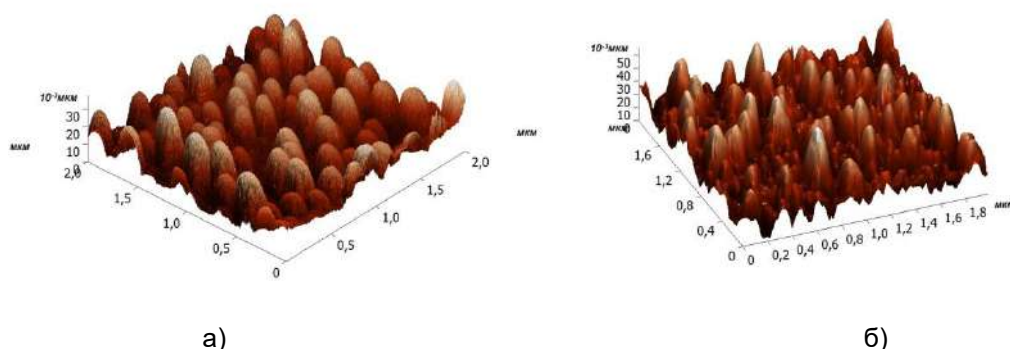


Рисунок 1 – СЗМ-изображение поверхности тонких интерметаллических пленок, полученных при температурах подложки 50 °С (а), 100 °С (б)

Островковая структура является типичной для тонких бинарных металлических пленок, получаемых путем конденсации металлических слоев на аморфную подложку. Характерно, что средняя высота островков, составляющих рельеф поверхности пленки, коррелирует с температурой. Средняя высота островков при 50 °С составляет 30 нм, а при температуре 100 °С – 50 нм.

На рисунке 2 приведены данные электронной микроскопии бинарной пленки Cu/Sn, сконденсированной на аморфную подложку из силикатного стекла при 50 и 100 °С. Как следует из приведенных данных структура пленок поликристаллическа, а фазовый состав определяется наличием как минимум двух фаз. Действительно, как показывает дифракция электронов (вставки на рис.2) кольцевые рефлексы обусловлены поликристаллической структурой пленки как при 50, так и при 100 °С, причем точечная электронограмма (рис.2,б) свидетельствует об увеличении размеров кристаллов при конденсации металлических слоев на подложку при 100 °С. Средний размер кристаллов, сформированных на подложке при 50 °С, не превышает 10 нм, а размер кристаллов, сформированных на подложке при 100 °С, составляет 50-100 нм. Сложная структура рефлексов обусловлена многофазностью пленок, в составе которых могут быть не только интерметаллические соединения системы Cu-Sn, но и исходные медь и олово.

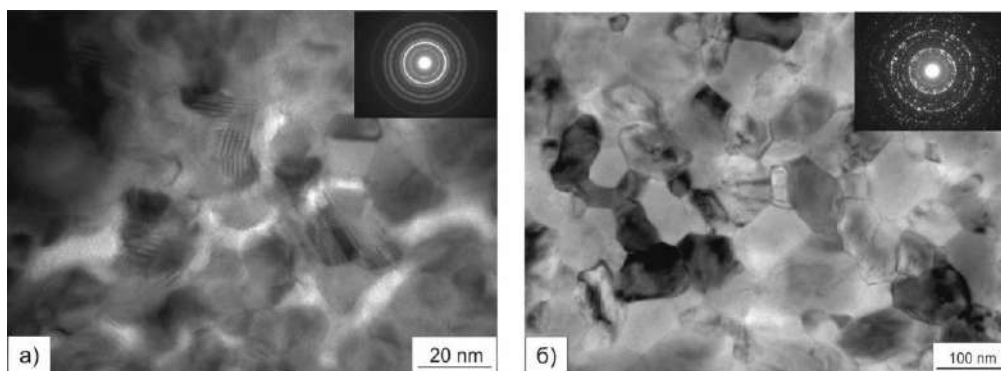


Рисунок 2 – Структура тонкой бинарной пленки Cu/Sn, полученной конденсацией на аморфную подложку из силикатного стекла при 50 °С (а) и 100 °С (б)

Характерной особенностью бинарных пленок Cu/Sn является наличие субструктурных объектов, имеющих запрещенную симметрию (рис.3).

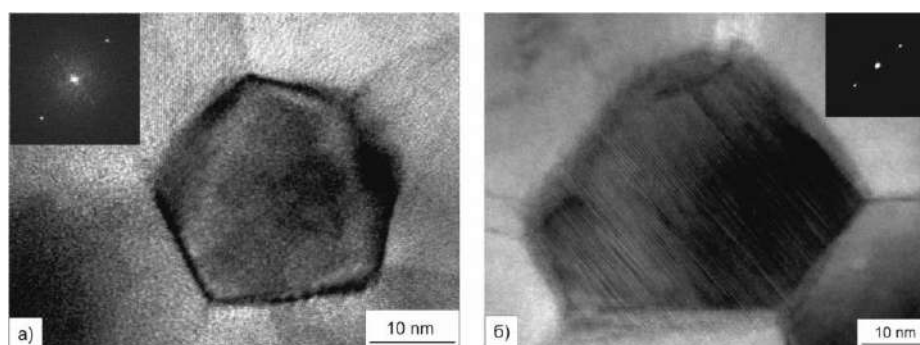


Рисунок 3 – Субструктурные элементы в бинарных пленках Cu/Sn. Масштаб 10 нм

Межплоскостные расстояния кристаллов на рисунке 3,а,б равные соответственно 3,33 и 5,21 Å, принадлежат нанокристаллам интерметаллического соединения Cu_3Sn , ориентированных по отношению к электронному пучку плоскостями {131} (рис.3,а) и {130} (рис.3,б) соответственно. Известно, что пентагональная симметрия кристаллов является типична для ГЦК кристаллов в различных видах кристаллизации [2]. В электролитически осажденных пленках меди были получены пентагональные кристаллы микронных размеров, хотя считается, что устойчивыми могут быть кристаллы размером около 100 нм. Однако приведенный на рисунке 3,а нанометровый пентагональный кристалл Cu_3Sn имеет орторомбическую решетку и находится в гексагональной матрице интерметаллического соединения Cu_6Sn_5 .

Действительно, как следует из анализа кристаллографических параметров матричной фазы, пентагональные нанокристаллы, формирующейся фазы Cu_3Sn , расположены в матричной фазе, кристаллическая структура которой приведена на рисунке 4.

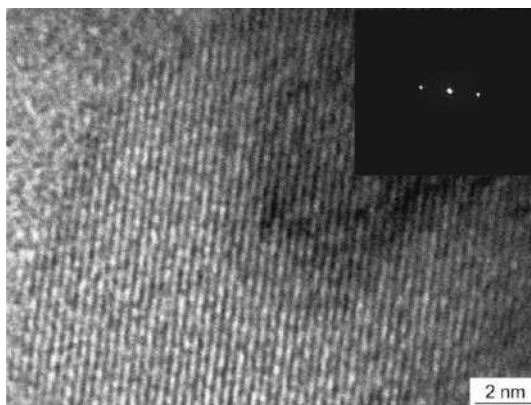


Рисунок 4 – Фрагмент нанокристалла матричной фазы Cu_6Sn_5

На рисунке 4 хорошо видны атомные плоскости, межплоскостное расстояние между которыми $2,96 \text{ \AA}$, а на микроэлектроннограмме (вставка на рис.4) отображены точечные рефлексы, индексы которых $(10\bar{1})$ и $(\bar{1}0\bar{1})$ принадлежат плоскостям $\{101\}$ кристалла интерметаллического соединения Cu_6Sn_5 . Таким образом, нанокристаллы фазы Cu_3Sn формируются в матричной фазе Cu_6Sn_5 .

Проведенный анализ структурно-фазового состояния бинарных тонких пленок Cu/Sn свидетельствует, что синтезируемое интерметаллическое соединение Cu_6Sn_5 является первичной фазой, а интерметаллид Cu_3Sn – вторичной, формирующейся в матричной Cu_6Sn_5 фазе.

Список литературы:

1. Плотников В.А., Макаров С.В., Макрушина А.Н. Структурно-фазовое состояние бинарной тонкопленочной системы $\text{Cu}-\text{Sn}$ // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения* // 2014. №1. С. 120-126;
2. Викарчук А.А., Ясников И.С., Довженко О.А. и др. Пентагональные кристаллы меди электролитического происхождения: строение, модели и механизмы их образования и роста // *Вестник СамГУ*. 2006. №3. С. 51-64.

ОСОБЕННОСТИ ЭФФЕКТОВ ПЛАСТИЧНОСТИ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ПАМЯТИ ФОРМЫ В [001] МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА Ni-Fe-Ga

¹Беляев С.П., ²Николаев В.И., ¹Реснина Н.Н., ²Тимашов Р.Б., ¹Сибирев А.В.,
²Аверкин А.И., ¹Газизуллина А.Р.

¹Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия

²Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: spbelyaev@mail.ru

Сплавы с памятью формы на основе Ni-Fe-Ga представляют большой интерес как материалы, чьи функциональные свойства сопоставимы со свойствами сплава TiNi, который является самым используемым сплавом с памятью формы. В работах [1] показано, что в монокристаллах Ni-Fe-Ga величина эффекта псевдоупругости может достигать 20 %, а сам эффект наблюдается в широком интервале температур. Такое поведение связано с тем, что в сплаве может реализовываться последовательность $L2_1 \leftrightarrow 10M \leftrightarrow 14M \leftrightarrow L1_0$ термоупругих мартенситных переходов при нагрузке и разгрузке [2], что и обеспечивает высокое значение обратимой деформации. В работе [3] отмечено, что величина обратимой деформации в цикле «охлаждение-нагревание» немонотонно зависит от приложенного напряжения, что нехарактерно для сплавов с памятью формы. Причина этого явления не была установлена, поэтому целью данной работы явилось изучение особенностей реализации эффектов пластичности превращения и памяти формы в монокристаллах сплава Ni-Fe-Ga.

В качестве объектов исследования были выбраны монокристаллы сплава $Ni_{55}Fe_{18}Ga_{27}$ с ориентацией [001], выращенные методом Чохральского. Образцы предварительно были закалены от 950 °С в воду и отожжены при температуре 600 °С 3 часа, в результате чего образовались $L2_1$ и γ фазы. На основе данных рентгеноструктурного анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии установлено, что при охлаждении и нагревании фаза $L2_1$ претерпевает термоупругое мартенситное превращение $L2_1 \leftrightarrow 10M$ при температурах: $M_s=50^\circ\text{C}$, $M_f=40^\circ\text{C}$, $A_s=53^\circ\text{C}$, $A_f=63^\circ\text{C}$. Для исследования эффекта пластичности превращения и памяти формы образцы размером 4x4x8мм, вырезанные вдоль оси [001], устанавливали в реверсную рамку испытательной установки Shimadzu 50kN-AG, оснащенной криотермокамерой, нагревали до температуры 120°С, нагружали сжимающим напряжением 50–200 МПа и охлаждали под постоянным напряжением до температуры 25°С.

После этого образцы нагревали до температуры 120°С под напряжением или без напряжения.

На рисунке 1 представлена типичная зависимость деформации от температуры, полученная при охлаждении и нагревании [001] монокристаллов сплава $Ni_{55}Fe_{18}Ga_{27}$ под напряжением 50 МПа. Видно, что при охлаждении монокристаллов деформация накапливается и наблюдается эффект пластичности превращения, а при нагревании деформация восстанавливается, что

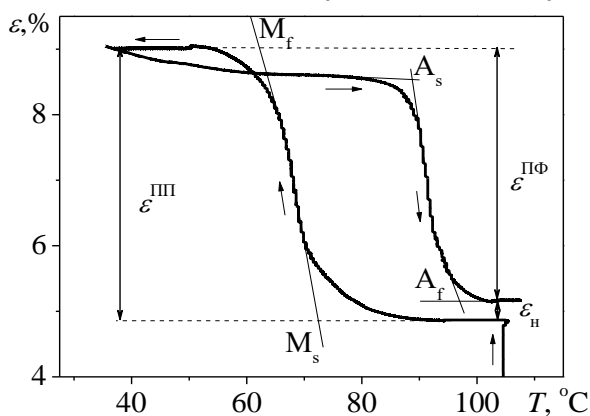


Рисунок 1 – Изменение деформации при охлаждении и нагревании сплава под напряжением 50 МПа

свидетельствует о проявлении эффекта памяти формы.

По зависимостям $\varepsilon(T)$ были определены величины эффектов пластичности превращения ($\varepsilon^{ПП}$), памяти формы ($\varepsilon^{ПФ}$), деформация и температуры мартенситных переходов (M_s , M_f , A_s , A_f) так, как указано на рисунке 1. На рисунке 2,а представлены зависимости величин эффектов пластичности превращения и памяти формы от напряжения, которое действовало при охлаждении и нагревании. Установлено, что при увеличении напряжения значения эффектов пластичности превращения и памяти формы уменьшаются (рис.2,а). На рисунке 2,б представлены зависимости температур

мартенситных переходов от напряжения. Показано, что увеличение напряжения, действующего при охлаждении и нагревании, увеличивает температуры мартенситных переходов, и зависимость температур от напряжения подчиняется закону типа Клаузиуса-Клапейрона, в котором значение $dT/d\sigma$ равно 0.32 ± 0.35 °С/МПа.

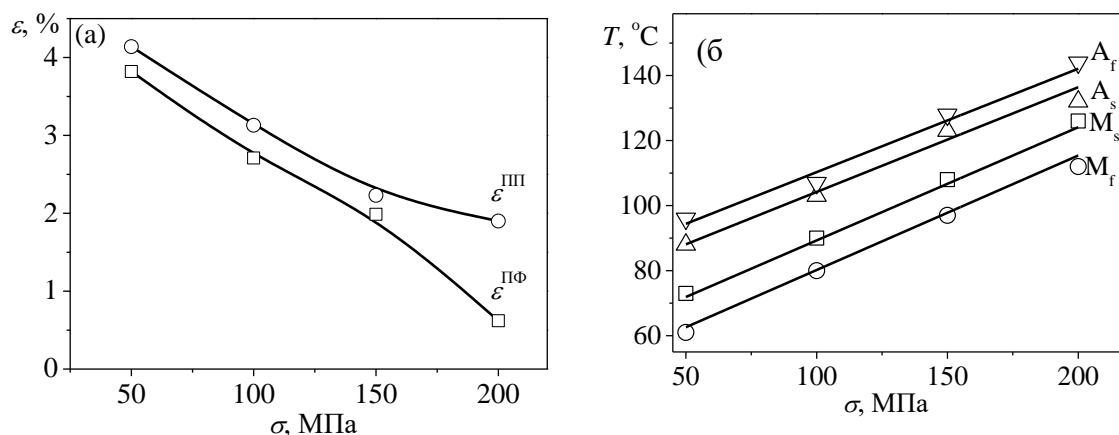


Рисунок 2 – Зависимости величин эффектов пластичности превращения и памяти формы (а) и температур мартенситных переходов (б) от величины напряжения, действующего при охлаждении и нагревании образцов монокристалла [001] сплава $Ni_{55}Fe_{18}Ga_{27}$

В обычных сплавах с памятью формы увеличение напряжения, действующего при охлаждении и нагревании, приводит к увеличению значений эффектов пластичности превращения и памяти формы. Это связано с тем, что чем больше величина напряжения, тем больше ориентированных кристаллов мартенсита возникнет при охлаждении и тем больше будет деформация, которая связана с этими ориентированными кристаллами. Чем больше деформации появится при охлаждении за счет образования ориентированных кристаллов мартенсита, тем больше деформации исчезнет при нагревании, когда ориентированные кристаллы мартенсита трансформируются в аустенит. В монокристаллах [001] исследуемого сплава увеличение напряжения приводит к понижению величин эффектов пластичности превращения и памяти формы. Это указывает на то, что увеличение напряжения уменьшает долю ориентированного мартенсита, который появляется при охлаждении. Уменьшение доли ориентированного мартенсита может быть связано с возникновением большой пластической деформации, которая подавляет мартенситные переходы. Однако результаты, представленные на рисунке 2,б, показывают, что величина пластической (необратимой) деформации при охлаждении и нагревании невелика, и ее значение составляет 1,3 % при охлаждении и нагревании под напряжением 200 МПа. Таким образом, результаты проекта показали, что напряжение аномально влияет на величины эффектов пластичности превращения и памяти формы и это не связано с появлением большой пластической деформации. Сделано предположение о том, что аномальное поведение связано с тем, что уже при нагрузке материал частично переходит в мартенситное состояние, поэтому доля сплава, который может перейти в мартенсит при охлаждении уменьшается.

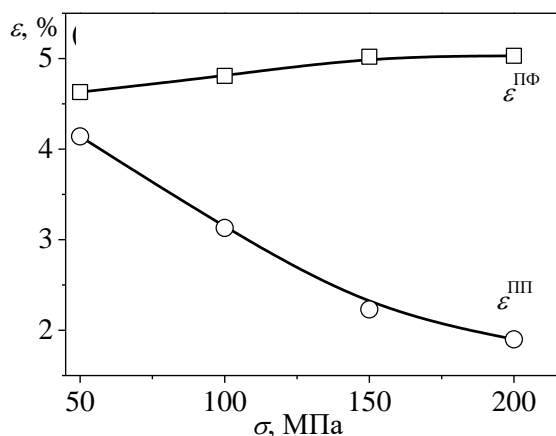


Рисунок 3 – Зависимости величин эффектов пластичности превращения и памяти формы от величины напряжения, действующего при охлаждении образцов монокристалла [001] сплава $\text{Ni}_{55}\text{Fe}_{18}\text{Ga}_{27}$

Для того, чтобы проверить это предположение провели серию экспериментов, в которых нагревание осуществляли без нагрузки. В этом случае при нагревании переходит в аустенит как мартенсит, полученный при охлаждении, так и при нагрузке. На рисунке 3 представлены зависимости величины эффекта пластичности превращения и памяти формы от напряжения, действующего при охлаждении. Видно, что нагревание в свободном состоянии приводит к существенному возрастанию величины эффекта памяти формы. Это подтверждает предположение о том, что при нагрузке в аустенитном состоянии, сплав частично переходит в мартенситную фазу, которая остается

стабильной при изменении температуры в том случае, если напряжение действует при охлаждении и нагревании. Если при нагревании напряжение не действует, то мартенсит, появившийся при нагрузке, оказывается стабильным при охлаждении и не стабильным при последующем нагревании, что и дает дополнительный вклад в величину эффекта памяти формы. Увеличение напряжения, действующего при охлаждении, приводит к увеличению значения эффекта памяти формы от 4,6 % при $\sigma=50$ МПа до 5 % при $\sigma=150$ МПа. Увеличение напряжения до 200 МПа не влияет на величину эффекта памяти формы и это связано с тем, что значение 5% является близким к кристаллографическому ресурсу изменения деформации при $L2_1 \rightarrow 10M$ мартенситном переходе. Таким образом, причиной аномального уменьшения величины обратимой деформации при возрастании напряжений при охлаждении является появление мартенситной фазы при нагрузке, что уменьшает долю материала, в котором реализуется превращение при охлаждении.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-08-00346.

Список литературы:

1. С. Efstathiou, Н. Sehitoglu, J. Carroll, J. Lambros, Н. J. Maier, Acta Materialia 56 (2008) 3791–3799.
2. Y. Sutou, N. Kamiya, T. Omori, R. Kainuma, K. Ishida, K. Oikawa, Applied Physics Letters 84 (2004) 1275-1277.
3. Е.Е. Тимофеева, Е.Ю. Панченко, Ю.И. Чумляков, А.И. Тагильцев, Известия ВУЗов. Физика 57 (2014) 105-113.

**ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ВИБРАЦИЙ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА
АМОРФНОГО СПЛАВА TiHfNiCu**

¹Беляев С.П., ^{2,3}Рубаник В.В., ¹Реснина Н.Н., ^{2,3}Рубаник В.В. мл., ⁴Шеляков А.В.,
¹Демидова Е.С., ^{2,3}Непомнящая В.В.

¹Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия

²Витебский государственный технологический университет, г. Витебск, Беларусь

³Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси,
г. Витебск, Беларусь

⁴Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
г. Москва, Россия, E-mail: lena-demi@yandex.ru

Под механоактивацией понимают активирование твердых тел путем механической обработки. Как правило, под механической обработкой понимают высокоинтенсивное перемешивание в мельницах, однако, в последнее время, в качестве механической обработки рассматривают и воздействие механических колебаний различной частоты. Целью данной работы явилось изучение влияния механических низкочастотных вибраций на изменение структуры аморфного сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$.

Аморфные ленты шириной 1,6 мм и толщиной 40 мкм сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$ были получены методом закалки из расплава. Структуру аморфной ленты исследовали методом рентгеноструктурного анализа на дифрактометре Bruker D8 DISCOVER (в ресурсном центре «Рентгенодифракционные методы исследования» СПбГУ) и методом просвечивающей электронной микроскопии в режиме высокого разрешения на микроскопе Libra 200 FE (в междисциплинарном ресурсном центре по направлению «Нанотехнологии» СПбГУ). Полученные результаты показали, что на дифрактограмме присутствует лишь гало, характерное для аморфной фазы, и не наблюдаются рефлексы от каких-либо кристаллических фаз (рис.1,а). Это подтверждается данными просвечивающей электронной микроскопии, которая показывает, что на электронограмме наблюдаются кольца, характерные для отражений от аморфной фазы (рис.1,б), а атомы хаотично распределены в объеме сплава (рис.1,в). Таким образом, структурные методы исследования, используемые в данной работе, показали, что полученные ленты являются аморфными и не содержат кристаллических включений.

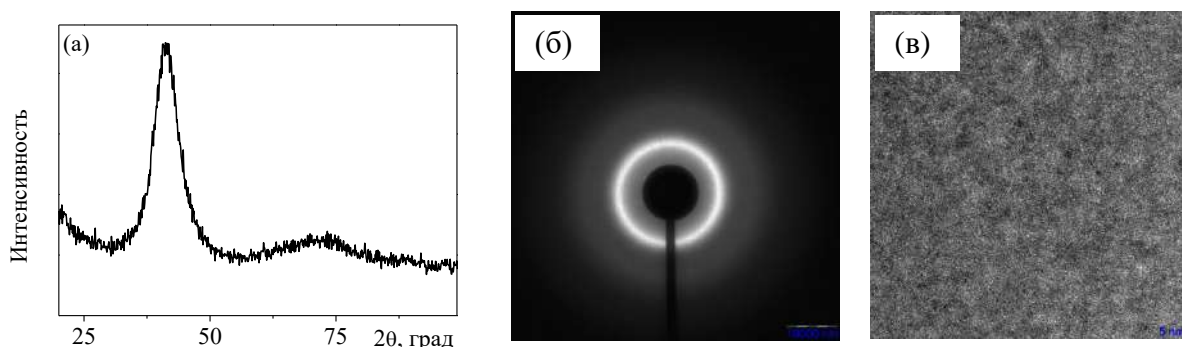


Рисунок 1 – Рентгенограмма (а), электронограмма (б) и изображение в режиме высокого разрешения (в) структуры сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$

Для того, чтобы подвергнуть аморфную структуру сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$ механическим вибрациям, образцы длиной 20 мм устанавливали в динамический механический анализатор MettlerToledo и подвергали низкочастотным колебаниям в режиме растяжения с частотой 20 Гц амплитудой 1 или 4 мкм и длительностью 10 мин. Температура обработки составляла 25, 200 или 450 °С. Выбранные температуры принадлежат температурному интервалу, в которой наблюдается структурная релаксация в аморфной фазе при непрерывном нагревании и не достигается температура расстеклования.

После механоактивации была изучена структура обработанных сплавов методами рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии.

Полученные результаты показали, что на рентгенограммах присутствуют только широкие пики рассеяния (гало), которые характерны для аморфной фазы, следовательно, структура всех образцов после механоактивации осталась рентгеноаморфной. На основании этого было сделано заключение, что механоактивация при повышенных температурах (200 и 450 °С) не приводит к кристаллизации сплава.

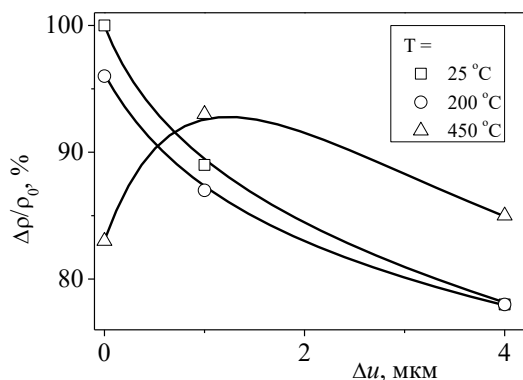


Рисунок 2 – Изменение электросопротивления от амплитуды механических колебаний

Для того чтобы определить, имела ли место структурная релаксация аморфной фазы при механоактивации, было измерено электросопротивление образцов до и после механоактивации 4-х точечным методом. Полученные результаты показали, что механоактивация приводит к изменению электросопротивления аморфных образцов (рис.2). В образцах, подвергнутых механическим вибрациям с амплитудой 1 мкм при температурах 25 и 200 °С, сопротивление понижается на 10-12 %. Увеличение амплитуды до 4 мкм приводит к дополнительному понижению электросопротивления на 10%. Механические вибрации с амплитудой 1 мкм, приложенные при температуре 450 °С,

напротив, повышают электросопротивление образцов, по сравнению с образцами, выдержанными при температуре 450 °С в течение 10 минут без механоактивации. Увеличение амплитуды механических колебаний до 4 мкм приводит к некоторому понижению электросопротивления однако, оно остается выше сопротивления, измеренного в образцах без механоактивации. Таким образом, повышение температуры низкочастотной механоактивации до 200 °С не влияет на изменение сопротивления, а свыше 200 °С – приводит к повышению сопротивления. Анализ полученных результатов показал, что изменение электросопротивления связано с тем, что в процессе механоактивации в аморфной структуре образцов происходит структурная релаксация, которая включает в себя уменьшение свободного объема, изменение топологического и химического ближнего порядков. Повышение амплитуды низкочастотных колебаний увеличивает интенсивность этих процессов, а увеличение температуры свыше 200 °С – напротив понижает их интенсивность. По всей видимости, это связано с высокой подвижностью атомов, что препятствует упорядочению атомов.

Для более детального изучения структурных изменений, вызванных механоактивацией, были получены изображения структуры образцов в просвечивающем электронном микроскопе в режиме высокого разрешения (рис.3). Анализ изображений позволил установить, что механические вибрации с малой амплитудой 1 мкм не приводит к каким-либо заметным изменениям в распределении атомов (рис.3,а), которые, как и в необработанном образце (рис.1,в), распределены хаотично. При этом на электронограммах отображается только аморфное гало (рис.3,а). Однако в образцах, подвергнутых механическим вибрациям с амплитудой 4 мкм, в структуре аморфного сплава обнаруживаются кластеры с упорядоченным расположением атомов в пределах 5-10 атомных слоев (рис.3,б). При этом на кольцевых электронограммах появляются отдельные рефлексy. Таким образом, полученные результаты показали, что механические вибрации с высокой амплитудой приводят к образованию кристаллических нанокластеров в аморфной структуре. Установлено, что изменение температуры, при которой были приложены механические вибрации, слабо влияют на объемную долю упорядоченных нанокластеров.

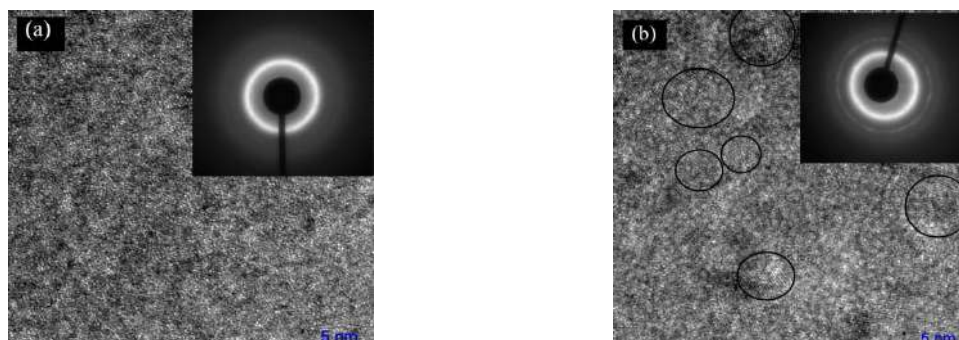


Рисунок 3 – Электронномикроскопические изображения структуры образцов сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$, подвергнутых механическим вибрациям с амплитудой 1 мкм (а) и 4 мкм (б) при температуре 25 °С

Присутствие нанокластеров в аморфной структуре сплава может оказывать влияние на параметры последующей кристаллизации, поэтому дополнительно был исследован процесс кристаллизации образцов аморфного сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$, подвергнутых механоактивации. Полученные результаты показали, что температурный интервал кристаллизации практически не зависит от того, были ли образцы подвергнуты механоактивации или нет. Изменение параметров механоактивации (частоты, амплитуды, длительности) также не оказывают влияния на температуры кристаллизации. Вместе с тем, обнаружено, что механоактивация, вне зависимости от ее способа или параметров, понижает теплоту кристаллизации на 10-15 %.

Таким образом, полученные результаты показали, что механоактивация способствует структурной релаксации в аморфной фазе, при этом, если к образцам приложены механические вибрации с большой амплитудой то в аморфной фазе образуются нанокристаллические кластеры. Наличие нанокристаллических кластеров не влияет на температуру кристаллизации, которая не отличаются от таковой, измеренной в образцах сплава $Ti_{40,7}Hf_{9,5}Ni_{44,8}Cu_5$, не подвергнутых механоактивации.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-58-00093-Бел-а Белорусского фонда фундаментальных исследований №Т16Р-203. Работа Шелякова А.В. выполнена в рамках Программы повышения конкурентоспособности НИЯУ МИФИ при поддержке Министерства образования и науки РФ, Договор 02.А03.21.0005.

ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО СПЛАВА TiNi С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

¹Глазова Д.И., ¹Беляев С.П., ²Зельдович В.И., ¹Реснина Н.Н., ²Пилюгин В.П.,
²Фролова Н.Ю., ¹Савельева А.Ю.

¹Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия

²Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
г. Екатеринбург, Россия, E-mail: dianka95@gmail.com

В наноструктурированном сплаве TiNi размер зерна значительно влияет на функциональные свойства сплава [1]. Например, с уменьшением размера зерна максимальная величина полностью обратимой деформации возрастает с 2 % до 9 %, а максимальные реактивные напряжения с 400 МПа до 1400 МПа [1]. Одним из наиболее интересных свойств, проявляемых наноструктурированным сплавом TiNi, является способность возвращать в процессе нагрева до 15 % деформации, что превышает кристаллографический ресурс обратимой деформации в сплаве TiNi. Для того, чтобы наблюдать этот эффект, необходимо продеформировать сплав в аустените, затем охладить под нагрузкой, то есть реализовать эффект пластичности превращения, разгрузить и нагреть – реализовать эффект памяти формы [1]. Несмотря на большое количество исследований, посвященных влиянию размера зерна на функциональные свойства сплавов на основе TiNi, данных о влиянии размера зерна на параметры эффектов пластичности превращения и памяти формы не приведены. В связи с этим, целью данной работы явилось изучение влияния размера зерна и напряжения на эффекты пластичности превращения и памяти формы в наноструктурированном сплаве TiNi.

В качестве объекта исследования был выбран сплав Ti–50,2 ат.% Ni. Для получения нанокристаллической структуры исходно крупнокристаллический сплав подвергали аморфизации методом сдвига под давлением 8 ГПа на 3,5 оборота. Из аморфных дисков диаметром 6 мм и толщиной 0,1 мм специальным штампом выбивали образцы в форме лопаток общей длиной 5 мм, с длиной рабочей части 1 мм и шириной 1 мм. Затем образцы нагревали с постоянной скоростью до различных температур, что позволило сформировать в них структуру со средним размером зерна от 20 до 500 нм. Подробнее метод формирования структуры, а также результаты исследования структуры и мартенситных превращений представлены в [2].

Исследование эффектов пластичности превращения и памяти формы проводили в режиме растяжения в испытательной машине Lloyd 30kPlus, оснащенной видеоэкстензометром для измерения деформации и криотермокамерой для деформирования образцов при разных температурах. Образцы нагружали в аустенитном состоянии, затем охлаждали и нагревали в интервале температур от 130 °С до -50 °С под постоянным напряжением от 100 до 600 МПа. При необходимости температуру нагрева повышали до 200 °С. Затем цикл повторяли при большем значении напряжения.

На рисунке 1 представлены зависимости деформации от напряжения, полученные при охлаждении и нагревании под разными нагрузками образцов со средним размером зерна 500 нм (рис.1,а) и 130 нм (рис.1,б). Видно, что в образце со средним размером зерна 500 нм изменение деформации при охлаждении под нагрузкой (реализация эффекта пластичности превращения) происходит в один этап, тогда как в образце со средним размером зерна 130 нм этот процесс происходит в один или два этапа в зависимости от нагрузки. Многоэтапное изменение деформации наблюдается также в образцах с размером зерна менее 130 нм. Каждый из этапов изменения деформации связан с реализацией различных типов мартенситных переходов: B2→R, R→B19' или B2→B19'. В образцах с размером зерна менее 130 нм при малых нагрузках интервалы температур, в которых протекает каждое из этих трех превращений, не пересекаются, поэтому можно наблюдать накопление деформации, связанное с каждым переходом отдельно. С увеличением нагрузки температуры перехода B2→B19' возрастают интенсивнее, чем температуры переходов B2→R и R→B19', поэтому при высоких нагрузках наблюдается только один этап.

Восстановление деформации в процессе нагрева (реализация величины эффекта памяти формы) во всех образцах и при всех нагрузках происходит в один этап.

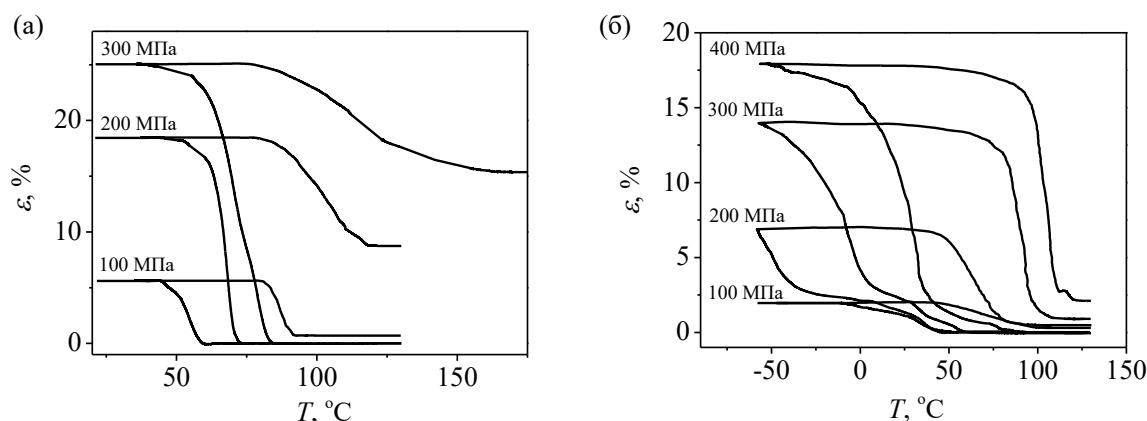


Рисунок 1 – Зависимости деформации от температуры, полученные при охлаждении и нагревании под разными нагрузками образцов со средним размером зерна 500 нм (а) и 130 нм (б)

Установлено, что в образце со средним размером зерна 500 нм при нагрузках выше 100 МПа большой вклад в величину пластичности превращения вносит пластическая деформация. С уменьшением размера зерна пластическое деформирование подавляется, и необратимая деформация в цикле, равная разнице между величинами пластичности превращения и памяти формы, существенно уменьшается (рис.1).

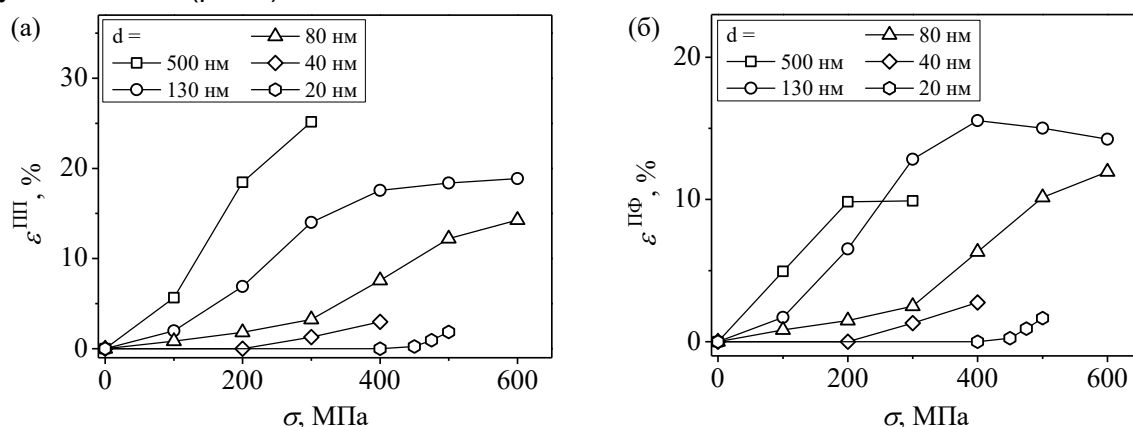


Рисунок 2 – Зависимости величин эффекта пластичности превращения (а) и эффекта памяти формы (б) от напряжения, полученные при охлаждении и нагревании под нагрузкой образцов с различным размером зерна

На рисунке 2 представлены зависимости величин эффекта пластичности превращения (рис.2,а) и эффекта памяти формы (рис.2,б) от напряжения, действующего при охлаждении и нагревании, полученные в образцах с различным размером зерна. Видно, что в образцах со средним размером зерна 80 нм и выше величины эффектов пластичности превращения и памяти формы отличны от нуля при всех нагрузках, тогда как в образцах с размером зерна менее 80 нм при нагрузках, не превышающих некоторое пороговое значение, эффекты пластичности превращения и памяти формы не наблюдаются. В образце с размером зерна 40 нм пороговая нагрузка составляет 200 МПа, а в образце с размером зерна 20 нм–400 МПа. Известно, что эффект пластичности превращения связан с тем, что при охлаждении сплава через интервал прямого превращения под нагрузкой преимущественным образом зарождаются варианты мартенсита, сопровождающиеся сдвигом сонаправленным с нагрузкой, что приводит к изменению макроскопической деформации. Наличие пороговой нагрузки говорит о том, что в образцах с размером зерна менее 80 нм существует некоторая минимальная нагрузка, необходимая для появления

ориентированных кристаллов, и она тем больше, чем меньше размер зерна. Вероятно, это связано с тем, что с уменьшением размера зерна затрудняется образование ориентированного мартенсита, и в зернах по размеру близких к критическому наблюдается только одна мартенситная пластина, состоящая из двух сдвойникованных вариантов мартенсита [3].

Установлено, что величины эффектов пластичности превращения и памяти формы возрастают с увеличением размера зерна. При этом в образцах с размером зерна более 80 нм обратимая деформация достигает своего максимума при некоторой нагрузке и при дальнейшем увеличении нагрузки не меняется. В образце с размером зерна 500 нм максимум достигается при нагрузке 200 МПа, а в образце с размером зерна 130 нм – при нагрузке 400 МПа. В образцах с размером зерна менее 80 нм обратимая деформация своего максимума не достигает и возрастает вплоть до разрушения образцов.

Показано, что величина эффекта памяти формы от размера зерна зависит немонотонно, максимум обратимой деформации 15,5 % наблюдается в образце со средним размером зерна 130 нм. Причины столь большого значения обратимой деформации, практически в 1,5 раза превышающего кристаллографический ресурс превращения в сплаве TiNi, неизвестны и для их выяснения требуется провести дополнительные исследования. Стоит заметить, что полученная в настоящей работе максимальная величина обратимой деформации 15,5 % хорошо согласуется с данными, представленными в работе [1].

Таким образом, по работе можно сделать следующие выводы:

1. В образцах с размером зерна 130 нм и менее изменение деформации при охлаждении происходит поэтапно, что позволяет регулировать величины и температуры реализации эффектов пластичности превращения и памяти формы.

2. С уменьшением размера зерна проявление эффектов пластичности превращения и памяти формы затрудняется. При размере зерна менее 80 нм для реализации этих эффектов необходимо приложить нагрузку выше пороговой, и чем меньше размер зерна, тем выше эта пороговая нагрузка.

3. Величина эффекта пластичности превращения возрастает с увеличением размера зерна, тогда как величина эффекта памяти формы от размера зерна зависит немонотонно. Наилучшие свойства проявляет образец с размером зерна 130 нм.

Список литературы:

1. Khmelevskaya I., Prokoshkin S., Brailovski V., Inaekyan K., Demers V., Gurtovaya I., Korotitskiy A., Dobatkin S. – *Advanced in Science and Technology*. 59 (2008) 156-161.
2. Resnina N., Belyaev S., Zeldovich V., Pilyugin V., Frolova N., Glazova D. – *Thermochimica Acta*. 627 (2016) 20-30.
3. T. Waitz, T. Antretter, F. D. Fischer, H. P. Karnthaler. – *Materials Science and Technology*. 24 (2008) 934-940.

КИНЕТИКА ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО ПЕРЕХОДА В СПЛАВЕ TiNi

¹Реснина Н.Н., ¹Беляев С.П., ¹Демидова Е.С., ¹Иванов А.М., ²Андреев В.А.

¹Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия

²ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»,

г. Москва, Россия, E-mail: st033007@student.spbu.ru

Согласно принятой теории, термоупругое мартенситное превращение это фазовый переход первого рода, который протекает в кристаллических телах при изменении температуры или приложении нагрузки. Считается, что такой переход является атермическим и не зависит от времени, то есть, в условиях изотермической выдержки доля мартенситной фазы остается постоянной [1]. Однако к настоящему времени существует ряд работ, в которых показано, что в некоторых сплавах доля мартенситной фазы может увеличиваться при выдержке в условиях постоянной температуры [2-6]. В частности, в работах [2-4] наблюдали изотермический мартенситный переход в сплаве TiNi при температурах как ниже, так и выше температуры начала мартенситного превращения M_s .

Для изучения кинетики изотермических мартенситных превращений необходимо определить влияние температуры и длительности выдержки на долю изотермически образованного мартенсита. Построить зависимости доли превращенного материала от времени и температуры выдержки на основе известных данных не представляется возможным, поскольку они были получены с помощью методик измерения электросопротивления или внутреннего трения. Изменение этих физических величин может быть связано с многими факторами (изменение дефектной структуры, фазовые переходы, процессы релаксации и т.д.), поэтому данные методики не позволяют получить точную оценку количества материала, изотермически перешедшего в новую фазу. Решить эту задачу позволяет методика дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). В связи с этим целью данной работы стало изучение изменения доли превращенного материала со временем в условиях изотермической выдержки при различных температурах с помощью метода ДСК.

В работе были использованы образцы сплава Ti-50,7 ат. %Ni (МАТЭК-СПФ), предварительно закаленные в воде от 850 °С. При охлаждении и нагревании образцов в полном температурном интервале мартенситных превращений сплав претерпевает прямой мартенситный переход $B2 \rightarrow B19'$ при охлаждении при температурах $M_{н.я} = -60$ °С, $M_k = -77$ °С, и обратный переход $B19' \rightarrow B2$ при нагревании при температурах $A_n = -30$ °С, $A_k = -16$ °С. Для получения зависимостей объемной доли превращенного материала от температуры и длительности выдержки образцы охлаждали до температуры выше M_n , выдерживали при постоянной температуре и нагревали до температуры выше температуры конца обратного перехода. Долю материала, изотермически перешедшего в мартенситную фазу, определяли как величину, пропорциональную теплоте, выделенной при нагревании образца после изотермической выдержки.

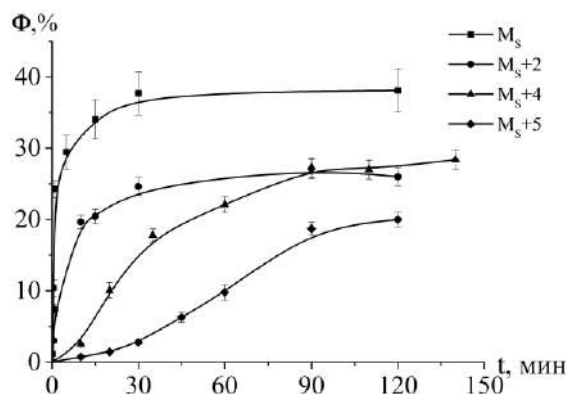


Рисунок 1 – Зависимость доли изотермически образованного мартенсита от времени для разных температур выдержки

Установлено, что в закаленном сплаве Ti–50,7 ат. %Ni прямое мартенситное превращение B2→B19' реализуется в условиях изотермической выдержки при температурах M_s и выше. На рисунке 1 представлены зависимости доли превращенного материала от времени, полученные для разных температур выдержки. Установлено, что для всех температур с увеличением длительности выдержки доля превращенного материала возрастает до определенного значения, после чего остается постоянной. Величина максимальной доли изотермически превращенного материала зависит от температуры выдержки и уменьшается с ее увеличением. Максимальная доля изотермически образованного мартенсита была достигнута при температуре выдержки равной M_s и составила 40%.

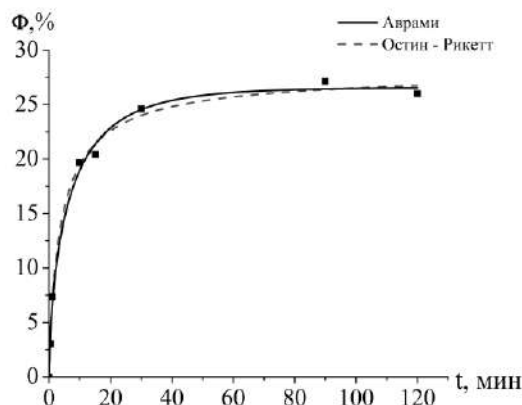


Рисунок 2 –Зависимости доли изотермически превращенного мартенсита от длительности выдержки для температуры выдержки M_s+2 : экспериментальные данные (точки) и теоретические зависимости (линии), вычисленные согласно теориям Остина-Рикетта и Аврамы [7]

Для описания экспериментальных данных использовали две различные теоретические модели (теория Аврамы и соотношение Остина-Рикетта), которые описывают процессы зарождения и роста новой фазы. Согласно теории Аврамы [7] в условиях изотермической выдержки доля превращенного материала зависит от длительности выдержки следующим образом:

$$\Phi = f \cdot (1 - e^{-k \cdot t^n}), \quad (1)$$

где f , k и n коэффициенты, зависящие от температуры выдержки и не зависящие от времени. Теоретическая модель Остина-Рикетта [7] устанавливает следующую зависимость $\Phi(t)$:

$$\Phi = f \cdot \frac{k \cdot t^n}{1 + k \cdot t^n}, \quad (2)$$

где f , k и n , как и в модели Аврамы, зависят только от температуры выдержки [7]. Используя формулы (1) и (2) были подобраны коэффициенты для обеих моделей по экспериментальным зависимостям, представленным на рисунке 1. После этого были подобраны формулы, описывающие зависимости коэффициентов от температуры выдержки и проведен расчет доли мартенсита, превращенного в изотермических условиях, от длительности выдержки с учетом зависимостей коэффициентов f , k , n , от температуры. Показано, что оба теоретических приближения позволяют хорошо описать экспериментальные данные (рис.2).

Таким образом, в ходе работы получены следующие выводы:

- Прямое мартенситное превращение B2 →B19' в сплаве Ti – 50,7 ат. %Ni может быть реализовано в условиях изотермической выдержки при температурах M_s и выше;

- вне зависимости от температуры выдержки увеличение длительности выдержки приводит к увеличению доли изотермически образованного мартенсита до достижения определенного значения, которое зависит от температуры выдержки. Максимальная доля материала, изотермически перешедшего в новую фазу, составляет 40% и наблюдается при температуре выдержки равной M_s ;

- теоретические модели Авраами и Остина-Рикетта позволяют описать кинетику изотермического превращения в закаленном сплаве Ti-50,7 ат. %Ni.

Список литературы:

1. Otsuka K., Ren X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys//Progress in Materials Science. – 2005. – V.50. – P. 511-678.

2. Kustov S., Salas D., Cesari E., Santamarta R., Van Humbeeck J. Isothermal and athermal martensitic transformations in Ni-Ti shape memory alloys// Acta Materialia. – 2012. – V. 60. – P. 2578-2592.

3. Fukuda T., Yoshida S., Kakeshita T. Isothermal nature of the B2-B19' martensitic transformation in a Ti-51.2Ni (at.%) alloy//Scripta Materialia. – 2013. – V. 68. – P. 984-987.

4. Ji Y., Wang D., Ding X., Otsuka K., Ren X. Origin of an Isothermal R-Martensite Formation in Ni-rich Ti-Ni Solid Solution: Crystallization of Strain Glass// Physical Review Letters. – 2015. – V. 114. – P. 055701-1 - 055701-5.

5. Reyhani M.M., McCormick P.G. Isothermal martensitic transformation and shape memory in a Cu-Zn-Al alloy//Scripta metallurgica. – 1987. – V. 21. – P. 549-554.

6. Chang S.H., Wu S.K. Internal friction of B2→B19' martensitic transformation of Ti₅₀Ni₅₀ shape memory alloy under isothermal conditions//Materials Science and Engineering A. – 2007. – P. 379-383.

7. Avrami M. Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time-Relations for Random Distribution of Nuclei//Journal of Chemical Physics. – 1940. – V. 8. – P. 212-224.

**ВЛИЯНИЕ СОСТАВА НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ СПЛАВОВ
НА ОСНОВЕ TiNi**¹Реснина Н.Н., ¹Беляев С.П., ²Воронков А.В.¹Санкт-Петербургский государственный университет, г. Санкт-Петербург, Россия²ООО «Альфа Технологии», г. Санкт-Петербург, Россия, E-mail: resnat@mail.ru

В настоящее время в медицине в качестве имплантатов применяют конструкции из металлов, керамики, углерода и полимеров, однако они часто разрушаются. В первую очередь это связано с тем, что отклик материала имплантата и живой ткани на механические воздействия оказывается различным. Костные ткани уже при малых напряжениях деформируются неупруго, при этом почти вся деформация является обратимой и восстанавливается при разгрузке. В то же время большинство известных материалов, применяемых в качестве имплантатов, при малых напряжениях деформируются упруго, а при неупругом деформировании в них накапливается деформация, которая не исчезает при разгрузке. Это приводит к тому, что деформация костной ткани и имплантата является несовместной, что часто приводит к разрушению последнего. Материалами, механическое поведение которых подобно поведению живых тканей, являются сплавы с памятью формы на основе соединения TiNi, поэтому они являются перспективными материалами для имплантатов. Наибольший интерес представляют пористые сплавы, поскольку сквозная система пор позволяет костной ткани прорасти сквозь имплантат, что обеспечивает его надежную фиксацию в организме.

Большое внимание уделяется пористым сплавам с памятью формы на основе TiNi, полученных методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). Хорошо изучены условия их получения, структура и мартенситные превращения. Вместе с тем функциональные свойства пористых сплавов, особенно сплавов, состав которых отличается от Ti₅₀Ni₅₀, изучены недостаточно, поэтому целью работы явилось изучение эффектов псевдоупругости, однократной и обратимой памяти формы, пластичности превращения и памяти формы при охлаждении и нагревании под нагрузкой в пористых сплавах на основе TiNi, с концентрацией никеля 45 ат % и 48 ат %, полученных методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.

Пористые сплавы были получены из смеси порошков титана и никеля в соответствующих пропорциях методом СВС при температуре предварительного нагрева 450 °С. После синтеза образцы отжигали при температуре 500 °С 1 час. Установлено, что сплав Ti–45.0 ат.% Ni, состоит на 60 % из фазы TiNi, которая вся претерпевает мартенситный переход B2→B19' при высоких температурах, соответствующих температурам этого перехода, наблюдаемого в литом сплаве Ti₅₀Ni₅₀, и на 40 % из фазы Ti₃Ni₄, которая не претерпевает переходов. Сплав Ti–48.0 ат.% Ni, состоит на 60 % из фазы TiNi, из которых 25 % фазы TiNi имеет концентрацию никеля 50,0, ат. %, и 35 % фазы TiNi, в которой концентрация никеля составляет 50,7 ат.%. Оставшийся объем занимают вторичные фазы, обогащенные как титаном, так и никелем. Поскольку температуры мартенситных переходов зависят от концентрации никеля, то в сплаве Ti–48.0 ат.% Ni наблюдаются переходы в разных температурных интервалах. Превращение B2→B19' имеет место при высоких температурах, соответствующих температурам этого перехода, наблюдаемого в литом сплаве Ti₅₀Ni₅₀, а превращения B2→R→B19' происходят при низких температурах, соответствующих температурам переходов в литом сплаве Ti_{49,3}Ni_{50,7}.

Для исследования эффекта псевдоупругости пористые сплавы деформировали сжатием при различных температурах. Полученные данные показали, что характерных флагообразных кривых при деформировании пористых сплавов на основе TiNi с изученным составом не наблюдается. Вместе с тем, пористые сплавы восстанавливают значительную деформацию при разгрузке, причем, чем выше концентрация никеля, тем больше деформация восстанавливается при разгрузке (рис. 1).

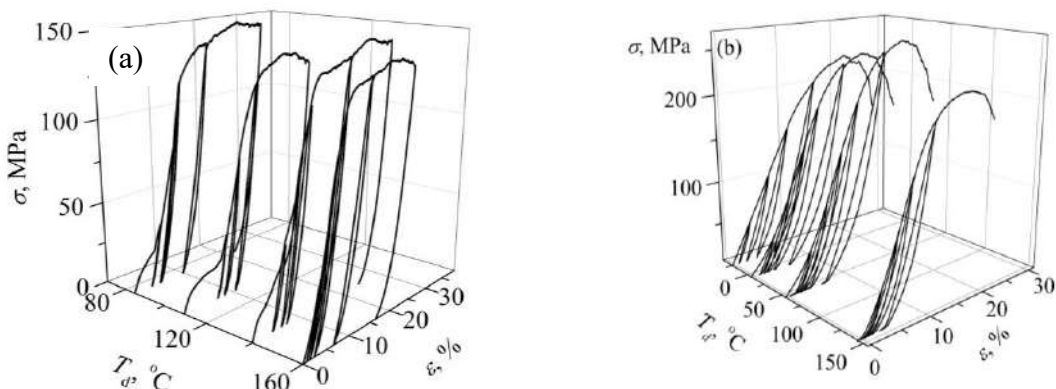


Рисунок 1 – Диаграммы деформирования пористых сплавов Ti – 45.0 ат.% Ni (а) и Ti – 48.0 ат.% Ni (б) при различных температурах

Для исследования эффектов однократной и обратимой памяти формы пористые образцы сжимали при температуре, при которой фаза TiNi находилась в мартенситном состоянии, разгружали, нагревали через температурный интервал обратного мартенситного перехода и охлаждали через температурный интервал прямого превращения. Полученные данные показали, что при разгрузке большая часть деформации восстанавливается. Так, например, в образце сплава Ti–48.0 ат. % Ni, при температуре -30 °С после деформации до 10 %, при разгрузке восстанавливается почти 7 % деформации. При последующем нагревании наблюдается эффект памяти формы, т.е. деформация, не вернувшаяся при разгрузке, восстанавливается в ходе нагревания. При последующем охлаждении эффект обратимой памяти формы не наблюдается. Необходимо отметить, что поскольку в сплаве Ti–45.0 ат.% Ni реализуется одно превращение, а в сплаве Ti–48.0 ат.% Ni – наблюдаются два перехода, то и восстановление деформации при нагревании происходит в один или два этапа соответственно. На рисунке 2 представлены зависимости эффекта памяти формы от величины остаточной деформации, приобретенной в процессе деформирования сплавов в мартенситном состоянии. Видно, что увеличение концентрации никеля в пористом сплаве приводит к увеличению обратимой деформации в два раза. В сплаве Ti–45.0 ат.% Ni максимальное значение эффекта памяти формы составляет 1,2 %, в то время, как в сплаве Ti–48.0 ат.% Ni, максимальное значение обратимой деформации достигает 4,5 %. Это связано с тем, что при увеличении концентрации никеля в шихте, в пористом сплаве образуется фаза TiNi с высокой концентрацией никеля, в которой при отжиге выпадают частицы фазы Ti₃Ni₄, упрочняющие материал. Это приводит к тому, что в сплаве Ti–48.0 ат.% Ni вклад неупругой деформации в остаточную оказывается меньше, чем в сплаве Ti–45.0 ат.% Ni. Именно по этой причине сплав Ti–48.0 ат.% Ni способен восстановить гораздо больше деформации при нагревании, чем сплав Ti–45.0 ат.% Ni.

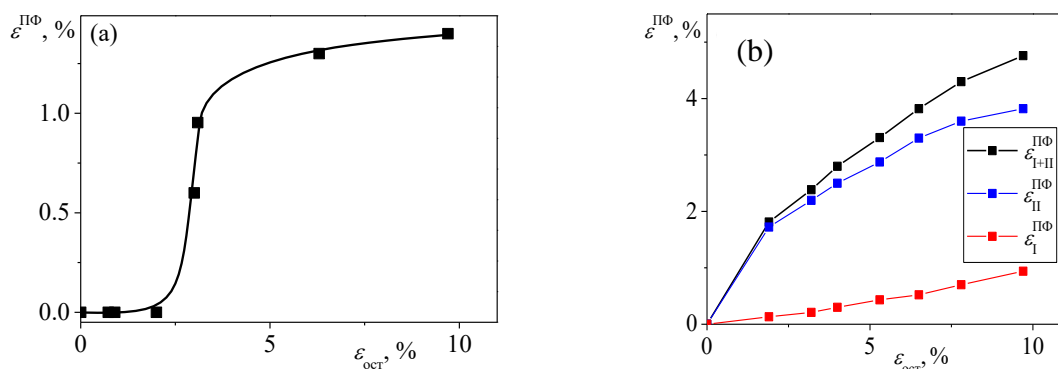


Рисунок 2 – Зависимости величины эффекта памяти формы от остаточной деформации, полученные в пористых сплавах Ti – 45.0 ат.% Ni (а) и Ti – 48.0 ат.% Ni (б)

Для исследования эффектов пластичности превращения и памяти формы пористые образцы сжимали при температуре 130 °С, при которой фаза TiNi находилась в аустенитном состоянии, до напряжения 50–200 МПа и охлаждали и нагревали под постоянным напряжением через температурный интервал мартенситных переходов. Полученные результаты показали, что в сплаве Ti–45.0 ат.% Ni изменение деформации при охлаждении и нагревании происходит в один этап, поскольку этот материал претерпевает один переход. В сплаве Ti–48.0 ат.% Ni деформация накапливается в три этапа, а исчезает в два этапа, что также определяется количеством мартенситных переходов, имеющих место в сплаве при охлаждении и нагревании. На рисунке 3 представлены зависимости величин эффекта памяти формы, который наблюдается после эффекта пластичности превращения, от величины напряжения, действующего при охлаждении и нагревании. Видно, что увеличение концентрации никеля незначительно влияет на обратимую деформацию, и подавляет необратимую деформацию. Таким образом, результаты работы показали, что увеличение концентрации никеля в шихте уменьшает необратимую деформацию, и тем самым, улучшает функциональные свойства пористых сплавов на основе TiNi.

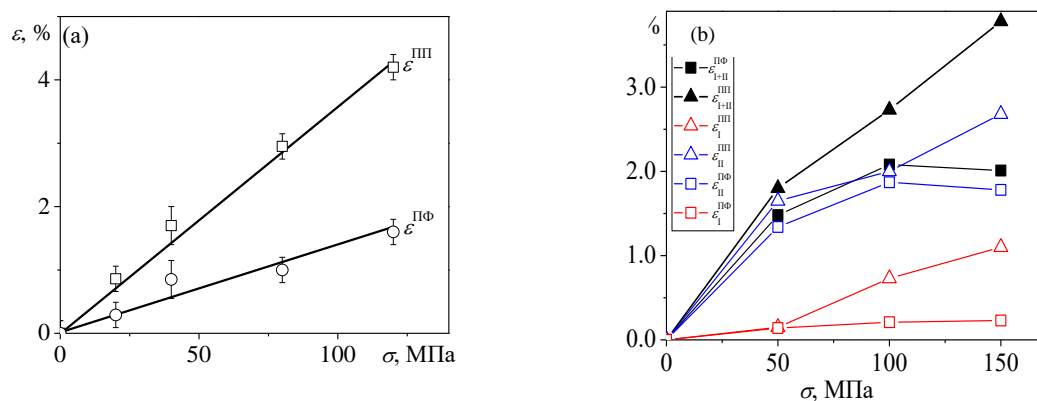


Рисунок 3 – Зависимости величин эффектов пластичности превращения и памяти формы от напряжения, полученные в пористых сплавах Ti – 45.0 ат.% Ni (а) и Ti – 48.0 ат.% Ni (б)

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 15-08-05021.

**ФУНКЦИЯ ЛИНЕЙНОГО ОТКЛИКА ВИНТОВОЙ ДИСЛОКАЦИИ
ВБЛИЗИ ТОЧКИ СТРУКТУРНОГО ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА**

¹Дежин В.В., ²Нечаев В.Н.

¹Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Россия

²ВУНЦ ВВС «ВВА им. проф. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина»,
г. Воронеж, Россия, E-mail: viktor.dezhin@mail.ru

Рассмотрены колебания винтовой дислокации в окрестности структурного фазового перехода. Данный переход описывался параметром порядка η согласно теории Ландау [1]. Наличие дислокаций приводит к появлению добавки $\eta_I(\mathbf{r}, t)$ к термодинамически равновесному значению параметра порядка η_s , зависящей от радиус-вектора \mathbf{r} и времени t . Ранее в работах авторов [2-5] исследовались изгибные колебания дислокации в кристаллах с мягкой модой, возникающие под влиянием внешних воздействий. В настоящей работе в отличие от [4, 5] изучаются изгибные колебания винтовой дислокации в произвольной плоскости скольжения.

Рассмотрим винтовую дислокацию, лежащую вдоль оси Oz с единичным вектором касательной к линии дислокации $\boldsymbol{\tau}_0 = (0, 0, -1)$, вектором Бюргерса $\mathbf{b} = (0, 0, b)$ и единичным вектором нормали к плоскости скольжения $\mathbf{n} = (n_x, n_y, 0)$. Ограничимся малыми колебаниями дислокации вблизи положения равновесия. Тогда в линейном приближении по смещению дислокации $u = u(z, t)$ получим

$$\boldsymbol{\tau} = \left(-n_y \frac{\partial u}{\partial z}, -n_x \frac{\partial u}{\partial z}, -1 \right),$$

$$\delta(\boldsymbol{\xi}) = \delta(x)\delta(y) - n_x \delta(x)\delta'(y)u - n_y \delta'(x)\delta(y)u,$$

$$\frac{\partial V}{\partial t} \delta(\boldsymbol{\xi}) = \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} (\delta(x)\delta(y) - n_x \delta(x)\delta'(y)u - n_y \delta'(x)\delta(y)u) \approx \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \delta(x)\delta(y),$$

$$f_{\perp} = n_l \sigma_{lm} b_m = n_x \sigma_{xz} b + n_y \sigma_{yz} b,$$

$$(\mathbf{n} \cdot \nabla)(\mathbf{b} \cdot \nabla)(\eta_s \eta_I) = n_x b \eta_s \frac{\partial^2 \eta_I}{\partial x \partial z} + n_y b \eta_s \frac{\partial^2 \eta_I}{\partial y \partial z},$$

$$n_i \eta_{ik} b_k = n_x b \eta_{xz} + n_y b \eta_{yz} =$$

$$= \frac{1}{2} b^2 \left(-n_x \delta(x)\delta'(y) + n_y \delta'(x)\delta(y) + n_x^2 \delta(x)\delta''(y)u - n_y^2 \delta''(x)\delta(y)u \right),$$

$$\eta_{II} = b \frac{\partial u}{\partial z} (n_x \delta'(x)\delta(y) - n_y \delta(x)\delta'(y)).$$

Здесь $\delta(\boldsymbol{\xi})$ – двумерная δ -функция, $\boldsymbol{\xi}$ – двумерный радиус-вектор, отсчитываемый от оси дислокации в плоскости, перпендикулярной вектору $\boldsymbol{\tau}$, V – скорость линии дислокации в данной точке, f_{\perp} – проекция силы Пича-Келера на плоскость скольжения, σ_{lm} – тензор напряжений, η_{ik} – тензор несовместности деформаций. Подставив найденные выражения в формулы, полученные ранее [2,4,5], будем иметь систему трех уравнений

$$\begin{aligned} & \frac{1}{c_t^2} \frac{\partial^2 f_{\perp}}{\partial t^2} - \Delta f_{\perp} + \frac{3b}{1+\nu} \left(n_x \frac{\partial^2 p}{\partial x \partial z} + n_y \frac{\partial^2 p}{\partial y \partial z} \right) - 2\mu g b \eta_s \left(n_x \frac{\partial^2 \eta_1}{\partial x \partial z} + n_y \frac{\partial^2 \eta_1}{\partial y \partial z} \right) = \\ & = -\rho b^2 \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \delta(x) \delta(y) - \mu b^2 \left(-n_x \delta(x) \delta'(y) + n_y \delta'(x) \delta(y) + n_x^2 \delta(x) \delta''(y) u - n_y^2 \delta''(x) \delta(y) u \right) \end{aligned} \quad (1)$$

$$\begin{aligned} & \frac{1}{c_l^2} \frac{\partial^2 p}{\partial t^2} - \Delta p + \frac{4}{3} \mu \frac{1+\nu}{1-\nu} g \eta_s \left(\frac{1}{c_t^2} \frac{\partial^2 \eta_1}{\partial t^2} - \Delta \eta_1 \right) = \\ & = -\frac{2}{3} \frac{1+\nu}{1-\nu} \mu b \frac{\partial u}{\partial z} \left(n_x \delta'(x) \delta(y) - n_y \delta(x) \delta'(y) \right) \end{aligned} \quad (2)$$

$$\eta_1(\mathbf{r}, t) = -3\eta_s g \int \chi(\mathbf{r} - \mathbf{r}', t - t') p(\mathbf{r}', t') d\mathbf{r}' dt' \quad (3)$$

В этих уравнениях обозначено c_t и c_l – скорости поперечных и продольных звуковых волн, ν – коэффициент Пуассона, P – гидростатическое давление, μ – модуль сдвига, g – постоянный стрикционный коэффициент, ρ – плотность вещества кристалла, $\chi = \chi(\mathbf{r}, t)$ – функция отклика параметра порядка на гидростатическое давление. Для решения записанной системы совершаем преобразование Фурье уравнений (1)-(3) по \mathbf{r} и t :

$$\begin{aligned} & \left(q^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \tilde{f}_{\perp} - \frac{3b}{1+\nu} (n_x q_x + n_y q_y) q_z \tilde{p} + 2\mu g b \eta_s (n_x q_x + n_y q_y) q_z \tilde{\eta}_1 = \\ & = -\mu b^2 \left(n_y^2 q_x^2 - n_x^2 q_y^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \tilde{u} - i(2\pi)^2 \mu b^2 (n_y q_x - n_x q_y) \delta(q_z) \delta(\omega) \end{aligned} \quad (4)$$

$$\left(q^2 - \frac{\omega^2}{c_l^2} \right) \tilde{p} + \frac{4}{3} \frac{1+\nu}{1-\nu} \mu g \eta_s \left(q^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \tilde{\eta}_1 = \frac{2}{3} \frac{1+\nu}{1-\nu} \mu b (n_x q_x - n_y q_y) q_z \tilde{u} \quad (5)$$

$$\tilde{\eta}_1 = -3g \eta_s \tilde{\chi} \tilde{p} \quad (6)$$

Здесь \mathbf{q} – волновой вектор, ω – частота, $\tilde{f}_{\perp}(\mathbf{q}, \omega)$, $\tilde{p}(\mathbf{q}, \omega)$, $\tilde{\eta}_1(\mathbf{q}, \omega)$, $\tilde{u}(\mathbf{q}, \omega)$, $\tilde{\chi}(\mathbf{q}, \omega) = \chi_0 \omega_0^2 / (\omega_0^2 + \kappa q^2 - \omega^2)$ [6] – Фурье-образы, $\omega_0^2 = a(T - T_c)$ – квадрат характерной частоты мягкой моды, T_c – температура структурного фазового перехода, $\kappa \sim c_t^2$. Исключая из системы (4)-(6) \tilde{p} и $\tilde{\eta}_1$, для проекции силы Пича-Келера получим

$$\begin{aligned} \tilde{f}_{\perp}(\mathbf{q}, \omega) = & \frac{\frac{2}{1-\nu} \mu b^2 (n_x^2 q_x^2 - n_y^2 q_y^2) q_z^2 \left(1 + 2(1+\nu) \mu g^2 \eta_s^2 \tilde{\chi} \right) \tilde{u}}{\left(q^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \left(q^2 - \frac{\omega^2}{c_l^2} \right) - 4 \frac{1+\nu}{1-\nu} \mu g^2 \eta_s^2 \tilde{\chi} \left(q^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right)^2} - \\ & - \mu b^2 \frac{(n_y^2 q_x^2 - n_x^2 q_y^2 - \omega^2 / c_t^2) \tilde{u} - i(2\pi)^2 \mu b^2 (n_y q_x - n_x q_y) \delta(q_z) \delta(\omega)}{q^2 - \omega^2 / c_t^2} \end{aligned} \quad (7)$$

Находим выражение для проекции силы Пича-Келера на линии дислокации ($x=0$, $y=0$). Для этого совершим обратное преобразование Фурье выражения (7) по переменным q_x и q_y , а затем положим $x=y=0$:

$$\begin{aligned} \tilde{f}_{\perp}(x, y, q_z, \omega) &= \int_{-\infty}^{\infty} \tilde{f}_{\perp}(\mathbf{q}, \omega) e^{i(xq_x + yq_y)} \frac{dq_x dq_y}{(2\pi)^2}, \\ \tilde{f}_{\perp}(0, 0, q_z, \omega) &= \tilde{f}_{\perp}(q_z, \omega) = \int_{-\infty}^{\infty} \tilde{f}_{\perp}(\mathbf{q}, \omega) \frac{dq_x dq_y}{(2\pi)^2} \end{aligned} \quad (8)$$

Переходя в интеграле (8) в полярные координаты и выполняя интегрирование по полярному углу, получим уравнение изгибных колебаний винтовой дислокации

$$\tilde{f}_{\perp}(q_z, \omega) = \alpha_D^{-1}(q_z, \omega) \tilde{u}(q_z, \omega),$$

где $\alpha_D(q_z, \omega)$ – функция линейного отклика дислокации вблизи точки структурного фазового перехода, которая находится по формуле

$$\begin{aligned} \alpha_D^{-1}(q_z, \omega) &= \frac{\mu b^2}{4\pi} \int q_{\perp} dq_{\perp} \left\{ -\frac{(n_y^2 - n_x^2)q_{\perp}^2 - 2\omega^2/c_t^2}{q^2 - \omega^2/c_t^2} + \right. \\ &+ \left. \frac{2}{1-\nu} \frac{(n_x^2 - n_y^2)q_{\perp}^2 q_z^2 (1 + 2(1+\nu)\mu g^2 \eta_s^2 \tilde{\chi})}{(q^2 - \omega^2/c_t^2)(q^2 - \omega^2/c_t^2) - 4\frac{1+\nu}{1-\nu} \mu g^2 \eta_s^2 \tilde{\chi} (q^2 - \omega^2/c_t^2)^2} \right\}. \end{aligned}$$

В случае собственных колебаний дислокации необходимо решать уравнение $\alpha_D^{-1}(q_z, \omega) = 0$, из которого находят собственные частоты изгибных колебаний дислокации в окрестности структурного фазового перехода и их затухание, можно установить влияние взаимодействия упругого поля с мягкой модой на эффективную массу и эффективную жесткость дислокации.

Полученный результат может быть использован для исследования затухания и рассеяния ультразвука, электромагнитных волн и других внешних воздействий на кристалл с дислокациями.

Список литературы:

1. Ландау Л.Д. Теоретическая физика. Т. 5. Статистическая физика. Ч. 1. / Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. М.: Наука, 1976. -584 с.
2. Дежин В.В. Обобщенная восприимчивость дислокации в кристалле с мягкой модой / В.В. Дежин, В.Н. Нечаев, А.М. Рощупкин // Физика твердого тела. -1990. -Т. 32, № 3. -С. 810-817.
3. Батаронов И.Л. Динамические характеристики дислокаций в кристаллах с мягкой модой / И.Л. Батаронов, В.В. Дежин, В.Н. Нечаев // Изв РАН. Сер. Физическая. - 1998. -Т. 62, № 8. -С. 1512-1517.
4. Нечаев В.Н. Система уравнений, описывающих изгибные колебания винтовой дислокации вблизи точки структурного фазового перехода / В.Н. Нечаев, В.В. Дежин // Матер. XI Междунар. сем. «Физико-математическое моделирование систем». Воронеж: ВГТУ. -2014. -Ч. 2. -С. 45-48.
5. Нечаев В.Н. Уравнение изгибных колебаний винтовой дислокации в сегнетоэластике вблизи точки структурного фазового перехода / В.Н. Нечаев, В.В. Дежин // Вестник Тамбовского университета. Сер.: Естеств. и технич. науки. -2016. - Т. 21, вып. 3. -С. 1188-1190.
6. Брус А. Структурные фазовые переходы/ А. Брус, Р.Каули. М.:Мир, 1984.-408 с.

**ФУНКЦИЯ ЛИНЕЙНОГО ОТКЛИКА ВИНТОВОЙ ДИСЛОКАЦИИ
В СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКЕ**

¹Дежин В.В., ²Нечаев В.Н.

¹Воронежский государственный технический университет, г. Воронеж, Россия

²ВУНЦ ВВС «ВВА им. проф. Н.Е.Жуковского и Ю.А.Гагарина»,
г. Воронеж, Россия, E-mail: viktor.dezhin@mail.ru

Ранее в работе [1] с использованием лагранжевого формализма находилась обобщенная восприимчивость дислокации и уравнение малых колебаний кристалла с дислокацией, полученные результаты применены к колебаниям дислокационного сегмента [2]. Решение задачи об обобщенной восприимчивости краевой дислокации в кристалле со структурным фазовым переходом приведено в работе [3], здесь также найдены собственные частоты и затухание изгибных колебаний дислокации. В сегнетоэлектриках колебания дислокации будут сопровождаться колебаниями электрических полей и поляризации, которые вызываются переменными упругими полями посредством стрикционной связи. Вследствие этого перенормируются эффективная масса дислокации и ее эффективная жесткость, появляется дополнительный вклад в затухание дислокационных колебаний. Изгибные колебания краевой и винтовой дислокаций в сегнетоэлектрике исследовались в работах [4, 5]. В настоящей работе в отличие от [5] исследуются изгибные колебания винтовой дислокации в сегнетоэлектрике при произвольной плоскости скольжения.

Рассмотрим конкретный случай винтовой дислокации в одноосном сегнетоэлектрике. Пусть сегнетоактивная ось совпадает с осью Oz : $\mathbf{P} = (0, 0, P)$, равновесное положение линии винтовой дислокации также совпадает с координатной осью Oz : $\boldsymbol{\tau}_0 = (0, 0, -1)$, вектор Бюргерса $\mathbf{b} = (0, 0, b)$, вектор нормали к плоскости скольжения винтовой дислокации $\mathbf{n} = (n_x, n_y, 0)$. Ограничимся малыми колебаниями дислокации вблизи положения равновесия. Тогда в линейном приближении по смещению дислокации $u = u(z, t)$ и по отклонению поляризации $P_1 = P - P_0$ от равновесного значения P_0 в однородном кристалле, будем иметь уравнение для проекции силы Пича-Келера f_{\perp} на плоскость скольжения дислокации

$$\frac{1}{c_t^2} \frac{\partial^2 f_{\perp}}{\partial t^2} - \Delta f_{\perp} + \frac{3b}{1+\nu} \left(n_x \frac{\partial^2 p}{\partial x \partial z} + n_y \frac{\partial^2 p}{\partial y \partial z} \right) - 2\mu(g_1 + 2g_2)P_0 b \left(n_x \frac{\partial^2 P_1}{\partial x \partial z} + n_y \frac{\partial^2 P_1}{\partial y \partial z} \right) =$$

$$= -\mu b^2 \left\{ \frac{1}{c_t^2} \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \delta(x)\delta(y) + n_x [-\delta(x) + u\delta'(x)]\delta'(y) + n_y [\delta'(x) - u\delta''(x)]\delta(y) \right\} \quad (1)$$

где c_t – скорость поперечного звука, ν – коэффициент Пуассона, P – гидростатическое давление, μ – модуль сдвига, g_1 и g_2 – электрострикционные коэффициенты. Уравнение для гидростатического давления получим сверткой выражения (1):

$$\frac{1}{c_l^2} \frac{\partial^2 p}{\partial t^2} - \Delta p - \frac{1}{3} \mu \frac{1+\nu}{1-\nu} (3g_1 + g_2) P_0 \left(\frac{1}{c_t^2} \frac{\partial^2 P_1}{\partial t^2} - 2 \frac{2g_1 + g_2}{3g_1 + g_2} \Delta P_1 \right) -$$

$$- \frac{2}{3} \mu \frac{1+\nu}{1-\nu} g_2 P_0 \frac{\partial^2 P_1}{\partial z^2} = \frac{2}{3} \mu \frac{1+\nu}{1-\nu} b \frac{\partial u}{\partial z} \delta(x)\delta'(y) \quad (2)$$

Здесь c_l – скорость продольного звука. В предположении изотропности упругих и электрострикционных свойств с учетом выбранного расположения сегнетоактивной оси, используя результат работы [5], запишем уравнение для компоненты σ_{zz} тензора напряжений:

$$\begin{aligned} & \frac{1}{c_t^2} \frac{\partial^2 \sigma_{zz}}{\partial t^2} - \Delta \sigma_{zz} + \frac{3}{1+\nu} \left[\frac{1}{2c_t^2} \frac{\partial^2 p}{\partial t^2} - \left(\frac{\partial^2 p}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 p}{\partial y^2} \right) \right] + \\ & + \mu(g_2 - g_1) P_0 \left[\frac{1}{c_t^2} \frac{\partial^2 P_1}{\partial t^2} + \frac{2g_1}{g_2 - g_1} \left(\frac{\partial^2 P_1}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 P_1}{\partial y^2} \right) \right] = 0 \end{aligned} \quad (3)$$

Проведем преобразование Фурье уравнений (1)-(3):

$$\begin{aligned} & \left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \tilde{f}_\perp - b(n_x k_x + n_y k_y) k_z \left[\frac{3\tilde{p}}{1+\nu} - 2\mu(g_1 + 2g_2) P_0 \tilde{P}_1 \right] = \\ & = -\mu b^2 \left(-n_x k_x k_y + n_y k_x^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \tilde{u} + i(2\pi)^2 \mu b^2 (n_x k_y - n_y k_x) \delta(k_z) \delta(\omega) \end{aligned} \quad (4)$$

$$\begin{aligned} & \left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \tilde{p} + \frac{1}{3} \mu \frac{1+\nu}{1-\nu} P_0 \left[(3g_1 + g_2) \frac{\omega^2}{c_t^2} - 4g_1 k^2 - 2g_2 k_\perp^2 \right] \tilde{P}_1 = \\ & - \frac{2}{3} \mu \frac{1+\nu}{1-\nu} b k_y k_z \tilde{u} \end{aligned} \quad (5)$$

$$\left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \tilde{\sigma}_{zz} + \frac{3}{1+\nu} \left[k_\perp^2 - \frac{\omega^2}{2c_t^2} \right] \tilde{p} - \mu(g_1 - g_2) P_0 \left[\frac{2g_1}{g_1 - g_2} k_\perp^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right] \tilde{P}_1 = 0 \quad (6)$$

В уравнениях (4)-(6) \mathbf{k} – волновой вектор, $k_\perp^2 = k_x^2 + k_y^2$, ω – частота, $\tilde{f}_\perp = \tilde{f}_\perp(\mathbf{k}, \omega)$, $\tilde{p} = \tilde{p}(\mathbf{k}, \omega)$, $\tilde{P}_1 = \tilde{P}_1(\mathbf{k}, \omega)$, $\tilde{u} = \tilde{u}(k_z, \omega)$, $\tilde{\sigma}_{zz} = \tilde{\sigma}_{zz}(\mathbf{k}, \omega)$ – Фурье-образы. Используя систему уравнений (4)-(6) и результаты работы [5], находим выражение для Фурье-образа $\tilde{f}_\perp = \tilde{f}_\perp(\mathbf{k}, \omega)$ с точностью до слагаемых квадратичных по коэффициентам электрострикционной связи g_1 и g_2

$$\begin{aligned} \tilde{f}_\perp(\mathbf{k}, \omega) = & -2 \frac{\mu b^2 (n_x k_x + n_y k_y) k_y k_z^2}{1-\nu} \frac{1}{k^2 - \omega^2/c_t^2} \times \\ & \times \left[k^2 - \omega^2/c_t^2 - 2\mu g_1 g_2 \chi P_0^2 \left(k_\perp^2 - \frac{g_1 - g_2}{2g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \right] \times \\ & \times \left[1 + 2\mu(g_1 + 2g_2) g_2 \chi P_0^2 \frac{(1+\nu)(k^2 - \omega^2/c_t^2) g_1/g_2 + k_\perp^2 - \omega^2/(2c_t^2)}{k^2 - \omega^2/c_t^2 - 2\mu g_1 g_2 \chi P_0^2 \left(k_\perp^2 - (g_1 - g_2)/(2g_1) \omega^2/c_t^2 \right)} \right] \times \\ & \times \left[\left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) - 2\mu g_1 g_2 \chi P_0^2 \left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \left(k_\perp^2 - \frac{g_1 - g_2}{2g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) + 4\mu \frac{1+\nu}{1-\nu} g_1^2 \chi P_0^2 \times \right. \\ & \times \left. \left(k^2 + \frac{g_2}{2g_1} k_\perp^2 - \frac{3g_1 + g_2}{4g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \left(k^2 + \frac{g_2}{(1+\nu)g_1} k_\perp^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} - \frac{g_2}{2(1+\nu)g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \right]^{-1} \tilde{u} - \\ & - \mu b^2 \left(-n_x k_x k_y + n_y k_x^2 - \omega^2/c_t^2 \right) \tilde{u} + i(2\pi)^2 \mu b^2 (n_x k_y - n_y k_x) \delta(k_z) \delta(\omega) \end{aligned} \quad (7)$$

где $\chi(\mathbf{k}, \omega) = m^{-1} (\omega_0^2 + s k^2 + d k_z^2 / k^2 - \omega^2 - i\omega\Gamma)^{-1}$ – восприимчивость

сегнетоэлектрического кристалла, $\omega_0^2 = 2\alpha/m$, $s = \delta/m$, $d = 4\pi/m$, $\Gamma = h/m$, m и h – массовый коэффициент и коэффициент затухания для колебаний поляризации соответственно, δ – корреляционная постоянная, α и β – коэффициенты в

разложении Ландау свободной энергии. Из выражения (7) получим уравнение изгибных колебаний винтовой дислокации в сегнетоэлектрике

$$\tilde{f}_{\perp}(k_z, \omega) = \alpha_D^{-1}(k_z, \omega) \tilde{u}(k_z, \omega).$$

Здесь $\alpha_D(k_z, \omega)$ – функция линейного отклика дислокации, которая находится по формуле

$$\begin{aligned} \alpha_D^{-1}(k_z, \omega) = & -\frac{1}{2\pi} \frac{\mu b^2}{1-\nu} \int k_{\perp} dk_{\perp} \left\{ \frac{n_y k_{\perp}^2 k_z^2}{k^2 - \omega^2/c_t^2} \times \right. \\ & \times \left[k^2 - \omega^2/c_t^2 - 2\mu g_1 g_2 \chi P_0^2 \left(k_{\perp}^2 - \frac{g_1 - g_2}{2g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \right] \times \\ & \times \left[1 + 2\mu(g_1 + 2g_2) g_2 \chi P_0^2 \frac{(1+\nu)(k^2 - \omega^2/c_t^2) g_1/g_2 + k_{\perp}^2 - \omega^2/(2c_t^2)}{k^2 - \omega^2/c_t^2 - 2\mu g_1 g_2 \chi P_0^2 \left(k_{\perp}^2 - (g_1 - g_2)/(2g_1) \omega^2/c_t^2 \right)} \right] \times \\ & \times \left[\left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) - 2\mu g_1 g_2 \chi P_0^2 \left(k^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \left(k_{\perp}^2 - \frac{g_1 - g_2}{2g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) + \right. \\ & \left. + 4\mu \frac{1+\nu}{1-\nu} g_1^2 \chi P_0^2 \left(k^2 + \frac{g_2}{2g_1} k_{\perp}^2 - \frac{3g_1 + g_2}{4g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \times \right. \\ & \left. \times \left(k^2 + \frac{g_2}{(1+\nu)g_1} k_{\perp}^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} - \frac{g_2}{2(1+\nu)g_1} \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \right]^{-1} - \mu b^2 \left(\pi n_y k_{\perp}^2 - \frac{\omega^2}{c_t^2} \right) \left. \right\}. \end{aligned}$$

Найденное выражение позволяет проанализировать влияние электрострикционной связи на динамические свойства дислокации в сегнетоэлектрике.

Список литературы:

1. Батаронов И.Л. Влияние центров пиннинга и рельефа Пайерлса на обобщенную восприимчивость дислокаций в реальных кристаллах / И.Л. Батаронов, В.В. Дежин, А.М. Рощупкин // Известия РАН. Серия физическая. 1993. Т. 57. № 11. С. 97-105.
2. Батаронов И.Л. О колебаниях дислокационного сегмента / И.Л. Батаронов, В.В. Дежин // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. 2013. Т. 18. Вып. 4. Ч. 2. С. 1566-1567.
3. Дежин В.В. Обобщенная восприимчивость дислокации в кристалле с мягкой модой / В.В. Дежин, В.Н. Нечаев, А.М. Рощупкин // Физика твердого тела. 1990. Т. 32. № 3. С. 810-817.
4. Дежин В.В. Изгибные колебания дислокации в сегнетоэлектрике / В.В. Дежин, В.Н. Нечаев, А.М. Рощупкин // Физика твердого тела. 1990. Т. 32. № 4. С. 1148-1155.
5. Нечаев В.Н. Уравнение изгибных колебаний винтовой дислокации в сегнетоэлектрике / В.Н. Нечаев, В.В. Дежин // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2017. Т. 14, № 1. С. 34-38.

**ОБРАЗОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ ПРЯМОЗОННЫХ
ПОЛУПРОВОДНИКОВ $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Se}_2$,
ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ ВОДОРОДА**

¹Бородавченко О.М., ¹Мудрый А.В., ¹Живулько В.Д.,
^{2,3,4}Якушев М.В., ²Сулимов М.А.

¹Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь, E-mail: mudryi@physics.by

²Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург, Россия

³Институт химии твёрдого тела УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

⁴Университет Стратклайда, г. Глазго, Великобритания

Интенсивные исследования в технологии и физике многокомпонентных твердых растворов $\text{Cu}(\text{In,Ga})\text{Se}_2$ (CIGSe) позволили этому перспективному материалу занять достойное место среди других полупроводников, в частности Si, α -Si, CdTe, GaAs и т.д., использующихся для создания высокоэффективных фотопреобразователей солнечной энергии [1,2]. Коэффициент полезного действия (к.п.д.) солнечных элементов, созданных на основе тонких плёнок CIGSe, достиг рекордного значения ~ 22.6 % [3]. Дальнейшее улучшение к.п.д. может быть достигнуто за счет получения новой информации о структурных и оптических характеристиках твердых растворов CIGSe и совершенствования технологии создания солнечных элементов.

В настоящей работе приведены новые данные по установлению природы дефектов структуры в тонких пленках CIGSe, облученных ионами водорода. Эти исследования представляются важными с практической точки зрения потому, что они связаны с разработкой и созданием радиационно-стойких солнечных элементов на основе многокомпонентных полупроводников CIGSe со структурой халькопирита.[4]. Тонкие плёнки твердых растворов CIGSe были получены методом со-испарения высокочистых элементов Cu, In, Ga, Se из независимых источников по технологии, разработанной ранее [5]. Измерение спектров фотолюминесценции (ФЛ) проводились при температуре жидкого гелия ~ 4.2 К. В качестве источника возбуждения использовался твердотельный лазер, работающий на длине волны ~ 405 нм в диапазоне от 40 до 160 мВт.

На рисунке 1 представлены спектры ФЛ тонких пленок CIGSe, облученных ионами водорода с различными энергиями дозой ~ $3 \cdot 10^{15}$ см⁻², снятые при ~ 4.2 К и возбуждении излучением лазера с плотностью мощности возбуждения ~ 4.0 Вт/см². Спектр ФЛ необлучённой пленки CIGSe характеризуется широкой полосой близкраевой люминесценции с максимумом ~ 1.156 эВ и полушириной ~ 55 мэВ. Полоса ФЛ имеет ассиметричную форму с резким высокоэнергетическим и затянутым низкоэнергетическим контурами. Эта полоса предположительно может быть отнесена к излучательной рекомбинации между донорами (D) и акцепторами (A) /D-A рекомбинация/, находящимися под влиянием сильных флуктуаций потенциала кристаллической решётки твёрдых растворов CIGSe из-за отклонения состава от стехиометрии [6].

На рисунке 1,а видно, что облучение ионами водорода с различными энергиями приводит к деградации интенсивности полосы ~ 1.156 эВ и незначительному изменению её полуширины. Основной эффект облучения тонких пленок CIGSe ионами водорода дозой ~ $3 \cdot 10^{15}$ см⁻² для разных энергий сводится к появлению в спектрах ФЛ в низкоэнергетической области двух широких полос с максимумами ~ 0.94 эВ и ~ 0.80 эВ. Эти полосы могут быть отнесены к излучательной рекомбинации на радиационных дефектах с глубокими энергетическими уровнями в запрещенной зоне твердых растворов CIGSe.

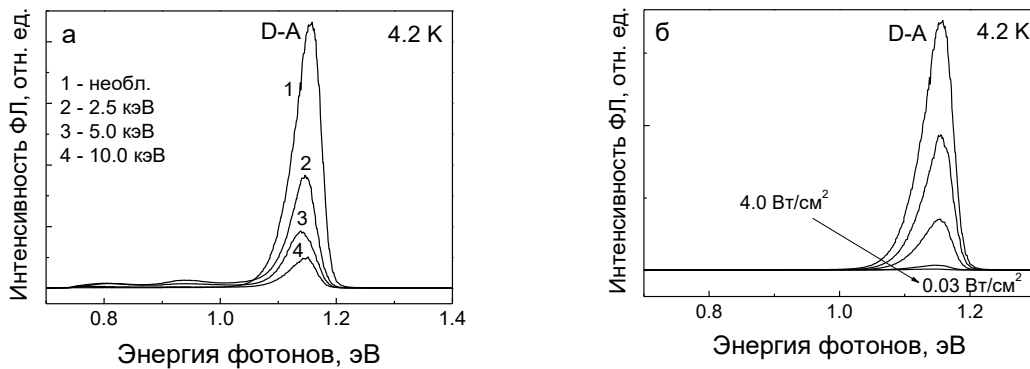


Рисунок 1 – Спектры ФЛ тонких плёнок CIGSe, облученных ионами водорода дозой $3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ с различными энергиями (а) и зависимость спектров ФЛ необлучённой тонкой плёнки CIGSe от плотности мощности лазерного возбуждения, снятые при температуре 4.2 K

Дополнительно была исследована зависимость спектров ФЛ тонких пленок CIGSe, облученных ионами водорода с разной энергией, от плотности мощности лазерного возбуждения. В качестве примера на рисунке 1,б представлены спектры ФЛ необлученной тонкой пленки, снятые при изменении мощности возбуждения в диапазоне от 0.03 до 4.0 Вт/см². Установлено, что полоса ближкравой D-A рекомбинации смещается в область высоких энергий. Аналогичное смещение полосы ближкравой люминесценции в диапазоне плотности мощности возбуждения $\sim 0.03 - 4.0 \text{ Вт/см}^2$ было обнаружено для тонкой пленки CIGSe, облученной ионами с энергией 5 кэВ дозой $\sim 3 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$, рисунок 2,а. Смещения полос ФЛ $\sim 0.94 \text{ эВ}$ и $\sim 0.80 \text{ эВ}$, связанных с излучательной рекомбинацией на дефектах, введенных имплантацией ионов водорода, обнаружено не было. Установлено, что коэффициент высокоэнергетического смещения на порядок изменения плотности мощности возбуждения j для полосы D-A в облучённой плёнке CIGSe составляет $j \sim 9.2 \text{ мэВ}$, рисунок 2,б. При этом величина коэффициента j для необлучённой плёнки составила $j \sim 10.3 \text{ мэВ}$. Уменьшение коэффициента j при облучении указывает на «залечивания» ростовых дефектов радиационными нарушениями, что уменьшает величину флуктуаций потенциала в кристаллической решётке твердых растворов CIGSe.

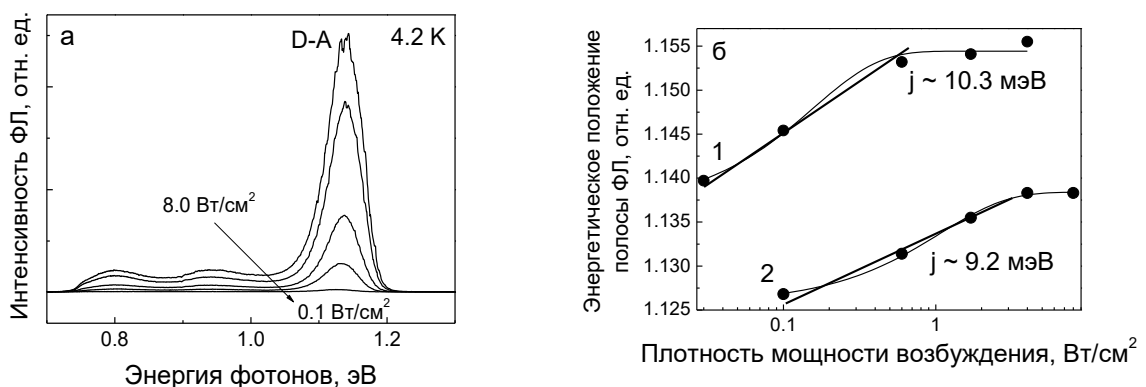


Рисунок 2 – Зависимость спектров ФЛ тонкой плёнки CIGSe, облученной ионами водорода с энергией 5 кэВ (а) и спектрального положения полос D-A ближкравой люминесценции (б) от плотности мощности лазерного возбуждения.

Проведенные эксперименты показали также, что облучение тонких пленок CIGSe приводит к значительному смещению D-A полосы в область низких энергий, это отчетливо видно из сравнительного анализа кривых, приведенных на рисунке 2,б. В частности, для плотности мощности возбуждения в диапазоне 0.1–0.8 Вт/см² величина снижения энергии оптических переходов составляет $\sim 22 \text{ мэВ}$. Смещение энергии

переходов для полосы D-A и уменьшение её интенсивности приблизительно в 5 раз указывают на ухудшение электронных характеристик тонких пленок после имплантации водорода.

Эксперименты по измерению спектров оптического пропускания и отражения в области края фундаментального поглощения от 1.00 до 1.25 эВ, расчету коэффициента поглощения и использованию зависимости $\alpha(h\nu) \sim A(h\nu - E_g)^{1/2}$, характерной для прямозонных полупроводников, позволили определить ширину запрещенной зоны твердых растворов CIGSe. Численное значение для E_g составило ~ 1.24 эВ при температуре жидкого гелия ~ 4.2 К. С учетом значения ширины запрещенной зоны энергетическое положение глубоких уровней радиационно-индуцированных дефектов составляет ~ 0.30 эВ и 0.44 эВ. Центрами излучательной рекомбинации с глубокими акцепторными уровнями в запрещенной зоне прямозонных твердых растворов CIGSe могут быть атомы меди, замещающие индий Cu_{In} (полоса 0.94 эВ) и вакансии индия V_{In} или атомы индия, замещающие медь In_{Cu} (полоса 0.80 эВ).

Список литературы:

1. M. A. Green, K. Emery, Y. Hishikawa, W. Warta, E. D. Duulop, D. H. Levi, A. W. Y. Ho-Baillite. *Progress in Photovoltaics: Res. Appl.* 25, 3 (2017).
2. P. Reinhard, A. Chirila, P. Blösch, F. Pianezzi, S. Nishiwaki, S. Buecheler, A. N. Tiwari. *IEEE J. Photovoltaics* 3, 572 (2013).
3. J. Jackson, R. Wuerz, D. Hariskos, E. Lotter, W. Witte, M. Powalla. *Phys. Status Solidi RRL* 10, 583 (2016).
4. А. В. Короткий, А. В. Мудрый, М. В. Якушев, Ф. Луккерт, Р. Мартин. *Журнал прикладной спектроскопии* 5, 725 (2010).
5. B. Dimmler, M. Powalla, H. W. Schock. *Progress in Photovoltaics: Res. Appl.* 10, 149 (2002).
6. N. Rega, S. Siebentrit, J. Albert, S. Nishiwaki, A. Zajogin, M. Ch. Lux-Steiner, R. Kniese, M. J. Romero. *Thin Solid Films* 480–481, 286 (2005).

СТРУКТУРНЫЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРЯМОЗОННОГО СОЕДИНЕНИЯ $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$

¹Живулько В.Д., ¹Бородавченко О.М., ¹Мудрый А.В.,
^{2,3,4}Якушев М.В., ²Сулимов М.А.

¹Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь, E-mail: mudryi@physics.by

²Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург, Россия

³Институт химии твёрдого тела УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

⁴Университет Стратклайда, г. Глазго, Великобритания

Создание солнечных элементов на основе соединений $\text{Cu}_2\text{ZnSnSe}_4$ (CZTSe) и твердых растворов $\text{Cu}_2\text{ZnSn}(\text{S},\text{Se})_4$ считается наиболее перспективным направлением развития полупроводниковой фотовольтаики, основанной на многокомпонентных прямозонных полупроводниках [1]. Коэффициент полезного действия солнечных элементов на основе тонкопленочных полупроводниковых твердых растворов $\text{Cu}_2\text{ZnSn}(\text{S},\text{Se})_4$ в настоящее время составляет $\sim 12.6\%$ [2]. Для дальнейшего повышения эффективности преобразования солнечных элементов на основе CZTSe и твердых растворов $\text{Cu}_2\text{ZnSn}(\text{S},\text{Se})_4$ необходимо получение новой более достоверной информации об оптических, структурных, электрических и других характеристиках этих полупроводников. Ниже приведены новые данные о морфологии поверхности, параметрах элементарной ячейки, фазовом составе и оптических характеристиках соединения CZTSe и солнечных элементов, созданных на его основе со следующей структурой: $\text{ZnO}/\text{Al}/\text{i-ZnO}/\text{CdS}/\text{CZTSe}/\text{Mo}/\text{стекло}$.

Создание тонких пленок соединения CZTSe проводилось с использованием метода магнетронного напыления прекурсоров металлов Cu-Zn-Sn на стеклянные подложки толщиной ~ 1 мм. Селенизация прекурсоров проводилась в интервале температур $300\text{--}550$ °C в течение $5\text{--}15$ минут [3]. Элементный состав пленок CZTSe определялся с использованием рентгеноспектрального локального микроанализа с энергетической дисперсией. Для выяснения влияния отклонения состава соединения от стехиометрии исследования проводились при соотношении элементов в диапазоне $\text{Cu}/(\text{Zn}+\text{Sn})\sim 0.99\text{--}0.69$, $\text{Zn}/\text{Sn}\sim 1.30\text{--}1.01$ и $\text{Se}/(\text{Cu}+\text{Sn}+\text{Zn})\sim 1.15\text{--}1.02$.

В качестве примера на рисунке 1 изображена морфология поверхности двух пленок CZTSe, сформированных при температурах 450 °C и 500 °C в течение 10 минут на натрийсодержащих стеклянных подложках, покрытых контактными слоями Mo, рисунки 1,а и 1,б соответственно. Как видно, повышение температуры селенизации приводит к формированию более крупных плотно упакованных зёрен с размерами $0.5\text{--}1.2$ мкм.

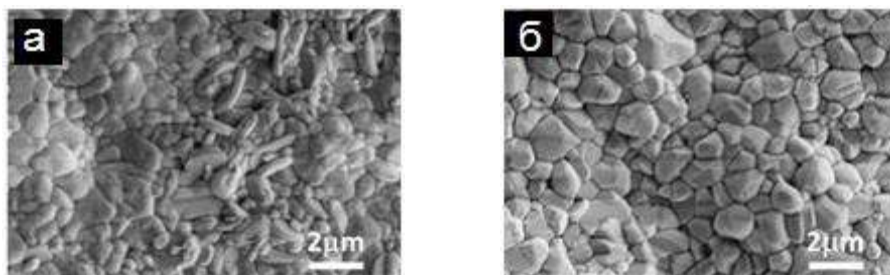


Рисунок 1 – Изображения морфологии поверхности тонких пленок соединения CZTSe

На рисунке 2 приведены рентгенограммы двух тонких пленок CZTSe, выращенных на стеклянных подложках при температурах 450 °C и 500 °C, рисунок 2,а и 2,б соответственно. Из рисунка 2 видно, что на рентгенограммах присутствуют интенсивные хорошо разрешаемые рефлексы отражения 101 , 110 , 112 , 103 , 105 , $220/204$ и др. Эти рефлексы характерны для соединения CZTSe со структурой кестерита. Параметры элементарной ячейки соединения CZTSe для двух образцов оказались близкими и равными $a=5.692$ Å и $c=11.33$ Å. Рентгенодифракционные измерения показали присутствие дополнительной фазы SnSe_2 и MoSe_2 для пленок CZTSe, сформированных при температурах 450 °C и 500 °C соответственно.

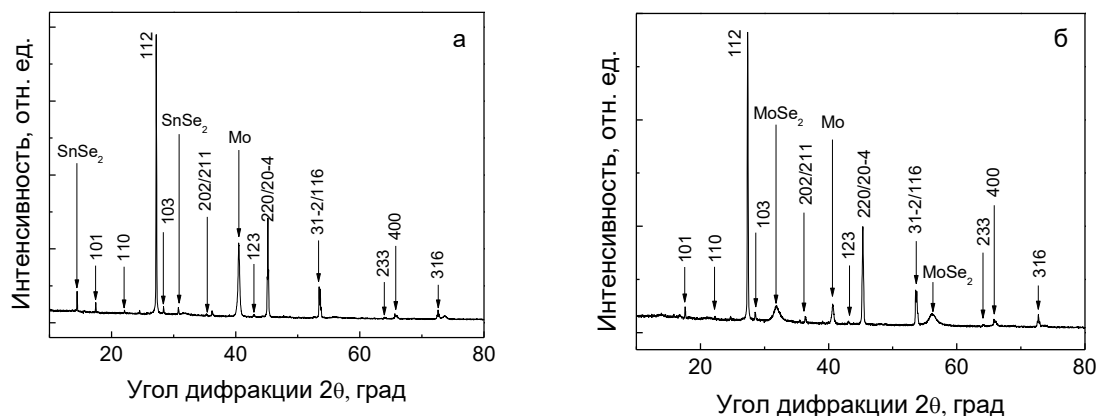


Рисунок 2 – Рентгенограммы тонких пленок соединения CZTSe

На рисунке 3 представлены спектры фотолюминесценции (ФЛ) и спектры возбуждения люминесценции (СВЛ), снятые при температуре жидкого гелия ~ 4.2 К. СВЛ регистрировались в максимумах основных полос люминесценции с энергиями 0.83 эВ, 0.90 эВ и 0.95 эВ для пленок 1, 2, 3, сформированных при температурах 450 °С, 500 °С и 550 °С соответственно. Разработанная методика анализа СВЛ позволила определять значение ширины запрещенной зоны E_g для тонких пленок соединения CZTSe, сформированных на контактном слое молибдена в структуре солнечных элементов. Определение E_g проводилось по экспоненциальной подгоночной функции, описываемой уравнением: $I(E) = \alpha_0 / [1 + \exp(E_g - E) / \Delta E]$, где ΔE – параметр уширения, α_0 – постоянная, E – энергия возбуждения, при которой регистрируется интенсивность люминесценции. Значения E_g , оцененные по СВЛ, составили ~ 0.99 эВ, 1.02 эВ и 1.03 эВ для пленок 1, 2, 3, сформированных при температурах 450 °С, 500 °С и 550 °С соответственно. Численные значения E_g для солнечных элементов по данным измерения СВЛ оказались близкими к аналогичным значениям для пленок, что свидетельствует об отсутствии влияния слоев ZnO:Al, i-ZnO и CdS на изменение энергетических состояний в прямозонных соединениях CZTSe.

С целью расширения возможностей использования оптических методик для контроля электронных свойств соединения CZTSe и солнечных элементов на их основе и установлению механизмов излучательной рекомбинации неравновесных носителей заряда, была исследована зависимость спектров ФЛ от плотности мощности возбуждения в широком диапазоне от 0.0013 Вт/см² до 0.13 Вт/см² и температуры в диапазоне от 6 К до 300 К. Как показали эксперименты, с увеличением плотности мощности лазерного возбуждения интенсивность полос изменяется по закону $I(P) \sim P^k$. Эксперимент проводился с использованием твердотельного лазера, работающего на длине волны 532 нм с мощностью до 500 мВт. Численные значения коэффициентов k для полос люминесценции в пленках 1, 2, 3 (рис.3) оказались разными и составили 0.79, 0.94 и 0.99 соответственно.

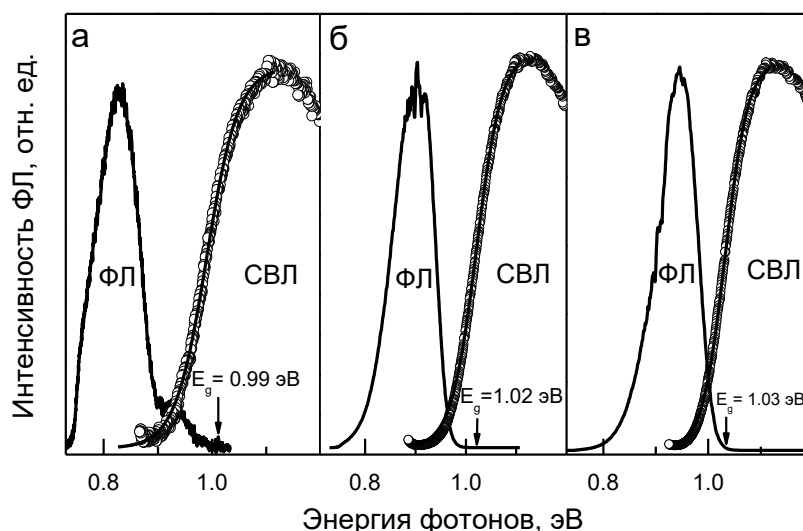


Рисунок 3 – Спектры ФЛ и СВЛ для различных пленок соединения CZTSe при 4.2 К (а – пленка 1, б – пленка 2, в – пленка 3)

В дополнение к этому для пленок, сформированных при различных температурах селенизации, были определены коэффициенты смещения (*j*-shift) полос люминесценции в высокоэнергетическую область спектра при изменении плотности мощности возбуждения на порядок. Численные значения коэффициентов *j* для пленок 1, 2 и 3 оказались разными и составили 11, 12 и 16 мэВ. С физической и технологической точки зрения это означает, что для пленки 3, сформированной при температуре 550 °С, характерно более сильное отклонение состава от стехиометрии и наличие сильных флуктуаций потенциала в кристаллической решетке, и, соответственно, повышение уровня компенсации. Такие факторы отрицательно влияют на характеристики солнечных элементов, и поэтому выбор пленок 1 и 2 для создания более эффективных солнечных элементов предпочтителен. Исследования показали, что измерения коэффициентов смещения *j* вместе с анализом спектральной формы полос люминесценции в широком диапазоне температур являются надежной характеристикой наличия хвостов плотности энергетических состояний в запрещенной зоне соединения CZTSe и основой для установления механизмов излучательной рекомбинации. Измерения спектров ФЛ и СВЛ и анализ оптических характеристик дают важную информацию о качестве солнечных элементов и такой подход может быть полезен при отбраковке солнечных элементов в технологическом процессе их производства.

Список литературы:

1. S. Siebentritt, S. Schorr. Progress in Photovoltaics: Research and Applications 20, 512 (2012).
2. W. Wang, M. T. Winkler, O. Gunawan, T. Gokmen, T. K. Todorov, Y. Zhu, D. B. Mitzi. Advanced Energy Materials 4, 1301465 (2014).
3. J. Márquez-Prieto, M. V. Yakushev, I. Forbes, J. Krustok, P. R. Edwards, V. D. Zhivulko, O. M. Borodavchenko, A. V. Mudryi, M. Dimitrievska, V. Izquierdo-Roca, N. M. Pearsall, R. W. Martin. Solar Energy Materials and Solar Cells 152, 42 (2016).

NEW PRINCIPLES OF NANOMANIPULATION AND NANOASSEMBLING OF INDIVIDUAL NANOOBJECTS FOR FUNDAMENTAL RESEARCH

¹S.V.Von Gratowski, ¹Koledov V.V., ²Serduk V.M., ³Yupapin P., ⁴Tun Tun Moe, ⁵Janairo J.I., ⁶Tamee K.

¹Kotel'nikov Institute of Radioengineering and Electronics of Russian Academy of Sciences (Kotelnikov IRE RAS)

²Institute of Applied Physical Problems of Belarusian State University

³Ton Duc Thang University, Ho Chi Minh City, Vietnam

⁴Nano-technology Research Division, Yangon, Myanmar

⁵De La Salle University Manila, Philippine

⁶Naresuan University, Phitsanulok, Thailand, E-mail: Svetlana.gratowski@yandex.ru

At present, nanomanipulation and nanoassembly technologies are decisive in opposing paradigms of «top-down» and «bottom-up», which is observed in modern nanotechnology. This report offer the development of new advanced technologies for nano-manipulation and nano-integration of individual nanoobjects with the help of the new mechanical and optical nanotweezers for chemical synthesis, fundamental research of bio-nano-objects and design of bio-nanodevices and nanomaterials.

The original concept of the optical ring resonator (PANDA-resonator) [1], which can be used as an optical nano-tweezers [2] has been developed theoretically. In a liquid media, these optical nanotweezers can be used for the basic research and processing of individual bio-nano objects, including cells, viruses, nanomotors, etc. Recently, new frontier systems of mechanical nano-manipulation [4] based on the World's smallest thermally controlled nanotweezers [3], have been experimentally implemented, too. The nanotweezers are produced from smart nanostructures shape memory alloys composite and is used for pick up and place, preparing, etc and assembling individual nano-objects in a vacuum environment of electron and ion microscopes [5].

For realization of these approaches, one needs the individual nano-objects (nanowires, nanotubes). In [6], it has been reported about the developed of amyloid-like peptide-based nanostructures and Pd-nanowires; in [7] the authors describe preparing of functional nanowires. These nanostructures, nanowires, nanotubes will be used for the experimental creation of the optical ring resonator (PANDA-resonator) and the optical nano-tweezers, based on this PANDA-resonator.

Individual nano-objects demonstrate the unique functional properties and allow for creation of separate nano-devices for nanoelectronics, nanophotonics, nanoplasmonics, nanosensorics and bio-nanotechnology [3]. These unique functional properties provides the opportunity for nano-devices to diminish their size and to reach better parameters, then those, which can be reached under the limitation of top-down nanolithography methods [3]. Nowadays much attention and effort were paid for creation of single nano-devices from individual nano-objects like nanowires, nanotubes, nanoparticles, graphen layers and so on. In the given report, it is proposed for the first time in the World to create and test the technology presenting two different kinds of tweezers for nanomanipulators and nanoassembling at the same time, namely optical and mechanical ones. The developed hybrid bottom-up technology will be used for creation of new class of ordered porous nanomaterials, nano-biomanipulation and so on.

There is the visualization of the approaches on the pictures below. On Figure 1, the schematic diagram of the ring PANDA resonator [1] is shown. Figure 2 a)-i) displays the mechanical nanotweezers (a) and detailed process of CNT nano-manipulation (b-i) using this mechanical nanotweezers.

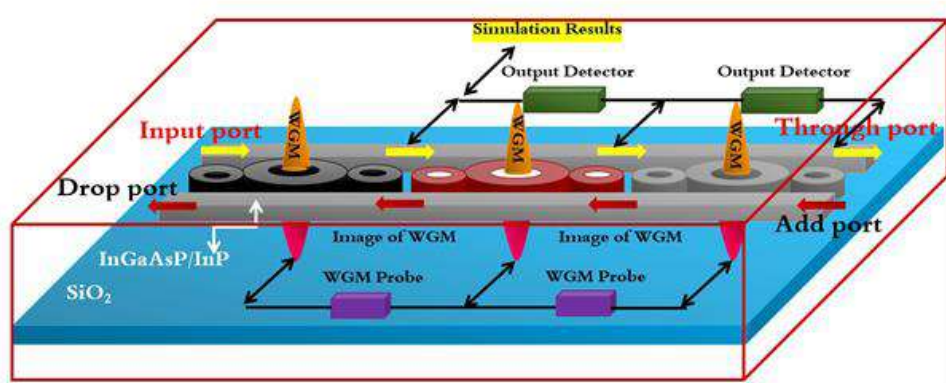
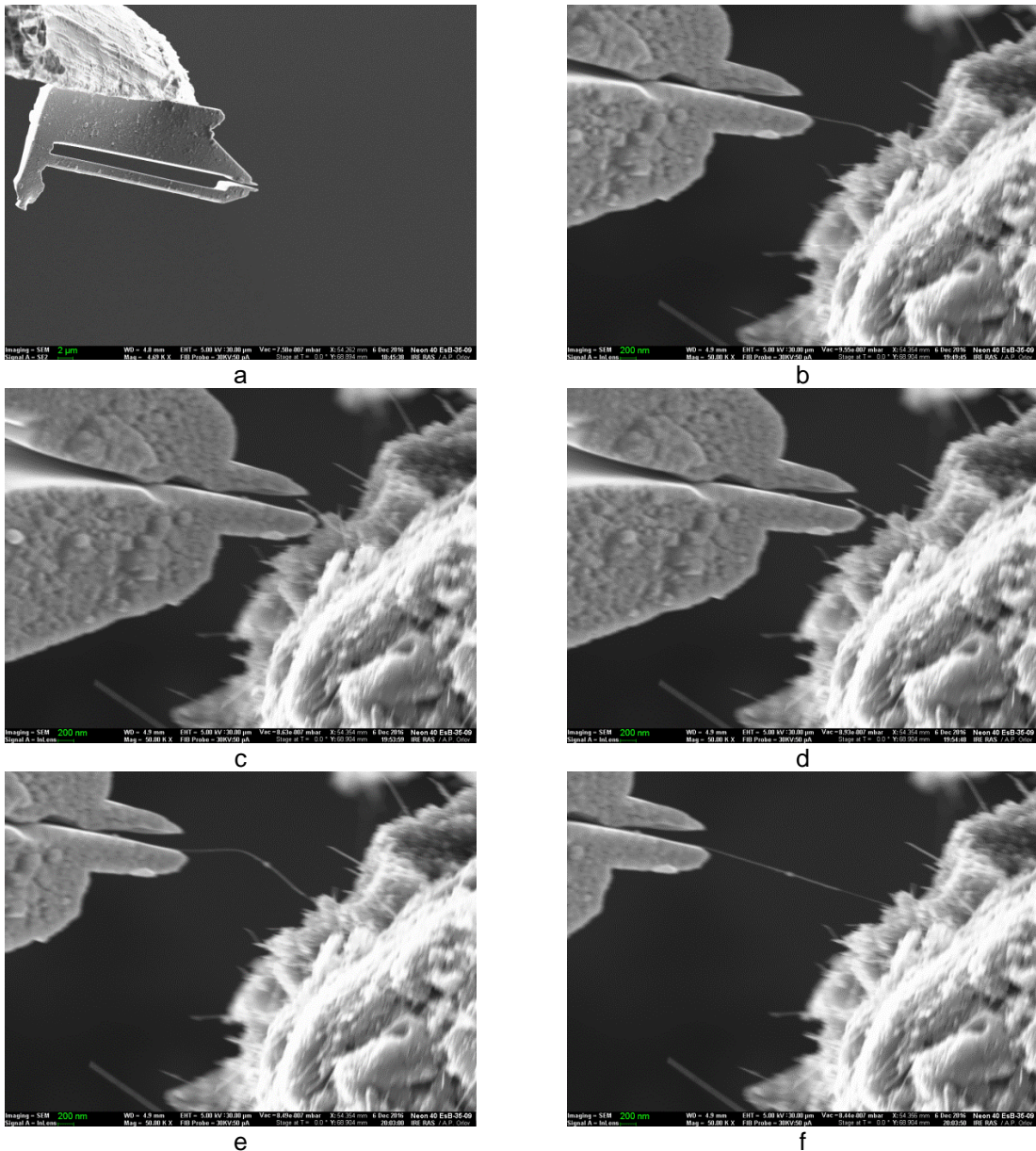


Figure 1 – A Schematic diagram of the ring PANDA resonator [Applied Optics, 55(33), 9504-9513, 2016], from which the tweezers probe can be generated and used for atom/molecule trapping applications. The whispering gallery mode (probe) can be generated and controlled to be the two side probes, where one side is used for trapping, the other side for delivering (releasing), while the beam side and trapping force can also be controlled suitably for the individual atom/molecule size



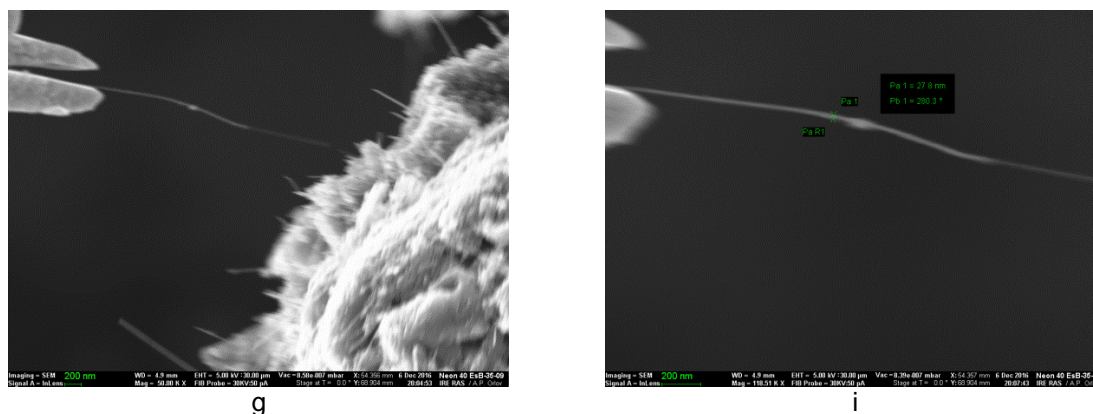


Figure 2 – Mechanical nanotweezer (a) and detailed process of CNT manipulation (b-z) mechanical nanotweezer

The work is supported by RSF grant No/ N 17-19-01748.

1. Amiri, I. S., Ali, J., & Yupapin, P. P. (2012). Enhancement of FSR and finesse using add/drop filter and PANDA ring resonator systems. *International Journal of Modern Physics B*, 26(04), 1250034.

2. Yupapin, P. P., Kulsirirat, K., & Techithdeera, W. (2013). Optical capsule and tweezer array for molecular motor use. *IEEE transactions on nanobioscience*, 12(3), 222-227.

3. Zakharov, D., Lebedev, G., Irzhak, A., Afonina, V., Mashirov, A., Kalashnikov, V., Koledov... & Shavrov, V. (2012). Submicron-sized actuators based on enhanced shape memory composite material fabricated by FIB-CVD. *Smart materials and structures*, 21(5), 052001.

4. Koledov, V., Shavrov, V., Fawzy, M., Blumenthal, M., von Gratoski, S., Irzhak, A., ... & Topic, M. (2015, October). Nano-nanomanipulation of CdSe nanowires using nanotweezers based on shape memory alloys. In *Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO), 2015 International Conference on* (pp. 69-73). IEEE.

5. Koledov, V., Shavrov, V., von Gratoski, S., Petrenko, S., Irzhak, A., & Shelyakov, A. (2014, October). Practical system for nanomanipulation. In *Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale (3M-NANO), 2014 International Conference on* (pp. 316-320). IEEE

6. Janairo, J.I.B. Green synthesis of bimetallic PdAg nanowires as catalysts for the conversion of toxic pollutants. *International Journal of Philippine Science and Technology*. 2015, 8, 41-43.

7. Maung, Y. M., Myat, Z. M., Win, T. T., & Soe, K. K. K. (2012). Growth and Characterization of Electrospun LaMnO₃ Nanofibers by Electrospinning Technique. *American Journal of Materials Science and Technology* (2013) 2: 24-28.

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ НА ГРАНИЦЕ СЛОЕВ КРИСТАЛЛОВ ТГС, ЛЕГИРОВАННЫХ ХРОМОМ

¹Толстихина А.Л., ¹Белугина Н.В., ²Шут В.Н., ²Мозжаров С.Е., ³Кашевич И.Ф.

¹Институт кристаллографии им А.В. Шубникова РАН, г. Москва, Россия

²Институт технической акустики НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь

³ВГУ им. П.М. Машерова, г. Витебск, Беларусь, E-mail: kashevich@tut.by

Известно, что свойства сегнетоэлектрических кристаллов, в том числе, и характер доменной структуры, в значительной степени определяются свойствами доменных стенок, их конфигурацией, подвижностью, шириной, их закреплением на легирующих примесях («пиннингом») и т.д. [1]. В большинстве случаев получение «оптимальной» доменной структуры соответствует созданию «оптимальных» доменных границ заданными параметрами или формированием специальных границ – искривленных, иглоподобных, двойниковых и т.п. Наиболее информативными в этом плане могут являться исследования доменных границ в кристаллах с периодической примесной ростовой структурой и, в частности, в кристаллах состоящих из двух областей – номинально чистой и легированной примесью. Изучение особенностей формирования доменной структуры на границе слоев с разной концентрацией примеси в таких сегнетоэлектрических кристаллах, позволит выяснить механизм влияния примесных дефектов на конфигурацию доменных стенок, разработать подходы для управления свойствами сегнетоэлектриков, процессами переключения спонтанной поляризации.

Целью данной работы явилось выращивание двухслойных кристаллов триглицинсульфата ТГС, состоящих из двух областей – номинально чистой и легированной трехвалентными ионами хрома, и исследование особенностей формирования доменной структуры на границе слоя методами НЖК и АСМ микроскопии.

Выращивание двухслойных кристаллов ТГС–ТГС+Cr проводилось в сегнетофазе ($T_p=31,5\text{ }^\circ\text{C}$) путем двухступенчатого выращивания: сначала проводилось выращивание номинально чистого кристалла, а затем доращивание его в растворе, содержащем 1 % мол. примеси ионов хрома. Растворы помещались в различные секции одного и того же кристаллизатора, поэтому режимы роста для чистой области и примесной были одинаковы в обоих случаях.

Для изучения конфигурации доменов и особенностей формирования доменной структуры на границе слоев на оптическом уровне использовали метод, основанный на применении нематических жидких кристаллов (НЖК). Исследование доменной структуры методом НЖК в области границы двух слоев показало наличие как монодоменных участков (рис.1,а), так и укрупненной полидоменной структуры (рис.1,б). По-видимому, это связано с различными пирамидами роста, через которые проходит граница слоев.

Отметим, что к достоинствам неразрушающего НЖК метода можно отнести возможность изучения оптически неразличимой доменной структуры ТГС. Вместе с тем следует отметить и ряд ограничений применимости метода НЖК. Одно из них, это то, что пространственное разрешение определяется толщиной слоя НЖК и не превышает 1-2 мкм.

Метод АСМ позволил в деталях исследовать конфигурацию доменов на границе ростовых слоев с различным примесным составом и рельеф поверхности. Для изучения доменной структуры двухслойных кристаллов ТГС–ТГС+Cr методом АСМ использовали электрическую модификацию этого метода – микроскопию пьезоэлектрического отклика (МПО), в основе которой лежит регистрация локального пьезоотклика материала при приложении переменного электрического поля с помощью проводящего зонда микроскопа. Визуализация доменной структуры проводится путем измерения сигнала электромеханического отклика [2].

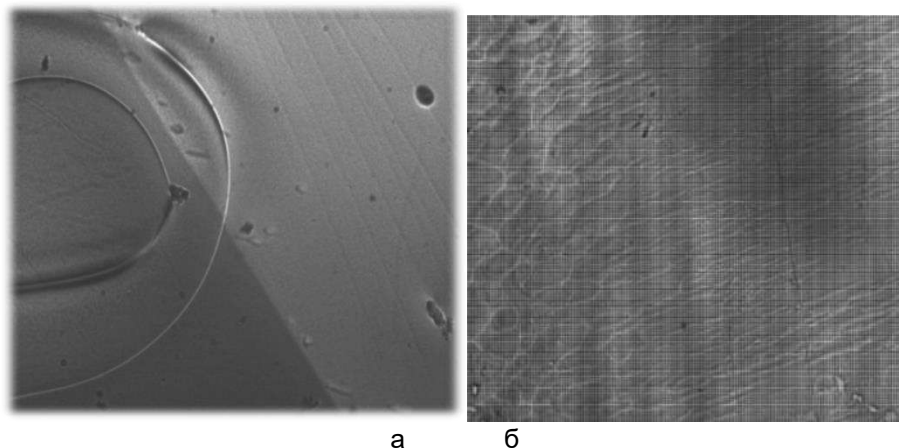


Рисунок 1 – Доменная структура кристаллов ТГС-ТГС+Сг в области границы слоев разного состава (легированная хромом область – справа): а) монодоменная структура, б) полидоменная структура (увеличение $\times 80$)

Методом МПО исследовали доменную структуру по направлению от затравки к естественной грани $\{110\}$ кристалла. При подготовке образцов для исследований АСМ из пирамиды роста грани m вырезались бруски с большой осью, параллельной сегнетоэлектрической оси b , которые затем раскалывались на образцы толщиной 1,5–2 мм по плоскости спайности (010) , перпендикулярной оси b . В режиме пьезоотклика получены контрастные изображения доменов разного знака на полярной поверхности того же образца. На рисунке 2,а,б четко видны малые домены разных знаков (шириной 10–40 мкм), которые располагаются вдоль границы ростового слоя (шириной ~ 200 мкм) различного примесного состава.

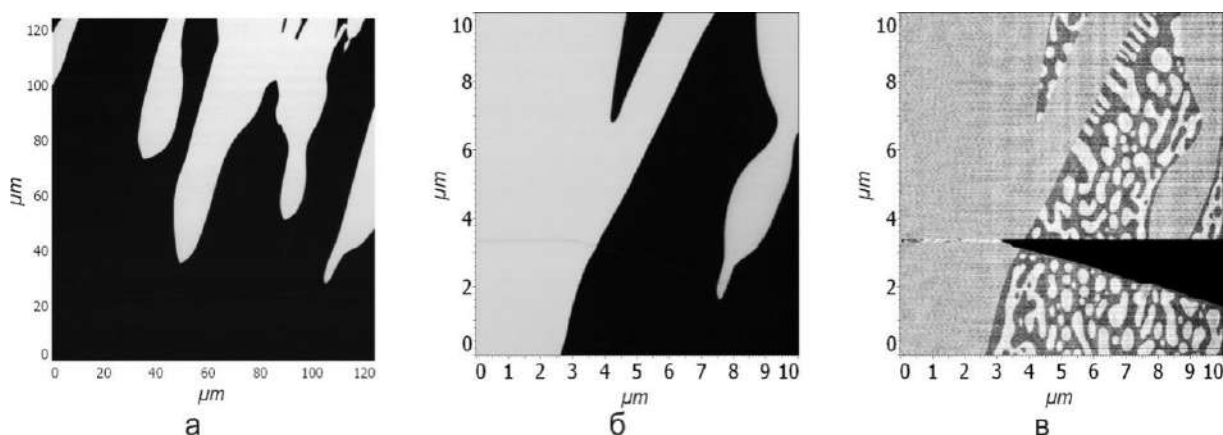


Рисунок 2 – Изображение доменной структуры (режим пьезоотклика АСМ) и рельефа поверхности кристаллов ТГС-ТГС+Сг: (а) – участок на границе примесного слоя (размером 120×120 мкм), (б) – тот же участок (размером 10×10 мкм) внутри границы слоя; (в) – соответствующий рельеф поверхности

На рисунке 2,в можно видеть сколовый рельеф в виде остроугольной впадины и характерный нанорельеф поверхности естественного скола (010) с высотой 0,63 нм ($\sim \frac{1}{2} b$).

Представить общую картину доменной структуры в разных слоях роста позволяет соединение большого количества последовательных сканов в одно целое изображение. Было выполнено панорамное изображение, которое характеризовало изменение доменной структуры при нарастании кристалла ТГС-ТГС+Сг от затравки к поверхности. Из него следовало, что во время выращивания кристалла в пределах изменения концентрации доменная структура меняется от мелкодисперсной до крупных доменов.

Мы предполагаем, что различие в формировании переходных границ связано с влиянием внутренних смещающих полей на процесс вхождения примеси в кристалл

при его росте. Если направление роста (перпендикулярное фронту роста и, в конечном счете, граням кристалла параллельным фронту роста кристалла) совпадает с направлением смещающих полей и вектора спонтанной поляризации P_s , то их влияние на вхождение примеси будет максимально.

С помощью программного обеспечения SPIP 6.1.1 была проведена обработка изображений двух участков поверхности с одинаковой площадью 78343,68 мкм²: первый – без примеси хрома, второй – с полосой мелкодисперсной доменной структуры, соответствующей введению примеси хрома при выращивании и перпендикулярной направлению роста кристалла. Данные участки сравнивали по двум параметрам: по статической униполярности k и по суммарному периметру L доменных стенок. Статическая униполярность для обоих участков была невысокая и практически одинаковая: $k_2=0,33$, $k_1=0,36$. В то же время суммарный периметр доменных стенок отличается в 2,3 раза: $L_1=2121$ мкм, $L_2=4878$ мкм.

В работе [3] методом сканирующей резистивной микроскопии было установлено, что доменные стенки в кристаллах ТГС обладают повышенной проводимостью. Поэтому можно предположить, что участки кристалла с большой плотностью доменных стенок на единицу площади должны также обладать повышенной проводимостью по сравнению с областями с меньшей плотностью доменных стенок.

Проведенное комплексное исследование и сравнение доменной структуры чистой и примесной областей полученных кристаллов на оптическом (метод НЖК) и микроуровне (доменная структура по данным АСМ пьезоотклика) выявило особенности конфигурации доменов ТГС–ТГС+Cr на границе ростовых слоев с различным примесным составом. Установлено, что в области перехода от чистого к легированному кристаллу в зависимости от пирамиды роста наблюдаются изрезанные или гладкие доменные границы. Показано, что при почти одинаковой униполярности доменной структуры чистых и примесных областей, плотность доменных границ в слоях с примесью хрома в 2,3 раза выше, чем в слоях без примеси. Это позволяет ожидать, что кристаллы с послойной примесной структурой могут проявлять пространственно неоднородные свойства, например повышенную проводимость в районе примесных полос.

Список литературы:

1. Ekhard Salje and Huali Zhang. Domain boundary engineering// Phase Transitions.- June 2009.- Vol. 82, No. 6.- P. 452–469.
2. Анкудинов А.В., Титков А.Н. (2005), Атомно-силовая микроскопия поляризационных доменов в сегнетоэлектрических пленках, Физика твердого тела. - 2005. - Т.47, вып.6. - С.1110 – 1117.
3. Gaynutdinov R.V., Belugina N.V., Tolstikhina A.L., Lysova O.A. (2008), Multimode atomic force microscopy of triglycine sulfate crystal domains structure, Ferroelectrics. – 2008. - V.368 (1). - pp. 42-48.

**РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩИЕ ПЛАСТИЧНЫЕ СМАЗКИ ДЛЯ ТЯЖЕЛОНАГРУЖЕННЫХ
УЗЛОВ ТРЕНИЯ КАРДАНЫХ ПЕРЕДАЧ**

¹Кочерова В.А., ²Скаскевич А.А., ²Медведь А.В.

¹ОАО «Белкард», г. Гродно, Беларусь, E-mail: askas@grsu.by

²УО «Гродненский государственный университет имени Янки Купалы»,
г. Гродно, Беларусь, E-mail: angelica@grsu.by

В работе рассматриваются функциональные твердосмазочные материалы, в состав которых вводили частицы регенерированного политетрафторэтилена (ПТФЭ) в пределах 1-15 мас.%. Исследованы триботехнические характеристики пластичной смазки. Проведена оценка эксплуатационных характеристик смазки на ОАО «Белкард» в составе крестовин карданного вала. Устойчивость исследуемой системы к окислению оценивали методом ИК-спектроскопии по скорости накопления продуктов окисления в смазке. Применение регенерированных продуктов переработки ПТФЭ в виде дисперсных порошков в составе пластичных смазок на литиевой основе позволяет повысить ресурс эксплуатации тяжело нагруженных узлов трения автомобильной и автотракторной техники.

Твердосмазочные материалы, триботехнические характеристики, функциональные добавки, регенерированный политетрафторэтилен.

Введение

Применение пластичных смазочных материалов в автомобильных узлах и агрегатах является распространенным техническим решением для существенного снижения интенсивности изнашивания и коэффициента трения. Увеличение срока эксплуатации пластичных смазок, несущей способности, коррозионной стойкости пластичных смазок и т.д., позволяет существенно увеличить срок службы деталей трения без обслуживания [1].

Введение в состав смазок разнообразных присадок позволяет изменить свойства исходных пластичных смазочных материалов. Помимо снижения износа и трения, что является прямой функцией смазочных материалов, последние должны отводить тепло из зоны трения, защищать смазываемые поверхности от коррозии, а в отдельных случаях передавать движение в гидравлических системах [2]. При этом необходимо отметить, что пластичные смазки в большей степени, чем жидкие масла, склонны к окислению и деструкции [1].

Для смазывания игольчатых подшипников карданных валов, высокоскоростных узлов трения и других механизмов, работающих продолжительное время, хорошо зарекомендовали себя пластичные смазки общего назначения на литиевых загустителях.

Методика проведения эксперимента. Обсуждение результатов

В данной работе при получении смазочного продукта использовали смазку «ИТМОЛ-150Н» ТУ ВУ 100029077.005-2006. Для повышения триботехнических характеристик смазок в их состав вводят функциональные добавки, чаще всего твердосмазочные материалы [3, 4]. С целью повышения ресурса эффективной работы пластичной смазки в ее состав вводили частицы регенерированного политетрафторэтилена в пределах 1-15 мас.%. Отходы фторопласта измельчали на установке лабораторной дезинтеграции по криогенному измельчению до фракции менее 50 мкм.

Оценку триботехнических характеристик полученных композиций проводили на микротрибометре FT-2 по схеме «диск-шар» при скорости вращения 0,5 м/с под нагрузкой 20 Н. Результаты исследования коэффициента трения представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Среднее значение коэффициента трения образцов

Состав	Среднее значение коэффициента трения, f
ИТМОЛ-150Н	0,35
ИТМОЛ-150Н + 1 мас. % р.ПТФЭ	0,35
ИТМОЛ-150Н + 3 мас. % р.ПТФЭ	0,33
ИТМОЛ-150Н + 5 мас. % р.ПТФЭ	0,36
ИТМОЛ-150Н + 7 мас. % р.ПТФЭ	0,36
ИТМОЛ-150Н + 10 мас. % р.ПТФЭ	0,37
ИТМОЛ-150Н + 13 мас. % р.ПТФЭ	0,39

Триботехнические испытания показали, что при добавлении в смазку «ИТМОЛ-150Н» регенерированного ПТФЭ в количестве 3 мас. %, наблюдается минимальное значение коэффициента трения в сравнении с исходной смазкой «ИТМОЛ-150Н». Повышение содержания в пластичной смазке регенерированного ПТФЭ в количествах более 3 мас. % влечет за собой некоторое увеличение коэффициента трения, что объясняется загущающим эффектом воздействия наполнителя и снижением подвижности смазки. Это предположение подтверждается данными определения температуры каплепадения пластичной смазки. Сущность метода заключается в определении температуры, при которой происходит падение первой капли или касание дна пробирки нефтепродукта, помещенного в нагревательную ячейку. Установлено, что при содержании 15 мас.% регенерированных частиц ПТФЭ температура каплепадения достигает 217 °С при этом исходная смазка имеет температуру каплепадения 202 °С.

Проведена оценка эксплуатационных характеристик пластичной смазки «ИТМОЛ-150Н», содержащей регенерированный ПТФЭ в пределах 1.7 мас. %, по программно-методике И37.403.667 «Программа-методика проведения испытаний на надежность карданных шарниров и карданных валов» на предприятии ОАО «Белкард» в составе крестовин карданного вала АА-10.040.5000-850/1330 (рис.1).



Рисунок 1 – Крестовина 53А-2201030-01 после проведения стендовых испытаний

Эффективность смазочных составов оценили по результатам исследования шероховатости шипов крестовин на профилографе-профилометре 252 после проведения испытаний (табл.2). Исходная шероховатость крестовины до проведения испытаний составляла в среднем $R_a=0,63$ мкм.

Таблица 2 – Значения шероховатости шипов крестовин по результатам проведения испытаний

Составы пластичной смазки	Шероховатость R_a , мкм				Ср. знач., мкм
	1 шип	2 шип	3 шип	4 шип	
ИТМОЛ-150Н + р. ПТФЭ 1 мас. %;	0,3	0,29	0,28	0,27	0,29
ИТМОЛ-150Н + р. ПТФЭ 3 мас. %;	0,29	0,28	0,28	0,26	0,28

Продолжение таблицы 1

ИТМОЛ-150Н + р. ПТФЭ 5 мас. %;	0,29	0,27	0,28	0,27	0,28
ИТМОЛ-150Н + р. ПТФЭ 7 мас. %;	0,28	0,27	0,27	0,26	0,27
ИТМОЛ-150Н исходная	0,32	0,31	0,31	0,31	0,31

В результате проведения стендовых испытаний крестовин карданного вала, установлено, что частицы регенерированного ПТФЭ при введении в состав пластичной смазки «ИТМОЛ-150Н» вызывают сглаживание шероховатости шипов крестовин.

Введение модификатора в состав смазки положительно сказывается и на термостабильность смазочных материалов. ИК-спектроскопические исследования испытанных составов зафиксировали изменения надмолекулярной структуры исследуемых составов (табл. 3).

В области, соответствующей волновым числам 720 см^{-1} и 1380 см^{-1} , наблюдается увеличение пиков интенсивности полос поглощения, что говорит об усилении маятниковых колебаний молекул.

В области, соответствующей волновым числам 1160 см^{-1} и 1210 см^{-1} , при увеличении количества модификатора наблюдается увеличении групп атомов C-F с валентными колебаниями.

Таблица 3 – Характеристические полосы поглощения в ИК-спектрах и распределение потенциальной энергии для отработанной пластичной смазки ИТМОЛ-150Н

Волновое число, см^{-1}	Колебание	Оптическая плотность, D				
		ИТМОЛ-150Н (отработанная)				
		исх.	1%	3%	5%	7%
720	CH_2 маятниковые колебания	0,077	0,065	0,065	0,062	0,074
1160	C–F валентные колебания	–	0,017	0,024	0,043	0,041
1210	Преимущественно C–F валентные колебания	–	0,007	0,017	0,029	0,031
1380	CH_3 деформационные колебания	0,083	0,079	0,086	0,084	0,086
1460	Деформационные колебания алифатических CH_2 - и CH_3 -групп	0,277	0,202	0,213	0,208	0,218
1570	C–O валентные симметричные и асимметричные колебания в RCOO –	0,102	0,043	0,043	0,046	0,053
1590	Преимущественно C=C валентные колебания ароматических циклов	0,182	0,098	0,088	0,095	0,1
1740	C=O валентные колебания в алкил – O–C(O)–R	0,017	0,009	0,009	0,011	0,012
2840	Валентные симметричные колебания алифатических CH_3 -групп	0,424	0,426	0,426	0,421	0,434
2920	Валентные асимметричные колебания алифатических CH_2 -групп	1,272	1,288	1,286	1,279	1,279
2960	Валентные асимметричные колебания алифатических CH_3 -групп	0,248	0,227	0,225	0,222	0,226

Устойчивость исследуемой системы к окислению оценивали по скорости накопления в композиционном составе продуктов окисления в области спектра 1570 см^{-1} . В отработанной смазке количество групп C–O в материале три раза больше, чем в исходной смазке. При увеличении содержания модификатора от 1 мас. % до 7 мас. %, оптическая плотность данной полосы поглощения уменьшается. Это свидетельствует о том, что введение модификатора замедляет процессы старения смазки.

Выводы

Таким образом, применение регенерированных продуктов переработки ПТФЭ в виде дисперсных порошков размерами менее 50 мкм в составе пластичных смазок на литиевой основе позволяет повысить ресурс эксплуатации тяжело нагруженных узлов трения автомобильной и автотракторной техники.

Список литературы:

1. Богданович П.Н. Трение и износ в машинах / П.Н. Богданович, В.Я. Прушак – Минск «Вышэйшая школа»: учеб. для вузов, 1999 – 374 с.
2. Кравченко, В.И. Карданные передачи: конструкции, материалы, применение / В.И. Кравченко, Г.А. Костюкович, В.А. Струк; под ред. В.А. Струка. – Мн.: Тэхналогія, 2006. – 409 с.
3. Пластичная смазка : пат. 2395563 Российская Федерация, МПК С 10 М 125/02, С 10 М 125/22, С 10 М 133/12, С 10 М 117/02, С 10 М 119/24 / М.Г. Иванов, Д.М. Иванов; заявитель Уральский государственный лесотехнический университет. – № 2009105304/04; заявл. 16.02.09; опубл. 27.07.10 // Официальный бюлл. // Федеральная служба по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам. – 2010. – № 21. – С. 8.
4. Пластичная смазка для тяжело нагруженных узлов трения качения: пат. 2529461 Российская Федерация, МПК С 10 М 107/10, С 10 М 117/02, С 10 М 125/02, С 10 М 133/12, С 10 М 129/10, С 10 М 105/38, С 10 N 40/04 / С.А. Савинков, А.В. Никитин, И.Е. Федоров, И.А. Евдокимов; заявитель Общество с ограниченной способностью «Инженерная смазочная компания МИСКОМ». – № 2013140311/04; заявл. 30.08.13; опубл. 27.09.14 // Официальный бюлл. // Федеральная служба по интеллектуальной собственности. – 2014. – № 27. – С. 6.

**ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ
КАРБИД БОРА–ОКСИД-ПОЛИМЕРНОЕ СВЯЗУЮЩЕЕ**

Якубовская С.В., Корбит А.А., Ходан Е.П.

*Белорусский национальный технический университет,
г. Минск, Беларусь, E-mail: almain@mail.ru*

Существенное влияние на эксплуатационные характеристики алмазобразивного инструмента оказывает прочность закрепления алмазного зерна в матричном материале-связке. Принято считать, что основной вклад в значение показателя алмазоудержания вносит вид химической связи между алмазом и связующим. Алмаз практически не взаимодействует с основными связующими (полимерами, медно-оловянными сплавами) при температурах технологических процессов изготовления алмазобразивного инструмента. Расплавы оксидных стекол, наоборот, активно взаимодействуют с алмазом, окисляя его при температурах изготовления инструмента и формируя на начальной стадии взаимодействия (смачивания и растекания по поверхности) пленки стекла, прочно связанные с поверхностью алмаза. Однако достаточно высокая твердость стекол, используемых в качестве связующих в алмазобразивном инструменте на керамических связках, придает матричным материалам высокую износостойкость, что приводит к снижению абразивной способности алмазосодержащих композиционных материалов. Полимерные связующие на основе фенолформальдегидной смолы и наполнителей (карбиды бора, кремния) имеют меньшую твердость, чем оксидные стекла, и алмазосодержащие композиционные материалы на их основе имеют высокую абразивную способность. Однако невысокая прочность сцепления полимерных связующих с алмазом приводит к повышенному расходу алмаза из-за выкрашивания алмазных зерен из матрицы (связки). Можно полагать, что использование композиции из оксидных и полимерных связующих позволит наряду с повышением твердости и прочности связки повысить прочность сцепления абразива со связкой и, тем самым, эффективность работы инструмента. Структура и физико-механические характеристики таких оксид-полимерных связующих будет зависеть от концентрации компонентов и режимов получения композиционных материалов.

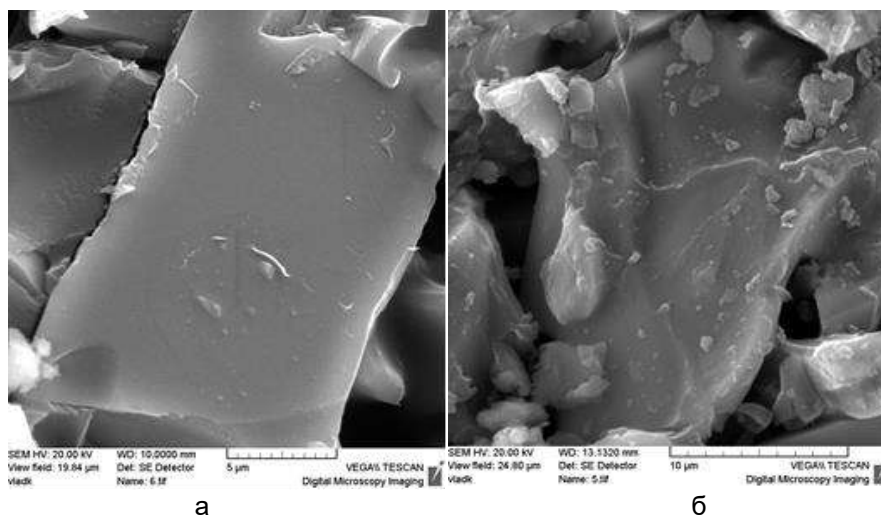
Целью настоящей работы являлось исследование микроструктуры и микротвердости композиционных материалов карбид бора–оксид-полимерное связующее в зависимости от условий получения.

В качестве основы для получения связующего использовали прекурсор стекла, представляющий собой гидроксидное стекло на основе дигидрофосфатов калия, натрия, цинка. Флюсующей добавкой служил фторид натрия. Полимерной компонентой связующего являлась фенолформальдегидная смола. В качестве наполнителя, снижающего пластичность связующего и повышающего прочность связки использовали порошок карбида бора.

Исследование морфологии и структуры композиционного материала карбид бора–оксид-полимерное связующее осуществляли на растровом электронном микроскопе VEGA/TESCAN (Япония).

Согласно полученным экспериментальным данным (рис.1-3), спекание шихты карбид бора–оксид-полимерное связующее приводит к формированию композиционных материалов, структура которых зависит от концентрации стекла и полимера в оксид-полимерном связующем и температуры спекания.

Характер изменения микроструктуры композиционных материалов в зависимости от концентрации стекла в связующем при температуре спекания 575–600 К показывает, что увеличение содержания стекла в полимерной матрице приводит к увеличению числа контактов стекло–карбид бора (рис.1).



а
б
Концентрация стекла в оксид-полимерном связующем, об. %: а – 5; б – 20.
Рисунок 1 – Микроструктура композиционных материалов карбид бора (80 об. %)–оксид-полимерное связующее. Температура спекания 600 К, длительность спекания 0,5 ч

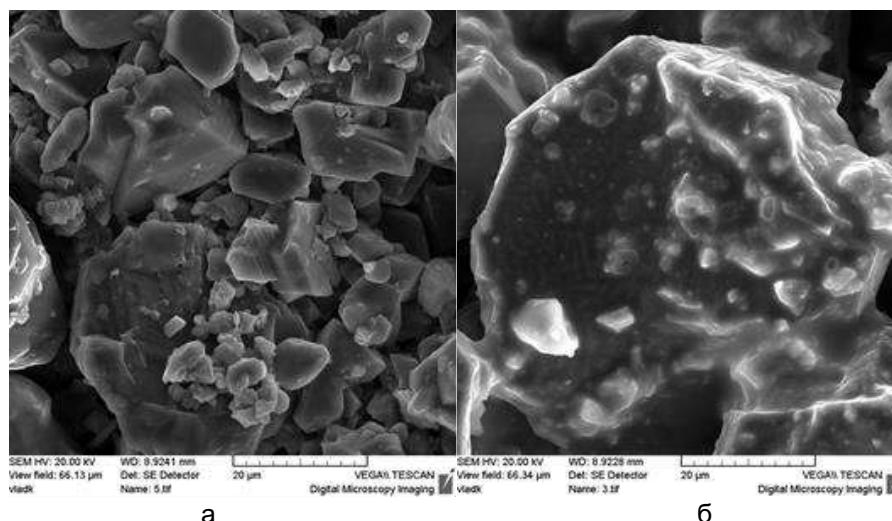
Частицы стекла присутствуют в структуре композиционного материала в виде индивидуальных частиц. Частицы стекла, которые контактируют с поверхностью частиц карбида бора, образуют с ними конгломераты (рис.1,б). Фенолформальдегидная смола присутствует в виде пленок на поверхности частиц карбида бора и между частицами карбида бора (рис.1).

При повышении температуры спекания шихты карбид бора–оксид-полимерное связующее до 625–675 К и концентрации стекла в связующем 5-10 об. % в структуре композиционных материалов присутствуют частицы стекла, преимущественно в форме пленок и округлых частиц, и прослойки фенолформальдегидной смолы. Контактные мостики с частицами карбида бора формируют как частицы стекла, так и прослойки фенолформальдегидной смолы (рис.2,а).

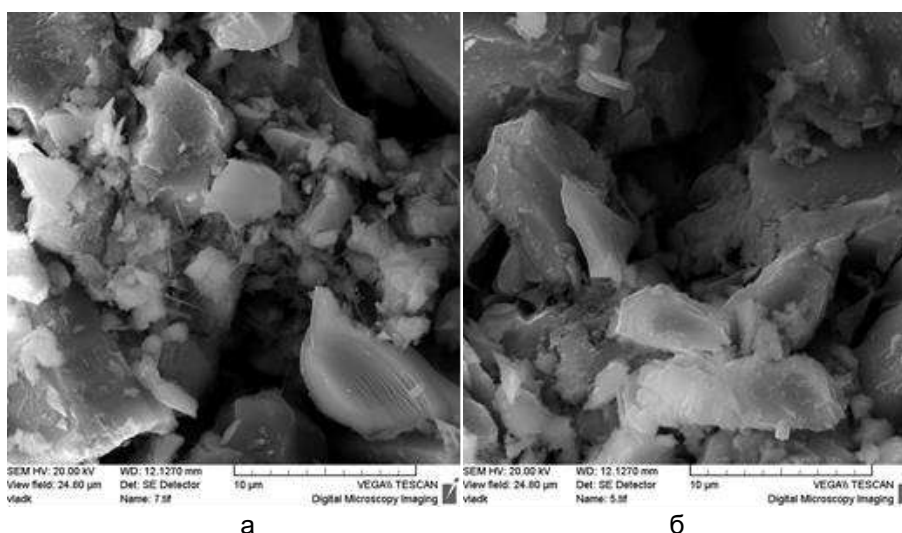
Увеличение объемного содержания в фенолформальдегидной смоле оксидного стекла до 20% приводит к формированию в процессе спекания при 625–675 К связующего, представляющего собой агломераты из частиц смолы и стекла (рис.2,б). Формирование композиционного материала при спекании обеспечивается смачиванием расплавом связующего поверхности частиц карбида бора.

Структура композиционных материалов карбид бора–оксид-полимерное связующее с концентрацией фенолформальдегидной смолы 15–20 об. %, полученных спеканием шихты при 625–675 К, представляет собой каркас из частиц карбида бора, объединенных прослойками оксид-полимерного связующего (рис.3). Присутствие индивидуальных частиц фенолформальдегидной смолы в композиционном материале не отмечается. Это свидетельствует о том, что в процессе спекания шихты частицы фенолформальдегидной смолы взаимодействуют с прекурсором стекла и образуют композиции, представляющие собой частицы фенолформальдегидной смолы, пропитанные стеклом.

Отжиг композиционного материала карбид бора (80 об. %)–оксид-полимерное связующее (концентрация стекла в связующем 20 об. %) при 675 К сопровождается повышением твердости и после 3 ч отжига твердость композиционного материала составляет 94 HRB, что позволяет использовать связующее при изготовлении алмазoабразивного инструмента.



Концентрация стекла в оксид-полимерном связующем, об. %: а – 10; б – 20.
Рисунок 2 – Микроструктура композиционных материалов карбид бора (80 об. %)–оксид-полимерное связующее. Температура спекания 675 К, длительность спекания 0,5 ч



Концентрация фенолформальдегидной смолы в связующем, об. %: а – 10; б – 20.
Рисунок 3 – Микроструктура композиционных материалов карбид бора (80 об. %)–оксид-полимерное связующее. Температура спекания 675 К, длительность спекания 0,5 ч

Таким образом, микроструктура композиционных материалов карбид бора–оксид-полимерное связующее, полученных спеканием шихты при 625-675 К, представляет собой каркас из частиц карбида бора, объединенных прослойками связующего.

Структура связующего, в свою очередь, зависит от концентрации компонентов. В области концентраций одного из компонентов 5–10 об. % связующее имеет гетерогенную структуру. При концентрации одного из компонентов более 10 об. % в процессе спекания композиционных материалов при 625-675 К формируется оксид-полимерное связующее с гомогенной структурой, что обусловлено взаимодействием между исходными компонентами связующего.

Повышение твердости композиционных материалов при высокотемпературном отжиге (675 К) обусловлено полимеризацией фенолформальдегидной смолы и повышением прочности прослоек полимера.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССЫ ТОПЛИВА В РЕЗЕРВУАРЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЕМКОСТНОГО МЕТОДА

Царенко Ю.В., Бобров В.П., Джежора А.А.

ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: labpt@vitebsk.by

Важной задачей является измерение количества и качества моторного топлива. В настоящее время в автомобильной промышленности нашли применение емкостные датчики уровня топлива, конструктивно реализованные в виде коаксиальных труб, расположенных вертикально по всей высоте бака. Для свободного поступления топлива и воздуха в верхней и нижней частях датчика предусмотрены отверстия.

Существенным преимуществом емкостных датчиков уровня по сравнению с другими является отсутствие в датчике подвижных частей, высокая точность измерений, низкая стоимость. Для контроля уровня топлива в настоящее время используют однопараметровые датчики различных конструкций [1-4].

Работа датчика основана на линейной зависимости емкости коаксиального конденсатора от высоты уровня жидкого дизельного топлива. Емкость конденсатора определяется диэлектрической проницаемостью топлива, диэлектрической проницаемостью паров над уровнем топлива, высотой уровня топлива, геометрическими параметрами самого конденсатора. В связи с тем, что диэлектрическая проницаемость топлива зависит от сортности топлива, его температуры, наличия присадок, сторонних добавок, абсорбированной влаги, то погрешность измерения уровня топлива посредством коаксиального цилиндрического конденсатора может достигать до нескольких процентов.

Для решения ряда задач по учету топлива, например, в емкостях тепловозов, необходимо определение массы нефтепродукта, для чего необходимо определить значение средней плотности нефтепродукта в резервуаре.

Для решения этой задачи с помощью емкостного метода может быть использовано известное [5, 6] соотношение Клаузиуса-Моссотти между плотностью и диэлектрической проницаемостью, которое справедливо для неполярных диэлектрических веществ, к которым относятся нефтепродукты

$$\frac{\varepsilon - \mu}{\varepsilon + 2\rho} = \frac{4\pi\alpha N_a}{3}$$

где ε – диэлектрическая проницаемость вещества; μ – молекулярная масса вещества, ρ – плотность вещества, α – молекулярная поляризуемость вещества; N_a – число Авогадро. Принимая во внимание, что

$$\frac{4\pi\alpha N_a}{3\mu} = A$$

уравнение измерений плотности принимает вид:

$$\rho = \frac{\varepsilon - 1}{A\varepsilon + 2}$$

Под поляризуемостью вещества здесь понимается коэффициент α , связывающий напряжённость постоянного электрического поля \vec{E} , действующего на вещество, с дипольным моментом \vec{p} , образующимся под действием этого поля

$$\vec{p} = \alpha \vec{E}$$

Если поле во времени изменяется не быстро, то его действие способно вызывать смещения части, как с малой массой – электронов, так и с большой – ионов и атомов. Следовательно, в данном случае, поляризуемость включает в себя электронную, ионную и атомную поляризуемости.

Формулу записывают также в виде:

$$\frac{\varepsilon - 1}{\varepsilon + 2} \times \frac{M}{\rho} = \frac{4\pi N_a \alpha}{3}$$

где M – молекулярная масса вещества, ρ – его плотность.

Массу нефтепродукта в резервуаре можно определить

$$m = V\rho,$$

где V – объем резервуара, ρ – плотности жидкости.

При заполнении емкостного датчика по высоте контролируемой средой происходит увеличение емкости относительно электрической емкости датчика в пустом резервуаре

$$C = C_L h \Delta\varepsilon,$$

где C_L – погонная (на единицу длины) электрическая емкость датчика, $\Delta\varepsilon$ – приращение диэлектрической проницаемости.

Две последние формулы математически идентичны, только используются разные переменные, в первой формуле плотности жидкости, а в последующей формуле – приращение диэлектрической проницаемости топлива. Плотность ρ пропорциональна приращению диэлектрической проницаемости $\Delta\varepsilon$, следовательно, приращение емкости датчика пропорционально общей массе топлива.

Как показано ниже, зависимости плотности и диэлектрической проницаемости от температуры носят несколько различный характер. Так, функции зависимости плотности $\rho(t)$ дизельного топлива от температуры t имеют следующий вид: 1) дизельное топливо зимнее – $\rho(t) = -0,00069t + 0,83200$, 2) дизельное топливо летнее – $\rho(t) = -0,00068t + 0,84058$.

Из графика видно, что зависимость емкости датчика от температуры дизельного топлива в интервале 10–50°C носит линейный характер (рис.1). С ростом температуры топлива емкость полностью заполненного датчика падает.

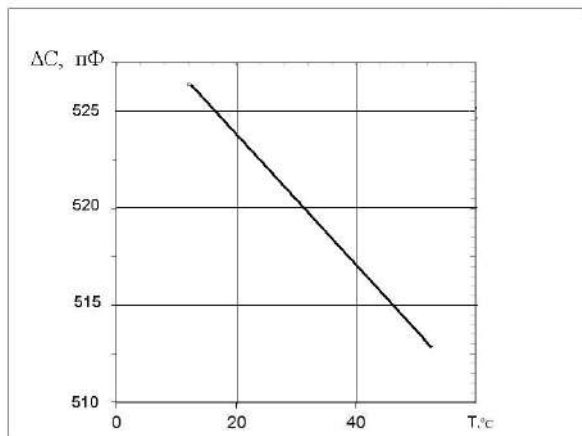


Рисунок 1 – Зависимость емкости датчика от температуры дизельного топлива

С ростом температуры изменяется не только диэлектрическая проницаемость топлива, но и плотность топлива. Коэффициент линейного расширения дизельного топлива β зависит от многих факторов. Если бы приращения диэлектрических проницаемостей жидкости было строго пропорционально их плотностям, то приращение емкости датчика было бы пропорционально общей массе продукта в резервуаре при неизвестных значениях уровня, плотности жидкости и плотности пара.

Практически физические принципы работы средств измерения и фактические характеристики не всегда точно совпадают. Для получения высокой точности измерения необходимо компенсировать влияние различных факторов на точность измерений.

Из уравнения Клаузиуса-Моссоти можем записать выражение для ρ в зависимости от ε

$$\rho = \frac{3\Delta\varepsilon M}{(\Delta\varepsilon + 3)4\pi N_a \alpha}$$

где $\Delta\varepsilon = \varepsilon - 1$ – приращение диэлектрической проницаемости.

Зависимость плотности от приращения диэлектрической проницаемости нелинейная вследствие наличия в знаменателе выражения $(\Delta\varepsilon + 3)$.

Для компенсации погрешности от этой нелинейности вводится температурная коррекция при вычислении плотности.

Масса M нефтепродукта в резервуаре рассчитывается по формуле:

$$M = \frac{S_{cp} \Delta C \rho_0 (1 + \beta t)}{C_1 (\varepsilon - 1)}$$

где S_{cp} – средняя площадь сечения резервуара; ΔC – приращение емкости датчика; ρ_0 , ε_0 – плотность и диэлектрическая проницаемость нефтепродукта при температуре 0°C ; t – температура продукта; β – коэффициент температурной коррекции плотности нефтепродукта; C_1 – погонная емкость датчика.

Предлагаемый метод определения массы нефтепродукта в резервуаре прост в реализации, поскольку в данном случае не требуется определение средней плотности нефтепродукта.

Список литературы:

1. Атаянц Б.А., Пещенко А.Н., Северин И.Д. Контроль уровня сжиженных углеводородных газов с помощью емкостных приборов// Газовая промышленность. - 1997.-№ 6.- С.25-28.
2. Джежора, А. А. Емкостные преобразователи и методы их расчета / А. А. Джежора. – Минск: РУП «Издат. дом «Белорусская наука», 2008. – 305 с.
3. Скворцов, Б.В. Импульсные методы измерений количества и качества жидких углеводородных топлив / Б.В. Скворцов, С.А. Борминский. – Самара: СНЦ РАН, 2010. – 220 с.
4. Скворцов, Б.В. Приборы и системы контроля качества нефтепродуктов / Б.В. Скворцов, Н.Е. Конюхов, В.Н. Астапов. - М.: Энергоатомиздат, 2000. – 226 с.
5. Викторов В.А., Лункин Б.В., Совлуков А.С. Высокочастотный метод измерения неэлектрических величин. М. Наука, 1978. -280 с.
6. Luo C.C., Miller R.C. Densities and dielectric constants for some LPG components and mixtures at cryogenic and standard temperatures. Cryogenics.-1981. -Vol. 21. Feb. - P. 85-93.

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ЭНЕРГОНАСЫЩЕННЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ ИХ ИСПЫТАНИЙ И ПРОИЗВОДСТВА В ГОРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

¹Ефремовцев Н.Н., ²Жаворонко С.Н., ³Ефремовцев П.Н.

¹Институт проблем комплексного освоения недр

²ООО «ПСУ Гидроспецстрой»

³АО Нитросибирь

Актуальность исследований

Качество получаемых гранулированных взрывчатых веществ в значительной степени зависит от применяемой технологии и способов приготовления взрывчатых смесей. И поэтому, в патентной литературе технические решения по составу ВВ, как правило, рассматриваются совместно с технологией их производства [1-3]. Вопросы актуальности совершенствования составов промышленных взрывчатых веществ и анализ традиционных способы их производства подробно рассмотрены в статье [4]. Физическая сущность воздействия физических полей при акустической и магнитоимпульсной обработки на аммиачную селитру рассмотрена в работе [5]. Актуальной задачей исследований в области производства промышленных взрывчатых веществ является получение высокоэффективных, более безопасных в применении промышленных взрывчатых составов, обладающих более высокой полнотой химических превращений в зарядах среднего и малого диаметра, не требующих мощных промежуточных детонаторов, состав и способы изготовления которых позволяют оперативно регулировать объёмную концентрацию энергии и скорость её выделения, использование которых возможно как в сухих осушенных скважинах, так и в обводнённых скважинах. Для безопасной отработки глубоких горизонтов подземным способом, где наблюдается выделение метана, необходимы взрывчатые вещества нового поколения, в состав которых входят водно-углеводородные «поризующие» эмульсии. Перспективным направлением исследований является совершенствование технологии поризации аммиачной селитры. На заводах по производству аммиачной селитры поризация осуществляется за счет добавок в АС поверхностно-активных веществ. Однако пористая селитра, изготовленная на заводах существенно дороже гладкой аммиачной селитры. На рисунке 1 показано строение гранулы аммиачной селитры после обработки эмульсией при производстве Гранулита «ЕФ-П» по технологии, защищенной патентом [6].

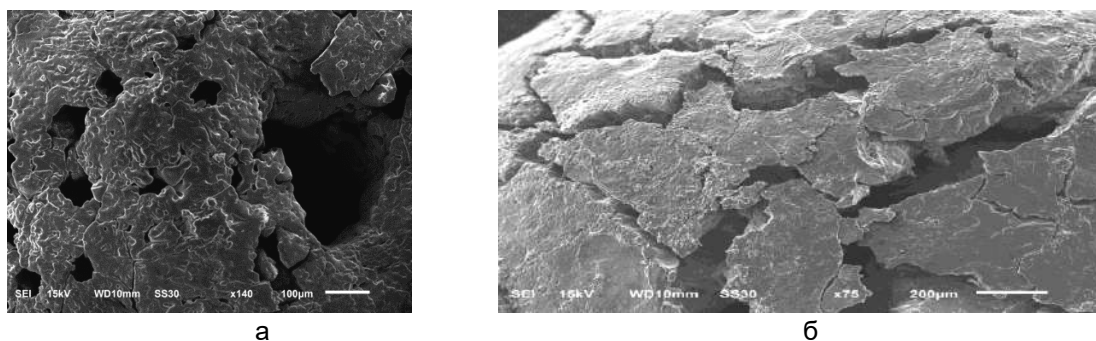


Рисунок 1 – Поверхность селитры, полученной по технологии производства Гранулита «ЕФ-П», защищенной патентом

Методические аспекты проведения экспериментальных работ

Разработаны конструкции испытательных стендов многоразового использования, обеспечивающие безопасное проведение полигонных испытаний и проведение исследований воздействие энергии взрыва в воздушной среде, и водной среде, под давлением, имитирующем горное давление на большой глубине. Испытательные стенды обеспечивают безопасность ведения экспериментальных взрывных работ, локализацию фрагментов взорванной модели, отбор продуктов детонации для оценки экологических последствий. С применением сейсмографа (Blastmateseismograph) фирмы «Instantel» проводились замеры сейсмического действия взрыва в ближней зоне взрыва зарядов испытуемых взрывчатых смесей различного диаметра,

показателей ударной воздушной волны. С применением комплексной методики полигонных испытаний в ИПКОН РАН разработаны составы новых взрывчатых смесей с использованием жидких и твердых продуктов переработки отходов горного производства, содержащих углеводороды. Разработаны и испытаны модификации состава гранулированного взрывчатого вещества (Гранулита «ЕФ-П») на основе поризующих эмульсий с критическим диаметром детонации 26 мм. Новые энергонасыщенные материалы рекомендованы в частности для разработки месторождений руд редких и редкоземельных металлов.

Для проведения физических экспериментов по оценке влияния энергии взрыва на образцы пород и ценное кристаллосырье разработаны различные конструкции композиционных имитационных моделей, обеспечивающих повторяемость условий проведения экспериментов, моделирование зон действия взрыва, дефектов, анизотропию свойств фрагментов массива горных пород. Разработанная методика обеспечивает многократное повышение производительности труда при проведении испытаний взрывчатых веществ и научных исследований. На рисунке 2 показана конструкция композиционной имитационной модели.

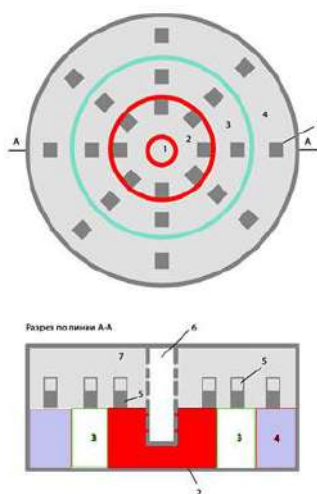


Рисунок 2 – Схема имитационной модели. 1, 6 – полость для размещения заряда ВВ; 2, 3, 4 – зоны действия взрыва; 5 – образцы исследуемых пород, расположенные на различном расстоянии от заряда в различных зонах действия взрыва

В процессе проведения экспериментов изучено воздействие взрыва на десятки образцов пород с различной прочностью и зернистостью.

Методы оптической микроскопии, фотопланометрии и наноиндентирования является составной частью комплексного системного многоуровневого анализа изменения свойств пород и ценного кристаллосырья в результате воздействия энергии взрыва. Методика исследования образцов пород и ценного кристаллосырья с различной прочностью и вязкостью предусматривает: определение нанотвердости, модуля Юнга, вязкости разрушения прочностные свойства образцов горных пород в зависимости от величины приложенной силы, глубины отпечатка и предварительной деформации образца; распределение локальных прочностных свойств исследуемых образцов в зависимости от расстояния до трещины разрушения; определение вязкости разрушения (K_{IC}) образцов горных пород до и после воздействия энергии взрыва; влияния масштабного фактора, изучение влияния предварительной ударной деформации на их трещиностойкость. Исследования с использованием нанотрибоиндентометра TI-950 Triboindenter (Hysitron Inc., США) в диапазоне глубин от 25 до 100 нм и диапазоне нагрузок от 100 мкН до 10 мН проводятся в научно-образовательном центре «Нанотехнологии и наноматериалы» Тамбовского государственного университета имени Г.Р. Державина.

В результате проведенных исследований установлен характер зависимостей среднего куска, индекса дробимости от диаметра заряда, расстояния до заряда, прочности образцов пород на одноосное сжатие, скорости детонации, скорость выделение энергии. Зависимости индекса дробимости от расстояния до заряда и

прочности разрушаемых взрывом образцов пород экспоненциально убывающие [7]. Характер зависимости выхода фракций от исследованных влияющих факторов существенно отличается для различных зон действия взрыва и имеет существенные отличия для зарядов близких к критическому диаметру и больших критического диаметра

Обработка результатов экспериментов, проведенных в производственных условиях при взрывании массивов пород, имеющих различную прочность показали, что при использовании нового промышленного взрывчатого вещества Гранулита «ЕФ-П», имеющего скорость выделения энергии $9,8 \times 10^6$ КДж/сек, вместо штатного ВВ гранулита-игданита на пористой селитре и дизельном топливе (показатель кинетики выделения энергии составляет $6,8 \times 10^6$ КДж/сек) расстояние между крайними скважинами и линией отрыва увеличилась в среднем на 1,8 м. При этом, что особенно важно, не зафиксировано повышение показателей ударной воздушной волны и сейсмического действия взрыва. Анализ результатов экспериментальных работ в производственных условиях свидетельствует о том, что прирост параметров зоны контролируемого эффективного дробления прямо пропорционален скорости выделения энергии взрыва и обратно пропорционален прочности разрушаемых взрывом пород. На основании полученных новых закономерностей и комплекса аналитических зависимостей разработаны новые методики расчета параметров буровзрывных работ, размеров зон опасного действия взрывов, учитывающие влияние фактора скорости выделения энергии.

Проведенные исследования позволили провести систематизацию взрываемых сред по степени устойчивости к воздействию взрыва и средств их разрушения по критерию скорости выделения энергии /8/.

«Зеленый» эффект конкурентные преимущества новой технологии и составов взрывчатых веществ для горной промышленности и строительства достигается за счет повышения полноты взрывчатых превращений и заключается в следующем:

- снижению при взрыве выбросов пыли и окислов азота, а также ареала распространения пыленгазового облака;
- снижению содержания токсичных веществ в сточных водах водоносных горизонтах вблизи горных предприятий и отвалов пустых пород;
- утилизации отработанных масел, твердых и жидких продуктов переработки отходов промышленного производства.

Выбор рациональных, оптимальных значений в пределах технологических ограничений производится на основе разработанной методики многофакторной интегральной технико-экономической оценки и анализа эффективности и качества ведения взрывных работ на конкретном предприятии. В частности, учитывается влияние выбора способа разрушения горных пород, выбранного взрывчатого вещества, параметров буровзрывных работ на показатели полноты комплексного вовлечения в промышленное использование, потерь и разубоживания минерального сырья разрабатываемого месторождения на конечные технико-экономические показатели разработки месторождения.

Исследования выполнены при финансовой поддержке Программы Президиума РАН 1.4П

Список литературы:

1. Л.И. Барон, Б.Д. Росси, С.П. Левчик. Дробящая способность взрывчатых веществ для горных работ. Москва. 1960г.
2. Викторов С.Д., Казаков Н.Н., Закалинский В.А Анализ методов управления процессом разрушения горных пород взрывом. Горный журнал №7. 1995г. 46-47с.
3. Трубецкой К.Н., Викторов С.Д., Кутузов Б.Н. Проблемы развития взрывного дела на земной поверхности // Взрывное дело. Выпуск №101/58. –М.2009. С . 3-23.
4. Н. Н. Ефремовцев, А.Н. Ефремовцев К вопросу совершенствования способов изготовления и составов простейших промышленных взрывчатых веществ. Сборник докладов первой конференции Евроазиатского союза инженеров-взрывников (ЕАСИБ), прошедшей в период 08.09.2016–13.09.2016 в с. Сары-Ой (Киргизская Республика) и в г. Алматы Стр. 53–63. ISBN 978-5-904374-50-1

5. Ефремовцев Н.Н. К вопросу применения акустической обработки в производстве энергонасыщенных материалов для горной промышленности. Международная научная конференция «Техническая акустика: разработка, проблемы, перспективы». 26-29 сентября 2016 года. Витебск, Беларусь: материалы конференции / УО «ВГТУ»- Витебск , 2016- с.206-208/ ISBN 978-985-481-441-4

6. Ефремовцев Н.Н., Квитко С.В. Составы взрывчатых смесей и способы их изготовления. Патент РФ № 2595709

7. Ефремовцев Н.Н. Методические вопросы и результаты исследований дробящего действия взрыва. Деформирование и разрушение материалов с дефектами и динамические явления в горных породах и выработках. Материалы XXVI Международной научной школы.- Симфинополь: Крымский федеральный университет, 2016. Стр. 84-90.

8. Ефремовцев Н.Н. Вопросы совершенствования способов и средств управления действием взрыва на основе научных классификаций. Сборник трудов 2-й международной научной школы академика К.Н. Трубецкого. Проблемы и перспективы комплексного освоения и сохранения земных недр. Москва.2016 Стр.137-141.

МАТЕРИАЛЫ И ПЛЕНОЧНЫЕ СТРУКТУРЫ ДЛЯ МАГНИТОЭЛЕКТРОННЫХ УСТРОЙСТВ

Кецко В.А., Смирнова М.Н., Копьева М.А., Береснев Э.Н.

Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН,
г. Москва, Россия, E-mail: ketsko@igic.ras.ru

В докладе обсуждаются проблемы создания материалов и пленочных гетероструктур на основе ферритов для формирования методами микроэлектроники приборных структур спинтроники, при функционировании которых в составе электронных устройств для приема, хранения и передачи информации будет использован не только заряд, но и спин электрона [1,2]. Использование спина электрона позволит в будущем создавать приборные пленочные устройства с функциональными характеристиками, недоступными современной микроэлектронике.

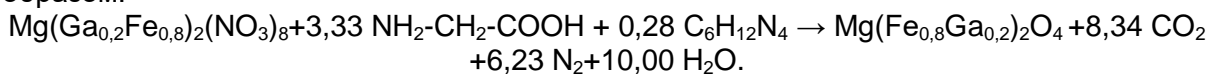
Известно, что пленки ферритов микроэлектронного качества на полупроводниковых подложках до сих пор не созданы. Это обусловлено тем, что кристаллизация ферритов происходит, как правило, при 900-950⁰С. При этом на межфазной границе протекают процессы диффузии и реакции взаимодействия между компонентами, приводящие к образованию слоев измененного состава и, как следствие, потере структурами функциональных свойств.

В докладе на примере магнитных полупроводников состава MgFe_{1.6}Ga_{0.4}O₄ (T_c=450 К) рассмотрены новые подходы к созданию не эпитаксиальными методами поликристаллических пленок ферритов микроэлектронного качества на коммерческих подложках Si и GaN с функциональными характеристиками, сопоставимыми с объемными аналогами, которые будут характеризоваться отсутствием упругих напряжений.

Представлены новые подходы к синтезу материалов такого рода, основанные на реакции горения гелей, которые позволяют использовать их в качестве мишеней при создании пленочных структур [3].

Для синтеза MgFe_{1.6}Ga_{0.4}O₄ использованы водный раствор нитратов магния, железа(III) и галлия в мольном соотношении 1:1,6:0,4, полученный путем растворения карбонильного железа («ос.ч»), металлических магния («х.ч.») и галлия («х.ч.») в разбавленной (1:3) азотной кислоте. Затем в раствор добавляли смесь уротропина (C₆H₁₂N₄ «ч.д.а») и глицина (H₂N-CH₂-C(O)OH «ч.д.а») в мольном соотношении 1:12. Далее реакционную смесь упаривали при постоянном перемешивании до состояния геля. При повышении температуры до ~ 140-150⁰С начиналась интенсивная реакция горения.

Уравнение, описывающее данный синтез, можно представить следующим образом:



Как следует из результатов термического анализа (ТГ/ДСК) (рис.1), при нагревании геля происходит многоступенчатое уменьшение массы. В интервалах температур 25-110 и 110-163⁰С наблюдается две ступени потери массы ~24 и 19% соответственно. Вероятно, это связано с выделением газов и испарением воды. При дальнейшем нагревании (в узком диапазоне 163-168 °С) на рисунке 1 (кривая ДСК) фиксируется значительный экзотермический эффект с уменьшением массы на 36% (кривая ТГ). Это связано с протеканием процесса горения, результатом которого является образование порошка. Последующий нагрев в диапазоне 168-600⁰С сопровождается незначительной потерей массы (на ~ 0,3%), которую можно отнести их к окислению остаточного углерода.

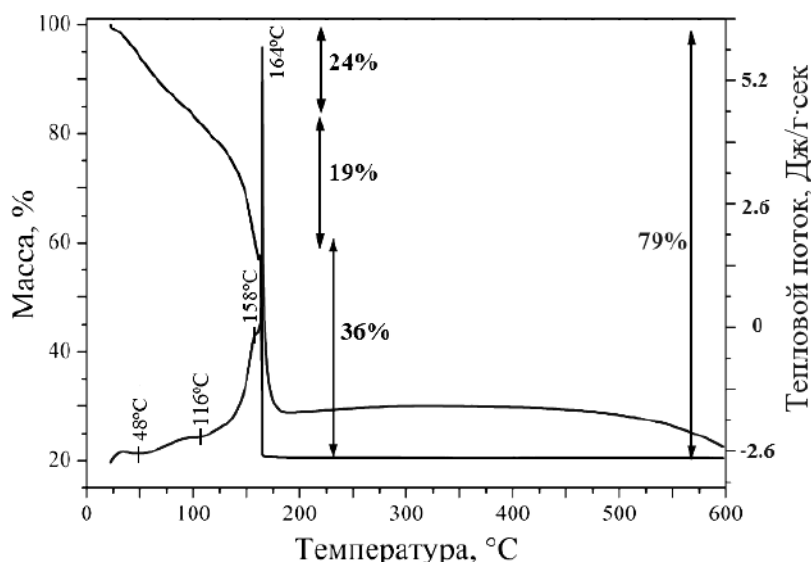


Рисунок 1 – ТГ–ДСК геля, приготовленного методом сжигания с использованием смеси восстановителей глицин:уротропин

Исходя из данных термического анализа, была рассчитана истинная температура этого процесса, которая составила 1036°C . В литературе обычно приводится температура адиабатического горения гелей, которая значительно превышает истинную. Так, рассчитанная нами температура адиабатического горения гелей составила $\sim 3200^{\circ}\text{C}$. Как можно видеть, такой подход дает завышенные результаты относительно реальной температуры горения. Это связано с тем, что обычно горение рассматривается как изолированный процесс, при котором не происходит обмена теплотой и веществом

Для выбора оптимального барьерного слоя с целью изготовления гетероструктур $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4/\text{Si}$ со стабильными межфазными границами проанализированы возможные взаимодействия $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4$ с SiO_2 и TiO_2 , которые могут протекать в процессе кристаллизации пленок на подложках Si. При этом использованы два подхода:

- термодинамический анализ взаимодействий и рентгенофазовый анализ смесей $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4$ с SiO_2 и TiO_2 после их совместного отжига.

Согласно изменению величин свободной энергии Гиббса (ΔG°_T) в интервале $298 \div 1000$ K, термодинамическая вероятность протекания реакции с TiO_2 выше, чем реакции с SiO_2 . Результаты термодинамических расчетов были сопоставлены с экспериментальными данными. Для этого эквимольные смеси $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4$ с SiO_2 и TiO_2 перетирались и отжигались при 900°C .

В смеси $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4$ с TiO_2 зафиксированы рефлексы MgTiO_3 , что подтверждает данные термодинамического анализа. Напротив, взаимодействий между компонентами смеси $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4$ с SiO_2 не происходит.

Таким образом, SiO_2 обладает меньшей реакционной способностью с материалом пленки по сравнению с TiO_2 . Однако более достоверную информацию можно получить, используя анализ гетероструктур с помощью метода электронной микроскопии.

Из мишени, скомпактированной из гомогенного, нанокристаллического порошка, полученного с использованием смеси: глицин + уротропин, методом ионно-лучевого напыления получены пленки $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4$ на подложках Si.

На рисунке 2 представлены РЭМ-изображения поперечных срезов гетероструктур $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4/\text{Si}$ с барьерными слоями SiO_2 и TiO_2 после термической обработки при 900°C . Данная температура позволяет закристаллизовать пленку, но приводит к нарушению сплошности барьерных слоев, то есть межфазные границы содержат отдельные участки поверхности, не подверженные деградации, а также участки, на которых отчетливо видны нарушения. При этом количество разрушений слоя SiO_2 меньше по сравнению с TiO_2 .

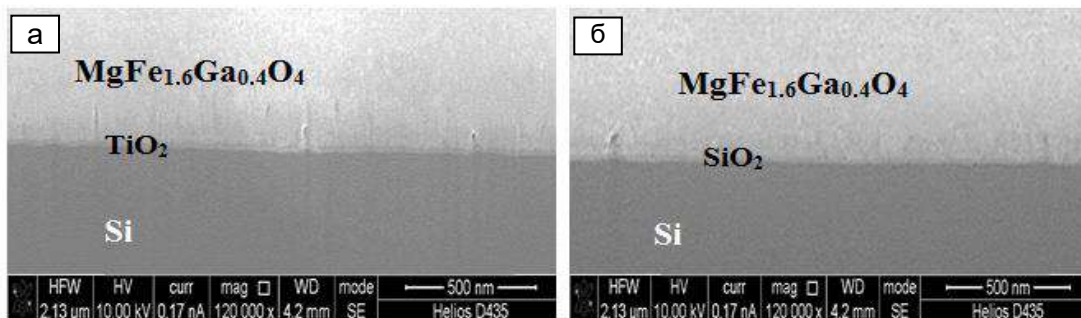


Рисунок 2 – РЭМ-изображения поперечных срезов гетероструктур $\text{MgFe}_{1.6}\text{Ga}_{0.4}\text{O}_4/\text{Si}$ с барьерными слоями SiO_2 и TiO_2 (10 нм)

Исходя из полученных данных, предложен метод создания пленочных структур на основе ферритов микроэлектронного качества.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке проектов РФФИ №№16-08-00933 и 16-29-05204.

Список литературы:

1. Г.Д. Нипан, А.И. Стогний, В.А. Кецо Оксидные ферромагнитные полупроводники: покрытия и пленки // Успехи химии. – 2012. - Том 81, № 5. - с. 458–475.
2. Alexander Stognij, Leonid Lutsev, Nikolay Novitskii, Alexey Besimalov, Olga Golikova, Valeriy Ketsko, Ryszard Gieniusz and Andrzej Maziewski Synthesis, magnetic properties and spin-wave propagation in thin $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ films sputtered on GaN-based substrates J. Phys. D: Appl. Phys. 48 (2015) 485002 (8pp).

СИНТЕЗ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА, АКТИВИРОВАННОГО ИОНАМИ ЦЕРИЯ В ДВУХСТАДИЙНОМ ПРОЦЕССЕ, С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДЛЯ ГОРЕНИЯ СМЕСИ ТИОКАРБАМИДА И ГМТА

Давыдова О.В., Дробышевская Н.Е., Подденежный Е.Н.

*УО «Гомельский государственный технический университет им. П.О.Сухого»,
г. Гомель, Беларусь, E-mail: olga_davidova-uretskaya@mail.ru*

Введение в состав решетки ионов серы для формирования серо-содержащего иттрий-алюминиевого граната с целью изучения влияния комплексного серосодержащего состава горючего на структурные и спектрально-люминесцентные характеристики, потребовал изменения состава исходной горючей смеси, для которой в качестве горючего была использована смесь тиокарбамида и ГМТА, как обладающая большей теплотворной способностью.

Установлено, что структура, морфология частиц и интенсивность люминесценции полученных порошков иттрий-алюминиевого граната, активированного ионами церия в двухстадийном процессе в значительной степени зависит от комплексного горючего и последующей термической обработки. Данные по удельной поверхности порошкообразных образцов после размола и прокаливания в интервале 200–1100 °С, а также условный диаметр частиц, рассчитанный из данных по удельной поверхности [1], приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Удельная поверхность порошков и условный диаметр частиц в зависимости от температуры прокаливания образцов в двухстадийном процессе при использовании комплексного горючего «тиокарбамид-ГМТА»

T, °С	S _{уд.} , м ² /г	d, нм
700	2,1	631,4
900	1,6	828,7
1100	10,0	132,6
1200	7,1	186,8

Условный диаметр агрегатов, формируемых при горении в смеси тиокарбамида и ГМТА находится в области нано- и микроразмеров (от 130 нм до 0,6 мкм в зависимости от температуры прокаливания). При термообработке с поверхности агрегатов удаляются адсорбированные газы и гидроксильные группы, и минимум размеров частиц находится в области температуры 1100 °С. При дальнейшем нагреве происходит интенсивное удаление газовых примесей с поверхности агрегатов и их рост (примерно до 0,2 мкм при 1200 °С).

Синтез легированного церием серосодержащего иттрий-алюминиевого граната с использованием азотнокислых солей иттрия и европия при их горении в комплексном горючем изучали также методами дериватографии. На кривых потери массы (ДТГ, ДТА) при горении азотнокислых солей в смеси тиокарбамида и ГМТА, имеется три ступени, границы которых можно определить в пределах 350 °С, 550 °С и 950 °С (рис.1). На первом участке в температурном интервале 20–120 °С происходит удаление свободной и сорбированной воды, далее – удаление азотнокислых остатков, что происходит примерно до 300 °С. Процесс горения с экзоэффектом проходит при 300–550 °С с выделением большого количества тепла и газовых примесей, после чего масса резко уменьшается, после 600 °С масса также продолжает уменьшаться до температуры приблизительно 900 °С. Формирование кристаллической фазы Y₃Al₅O₁₂ происходит, по-видимому, при 920 °С (экзотермический пик на кривой ДТА), а завершение структурных изменений в порошке отмечено при 920–930 °С (пик на кривой ДТГ).

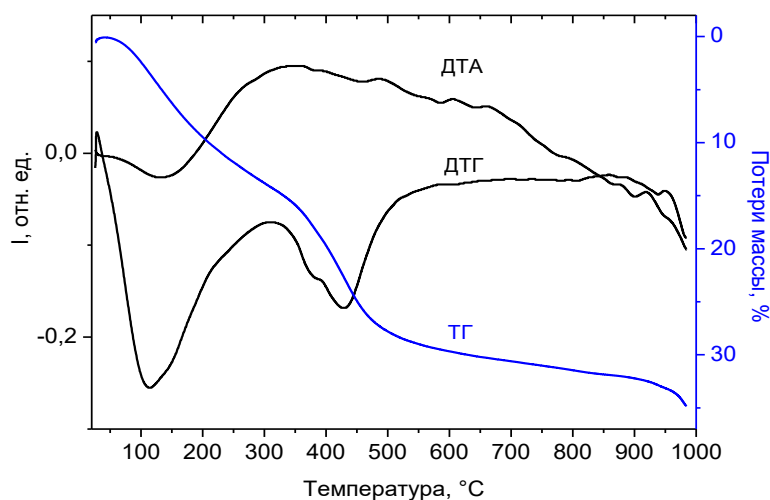


Рисунок 1 – Кривые ДТА и ДТГ порошков YAG:Ce, полученных методом горения в тиокарбамиде и ГМТА

Это же подтверждается и серией дифрактограмм, снятых после прокаливания образцов при 700, 900, 1100 и 1200°C (рис.2). Из их рассмотрения очевидно, что кристаллическая фаза только начинает формироваться при 900 °C, а при 1100 °C – уже соответствует кристаллической фазе граната, причем при прокаливании до 1200 °C структура практически не изменяется. Влияние легирования серой на структуре практически не сказывается, однако изменяется морфология и спектрально-люминесцентные характеристики.

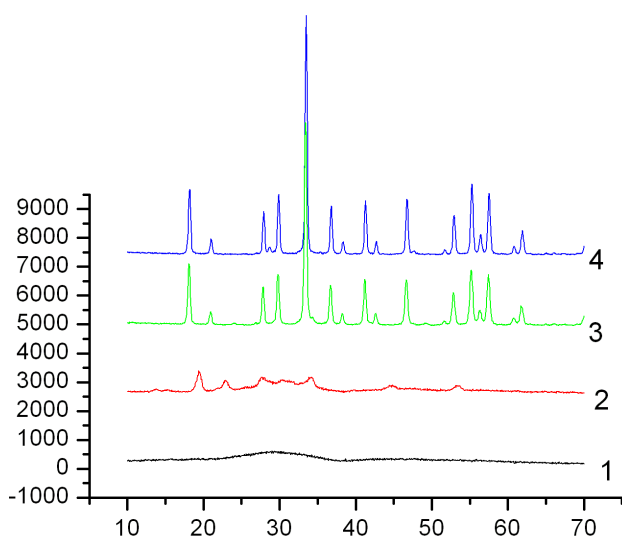


Рисунок 2 – Дифрактограммы прекурсора и порошка YAG:Ce, получаемого методом горения в тиокарбамиде и ГМТА и прокаленного на воздухе (1 час) при температурах 700 (1), 900 (2), 1100 (3) и 1200 °C(4)

С использованием методов сканирующей электронной микроскопии была изучена морфология порошков и определены средние размеры агломератов (рис.3). После прокаливания прекурсоров на воздухе при температуре 1100 °C формируются субмикронные люминесцирующие порошки YAG:Ce³⁺ в виде пористых объемных агломератов с острыми краями, с размерами от 30 до 300 нм, легко разрушаемые механическими способами (в ступке или в шаровой мельнице).

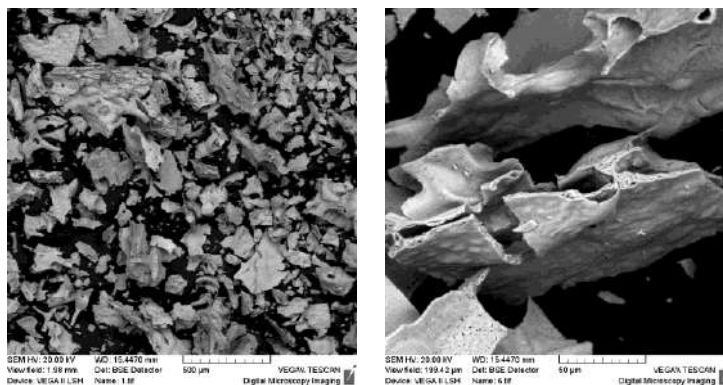


Рисунок 3 – СЭМ-изображение частиц YAG:Ce, полученных с использованием тиокарбамида и ГМТА в качестве горючего прокаленных при 1100 °С (1 час) при разном увеличении

Расчет суммарной концентрации НОН и ОН⁻ по ИК-спектрам (полоса на 3500–3800 см⁻¹), проведенный в соответствии с формулой [2], дает значения для различных температур прокаливания от 0,02 до 0,05 мас. %.

Порошки на основе YAG:Ce³⁺, синтезированные методом горения азотнокислых солей в тиомочевине и ГМТА при возбуждении синим светом (460 нм) люминесцируют в диапазоне 470–720 нм (рис.4).

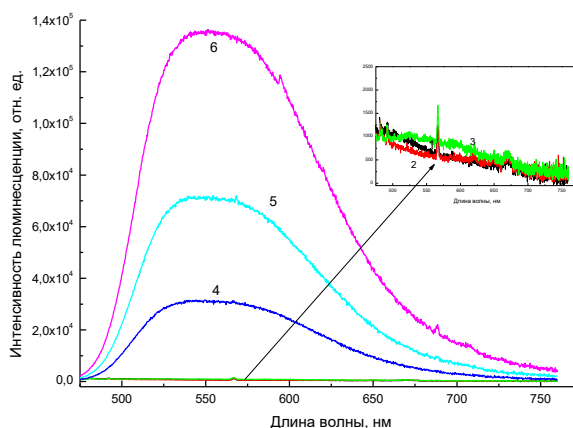


Рисунок 4 – Спектры люминесценции образцов иттрий-алюминиевого граната, легированного церием, полученные горением в тиомочевине и ГМТА и прокаленные при температурах 700 (1), 900(2), 1100(3) и 1200 °С (4) в воздушной среде, а также в среде инертного газа –аргона 1200 °С (1 час) (5)

До 900 °С порошки, формируемые горением солей в тиомочевине, практически не люминесцируют, а интенсивная люминесценция наблюдается только при нагреве порошков до 1200 °С, причем дополнительное прокаливание порошков в среде аргона приводит к росту интенсивности люминесценции в 1,5 раза, что можно объяснить дополнительным вкладом в люминесценцию ионов Ce³⁺, формирующихся в слабо-восстановительной среде.

Список литературы:

1. Грег, С. Адсорбция, удельная поверхность, пористость / С. Грег, К. Синг.–М.: Мир, 1970.– 407 с.
2. Бёккер, Ю. Спектроскопия / пер. с нем. Л. Н. Казанцевой; под ред. А. А. Пупышева, М. В. Поляковой. – М.: Техносфера, 2009. – 528 с.

**ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ, ДЕФОРМИРУЕМЫХ
ОБКАТКОЙ ШАРИКОМ**

¹Классен Н.В., ¹Кобелев Н.П., ^{1,2}Мышляев М.М., ³Клубович В.В.,
³Кулак М.М., ⁴Хина Б.Б.

¹ИФТТ РАН, г. Черноголовка, Россия

²ИМЕТ РАН, г. Москва, Россия

³ИТА НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь

⁴Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Россия

Исследования последних десятилетий показали, что интенсивная пластическая деформация металлов при определенных условиях (в том числе и шариковая обкатка) образует в них нанокристаллическую структуру, причем пространственное распределение дислокаций и других структурных неоднородностей во многих случаях характеризуется высокой степенью периодичности. Такая периодичность объясняется двумя факторами: статическим – рекристаллизационной перестройкой системы дислокаций, введенных при деформировании, с образованием малоугловых границ, и динамическим – самоорганизацией движущихся дислокаций в периодические наноструктуры для выполнения одного из основных принципов неравновесной термодинамики – минимизации производства энтропии. Просвечивающая электронная микроскопия металлов после деформации такого рода показывает хорошую периодичность модуляции плотности дислокаций, происходящей в микроскопическом и мезоскопическом масштабе, и наноскопическое распределение отдельных дислокаций в границах и сетках, также обладающее хорошей периодичностью. Такого рода периодические наноструктуры из отдельных дислокаций можно отнести к новым экспериментальным объектам, перспективным как с точки зрения поиска новых физических явлений, так и для широкого круга практических применений. Например, наноразмерные сетки дислокаций имеют резонансные частоты в области от гигагерц до терагерц, создавая новую ситуацию для поведения акустических фононов [1]. При движении такая сетка будет излучать фононы определенного набора частот, которые создадут с резонансными колебаниями дислокаций связанные состояния подобно тому, как в полупроводниках и металлах создаются связанные состояния электронов и фотонов (поляритоны в полупроводниках и плазмоны в металлах). Эти объединенные состояния дислокаций с фононами должны своеобразно проявляться и в теплопроводности, и в комбинационном рассеянии света, и в электронно-колебательных взаимодействиях. В спектрах электронных состояний при значениях волновых векторов, совпадающих с векторами обратной решетки сетки дислокаций, должны появляться особенности, заметно влияющие на электронные и оптические свойства кристаллов [2].

К настоящему моменту уже известны несколько особенностей свойств металлов, подвергнутых шариковой обкатке, которые можно отнести на счет формирования периодических наноструктур в их приповерхностных слоях. Так, коэффициенты отражения света меди и алюминия после шариковой обкатки увеличиваются так, что соответствующая доля световой энергии, теряемая при отражении, снижается в полтора раза. Такое улучшение оптических свойств можно сопоставить с явлением гигантского комбинационного рассеяния, наблюдаемого на органических молекулах в том случае, когда они расположены на наношероховатой поверхности металла при определенном размере шероховатостей. Это усиление объясняется тем, что плазмоны, которые возбуждаются падающей световой волной в приповерхностном слое металла, взаимодействуют с неровностями поверхности резонансным образом, так что амплитуда электрического поля световой волны у поверхности возрастает многократно. Этим и объясняется существенное увеличение интенсивности комбинационного рассеяния света [3].

С другой стороны, поверхность металла после шариковой обкатки в оптимальном режиме является зеркально гладкой и описанные выше резонансы на неровностях формироваться не могут. Но приповерхностный слой имеет нанокристаллическую структуру, причем границы между нанокристаллитами сформированы периодически распределенными дислокациями. Такое периодическое распределение дислокаций и,

соответственно, решеточного потенциала способно индуцировать пространственную модуляцию электронных параметров кристалла. А пространственно промодулированная электронная подсистема может, в свою очередь, вступить в резонансное взаимодействие со световыми волнами, отчасти подобное взаимодействию с нанощероховатостями непосредственно на поверхности, усиливающее световое поле. С микронеоднородностями приповерхностного слоя свет завязывать резонансы не может из-за небольшой глубины проникновения. Но наноразмерные неоднородности будут прокачиваться светом на всю глубину, усиливая при определенных соотношениях между масштабами наноструктуры и длиной волны света коэффициент оптического отражения.

В образовании наноструктурированного приповерхностного слоя при шариковой обкатке меди и алюминия мы убедились с помощью сканирующей электронной микроскопии. На микрофотографии (рис.1,а) торцового края дорожки проката поверхности алюминия отчетливо видны наноразмерные зерна и намечено направление, в котором происходила обкатка. При меньшем увеличении (рис.1,б) нанозерна видны хуже, но зато отчетливо проявляется периодическая структура нанобороздок вдоль направления обкатки.

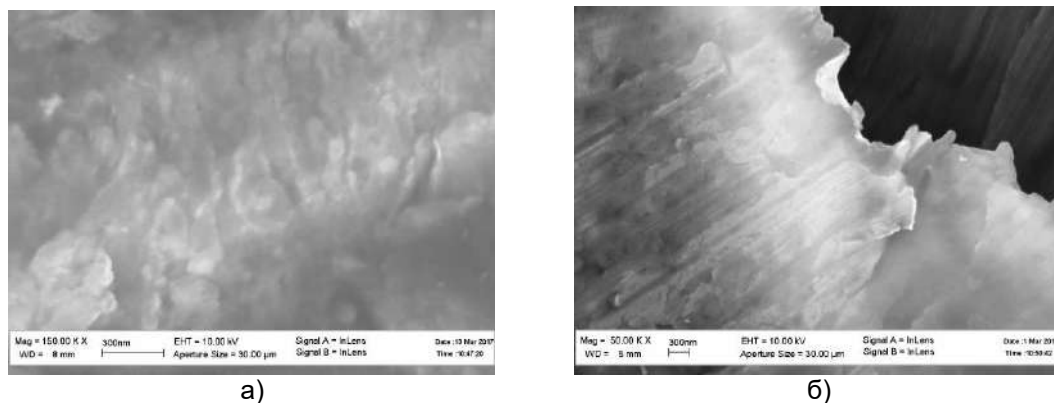


Рисунок 1 – Наноструктура торца дорожки прокатки с разными увеличениями

Образование нанозерен размерами порядка 30 нм и нанобороздок, параллельных направлению обкатки и образующих периодическую систему, позволяет сформулировать новую версию процесса деформационного массопереноса при шариковой обкатке. Такой способ интенсивного деформирования отличается от равноканального углового прессования и кручения с прессованием изначально большими градиентами деформации и напряжения как в радиальном, так и в тангенциальном направлении относительно обкатывающего шарика. Такая неоднородность способствует образованию сильно запутанной дислокационной системы, движение которой, необходимое для деформационного массопереноса, должно происходить с большими энергозатратами на внутреннее трение. Но такая ситуация не согласуется с одним из основных принципов неравновесной термодинамики – минимума производства энтропии, т.к. трение вызывает нагрев и, соответственно, увеличение энтропии. Для минимизации трения и снижения производства энтропии запутанная дислокационная система должна стать упорядоченной. Это упорядочение может произойти, например, за счет объединения дислокаций в подвижные периодические сетки и границы нанозерен с периодическим же распределением дислокаций. Наноскопические размеры зерен определяются величиной градиента деформации (больше градиент – меньше зерно). Тогда массоперенос может производиться перекаткой зерен и перемещением сетки как стабильного целого. При этом отдельные дислокации внутри сетки или внутри нанограницы будут излучать фононы, как и в неупорядоченной системе. Но в периодической системе дислокаций фононы, излученные одной дислокацией, будут резонансно поглощаться соседней, поэтому потерь энергии на трение не будет. Так что математически обоснованный школой Пригожина принцип минимума производства энтропии [4,5] приобретает в данном случае материальное значение. Деформируемая

система для минимизации производства энтропии будет путем флуктуаций подбирать оптимальные размеры и структуру и в конечном итоге стабилизируется на определенном наборе параметров регулярной структуры.

Стабилизированная в процессе динамического деформирования сверхструктура после остановки может видоизмениться, найдя положение метастабильного минимума энергии, но сохранит образованную деформированием регулярность. Таким образом сформируется «квазикристалл», стремящийся при относительно небольших внешних воздействиях вернуться в свое метастабильное состояние. Подобной метастабильностью наноструктур, созданных шариковой обкаткой, можно объяснить их усиленную химическую стойкость, т.к. любое изменение состояния системы, в том числе и химическое, будет выводить ее из метастабильного равновесия. В этом смысле нанограницы действуют противоположно границам между микрозернами в обычных поликристаллах. Такие границы имеют нерегулярную структуру, заведомо повышающую внутреннюю энергию. Поэтому и механические, и химические воздействия на эти границы не приводят к заметному повышению свободной энергии и поэтому межзеренные границы являются слабыми зонами поликристаллов. Наряду с повышением химической стойкости еще одним свидетельством повышения метастабильности приповерхностной наноструктуры является наблюдение кажущегося снижения упругих модулей. Это обусловлено тем, что при измерениях модулей по скорости звука акустические воздействия вызывают не только упругую деформацию решетки, но и деформацию дислокационных сеток. Эта деформация является квазипластической и поэтому проявляет снижение сопротивления. Но это снижение сопротивления, вызванное по существу пластическими процессами, воспринимается как упругое за счет снижения модуля, т.к. дислокации в силу стабильности своей сверхструктуры возвращаются к исходным положениям.

Таким образом, шариковая обкатка является эффективным, технологичным и экономичным способом создания регуляризованных наноструктур посредством интенсивного деформирования. В отличие от равноканального углового прессования и кручения с прессованием этот способ интенсивного деформирования не только не требует сложного оборудования, но и применим как к пластичным, так и к непластичным материалам типа полупроводников и диэлектриков, т.к. за счет присущих этому способу сильно локализованных деформаций можно избежать хрупкого разрушения, создавая при этом в приповерхностном слое интересные для исследований и практических применений наноструктуры.

Список литературы:

1. В.Л. Инденбом, В.И. Альшиц., УФН, т. 115, № 1, с.4, 1975
2. Р.Ф. Казаринов, Р.А. Сурис, ФТП, т.8, № 4, с. 707, 1971
3. И.Р. Набиев, Р.Г. Ефремов, Г.Д. Чуманов, УФН, т. 154, № 3, с. 459, 1988
4. И. Пригожин, Д. Кондепуди. «Современная термодинамика», М., «МИР», 2002,
5. Г.А. Малыгин, УФН, т. 169, № 9, с. 979, 1999

ФОРМИРОВАНИЕ УЛУЧШЕННЫХ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ КОМПОЗИТОВ С ПОМОЩЬЮ ЦЕНТРИФУГИ

Классен Н.В., Покидов А.П., Кедров В.В.
ИФТТ РАН, г. Черноголовка, Россия

Сцинтилляторы – вещества, обладающие способностью излучать свет при поглощении ионизирующего излучения (гамма-квантов, электронов, альфа-частиц и т. д.). Как правило, излучаемое количество фотонов для данного типа излучения приближённо пропорционально поглощённой энергии, что позволяет получать энергетические спектры излучения. Основные применения сцинтилляторов – ядерная энергетика, физика элементарных частиц, медицинская диагностика, дефектоскопия, радиационный мониторинг, астрофизическая гамма – спектроскопия, нейтронно-активационный анализ, каротаж скважин и др. В сцинтилляционном детекторе свет, излученный при сцинтилляции, собирается на фотоприёмнике (фотоэлектронный умножитель – ФЭУ, фотодиоды, ПЗС-матрицы и другие фотоприёмники), преобразуется в импульс тока, усиливается и записывается той или иной регистрирующей системой.

Наша команда разработала композитные сцинтилляторы из неорганических наночастиц и органических люминофоров. Они обладают уникальной комбинацией высокой поглощающей способности для ионизирующего излучения, наносекундного времени высвечивания сцинтилляции и высоким световыходом, сравнимым с эталонным CsI(Tl). Эти рекордные результаты получены сверхбыстрой передачей энергии возбуждения от тяжелых неорганических частиц, поглощающих рентгеновские лучи, к органическим люминофорам, испускающим сцинтилляции. Обычные органические сцинтилляторы имеют низкую радиационную стойкость. Показано, что наши композитные сцинтилляторы увеличивают радиационную прочность излучения благодаря внутримолекулярной фиксации полимеров наночастицами.

Ранее подобные композиты имели недостаток в неоднородном распределении наночастиц, приводящий к рассеянию сцинтилляционного света. Для лучшего упорядочения мы применили быстрое отверждение композитного раствора на центрифуге. Центробежная сила ориентировала молекулы полимера и обеспечивала лучшее упорядочение бензольных колец относительно наночастиц. Это упорядочение повысило эффективность передачи возбуждения от наночастиц, поглощающих ионизирующее излучение к сцинтиллирующим полимерам. В связи с этим световыход ориентированной пленки увеличился на 20% по сравнению с неориентированной пленкой. Кроме того, под действием центробежной силы из вращающейся подложки происходит выброс маленьких капель композита, из которого в процессе полета формируются микроволокна. Диаметры этих микроволокон варьируются от 10 до 50 мкм. Измерения рентгеновской люминесценции этих микроволокон показали увеличение их световыхода на 30% по сравнению с неориентированными пленками. Это усиление, с одной стороны, можно объяснить лучшим упорядочиванием между бензольными кольцами и наночастицами. С другой стороны, оптическая микроскопия этих микроволокон выявляет квазипериодическую модуляцию их структуры вдоль волокон с периодом порядка микрона. Такая осевая модуляция может обеспечить своего рода распределенную обратную связь, приводящую к увеличению световыхода, связанное с оптическим резонансом для испускаемой волны по аналогии с фотонным кристаллом. Мы наблюдали распространение излучаемого света вдоль волокна за пределы области, возбуждаемой рентгеновскими лучами. Этот экспериментальный факт подтверждает версию преимущественного излучения света вдоль волокон. Если это так, то будущие исследования взаимосвязи между условиями получения этих микроволокон, их внутренней структурой и характеристиками излучения света приведут к дальнейшему улучшению их сцинтилляционных параметров, связанных с оптимизацией технологии. Эти волокна могут быть использованы для изготовления сцинтилляционных матричных детекторов с высокой временной и пространственной разрешающей способностью. В этом случае боковые поверхности волокон должны быть оптически изолированы друг от друга (например, тонким алюминиевым покрытием). Затем волокна, параллельные друг другу, могут быть собраны в плотные

пучки, создавая сцинтилляционные матрицы с поперечным пространственным разрешением, соответствующие диаметру волокна и временному разрешению около 1 нсек, имеющему место в композиционных сцинтилляторах такого рода. Преимущественное распространение испускаемого света вдоль оси волокна улучшит сбор света с помощью матрицы фотоприемника, а также энергетическое и временное разрешение благодаря минимизации потерь света.

Наряду с рекордными пространственным и временным разрешениями матрицы из микроволоконных сцинтилляторов позволят значительно понизить дозы облучения пациентов при рентгеновской диагностике за счет двух факторов: заметного повышения чувствительности и возможности изготовить матрицу большой площади, способной сразу охватить все тело пациента. Так как при изготовлении таких матриц не используются высокие температуры, вакуум, высокое давление и т.д., соответствующая технология отличается высокой экономичностью.



Рисунок 1 – Два параллельных сцинтилляционных микроволокна с отчетливо выраженной модуляцией внутренней структуры, которая обеспечивает распределенную обратную связь вдоль волокна и за счет этого способна увеличить световыход сцинтилляций в продольном направлении

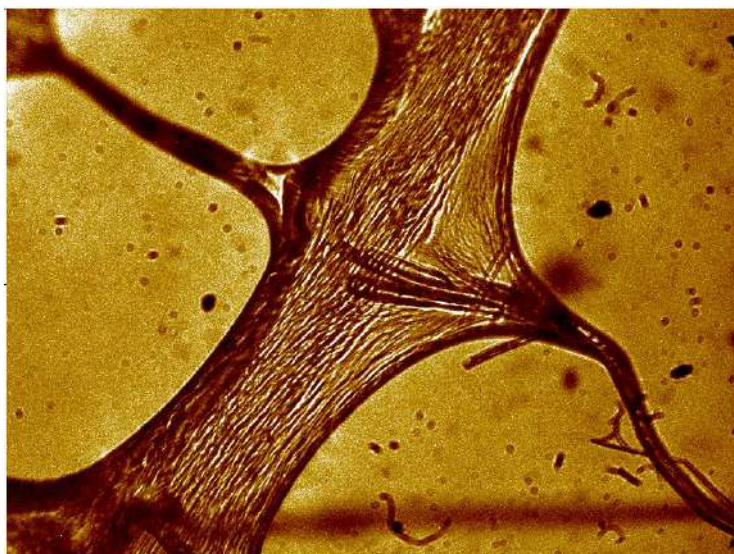


Рисунок 2 – Микрофотография видеозаписи процесса формирования сцинтилляционных волокон, где показан стоп-кадр точки пересечения двух волокон. Морфология полос микронеоднородностей внутренней структуры показывает, что ее модуляция обусловлена перераспределением компонентов композита, происходящим по отдельным пространственным гармоникам

Приведенные выше оптические микрофотографии двух параллельных волокон сцинтилляционного композита и фрагмента области пересечения нескольких волокон, получаемых центрифугированием, показывают, что параметры близких к периодическим сверхструктур (междурядный период и ориентация рядов) могут варьироваться в широких пределах. Для практических применений такая вариабельность может быть весьма полезной, если параметрами структуры оптимальным образом управлять. Сопоставление рисунков 1 и 2 позволяет предположить, что один из первостепенных управляющих факторов – скорость отверждения исходной суспензии, связанного с испарением растворителя (в данном случае – толуола) и направление его преимущественной диффузии, предшествующей испарению. Так, на рисунке 1 структура волокон промодулирована вдоль их оси, а на рисунке 2 модуляция на большей части фрагмента идет перпендикулярно оси. Если предположить, что волокна на рисунке 1 отверждались в быстром полете, а на рисунке 2 – в неподвижном состоянии, то разницу в их внутренних структурах естественно отнести на счет сильных различий скорости испарения. И направление, и период модуляции структуры волокон, и связанные с этим внутренние напряжения – параметры, оказывающие существенное влияние на светоизлучательные свойства сцинтиллятора. Поэтому понимание механизмов формирования показанных выше структур позволит создавать сцинтилляционные детекторы, лучшие по технико-экономическим параметрам.

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ

¹Немцев В.Н., ²Степаненко В.Н., ²Телущенко Е.А.

¹ГНУ «Объединенный институт энергетических и ядерных исследований «Сосны»
НАН Беларуси», г.Минск, Беларусь

²УО «Белорусская государственная академия авиации», г.Минск, Беларусь

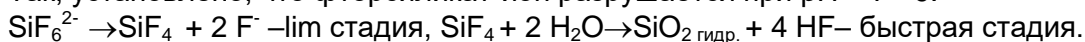
Высокоочищенный тетрафторид кремния SiF₄ стал одним из основных веществ, используемых в технологии изготовления электронных устройств и материалов для волоконной оптики, а именно: при получении эпитаксиальных слоев для интегральных схем; для получения аморфных пленок кремния, легированных фтором, арсенида галлия, легированного кремнием и фтором, сплавов на основе кремния и германия; с целью получения защитных пленок из чистой аморфной двуокиси кремния в результате обработки поверхности стекол тетрафторидом кремния; для получения легированного фтором слоя диоксида кремния и дегидратации его при изготовлении заготовок для волоконных световодов. Кроме того, ТФК используется для получения фтористых солей, моющих средств, в новых технологиях получения моносилана – материала, используемого в микроэлектронике и других материалов, применяемых в различных областях промышленности.

Одним из источников синтетических фторидов металлов является кремнефтористоводородная кислота H₂SiF₆ (КФК), образующаяся при производстве минеральных удобрений в виде побочного продукта переработки апатита. КФК можно утилизировать, например, в кремнефториды натрия, калия, магния, кальция, алюминия. Из перечисленного ряда кремнефторид натрия Na₂SiF₆ (КФН) [1].

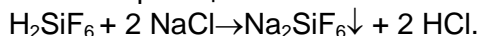
Условия осаждения определены на основании рассмотрения условий равновесия в растворах КФК [2-5]:



Так, установлено, что фторсиликат-ион разрушается при pH = 7 - 9:

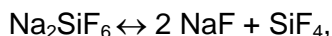


Наиболее перспективным осадителем следует признать хлорид натрия, в качестве которого возможно применение отходов Солигорского ПО «Беларуськалий». В этом случае процесс можно описать реакцией:



Кислая среда, создающаяся за счет выделения соляной кислоты, будет способствовать кристаллизации фторсиликата натрия. Проведение процесса при низких температурах также будет благоприятствовать выделению Na₂SiF₆ в твердом виде.

На основании термодинамического анализа процессов термолитиза фторсиликата натрия на основе существующих стандартных термодинамических величин [6, 7] было показано что для реакции:



$\Delta H_{298}^0 = 144,8 \text{ кДж}$, $\Delta S_{298}^0 = 177,8 \text{ Дж/К}$, $\Delta G_{\text{T}}^0 = 144800 - 177,8 \text{ T}$, а, приняв, что ΔC_p этой реакции не оказывает заметного влияния на величину теплового эффекта, то получаем, что $P(\text{SiF}_4) = 1 \text{ атм}$ при $t = 541^\circ\text{C}$, что согласуется с данными [8].

Разработка технологии синтеза тетрафторида кремния

Схема материального баланса процесса, рассчитанная на 1000 т тетрафторида кремния в год, представлена на рисунке 1.

Для проведения процесса разложения КФН была разработана лабораторная установка термического разложения ЛУТР, для экологически безопасной работы которой было предусмотрено выполнение ряда условий. Основным из них является исключение попадания токсичных фторсодержащих веществ в окружающую среду. С этой целью, кроме основных аппаратов, ЛУТР была снабжена дополнительным оборудованием, таким как фильтр, колонка с химпоглотителем, криогенная ловушка.

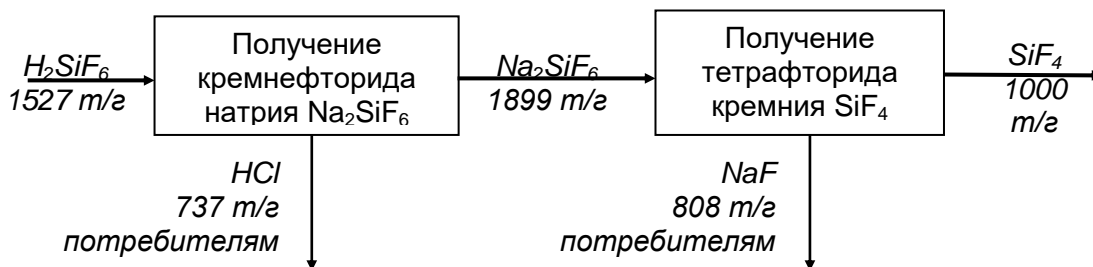


Рисунок 1 – Балансовая схема процесса получения тетрафторида кремния из кремнефтористоводородной кислоты

Важным условием безопасности является тот факт, что установка ЛУТР работает при давлении в газовом контуре меньшим атмосферного (рис.2).

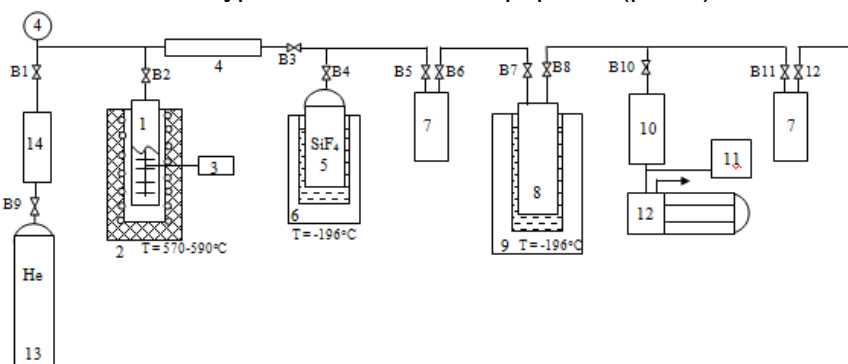


Рисунок 2 – Принципиальная газовая схема процесса получения тетрафторида кремния: 1 – реактор термолитиза КФН, 2 – электропечь, 3 – устройство контроля и поддержания заданной температуры, 4 – фильтр, 5 – конденсатор, 6, 9 – криостат, 7 – колонка с поглотителем, 8 – ловушка, 10 – ресивер вакуумный, 11 – вакуумметр, 12 - вакуумный насос, 13 – баллон газовый, заполненный гелием (или азотом), 14 – устройство глубокой очистки технологических газов, B1-B12 – вентили

Процесс термического разложения кремнефторида натрия с получением тетрафторида кремния и фторида натрия состоит из следующих основных технологических стадий, представленных на рисунке 3.

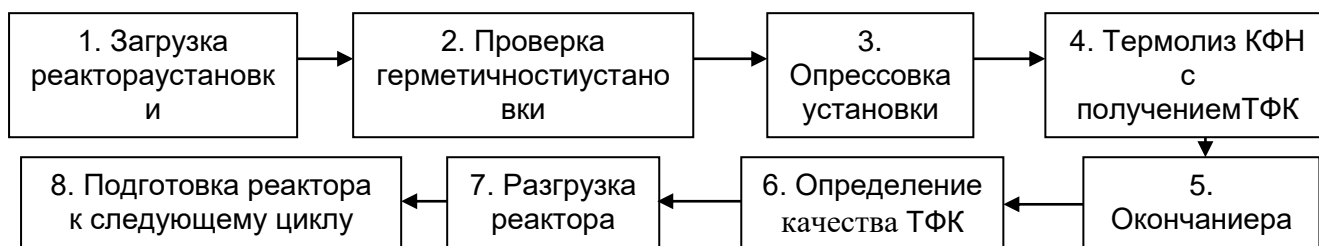


Рисунок 3 – Технологическая схема процесса термолитиза КФН с получением ТФК

Как было показано выше, для повышения чистоты целевого продукта начинать процесс термолитиза необходимо с очистки газового тракта от паров воды и других загрязнений путем вакуумно-азотной промывки всех коммуникаций. В процессе термолитиза, до выхода на рабочую температуру также целесообразно периодически удалять пары воды из реактора и всей газовой системы путем ее вакууммирования.

Для эффективного процесса конденсации образующегося ТФК в баллонно-конденсаторе в течение всего процесса необходимо обязательно постоянно поддерживать температуру в криостате, достаточную для конденсации.

Одним из важнейших показателей эффективности процесса является качество получаемой продукции. В тетрафториде кремния принято контролировать содержание следующих веществ: фтороводорода (HF), кислорода (O₂), азота (N₂), монооксида

углерода (CO), диоксида углерода (CO₂), мышьяка (As), фосфора (P), бора (B). Допустимое содержание примесей, определяющих класс продукта при использовании его в целях микроэлектроники [9,10].

Для создания методики контроля примесного состава тетрафторида кремния используется ИК Фурье-спектрометр Nexus фирмы ThermoElectronCorporation. При измерении спектра пропускания предварительно получают спектр сравнения, представляющий собой однолучевой спектр излучения, прошедшего через пустую кювету, либо кювету, заполненную основным компонентом газовой смеси, не содержащим примесей. Затем проводится измерение спектра излучения, прошедшего через кювету с образцом, и находится отношение спектра пробы к спектру сравнения, что позволяет исключить влияние на итоговый спектр аппаратной функции прибора и кюветы. В качестве газовой кюветы использовали одноходовую кювету из нержавеющей стали с оптическими окнами из флюорита CaF₂ с длиной оптического пути $l=15$ см.

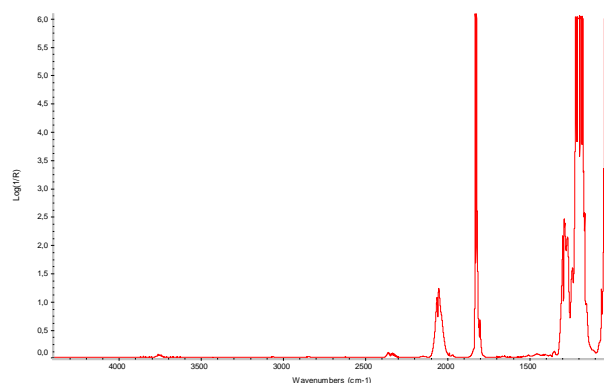


Рисунок 4 – Инфракрасный спектр поглощения исследуемого газа SiF₄ (проба № 2)

Проведенные нами анализы качества SiF₄ показали, что получаемый целевой продукт удовлетворяет требованиям микроэлектроники по содержанию основного вещества и допускаемых примесей.

На рисунке 4 представлен спектр, полученного нами газа. Расшифровку спектра осуществляли на основании спектраэталонного образца SiF₄.

На основании анализа полученных спектров [11, 12] установлены концентрации основного газа и примесей в исследуемой пробе, свидетельствующие о высоком качестве полученного продукта.

Возможные виды реактора термического разложения кремнефториданатрия

С целью интенсификации, оптимизации и повышения энергоэффективности процесса термолитиза были рассмотрены различные варианты конструкции реактора.

Первый вариант конструкции экспериментального реактора термического разложения кремнефториданатрия с противнями (рис.5).

Работа реактора. На противни засыпается КФН. Противни с сырьем вставляются в полость реактора, монтируется и герметизируется крышка реактора. Далее производится вакуумирование реактора и проверка герметичности всей установки. Включается нагреватель, после нагрева засыпки КФН начинается разложение КФН. Газообразный продукт термолитиза ТФК через штуцер подается в систему очистки и далее в криостат, где собирается в баллонах-конденсаторах.

После разложения КФН электронагреватель отключается и реактор охлаждается естественным образом. Выгрузка из реактора твердого продукта разложения производится в обратной последовательности. Реактор готовится к следующему циклу термолитиза.

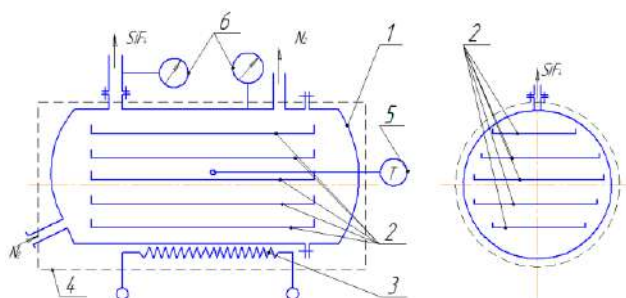


Рисунок 5 – Конструктивная схема реактора термического разложения кремнефторида натрия с противнями: 1 – крышка, 2 – противни, 3 – электронагреватель, 4 – теплоизоляция, 5 – датчик температуры, 6 – мановакууметры

Преимущество этой конструкции реактора заключается в ее простоте.

Недостатки: при каждом цикле загрузки-выгрузки требуется разгерметизация реактора; неэффективный нагрев через корпус реактора 4 неравномерное температурное поле по слою КФН.

Более эффективный и равномерный нагрев засыпки КФН осуществляется при ее перемешивании, например в реакторе с ворошителем.

Последующие варианты реактора и доработки установки обеспечивали повышение эффективности работы и улучшения качества производимых продуктов. Фторид натрия остается в реакторе. После полного разложения КФН выключается подача питания на нагреватель, реактор охлаждается и происходит выгрузка ФН.

Разработанная в рамках настоящей работы технология позволяет получать тетрафторид кремния высокой степени чистоты, являющийся перспективным материалом микроэлектроники. Фторид натрия, представляющий собой побочный продукт рассматриваемой технологии, также широко используется в различных областях хозяйствования.

Список литературы:

1. Результаты лабораторной демонстрации технологии получения полупроводникового кремния из вторичного продукта переработки апатитов. Вариант схемы производства кремния в Республике Беларусь / В.Н.Степаненко, В.И.Хитько, В.П.Василевич, Н.В.Степаненко, Е.В.Глушко, А.В.Васюков // Проблемы проектирования и производства радиоэлектронных средств: Материалы II Международной научно-технической конференции, Новополоцк, 15-17 мая 2002 г. / Полоцкий государственный университет. – Т.1. – Новополоцк, 2002. – С. 75-84.
2. Позин М.Е. Технология минеральных солей.-Л.:Химия,1974.-с.1103-1170.
3. Гордеев М. А., Кузнецов Т. Б., Пятин Т. Б., Зайцев В. А. Хим. пром. N 6 - с.340-344, 1991.
4. Песина Э.Я. Фторсоли. Получение, область применения. Обзор патентной и журнальной литературы за 1969-1977 г. г. -М.: НИИТЭХИМ,1978.-43 с.
5. Рысс И.Г. Химия фтора и его неорганических соединений.- М.: Госхимиздат,1956.
6. Термодинамические свойства индивидуальных веществ. Справочное издание: В 4-х т./ Гурвич Л. В., Вейц И. В., Медведев В. А. и др. – 3-е изд. перераб. и расширен. – т. 2. Кн. 2 – М.: Наука, 1979,-344 с.
7. Термические константы веществ (отв. ред. - В.П. Глушко), вып. 4. - М.: АН СССР, ВИНТИ. - 1970.- 510 с.
8. Технология полупроводникового кремния./Фалькевич Э.С., Пульнер Э.О., Червоный И. Ф. и др. – М.: Металлургия, 1992,- 408 с.
9. Логинов А. В., Гарбар Е. К., Высокочистые вещества, 1989. N 5. с. 27.
10. Свидерский М. Ф., Хорозова О.Д., Довганич Г.И., Иванова В.А., Высокочистые вещества, 1994. N 1. с. 130.
11. Свердлов Л.Н., Ковнер М.А., Крайнов Е.В. Колебательные спектры многоатомных молекул, Наука, Москва, 1970.
12. Чукин Г.Д. Химия поверхности и строение дисперсного кремнезета. М.:Типография Паладин, ООО «Принта», 2008. - 172 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ СЛУЖЕБНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1565Ч И ЕГО СОЕДИНЕНИЙ В КОНСТРУКЦИЯХ КУЗОВОВ ЖЕЛЕЗНОДОРОЖНЫХ ВАГОНОВ

Шуртаков А.К.

АО «ВНИИЖТ», г. Москва, Россия, E-mail: Shurtakov.Alexandr@vniizht.ru

Мировая тенденция развития вагоностроения, в том числе грузового, состоит в расширении области применения алюминиевых сплавов для изготовления кузовов вагонов. Это обусловлено, практически в 3 раза меньшим удельным весом алюминиевых сплавов, в 2 раза большей удельной прочностью и лучшей, более чем в 10 раз, коррозионной стойкостью в нейтральных и кислых средах по сравнению с низколегированной сталью.

Для определения возможности изготовления кузова грузового вагона-минераловоза из нового алюминиевого сплава 1565ч системы Al-Mg в АО «ВНИИЖТ» были изучены ранее неизвестные служебные характеристики этого сплава. В том числе: коррозионная стойкость, особенности сплава при различных видах сварки, определены закономерности поведения полуфабрикатов из сплава 1565 ч при их механическом соединении штифтом с обжимной головкой

Исследования коррозионной стойкости сплава 1565 ч показали, что стойкость к коррозионному воздействию основных типов минеральных удобрений и увлажненной серы в 20-70 раз выше, чем сталей 09Г2С и 10ХНДП, используемых в конструкциях грузовых вагонов, рисунок 1.



Рисунок 1 – Внешний вид образцов из стали 09Г2С а) и алюминиевого сплава 1565ч б) после коррозионных испытаний в увлажненной технической сере в течение 90 суток

Исследование сопротивления усталости сварных соединений листов из сплава 1565ч сваренных встык аргонодуговой, плазменной сваркой и сваркой трением с перемешиванием показали, что ограниченный предел выносливости плоских образцов из сплава 1565ч, сваренных аргонодуговой сваркой без удаления усиления сварного шва составил 60 МПа. После удаления усиления со сварных швов, их предел выносливости увеличился до 100 МПа. Образцы, сваренные плазменной сваркой, имели ограниченный предел выносливости 70 МПа. Образцы, сваренные с использованием сварки трением с перемешиванием, показали ограниченный предел выносливости 130 МПа, рисунок 2.

Механические соединения основных несущих элементов конструкций железнодорожного подвижного состава (заклепочные и болтовые) используются уже давно (с середины XIX) и достаточно хорошо изучены. В последние годы (конец XX века) в зарубежных конструкциях кузовов грузовых вагонов, в том числе из алюминиевых сплавов, начали широко использовать механическое соединение «штифт с обжимной головкой» (ШТОГ соединение).

Преимуществом ШТОГ соединения по сравнению с заклепочными соединениями является то, что установка соединения идет без нагрева, что позволяет использовать это соединение в конструкциях из алюминиевых сплавов. Кроме того возможна автоматизация этого процесса.

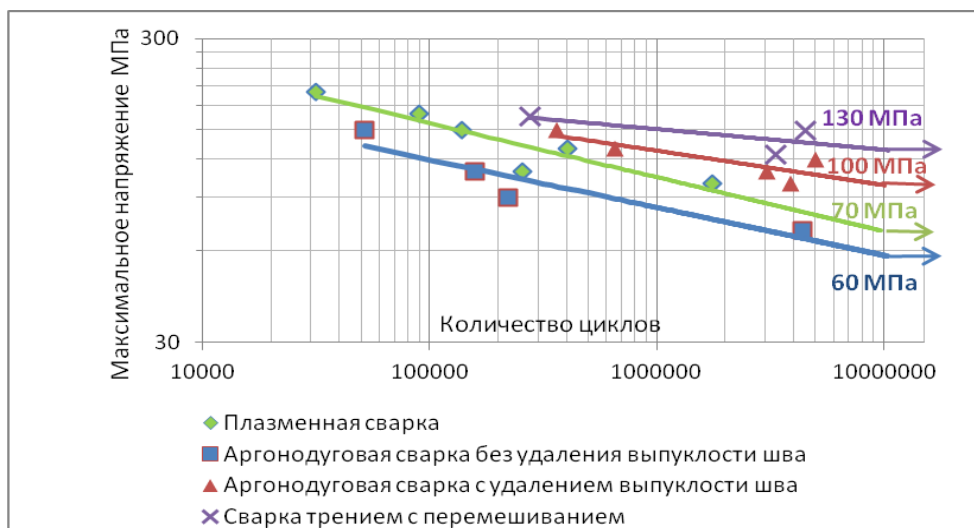


Рисунок 2 – Кривые ограниченной долговечности образцов сплава 1565ч, выполненных разными способами сварки

По сравнению с болтовыми соединениями ШТОГ соединение обладает преимуществом, поскольку нет необходимости предотвращать раскручивание из-за отсутствия винтовой резьбы.

Показателями работоспособности ШТОГ соединений в вагонных конструкциях является их несущая способность при воздействии статической, циклической и ударной нагрузок, сопротивление сдвигу, а также вандалоустойчивость при ударе по наконечнику штифта.

В России практически отсутствуют исследования влияния параметров соединения, в частности натяга штифта, на сопротивление образованию усталостных трещин вблизи ШТОГ соединения. Для устранения этого пробела были проведены испытания нескольких типов образцов и различных видов нагружения этого соединения. Изучено напряженное состояние пластины с отверстием при отсутствии и наличии бокового давления, рисунок 3. Исследованы соединения листов толщиной 3 и 5 мм и прессованных профилей из сплава 1565 ч. Использовали стандартные штифты ВТ-DT12-GA усилие натяга 32 кН.

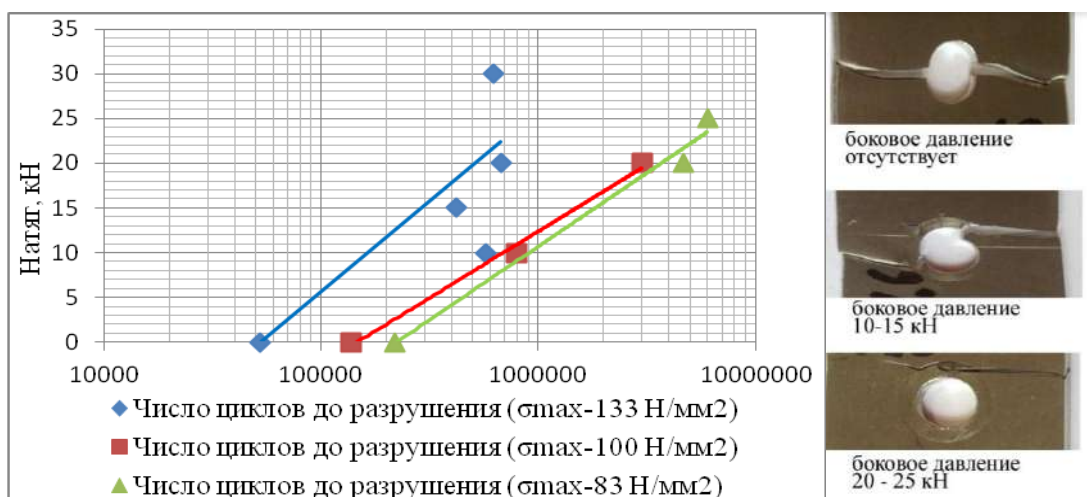


Рисунок 3 – Результаты усталостных испытаний при различном боковом давлении

Установлено, что при циклическом растяжении плоские образцы из сплава 1565чМ имеют ограниченный предел выносливости 130 МПа. При наличии концентратора напряжений в виде центрального отверстия для постановки ШТОГ соединения ограниченный предел выносливости снижается до 66 МПа. Постановка ШТОГ соединения увеличивает долговечность до появления усталостной трещины в 8-10 раз при напряжениях порядка 100-120 МПа, однако при меньших нагрузках

отношение долговечности снижается. При наличии ШТОГ соединения изменяется характер разрушения алюминиевого образца. Усталостная трещина начинает развиваться от кромки контакта головки штифта с алюминиевым листом. Тогда как при отсутствии ШТОГ соединения усталостная трещина начинает развиваться от кромки отверстия, в месте наибольшей концентрации растягивающих напряжений.

При испытании на трехточечный изгиб соединение профиля Омега 1200x203x110x70x7(4) мм и листа толщиной 3 мм, рисунок 4, расстояние между ШТОГ соединениями 180 мм в продольном и 100 мм в поперечном направлениях, ограниченный предел выносливости составил 41 МПа.

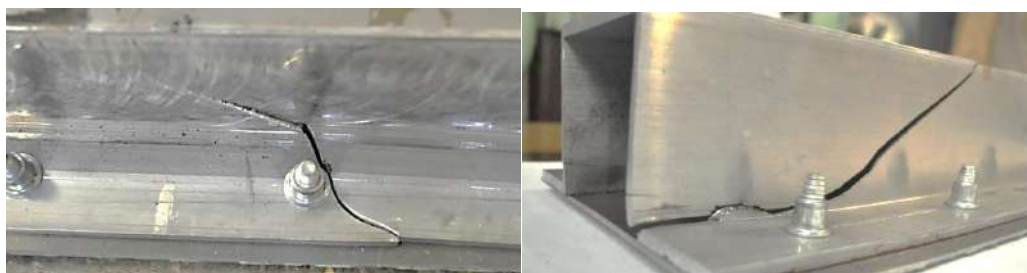


Рисунок 4 – модельные образцы после усталостных испытаний

Сопротивление сдвигу при использовании крепежа MBT-DT16-30GA (штифт диаметром 16 мм) и обжимной головки MBTC-R16BL на соединении «алюминиевый сплав–сталь» сопротивление сдвигу составило 80 кН. При наличии между пластинами покрытия ЭФ-065 сопротивление сдвигу составило 32 кН, или в 2,5 раза меньше.

Необходимо продолжить испытание на сопротивление сдвигу с противокоррозионным покрытием, обладающим повышенной прочностью, адгезией к металлу, сопротивлением сдвигу.

По результатам испытаний оптимизированы требования к конструкции кузова вагона-минераловоза с ШТОГ соединениями. Изготовлено и сертифицировано 7 вагонов-хопперов минераловозов.

**ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТПУСКА НА СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И
СОПРОТИВЛЕНИЕ РАЗРУШЕНИЮ СВЕРХНИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ
МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ**

Шабалов И.П., Филиппов В.Г., Великоднев В.Я., Чевская О.Н.

*ФГУП «ЦНИИчермет им.И.П.Бардина», г. Москва, Россия, E-mail: iqs12@yandex.ru
ООО «Трубные инновационные технологии», г. Москва, Россия, E-mail: pipeintech.com*

Известно, что основными процессами, протекающими при отпуске углеродистых сталей со структурой закаленного мартенсита, являются распад пересыщенного твердого раствора углерода, превращение остаточного аустенита и релаксация остаточных микронапряжений [1,3]. В закаленных на мартенсит легированных сталях, содержащих в качестве легирующих элементов хром, марганец, молибден, ванадий, первая стадия распада мартенсита задержана до 350-400°C и при отпуске до этих температур протекают релаксационные процессы и превращение остаточного аустенита [1]. По этой же причине, отпуск низкоуглеродистых легированных мартенситных сталей до 400°C не вызывает процесса распада мартенсита [2]. Отпуск при более высоких температурах приводит к выделению дисперсной карбидной фазы. Отпуск при 600°C и выше вызывает рост карбидов и развитие процесса полигонизации.

Низколегированные мартенситные стали, обладают высокой прочностью и ударной вязкостью и способностью закаливаться при охлаждении на воздухе, что уменьшает опасность коробления при термической обработке и позволяет получать требуемый уровень свойств, при изготовлении изделий из них горячей прокаткой или ковкой [2]. Однако, для повышения надежности изделий из низкоуглеродистых мартенситных сталей, особенно при эксплуатации в условиях низких климатических температур, необходимо повышение запаса вязкости и хладостойкости, что может быть обеспечено уменьшением содержания углерода и применением высокотемпературного отпуска.

В связи с этим, целью настоящей работы было исследование влияния температуры отпуска на структурное состояние, уровень механических свойств и хладостойкость низкоуглеродистых мартенситных сталей с пониженным содержанием углерода (0,07-0,03%) типа 05X2Г2Б.

Для выяснения природы процессов, протекающих при отпуске сверхнизкоуглеродистых мартенситных сталей (СНМС), проводили исследование влияния температуры отпуска на величину искажений кристаллической решетки $\Delta a/a$ (ширина рентгеновской интерференционной линии), локальные остаточные микронапряжения, характерные для закаленной стали [3], количество остаточного аустенита и твердость.

Методами рентгеноструктурного анализа исследован фазовый состав стали типа 05X2Г2Б и особенности кристаллического строения α фазы после отпуска при различных температурах. Исследование проводилось на дифрактометре ДРОН 3 в FeK_{α} излучении.

Показано, что кроме фазы α -Fe в образцах стали присутствует остаточный аустенит, содержание которого уменьшается при нагреве выше 200°C (рис.1).

Проведенное исследование показало, что величина искажений решетки α -Fe, не изменяется при нагреве до 600°C, что по-видимому, является следствием низкого содержания углерода в стали, распад мартенсита при котором частично компенсируется превращением остаточного аустенита. Уменьшение величины $\Delta a/a$ при нагреве выше 600°C вероятно отражает процессы перестройки дислокационной структуры, приводящие к разупрочнению, наблюдаемому по изменению твердости (рис.1).

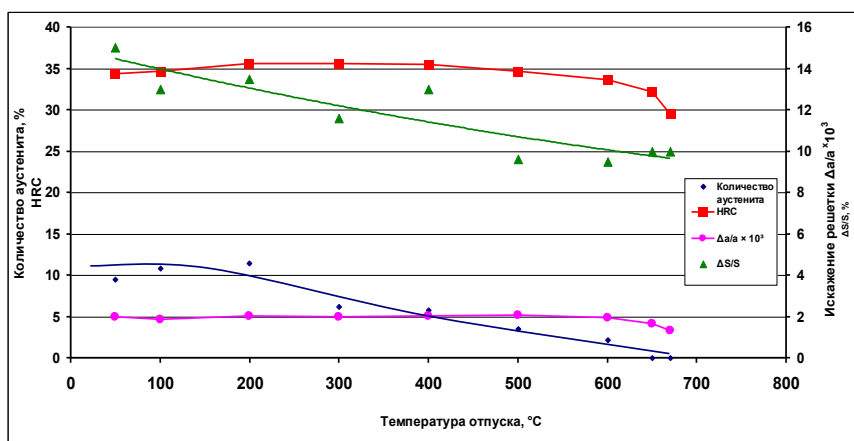


Рисунок 1 – Влияние температуры отпуска на количество остаточного аустенита, твердость HRC, искажения кристаллической решетки $\Delta a/a$ и уровень локальной концентрации микронапряжений $\Delta s/s$

Известно, что основной причиной преждевременного хрупкого разрушения закаленной стали являются локальные микронапряжения, связанные с особенностями мартенситного превращения [3]. Оценка показала, что для СНМС, в отличие от остаточных микронапряжений II рода ($\Delta a/a$), уровень которых не изменяется при нагреве до 600°C , локальные напряжения $\Delta s/s$ при нагреве уменьшаются (рис.1). Снижение уровня локальных микронапряжений при отпуске СНМС, по-видимому, связано с протеканием релаксационных процессов, начинающихся при низком отпуске и завершающихся при температурах выше 500°C . При этом уровень локальных напряжений существенно ниже, чем в легированных закаленных сталях с более высоким содержанием углерода [3].

Поскольку изменение твердости при отпуске СНМС наблюдается выше 600°C , то проводили исследование влияния отпуска при этих температурах на механические свойства, ударную вязкость и хладостойкость.

Установлено, что несмотря на существенное снижение прочностных характеристик в результате высокого отпуска уровень прочностных свойств остается достаточно высоким.

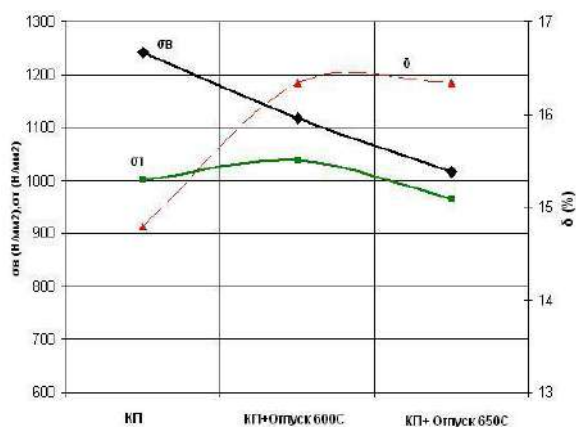


Рисунок 2 – Влияние температуры отпуска после ТМО на механические свойства образцов опытных сталей (средние значения)

Анализ результатов серийных испытаний ударной вязкости KCV в интервале температур $+20-80^\circ\text{C}$ показал, что отпуск после ТМО приводит к повышению значений ударной вязкости и повышает хладостойкость СНМС, снижая температуру T50 в среднем на 50°C (рис.3).

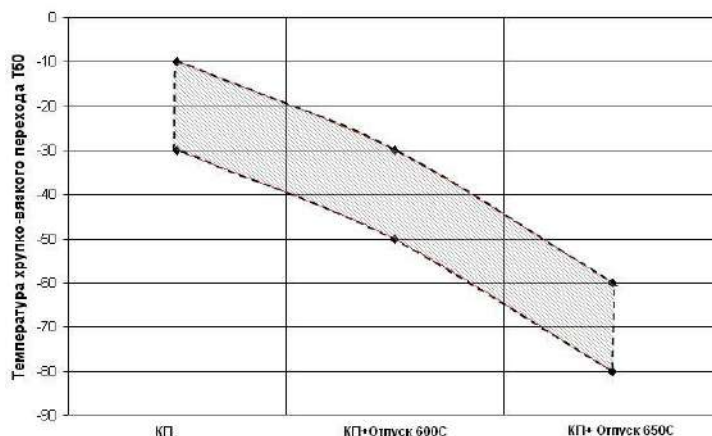


Рисунок 3 – Влияние температуры отпуска после ТМО на температуру T50 вязко-хрупкого перехода опытных сталей

Таким образом, отпуск при температурах 600-650°C улучшает хладостойкость опытной стали при сохранении высоких показателей прочности.

Выводы

1. Проведен анализ влияния химического состава и режимов обработки на структуру и свойства проката из стали типа 05X2Г2Б и выявлены наиболее существенные факторы состава и технологии, оказывающие значимое влияние на комплекс механических свойств.

2. Показано, что структурное состояние СНМС характеризуется высокой стабильностью при нагреве до 600°C. При этом не изменяется твердость и искажения кристаллической решетки. При нагреве выше 200°C начинается процесс превращения остаточного аустенита при отпуске и релаксация остаточных локальных напряжений, возникающих в результате сдвигового характера мартенситного превращения.

3. Установлено, что отпуск после ТМО в интервале температур 600-650°C приводит к снижению значений временного сопротивления металла. Но при этом существенно повышается ударная вязкость (на 40Дж/см²) и снижается температура перехода в хрупкое состояние (на 50°C).

Список литературы:

1. Курдюмов Г.В., Утевский Л.М., Энтин Р.И. Превращения в железе и стали. М. Наука. 1977. -236 с.
2. Клейнер Л.М., Шацов А.А. Конструкционные высокопрочные низкоуглеродистые стали мартенситного класса. Пермь. ПГТУ. 2008. -303 с.
3. Мишин В.М., Филиппов Г.А. Физика замедленного разрушения стали. Минеральные воды. «Полиграфпром». 2013. -455 с.

**ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ
НА СОПРОТИВЛЕНИЕ МИКРОДЕФОРМАЦИИ И ХЛАДОСТОЙКОСТЬ
НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ ТРУБНЫХ СТАЛЕЙ**

¹Мишетьян А.Р., ²Великоднев В.Я., ²Шабалов И.П., ¹Филиппов Г.А., ¹Чевская О.Н.

¹ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», г. Москва, Россия

²ООО «Трубные инновационные технологии»,
г. Москва, Россия, E-mail: mishetyan@bk.ru

Высокие значения прочности и вязкости современных низколегированных сталей для электросварных труб обеспечиваются подбором химического состава и режимами термомеханической обработки при изготовлении листового проката. При этом близкие значения прочности и вязкости могут быть получены в низколегированных сталях с различными типами микроструктур (от феррито-перлитной до феррито-бейнитной). Однако сопротивление хрупкому разрушению (хладостойкость) сталей с различными типами микроструктур может существенно отличаться.

Известно, что сопротивление хрупкому разрушению сплавов железа зависит от степени неоднородности развития микропластической деформации, отражающей склонность металла к возникновению локальных микронапряжений под нагрузкой, тем ниже сопротивление хрупкому разрушению. Можно полагать, что разное сопротивление хрупкому разрушению высоковязких низколегированных трубных сталей является следствием различной структурной неоднородности и разной степени локализации микропластической деформации.

Одним из способов, позволяющим судить о степени неоднородности микропластической деформации, является испытание на релаксацию напряжений в макроупругой области.

Известно, что величина релаксационного эффекта отражает уровень локальных микронапряжений, возникающих в металле под нагрузкой. Чем больше при данной скорости деформации величина релаксационного эффекта – степень падения напряжения в ходе релаксации, тем выше неоднородность микропластической деформации. В связи с этим, для выяснения природы разной хладостойкости трубных сталей с различными типами микроструктуры исследовали склонность трубных сталей класса прочности от К52 до К65 к хрупкому разрушению и релаксации напряжений при нагружении в макроупругой области.

В качестве объектов исследования для сравнения выбран металл листового проката различных категорий прочности (К52, К56, К60, К65). Анализ результатов испытаний образцов металла листового проката показал, что механические свойства листового проката отвечают предъявляемым требованиям к листовому прокату соответствующих категорий прочности по уровню прочности, пластичности (табл. 1).

Таблица 1 – Механические свойства исследуемых сталей

Класс прочности	σ_B	$\sigma_{пц}$	$\sigma_T(\sigma_{0,2})$	$\sigma_{0,2}/\sigma_B$	δ
	Н/мм ²			-	%
К52	510	338	378	0,74	23
К56	614	470	531	0,86	22
К60	637	385	552	0,87	24
К65	712	517	619	0,87	18

Исследование структурного состояния показало, что микроструктура образцов листового проката классов прочности К52, К56, К60 – феррито-перлитная, полосчатая, отличающаяся соотношением фаз феррита, перлита. В структуре листа К52 присутствует небольшая доля бейнитной составляющей. Металл К65 имеет практически полностью бейнитную однородную мелкодисперсную структуру.

Оценку ударной вязкости металла проводили по испытаниям ударных образцов с острым надрезом (KCV) и ударных образцов с острым надрезом с заранее нанесенной усталостной трещиной (KCT) в интервале температур от -20 до -100°C . На рисунке 1 приведены температурные зависимости ударной вязкости KCV и KCT для исследуемых сталей.

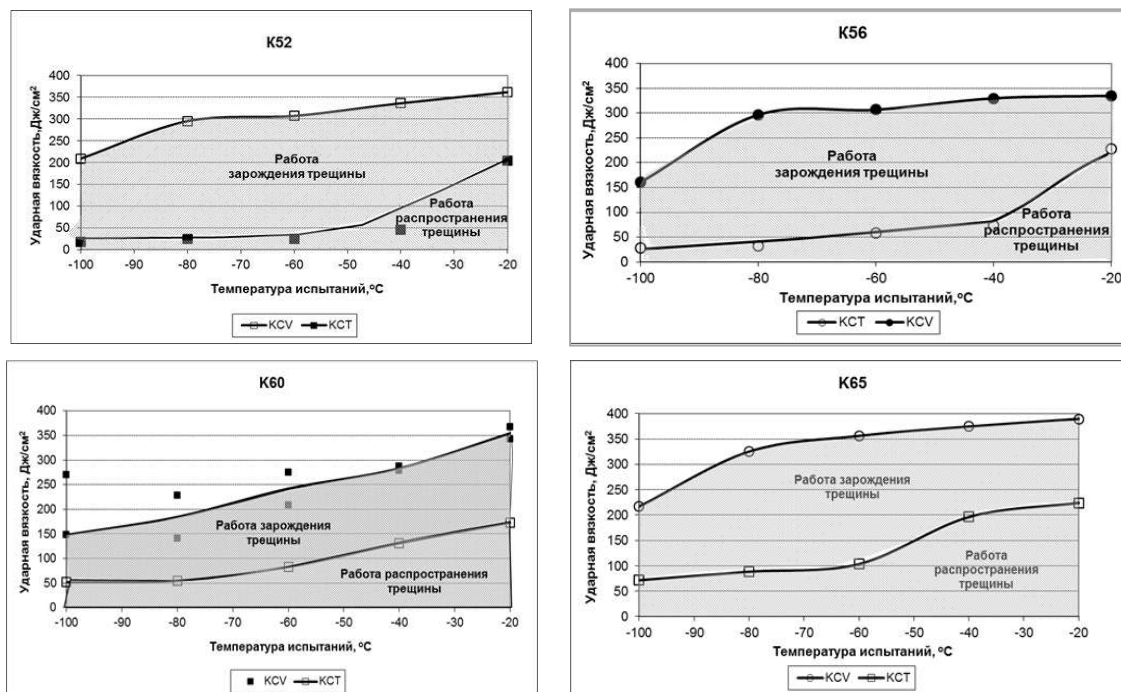


Рисунок 1 – Температурная зависимость ударной вязкости металла листового проката различной категории прочности

Сравнение температурной зависимости ударной вязкости на образцах KCV и KCT позволяет вычлнить долю работы зарождения и долю работы распространения трещины при ударных испытаниях в общей удельной энергии разрушения в зависимости от температуры испытания образцов.

Из рисунка видно, что образцы обладают неодинаковым уровнем энергоемкости. Основную долю в энергии разрушения составляет работа зарождения трещины.

Сравнение видов температурных зависимостей ударной вязкости, полученных на образцах KCV и KCT, показало, что металл K65 характеризуется более высоким уровнем энергоемкости – общая работа разрушения составляет $200\text{--}380$ Дж/см² и имеет более высокую работу распространения трещины металл K65 ($150\text{--}300$ Дж/см²) по сравнению с металлом других категорий прочности, особенно это проявляется при понижении температуры испытаний.

Исследование температурной зависимости доли вязкой составляющей образцов с острым надрезом не выявило значительной разницы в сопротивлении разрушению металла четырех исследуемых сталей, что связано с практически полностью вязким характером разрушения, сохраняемым вплоть до температуры испытаний -80°C . Определение порога хладноломкости T_{90} показало, что при испытаниях образцов с трещиной наблюдается сдвиг этой температуры на $30\text{--}40^{\circ}\text{C}$ в область более высоких температур. Наиболее низкое значение T_{90} наблюдается для металла K65 с бейнитной структурой.

Для оценки уровня микронапряжений в структуре был использован чувствительный метод – измерение релаксационного эффекта $\Delta\sigma_p$, который отражает степень перехода упругой деформации в пластическую после прекращения нагружения. Склонность к релаксации напряжений отражает степень неравномерности распределения упругой энергии в металле под нагрузкой и может служить качественной характеристикой неоднородности внутренних микронапряжений, возникающих при нагружении металла.

Релаксационный эффект определяется по величине падения напряжения с течением времени после нагружения до заданного уровня приложенной нагрузки $\Delta\sigma = \sigma_0 - \sigma_t$. С повышением уровня приложенной нагрузки величина релаксационного эффекта возрастает для всех исследованных сталей, что вероятно является следствием повышения уровня локальных внутренних напряжений при более высоких приложенных нагрузках. Можно полагать, что более высокий уровень релаксационного эффекта в сталях К52, К56, К60 обусловлен высоким уровнем локальных «пиков» напряжений, связанных с повышенной неоднородностью структуры в этих сталях (рис.2).

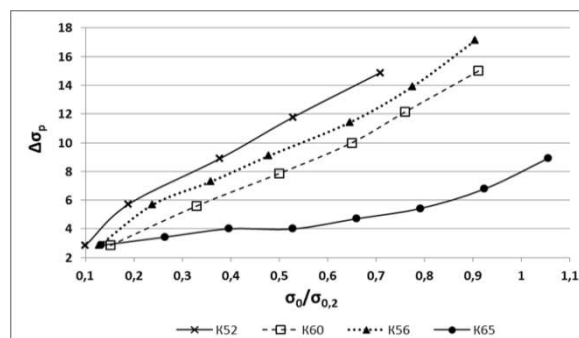


Рисунок 2 – Зависимость релаксационного эффекта $\Delta\sigma_p$ от уровня приложенного напряжения для трубных сталей различного класса прочности

Как было показано ранее, структура стали К65 отличается более мелким зерном и отсутствием полосчатости. Релаксация напряжений при нагружении металла в макроупругой области при комнатной температуре происходит за счет протекания микропластической деформации в местах действия локальных внутренних напряжений, значительно превышающих средний уровень. Эта деформация может протекать как в ходе нагружения, так и после его прекращения.

Релаксация после прекращения нагружения протекает за счет перераспределения дислокаций в области локальных напряжений, что приводит к их разрядке. Чем выше уровень локальных напряжений при достижении заданного уровня приложенного напряжения, тем больше величина релаксационного эффекта.

Из полученных результатов следует, что, несмотря на близкие значения ударной вязкости, в вязкой области сопротивление хрупкому разрушению (хладостойкость) стали К65 обусловлено пониженным уровнем локальных внутренних напряжений, возникающих в ходе нагружения вследствие более однородной и мелкозернистой структуры.

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОНИЦАЕМЫХ ПЕНОМАТЕРИАЛОВ ИЗ СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВОВ Ti-Nb-Zr МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ

¹Казакбиев А.М., ¹Шереметьев В.А., ¹Икбаль М.А., ¹Дубинский С.М.,

²Браиловский В., ¹Прокошкин С.Д.

¹Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
г. Москва, Россия

²Высшая технологическая школа, г. Монреаль, Канада, E-mail: kazakbiev@yandex.ru

Сверхупругие безникелевые сплавы системы Ti-Nb-Zr относятся к наиболее перспективным металлическим материалам для изготовления медицинских имплантатов [1,2]. Основной интерес к этим сплавам обусловлен уникальным сочетанием высокой биохимической и биомеханической совместимости: низкое значение модуля Юнга (40-60 ГПа), сверхупругое поведение, близкое к поведению костной ткани, в составе сплава только биосовместимые компоненты. Несмотря на низкое значение модуля Юнга в сплаве Ti-Nb-Zr по сравнению с применяемыми на данный момент сплавами на основе титана (100-110 ГПа), оно, тем не менее, выше, чем модуль упругости костной ткани (1-30 ГПа). Это обуславливает различие механического поведения костной ткани и материала имплантата, что может привести к резорбции костной ткани и возможной потере имплантата. Последние достижения в области производства пеноматериалов позволяют существенно понизить жесткость конечного изделия, кроме того, пористая структура способствует ускоренному вращению костной ткани в металлический материал, что значительно сокращает период закрепления имплантата и улучшает связь между костью и имплантатом.

Важной особенностью пеноматериалов является структура пор. Известно, что размер взаимосвязанных пор от 100 до 600 мкм провоцирует генерацию костной ткани вглубь пористой структуры. Помимо этого, пеноматериал должен обладать высокой пористостью, близкой к пористости губчатой костной ткани (40-80%), проницаемостью, для проникновения биологических жидкостей, клеток и микроэлементов, способствующих формированию костной ткани.

В качестве метода для получения проницаемых пеноматериалов на основе сплава Ti-Nb-Zr был выбран метод порошковой металлургии: метод удаляемого порообразователя. Этот способ получил широкое применение для получения медицинских металлических биоматериалов [3, 4].

Из выплавленного слитка Ti-20.8Nb-5.5Zr (в ат.%) методом диспергирования индукционно расплавляемого электрода газовым потоком, был получен порошок со сферической формой частиц размером до 150 мкм. В качестве удаляемого порообразователя выбран полиметилметакрилат (ПММА). Этот материал в процессе пиролиза, разлагаясь на газообразные компоненты, полностью покидает объем образца и формирует проницаемую пористую структуру пеноматериала. Процесс получения проницаемых металлических пеноматериалов методом удаляемого порообразователя включает 5 основных этапов [4].

Просеивание. Для отсева использовали просеивающую машину RETSCH AS 400 control. Используя сита, выделяли требуемую фракцию как для металлического (<50 мкм), так и для полимерного (<250 мкм) порошков.

Перемешивание. Важным этапом в создании пеноматериала является равномерное перемешивание. В процессе перемешивания участвуют два компонента металлический и полимерный порошки. Вследствие высокого различия в значениях плотности этих материалов, классические способы перемешивания оказались непригодными, приводили к расслоению компонентов. В связи с этим был разработан способ перемешивания. В качестве емкости для перемешивания изготовлен полый цилиндр с функциональными вставками по внутренним стенкам. Цилиндр приводился во вращение электродвигателем, количество оборотов равно 80. Угол наклона оси цилиндра при перемешивании составлял 40 градусов.

Прессование. На данном этапе использовали гидравлический пресс PLC Hydraulic Press Machine с максимальной нагрузкой 10 т. После получения равномерной смеси порошков, его засыпали в прессформу. Давление, необходимое для прессования смеси полимерного и металлического порошков, должно быть не более

200 МПа. Это оптимальная величина, не приводящая к деформации сферичных частиц ПММА. Компактирование по схеме псевдодвухстороннего прессования (прессование с плавающей матрицей) позволяет получать запрессовки с соотношением высоты к диаметру до 2:1. Получение длинных запрессовок является актуальной задачей при изготовлении образцов для механических испытаний.

Пиролиз. Из-за высокой активности сплава данный этап проводили в вакуумной печи СШВЛ, с величиной вакуума не менее 10^{-3} торр. Из литературных данных получили температуру $450\text{ }^{\circ}\text{C}$. При данной температуре ПММА мономеризуется, полностью переходя в газообразное состояние. Процесс проводили в 2 ступени: нагрев до $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ со скоростью $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$, далее скорость нагрева изменяется до $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин}$, а температура в камере поднимается до $450\text{ }^{\circ}\text{C}$. Это приводит к менее активному выбросу объемов газа, предотвращая разрушение образца в процессе пиролиза. При использовании двухступенчатого нагрева риск разрушения образцов снижается.

Спекание. После пиролиза образцы довольно хрупкие, могут разрушиться при приложении небольших усилий. Для упрочнения связи между частицами необходимо провести спекание. Процесс, проводимый при температуре ниже температуры плавления. Был выбран следующий режим спекания: давление 10^{-4} торр, температура $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$, выдержка 3 часа. В результате были получены образцы пеноматериалов с пористостью, близкой по значению к объему замешанного порообразователя. На рисунке 1 показан шлиф пеноматериала с пористостью 50%.

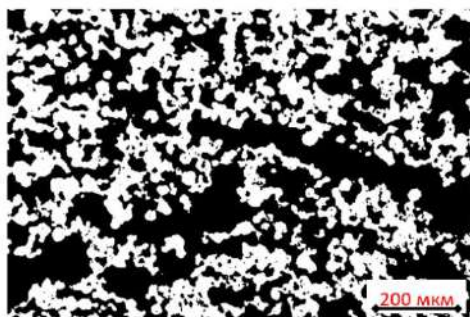


Рисунок 1 – Бинаризованное изображение поверхности шлифованного пеноматериала, где черное – поры, белое – металл

Для измерения пористости были применены два способа: графический метод по микрофотографии и метод Архимеда. Образец заполняли эпоксидной смолой, чтобы избежать заваливания пор при последующей полировке – получали шлиф. С помощью металлографического микроскопа получали фотографии пористой структуры. Согласно принципу Кавальери[5]: соотношения объемов, находящихся между параллельными плоскостями, соответствуют соотношениям площадей сечений этих объемов параллельными плоскостями. Иными словами, по отношению площадей пор и металла, входящих в структуру образца, можно определить пористость образца. В качестве другого способа определения пористости использовали метод Архимеда. Суть метода основана на взвешивании образца в различных средах: в сухом состоянии, в воде, смоченный водой. Пористость (Π_n) вычисляли по формуле:

$$\Pi_n = \frac{m_M - m_c}{m_M - m_{вод}} \cdot 100\%$$

где m_M – это масса образца, смоченного жидкостью, г; m_c – масса сухого образца, г; $m_{вод}$ – масса пористого образца в воде, г.

Коэффициент проницаемости определяли по методике, описанной в [6], согласно стандарту ISO4022. Полученные образцы подвергали циклическим испытаниям на сжатие на испытательной машине *Instron 5966* с постепенным увеличением деформации на 2% в каждом цикле вплоть до $\epsilon=50\%$ или до разрушения образца. По полученным диаграммам деформации-разгрузки определяли механические характеристики пеноматериалов (условный предел текучести, модуль Юнга и

максимальную нагрузку на сжатие). Все характеристики пеноматериалов, определенные в этой работе, приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Характеристики полученных пеноматериалов

Образец	Пористость металлографическим методом, %	Пористость по методу Архимеда, %	Коэффициент проницаемости, $\cdot 10^{-11} \text{ м}^2$	Условный предел текучести, МПа	Модуль Юнга, ГПа	Максимальная нагрузка на сжатие, МПа
1	26	24	0,2	397	21	770
2	40	38	12,2	120	16	349
3	45	44	14,9	107	9	281

По результатам проведенных испытаний показано, что при увеличении пористости существенно возрастает проницаемость. Величина модуля Юнга пеноматериалов с пористостью от 24 до 44% меняется от 9 до 21 ГПа, что соответствует требованиям биомеханической совместимости с костной тканью (1-30 ГПа). Прочностные характеристики снижаются с увеличением пористости, но остаются на достаточно высоком уровне (значительно выше, чем у кости).

Список литературы:

1. V. Brailovski, S. Prokoshkin, M. Gauthier, K. Inaekyan, S. Dubinskiy, M. Petrzhik, and M. Filonov, Bulk and porous metastable beta Ti-Nb-Zr(Ta) alloys for biomedical applications, Mater. Sci. Eng. C, 31, 2011, p. 643–657.
2. S. Miyazaki, H. Y. Kim, H. Hosoda, Development and characterization of Ni-free Ti-base shape memory and superelastic alloys, Mater. Sci. and Eng. A., 2006, v. 438-440, pp. 18-24.
3. Rivard, V. Brailovski, S. Dubinskiy, S. Prokoshkin. Fabrication, morphology and mechanical properties of Ti and metastable Ti-based alloy foams for biomedical applications. Mater. Sci. and Eng.: C 45 (2014) 421-433.
4. W. Niu, C. Bai, G. Qiu et al., Processing and properties of porous titanium using space holder technique, Mater. Sci. Eng A, 2009, v. 506, pp. 148-151.
5. Howard Eves, «Two Surprising Theorems on Cavalieri Congruence», The College Mathematics Journal, volume 22, number 2, March, 1991), pages 118-124.
6. Шереметьев В.А., Дубинский С.М., Икбаль М.А., Коробкова А.А., Казакбиев А.М., Прокошкин С.Д., Браиловский В. Влияние динамического химического протравливания на параметры пористой структуры пеноматериала из сверхупругого сплава Ti–Nb–Zr медицинского назначения. Деформация и разрушение материалов. 2017. № 3. С. 28-32.

ДИНАМИЧЕСКОЕ ЛЕГИРОВАНИЕ СТАЛИ ПОРОШКОВЫМИ СГУСТКАМИ

Яздани-Черати Дж. Х., Шарифзянов В.Г., Ушеренко Ю.С., Ушеренко С.М.

Белорусский национальный технический университет,

г. Минск, Беларусь, E-mail: j.yazdani.c@gmail.com, usherenko@gmail.com

Введение

В космическом пространстве накопилось большое количество фрагментов от разрушившихся космических аппаратов, имеющих неопределенную форму, перемещающихся по околоземным орбитам. Фрагменты космического мусора (КМ) имеют размеры от нескольких метров до нескольких микрон. Космический мусор с размерами свыше 100 мм наблюдается и регистрируется. Встреча космических аппаратов (КА) с мелкими частицами опасна, поскольку частицы мусора обладают большими скоростями [1]. Также возрастает вероятность столкновения с элементами космического мусора [2]. Соударения пылевых частиц с металлическими оболочками КА долгое время рассматривались только с позиции эрозии внешней поверхности.

В настоящее время получило широкое признание явление, т.н. «сверхглубокого проникания» (СГП). В многочисленных экспериментах было доказано существование специфической области ударного взаимодействия с микрообъектами (3–100 микрон), в диапазоне которой стабильно наблюдаются глубины проникания в металлические преграды на 10^2 – 10^4 калибров ударника. Поэтому выполнение исследований по выявлению новых опасных факторов поражения сгустками пыли летательных аппаратов, и в первую очередь их систем управления, представляется актуальным.

Благодаря относительно простой методике при скоростях соударения (до 3000 м/с) сгустков микроударников с металлическими преградами удалось зарегистрировать проникание микрочастиц порошка на глубину в десятки и даже сотни миллиметров [3].

Целью данной работы является анализ процесса динамического легирования сталей в твердом агрегатном состоянии.

1. Результаты взаимодействия порошковых струй с металлическими преградами

Внедрение микрочастиц в объеме стального твердого тела происходит в условиях кумуляции поля высокого давления. За счет этого в зоне проникания ударников реализуются динамические фазовые переходы, во время которых сопротивление твердого тела резко уменьшается. Есть основания полагать, что при этом в период незавершенного фазового перехода проявляется состояние сверхпластичности. Особенностью этих процессов является визуализация структурных изменений на макроуровне (рис.1).

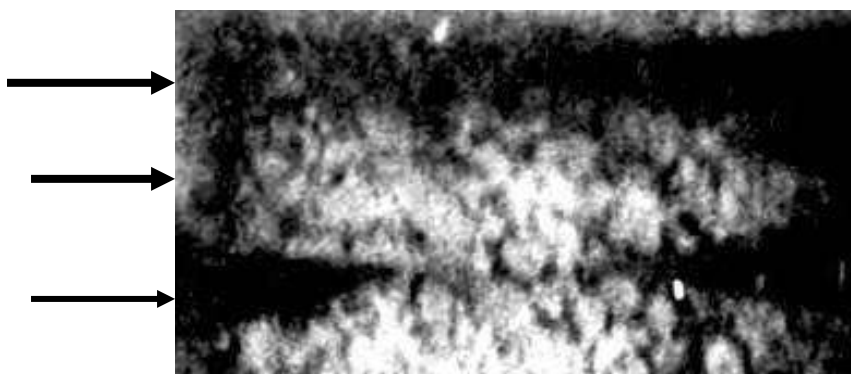


Рисунок 1 – Изменение макроструктуры стали 45 в процессе прошивки струей частиц SiC, $\times 3$

На микроуровне формируются границы раздела между структурами высокого и низкого давления (рис.2), $\times 250$.

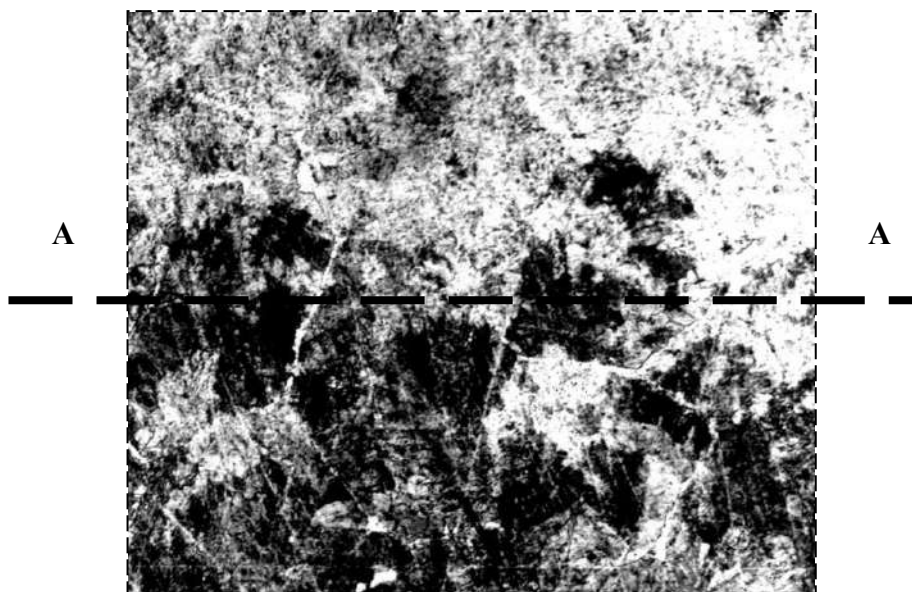


Рисунок 2 – Изменение микроструктуры стали 45 в зоне раздела зон высокого и низкого давления А-А, $\times 250$

За счет разницы свойств матричной стали и вводимого порошкового материала можно фиксировать напояшлифа остатков вводимого порошка карбида кремния (рис.3)

2. Маркировка сталей порошковыми материалами

Процесс легирования сталей в твердом агрегатном состоянии можно реализовать, например, за счет использования режимов сверхглубокого проникания порошковых частиц. Контроль реализации этого процесса можно выполнить при использовании маркерных материалов. В качестве маркерных материалов мы использовали микрочастицы свинца. Такой подход основан на сложности образования сплавов железо – свинец в жидком состоянии.

а – зона взаимодействия железо – свинец.

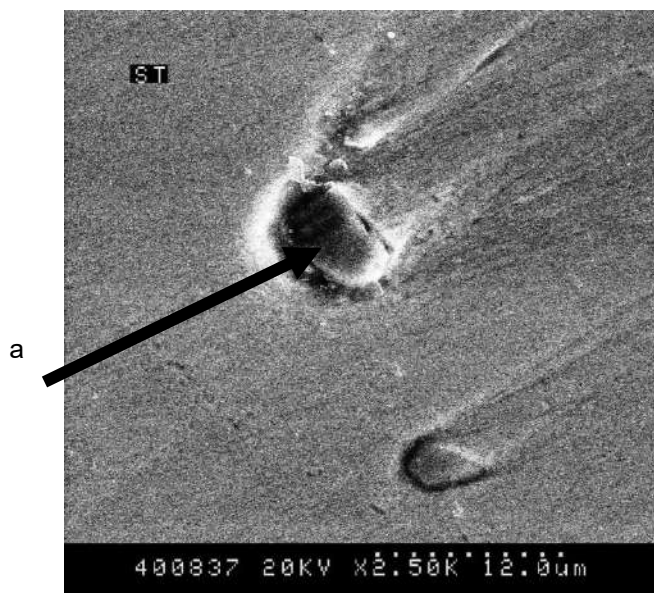


Рисунок 3 – Структура стали 45 без травления в зоне торможения остатка частиц свинца

Из результатов эксперимента с использованием в качестве маркера порошкового свинца (смотри табл.1) следует, что в режиме сверхглубокого проникания твердость ударника не играет заметного влияния на сопротивление движению и на глубину его проникания.

Таблица 1 – Концентрация микроэлементов при СГП (свинец) в % массовых

№ точки	C	Cr	Fe	W	Al	Mn	S	Cu	Pb
Материал до обработки	0,20	0,20	99,6	-	-	-	-	-	-
а	0,20		46,40		0,14	36,03		0,43	16,71

Также очевидно, что при динамическом фазовом переходе должны наблюдаться существенные затраты энергии на активацию значительной массы матричной стали.

Наличие структурной границы между зонами стали с реализованным динамическим фазовым переходом (уровень давления от 10 ГПа) и зоной стали без такого фазового перехода (уровень давления около 0,2 ГПа) (см. рис. 2) показывает возможность интенсивной разгрузки (излучения) в данной зоны.

При обработке сталей в режиме СГП происходят существенное, но и локальное изменение химического состава твердого матричного материала.

Заключение

В твердом агрегатном состоянии углеродистые стали можно легировать по объему, на глубины в десятки миллиметров в режиме сверхглубокого проникания.

Одним из наиболее эффективных факторов, обеспечивающим скачкообразное снижение сопротивления прониканию микрочастиц в твердое тело, является автомобильный характер динамического фазового перехода, как результат кумуляции поля давления.

Использование частиц вещества, которые в обычных условиях невозможно ввести в объем металлического твердого тела – как маркеров позволяет эффективно контролировать процесс СГП.

Список литературы:

- 1.Зеленцов В. В. Проблемы мелкого космического мусора. Наука и образование МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сетевое научное издание. Электрон. журн. -2015.- № 04. -С. 89–104.
- 2.Новиков Л.С. Частицы космического мусора в околоземном пространстве и методы их изучения//Инженерная экология.-1999.-№4.-С.10-19.
- 3.В.В. Соболев, С.М. Ушеренко, К.И. Чой. К вопросу о дестабилизации служебных параметров систем управления аппаратов при длительных полетах. Физика и техника высоких давлений. – 2005. –Т. 15, № 3. – С.41-46.
- 4.В.В. Соболев. С.М. Ушеренко. Синтез химических элементов в экспериментах по взрывному легированию железных сплавов. Информационный бюллетень украинского союза инженеров-взрывников, 2009. -.№ 3. - С.22-29.

**ВЛИЯНИЕ КОМБИНАЦИИ ПРОКАТКИ С ИМПУЛЬСНЫМ ТОКОМ И
УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

СПЛАВА $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$

^{1,2}Столяров В.В.

¹*Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, г. Москва, Россия*

²*Национальный исследовательский ядерный институт «МИФИ»*

г. Москва, Россия, E-mail: vlstol@mail.ru

Проблема получения наноструктуры (НС) в объемных конструкционных материалах, в частности сплаве $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ с памятью формы, относится к числу приоритетных направлений во всем мире, поскольку это путь создания принципиально нового класса материалов с повышенными физико-механическими и новыми функциональными свойствами. Методы, позволяющие формировать наноструктуру либо в объеме, либо на поверхности материала известны [1]. В настоящее время активно разрабатываются также и комбинированные методы деформационного воздействия, например, сочетание холодной прокатки с импульсным током или волочения с ультразвуковой обработкой (УЗО) [2, 3]. Они основаны на совместном действии пластической деформации и электро/акустопластического эффектов, экспериментальные основы которых были заложены в работе [4]. Особая роль при этом принадлежит градиентной НС, формирующейся в объеме и на поверхности.

Цель настоящей работы – исследование влияния комбинированного метода интенсивной пластической деформации, включающего в себя последовательно прокатку с током и УЗО, на структуру и механические свойства никелида титана.

Материал и методы исследования

Объектом исследования служил крупнозернистый сплав (КЗ) с памятью формы $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ в закаленном состоянии в форме полос размером 2.1 x 8 x 150 мм.

Прокатку проводили при комнатной температуре на двухвалковом стане при плотности однополярного импульсного тока $j=100$ А/мм², длительности импульса 10^{-4} с и скважности 12.5, со скоростью 4 м/мин в пошаговом режиме при регулируемом разовом обжатии по толщине (~25 мкм). Накопленная величина истинной деформации составляла $e=1.9$. Последеформационный отжиг осуществляли при температуре 450°С и длительности 1 час. Толщина образцов после ЭПП составляла 0.3 мм.

Исходный и прокатанный образцы подвергались УЗО, использующей энергию механических колебаний индентора (шар Ø10 мм) с частотой 20 кГц и амплитудой 20 мкм. Энергия в зону обработки вводилась посредством статического усилия прижима инструмента (Рст) 50 Н, 100 Н и 150 Н к поверхности обрабатываемой детали при скорости обработки 0.3 м/мин [5].

Исследование микроструктуры полученных образцов проводилось на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000 на фольгах, полученных механической и ионной полировкой в аргоне для глубин 1 мкм и 14 мкм от поверхности. Картины дифракции получали с области размером ~ 1.2 мкм.

Микротвердость и механические свойства при растяжении определяли, соответственно, на микротвердомере ПМТ-3 и испытательной машине «Instron».

Экспериментальные результаты и их обсуждение

Результаты показывают, что применение УЗО к исходному КЗ состоянию приводит к фрагментации структуры сплава в приповерхностном слое (рис.1,а). Однако УЗО образцов в НС состоянии, полученном прокаткой с током и последующим отжигом, не только сохраняет НС с размером зерен 40-50 нм в объеме образца (рис.1,б), но и дополнительно ее измельчает до размера зерен 20-30 нм на глубине 1 мкм от обработанной поверхности (рис.1,в). Нанокристаллическая структура представлена точечными дифракционными кольцами (или их частями) на электроннограммах.

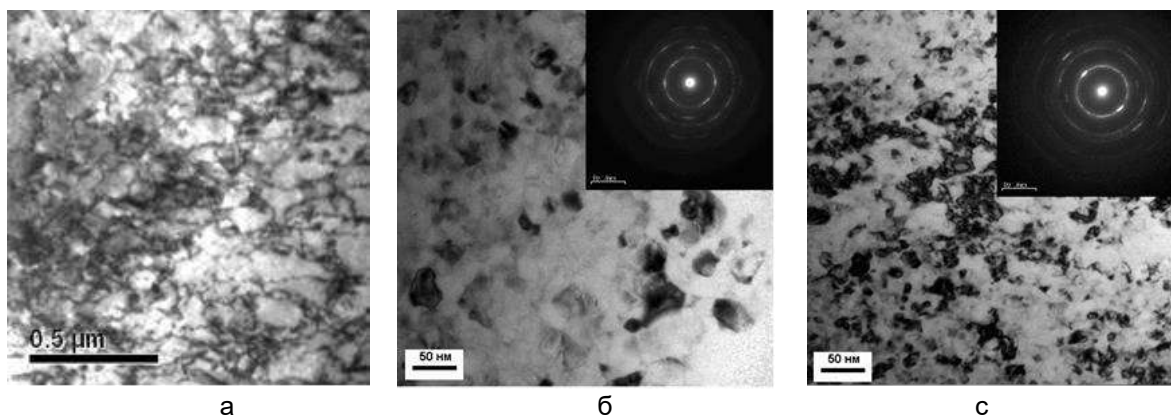


Рисунок 1 – Микроструктура никелида титана: а – исходный + УЗО; б – прокатка с током + УЗО, прокатка с током + УЗО, 14 мкм от поверхности; с – 1 мкм от поверхности

В результате объемного и поверхностного деформирования, соответственно прокаткой с током и методом УЗО никелида титана происходит рост микротвердости поверхности с 1800 до 3300 и 4000 МПа, соответственно. Повышение усилий прижима $P_{ст}$ способствует повышению прочности и микротвердости, снижает шероховатость поверхности [5]. Исходя из того, что УЗО формирует в поверхностном слое конструкционных материалов градиентную структуру, мы можем предполагать, что микротвердость также изменяется градиентно по сечению исследуемого образца.

Результаты исследований показали, что наноструктурирование в объеме прокаткой с током позволяет повысить предел прочности КЗ никелида титана с 660 МПа до 1600 МПа, а применение дополнительной УЗО повышает предел прочности до 1790 МПа. При этом относительное удлинение до разрушения сохраняется достаточным для инженерных применений (до 7%). При сравнении инженерных кривых «напряжение-деформация» исходных крупнозернистых и наноструктурных образцов после комбинированной обработки установлено, что в наноструктурных образцах происходит также двукратный рост критического напряжения мартенситного сдвига до 400 МПа.

Вид кривых «напряжение-деформация» образцов в крупнозернистом и наноструктурном состояниях показал, что они качественно подобны и включают три стадии (рис.2). Первая стадия – упругая деформация аустенита. На второй стадии (псевдотекущести) происходит фазовый переход аустенита в мартенсит. На третьей стадии развиваются процессы пластической деформации сформированной системы деформационных доменов мартенситной фазы, завершающиеся разрушением образцов.

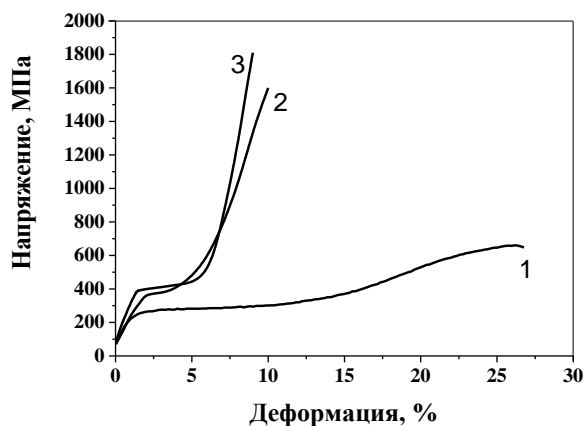


Рисунок 2 – Инженерные кривые «напряжение-деформация»: 1 – КЗ состояние, 2 – НС состояние после прокатки с током, 3 – НС состояние после прокатки с током + УЗО

Таким образом, показана возможность формирования градиентной наноструктуры в объемных полуфабрикатах никелида титана при использовании комбинации методов ЭПП и УЗО. Комбинированная обработка существенно повышает прочностные характеристики никелида титана, что позволяет снизить вес и габариты конструкций. Создание градиентной наноструктуры открывает принципиальную возможность управления функциональными свойствами изделий на основе изменения степени наноструктурирования никелида титана, в частности, за счёт расширения интервала мартенситных превращений.

Работа выполнена при поддержке РФФИ_Бел_а (грант № 16-58-00152), РФФИ_Инд_оми (грант №16-58-48001). Автор выражает благодарность д.т.н. Лесюк Е.А. за помощь в проведении УЗО.

Список литературы:

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. М.: ИКЦ «Академкнига». 2007. 398 с.
2. Лесюк Е.А., Столяров В.В., Комбинированное воздействие электропластической прокатки и ультразвуковой обработки на сплав TiNi, Технология металлов №11, 2011, 33-38.
3. Rubanik V.V., Rubanik V.V. jr., Dorodeiko V.G., Miliukina S.N., Influence of Ultrasonic Treatment on Shape Memory Effects in Ti-50,4 at.%Ni Alloy, Mater. Sci. Forum, V. 738-739 (2013) 362–366.
4. Kozlov A.V., Mordyuk B.N., Chernyashevsky A.V., On the additivity of acoustoplastic and electroplastic effects, Mater. Sci.&Eng.A190 (1995) 75-79.
5. Лесюк Е.А., Алехин В.П. Формирование нано- и субмикроструктурных структур в инструментальных и конструкционных материалах и обеспечение их термической стабильности: монография. – М.: МГИУ, 2009.–247 с.

**ДАТЧИК ЧАСТОТЫ ВРАЩЕНИЯ
НА ОСНОВЕ МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ЭФФЕКТА**
Лалетин В.М., Поддубная Н.Н., Линевиц А.В., Филиппов Д.А.

ГНУ ИТА НАН Беларуси, г. Витебск, Беларусь;
НовГУ, г. Великий Новгород, Россия, E-mail: poddubnaya.n@rambler.ru

Многие существующие системы контроля и управления используют в своей основе датчики частоты вращения (ДЧВ). Они применяются как в простейших счетчиках пробега, так и в системах управления военной техники. В зависимости от поставленных задач в качестве рабочего устройства в ДЧВ могут выступать герконы, индукционные, оптические либо гальваномагнитные датчики на основе эффекта Холла. В индукционных датчиках амплитуда выходного сигнала зависит от скорости вращения, что не позволяет проводить измерения малых чисел оборотов (от 0,5 Гц). Работоспособность волоконно-оптических ДЧВ ограничена оптической прозрачностью среды распространения светового потока (наличие паров компонентов топлива, задымленность и т.п.). Наибольшее распространение получили ДЧВ с использованием элементов Холла [1,2].

Мы предлагаем ДЧВ, особенностью использования которого является отсутствие управляющего тока. Рабочим элементом такого датчика является магнитоэлектрическая (МЭ) структура, представляющая собой композиционный материал, состоящий из магнито- и пьезоэлектрической компонент. Под действием внешнего магнитного поля в магнитоэлектрической компоненте возникает напряжение, что приводит к механической деформации пьезоэлектрической компоненты и возникновению электрического напряжения в структуре.

ДЧВ разработан на основе МЭ структуры из феррит-никелевой шпинели $\text{NiFe}_{1,9}\text{Co}_{0,02}\text{O}_4$ – 50 масс.% и пьезокерамики цирконат – титанат свинца ЦТС23 – 50 масс.%. Образцы изготовлены в форме диска диаметром – 8,8 мм, толщиной – 1 мм. На верхнюю и нижнюю поверхности диска для измерения возникающего напряжения нанесены металлические контакты. Структура предварительно поляризована в направлении оси диска.

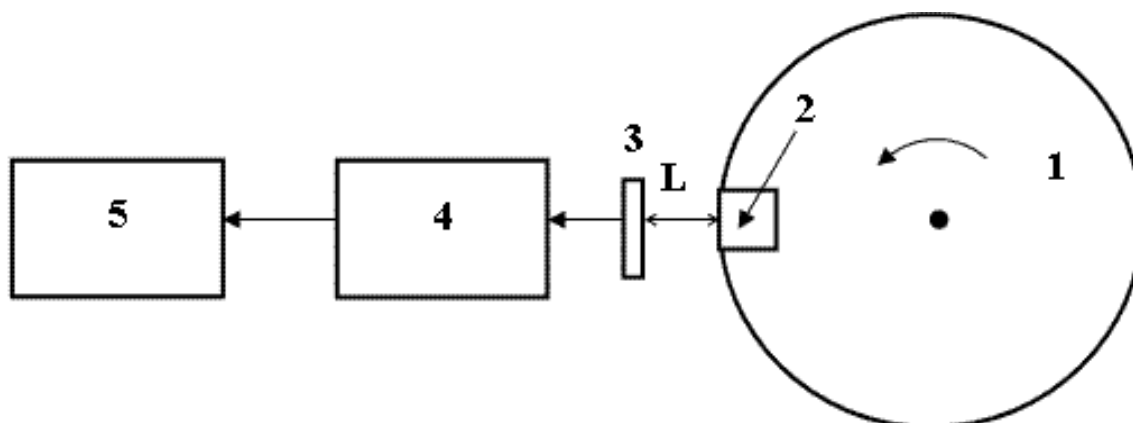


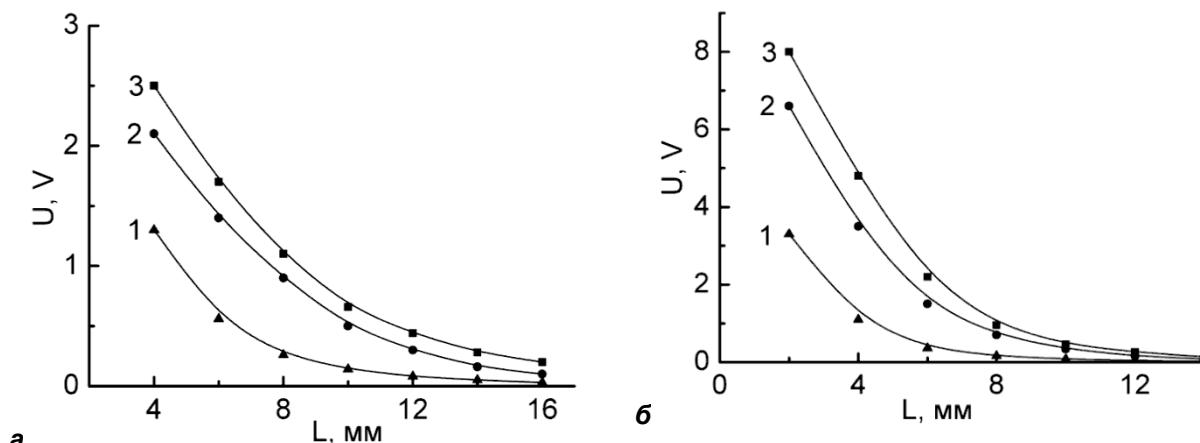
Рисунок 1 – Принципиальная схема ДЧВ

Устройство (рис. 1) состоит из ротора, представляющего собой диск немагнитного материала 1, внутри которого встроен постоянный магнит 2, МЭ структуры 3 и электронного блока 4 для обработки выходного сигнала. Вращение ротора с закрепленным на нем постоянным магнитом вызывает изменение магнитного поля в области нахождения МЭ элемента, что приводит к изменению напряжения. Возникающий импульс напряжения можно использовать для подсчета частоты вращения. Число импульсов в единицу времени будет давать частоту вращения ротора.

Амплитуда возникающего импульса напряжения зависит как от ориентации оси магнита по отношению к направлению поляризации образца, так и от воздушного зазора между МЭ сенсором и магнитом.

Нами рассмотрена принципиальная работа устройства при использовании набора неодимовых магнитов диаметром 10 мм и толщиной 2 мм, 5 мм, 10 мм при фиксации их на различных расстояниях от МЭ датчика. Коэрцитивная сила магнитов составляла не менее 955 кА/м (12 кЭ).

Характеристики выходного сигнала в зависимости от величины воздушного зазора при продольной и поперечной ориентации оси магнита по отношению к направлению поляризации представлены на рисунке 2, а и б соответственно. Частота вращения диска составляла $\nu=2$ Гц.



1 – толщина магнита 2 мм, 2 – 5 мм, 3 – 10 мм.
 Рисунок 2 – Изменение амплитуды возникающего импульса напряжения
 а) продольная ориентация оси магнита и направления поляризации образца;
 б) поперечная ориентация оси магнита и направления поляризации образца.

Как видно из представленных зависимостей, величина сигнала выше в случае продольной ориентации осей магнита и поляризации образца. Кроме того, с изменением взаимной ориентации изменяется и форма полученного импульса электрического поля. На рисунке 3 представлена форма сигнала, полученная на частоте 2 Гц при использовании магнита толщиной 10 мм при расстоянии между магнитом и сенсором 4 мм в случае поперечной ориентации, на рисунке 4 – осциллограммы выходного напряжения при продольной ориентации.

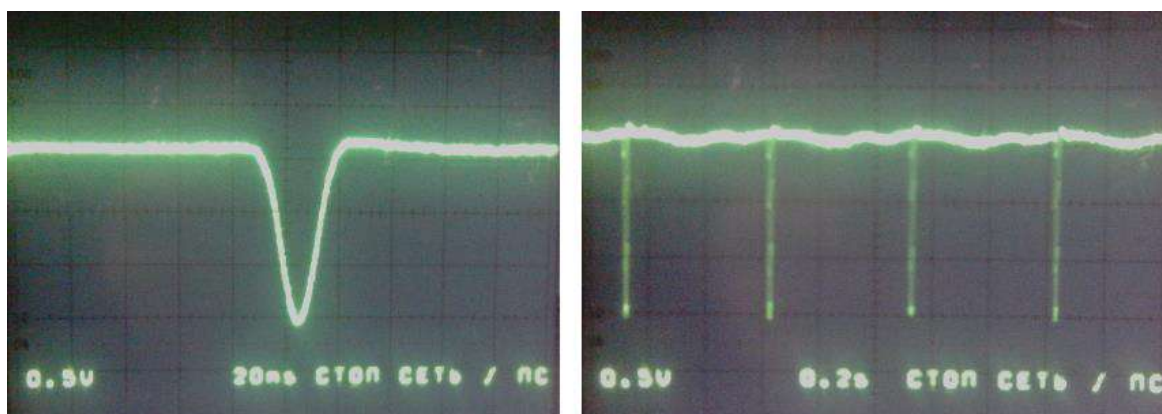


Рисунок 3 – Осциллограмма электрического импульса в случае поперечной ориентации



Рисунок 4 – Осциллограмма электрического импульса в случае продольной ориентации

Как видно из представленных графиков, можно подобрать такие параметры устройства, при которых величина сигнала будет выше пороговой (например, 1 В), и использовать в качестве электронного блока обычный пороговый счетчик импульсов.

Амплитуда выходного сигнала ДЧВ зависит от взаимной ориентации магнита и МЭ сенсора, но не от скорости вращения. Нижняя граница рабочего диапазона частот ДЧВ будет определяться временем перестройки магнитных и электрических доменов в МЭ сенсоре при изменении внешнего магнитного поля, что позволяет работать на низких частотах. Кроме того, ДЧВ исключает необходимость использования управляющего тока, протекающего через магниточувствительный элемент, что значительно упрощает конструкцию устройства и приводит к снижению потерь энергии.

Список литературы:

1. Кирьянов, В. Л. Датчики частоты вращения для изделий ракетно-космической техники / В. Л. Кирьянов, В. Н. Колганов, Н. Д. Конаков, А. В. Куприянов // Датчики и системы. – 2012. – № 9. – С. 28–31.
2. Удд, Э. Волоконно-оптические датчики. Вводный курс для инженеров и научных работников / Э. Удд. – М.: Техносфера, 2008. – 520 с.

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОРШНЕВОГО СПЛАВА АК12М2МГН, КОМПЛЕКСНО МОДИФИЦИРОВАННОГО УНТ И МЕДЬЮ

Комаров А.И., Комарова В.И., Искадарова Д.О., Орда Д.В.
*Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,
г. Минск, Беларусь, E-mail: al_kom@tut.by*

Введение

В настоящее время с развитием двигателестроения все большие требования предъявляются к конструкционным материалам, а именно повышению их эксплуатационных характеристик. Одним из таких материалов является поршневой сплав АК12М2МгН, литая структура которого не обеспечивает необходимый уровень свойств. Одним из наиболее перспективных методов улучшения свойств силуминов является диспергирование структуры путем введения в расплав тугоплавких керамических наночастиц. В работах [1–3] нами исследовано влияние на структуру сплава АК12М2МгН наночастиц синтезируемых комплексных гетерофазных наполнителей VN-AlN-AlB₂ [1], TiC- α -Al₂O₃ [2], SiC- α -Al₂O₃ [3], из которых следует, что введение указанных наночастиц в расплавы приводит к диспергированию микроструктуры создаваемых КМ, и, как следствие, улучшению трибомеханических свойств – повышению износостойкости, несущей способности, снижению коэффициента трения создаваемых КМ.

Целью данной работы является исследование воздействия углеродных нанотрубок (УНТ) совместно с порошком Си на структурно-фазовое состояние и трибомеханические свойства получаемых КМ на основе силумина АК12М2МгН, основываясь на предположении, что УНТ, включенные в расплав, претерпевают фазовое превращение в графит, являющийся дополнительной твердой смазкой, а медь повышает усвояемость наночастиц углерода расплавом и снижает степень его окисления. Следует отметить, что для достижения повышенных антифрикционных свойств КМ авторами [4] совместно с частицами керамических соединений вводился микронный порошок графита. Однако значимый эффект не был достигнут.

Материалы и методика исследования

В качестве матричного материала при получении КМ использовали силумин АК12М2МгН состава (мас. %): Si-11-13; Cu-1.5-3; Mg-0.8-1.3; Mn-0.3-0.6; Fe-0.4; Zn-0.2; Ti-0.05-0.2; Al-ост. Изготовление КМ осуществлялась путем введения прессовки УНТ-Си в расплав (750°C) этого сплава методом «колокольчика». После выдержки 10–15 мин при этой температуре расплав отливался в металлический кокиль. Структурное состояние образцов полученных отливок КМ исследовалось методами металлографического анализа с использованием микроскопов ХJM300 и МИМ-8, Определение микротвердости осуществлялось на приборе ПМТ-3 при нагрузке на индентор 0,196 Н.

Триботехнические испытания выполнялись в условиях граничного трения в среде индустриального масла И-40 по схеме возвратно-поступательного перемещения контртела из закаленной стали (55 HRC) относительно неподвижного образца размером 6*6*10 мм при скорости скольжения 0,1 м/с. При проведении испытаний номинальное давление p пошагово возрастало 10→20→30МПа. По результатам испытаний определялись коэффициенты трения f , массовый износ Δm и интенсивность изнашивания I_q ($I_q = \Delta m/L$, где L – путь трения). Потеря массы Δm образца находилась его взвешиванием на аналитических весах ВЛР-200.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Металлографические исследования структуры сплава АК12М2МгН показали, что в исходном состоянии он имеет игольчатую эвтектику, находящуюся между ветвями α -фазы (рис.1,а). На границе раздела α -фазы–эвтектика располагаются включения кремния неправильной формы с размером частиц 10–20 мкм. В теле зерен α -фазы располагаются скелетообразные и игольчатые интерметаллидные включения

железосодержащих фаз, размер которых достигает 200–250 мкм. Формирование такой структуры не обеспечивает высоких трибомеханических свойств сплава (табл. 1)

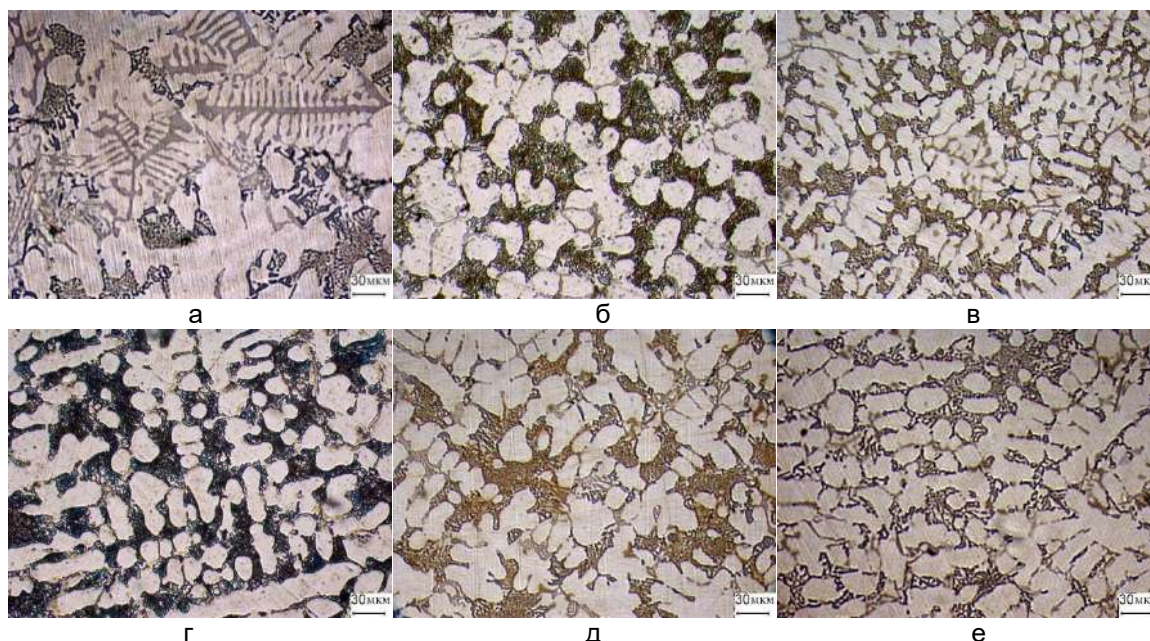


Рисунок 1 – Микроструктура исходного сплава АК12М2МgН (а) и модифицированных образцов отливок: КМ3– б; КМ4 – в; КМ6 – г; КМ7 –д; КМ14 – е

Таблица 1 – Количественное содержание модификатора (Q) УНТ, Си и эвтектики, размер зерен и частиц структурных составляющих КМ, их микротвердость H_{μ} , твердость HV, интенсивность изнашивания I_q , средний коэффициент трения f при $p=30$ МПа

Образец КМ	$Q_{\text{УНТ}}$, %	Q_{Cu} , %	$Q_{\text{Эвт}}$, %	Размер зерен и частиц фаз, мкм			H_{μ} , МПа		HV, МПа	I_q , 10^{-5} мг/м	f^{**}
				α -фаза	Si	интерметаллиды	α -фаза	эвтектика			
АК12М2МgН	-	-	22	70	10–12	100–120	720	940	950	9,26	0,035
КМ3	0,5	-	27	35	8–10	20–30	586	900	960	0	0,008
КМ4	0,4	3	22	25	1–7	35–40	827	1030	1210	3,27	0,011
КМ6*	0,4	2	35	23	1–7	10–15	630	990	1020	1,54	0,015
КМ7	0,4	2	28	20	6–10	20–25	760	900	1100	0	0,004
КМ14*	0,05	0,25	26	38	4–8	25–30	704	862	990	0	0,010

*- в расплав дополнительно введен Na_3AlF_6

Модифицирование расплава углеродными нанотрубками в количестве 0,5% приводит к формированию диспергированной структуры в КМ3 с большей объемной долей эвтектики (рис.1, б) по сравнению с исходным силумином. При этом в зернах α -фазы и на их границе с эвтектикой располагаются иглообразные интер-металлидные включения, которые способствуют разбиению α -областей на более мелкие зерна (рис.1,б). Формирование данной структуры приводит к снижению коэффициента трения со значения 0,035 до 0,008 (в 4–5) раз, а также многократному увеличению износостойкости образца КМ3, поскольку его износ не обнаружен.

Введение в расплав УНТ совместно с медью приводит к интенсивному диспергированию структуры (рис.1,в), при этом введение меди в количестве 3 мас.% (КМ4) способствует значительному повышению микротвердости структурных составляющих и как следствие твердости образца отливки КМ4. При этом наблюдается снижение интенсивности изнашивания и коэффициента трения в 2,5–3 раза в сравнении с базовым сплавом (рис.1,в).

Введение в расплав УНТ и Си совместно с Na_3AlF_6 (КМ6) способствует формированию зернистой мелкодисперсной эвтектики, увеличению её объемной доли

на 10-12% и повышению микротвердости, а также образованию интерметаллидных включений неправильной формы с размером до 20 мкм, а также глобулярных зерен матрицы (рис.1,г). Такая структура обеспечивает снижение f в 2–3 раза и I_q в 5–6 раз. Исследования прочностных свойств данного КМ показывают, повышение прочности на разрыв на 25%.

Снижение доли вводимой меди до 2% и дополнительному введению в расплав криолита (КМ7) приводит к формированию дисперсной структуры, при этом интерметаллиды с размером частиц 25 мкм располагаются преимущественно по границе раздела фаз, что, вероятно, приводит к некоторому снижению микротвердости (рис.1,д). При этом наблюдается снижение коэффициента трения в 8–9 раз, а также многократное повышение износостойкости образца КМ7 в сравнении с образцом КМ4, с большим содержанием Си.

Уменьшение количества вводимых модифицирующих компонентов (образец КМ14) приводит к некоторому огрублению структуры в сравнении с образцами КМ, где количество модифицирующей добавки выше. Наблюдается увеличение размеров зерен α -фазы, снижение объёмной доли эвтектики, что приводит к снижению твердости (рис.1,е). Однако размер и форма интерметаллидов остается на прежнем уровне, что способствует снижению f в 3–3,5 раза и многократному увеличению износостойкости в сравнении с композитами КМ4, КМ6 и базовым сплавом.

Заключение

Анализ результатов исследования показывает, что при введении УНТ с Си в расплав в малых долях приводит к диспергированию структуры сплава АК12М2МгН и повышению триботехнических характеристик КМ. Увеличение доли УНТ приводит к повышению твердости сплава и трибомеханических характеристик КМ, в то время как повышение доли Си, вводимой в расплав, сопровождается снижением износостойкости и ростом коэффициента трения в сравнении с образцами КМ с малой долей Си.

Список литературы:

1. Витязь П.А. Влияние фазового состава наноструктурированного тугоплавкого модификатора на структуру и триботехнические свойства сплава АК12М2МгН / П.А. Витязь, А.И. Комаров, В.И. Комарова, А.А. Шипко, В.В. Овчинников, С.А. Ковалева // Трение и износ. - 2013. – Том 34, №5. – с. 435-445.
2. Комаров А.И. Синтез карбидо-корундового наполнителя и его воздействие на структуру и свойства поршневого сплава Ак12М2МгН / А.И. Комаров, В.И. Комарова, Д.В. Орда // Механика машин, механизмов и материалов. - 2016. - №1 (34). – С. 81-86.
3. Комаров А.И. Воздействие синтезируемой нанокompозиции SiC-Al₂O₃ на структурообразование и триботехнические свойства композита на основе поршневого сплава АК12М2МгН / А.И. Комаров, В.И. Комарова, А.А. Шипко, Д.В. Орда // Механика машин, механизмов и материалов. - 2017. - №1 (38). – С. 71-78.
4. Чернышова Т.А. Наноструктурирование дисперсно-армированных алюмоматричных композиционных материалов / Т.А. Чернышова, Л.И. Кобалева, П.А. Быков и др. // Физика и химия обработки материалов. – 2012. – №4. – с. 53-61.

ВЛИЯНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ НА ДЕФОРМАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОМПОЗИЦИОННОЙ ОКСИДНОЙ КЕРАМИКИ

¹Ильющенко А.Ф., ¹Шевченко А.А., ²Ульянова Т.М., ²Овсеенко Л.В.,
¹Кашаед Е.А., ²Титова Л.В.

¹ГНУ «Институт порошковой металлургии НАН Беларуси»,
г. Минск, Беларусь, E-mail: alexshev56@mail.ru

²ГНУ «Институт общей и неорганической химии НАН Беларуси»,
г. Минск, Беларусь, E-mail: ulya@igic.bas-net.by

Благодаря высоким значениям физико-механических, электрофизических свойств, отличной химической устойчивости корундовая керамика широко применяется в самых различных областях техники. Электрофизические свойства используются в электроизоляционной, радиоэлектронной и электровакуумной технике для изготовления многих видов изделий. Корунд отличается исключительно высокой химической стойкостью как в отношении кислых, так и щелочных реагентов. Исключительно высокая химическая устойчивость обеспечила широкое распространение этого материала в различных отраслях химической технологии. Прозрачная корундовая керамика используется для панелей ИК-ламп, подложек интегральных схем, окон выводов энергии и во многих других случаях. Пористая корундовая керамика с пористостью до 90% служит хорошим теплоизолирующим материалом при температурах до 1700-1750°C. В последние годы корундовая керамика получила применение в качестве деталей костных имплантатов [1]. Одним из отрицательных свойств корунда является его высокая хрупкость. С целью повышения его пластичности вводят различные добавки: оксид магния, или титана, влияющие на рост его зерен, однако это не решает существующей проблемы. Для повышения коэффициента вязкого разрушения используют высокодисперсный частично стабилизированный диоксид циркония.

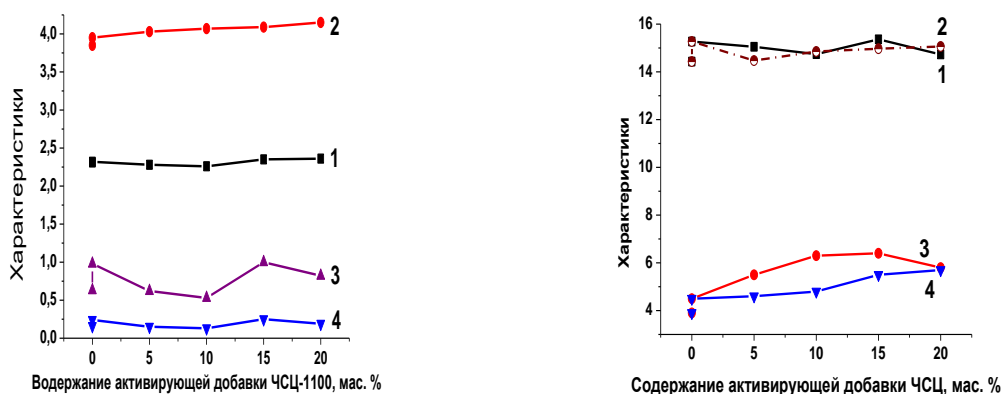
Целью настоящей работы было исследовать возможность повышения физико-механических и, в частности, деформационных характеристик корундовой керамики, полученной из промышленного порошка, путем введения в него активного наноструктурного порошка частично стабилизированного диоксида циркония.

Для получения керамики на основе оксида алюминия была выбрана система: в качестве матрицы – промышленный корундовый порошок М1, содержащий не менее 50% частиц до 1 мкм, и активирующей добавки – специально синтезированный по темплатной технологии наноструктурный волокнистый порошок частично стабилизированного диоксида циркония (ЧСЦ), содержащий 5 мас. %. Y_2O_3 , термообработанный при температурах 900 и 1100°C. Волокнистые порошки были игольчатой формы, длиной 0,5-1 мкм и состояли из нанозерен тетрагональной фазы (~80%) размером 8-10 нм и моноклинной фазы (~20%) размером 15-20 нм [2].

Соотношение матричного порошка М1 и модификаторов изменялось от (95:5) до (80:20) мас. %. Гомогенизацию и измельчение смеси порошков проводили в планетарной шаровой мельнице с халцедоновыми чашами и корундовыми шарами. Заготовки формовали методом одноосного статического прессования, и отжигали в диапазоне температур 1600-1700°C. У полученных керамических образцов исследовали кристаллическую и микроструктуру, а также определяли плотность, пористость, влагопоглощение, микротвердость, прочность при сжатии и изгибе.

Проведенное исследование показало, что формование, потеря массы и усадка при спекании образцов с добавками протекала аналогично материалам без добавки. При нагревании выше 1100°C происходили твердофазные и диффузионные процессы. Как видно на микрофотографиях наночастицы диоксида циркония располагались в щелеобразных порах между микронными частицами корунда и вызывали в матрице образование регулярной пластинчатой структуры $\alpha-Al_2O_3$. Введенный порошок ЧСЦ изменял микроструктуру материала и повышал его прочностные свойства при изгибе, так например, прочность при изгибе композиционной керамики составляла 590-620 МПа, тогда как у образцов, спеченных из промышленного микронного порошка, она не превышала 250-270 МПа. Следует отметить, что прочность образцов керамики не связана прямо пропорциональной зависимостью с количеством введенного

модификатора. Определенное значение имела температура синтеза порошка ЧСЦ, поскольку с повышением температуры синтеза увеличивались размеры нанозерен оксидов, понижалась удельная поверхность порошка, но возрастала жесткость и прочность его иглообразных частиц. Этот фактор заметно проявлялся при изменении финишной температуры и времени отжига. Наилучшие характеристики прочности были у образцов керамики с добавкой 5% ЧСЦ-900 и 15% ЧСЦ-1100 (отжиг при 1600°C). С повышением температуры обработки до 1700°C и уменьшением времени отжига до 1 ч повышенные показатели прочности были у керамики с добавкой 15% ЧСЦ-900 и 15% ЧСЦ-1100. Изменения физико-химических свойств материалов показаны на рисунке 1.



а)

б)

Рисунок 1 – Влияние активирующей добавки ЧСЦ-1100 на а: кажущуюся плотность сырой (1) и спеченной (2) керамики, 3 – пористость, 4 – влагопоглощение модифицированной керамики; б – микротвердость (1, 2) и коэффициент вязкого разрушения K1с (3, 4) от введения ЧСЦ-900(1,3) и ЧСЦ-1100 (2, 4); спекание керамики выполнялось при 1600°C

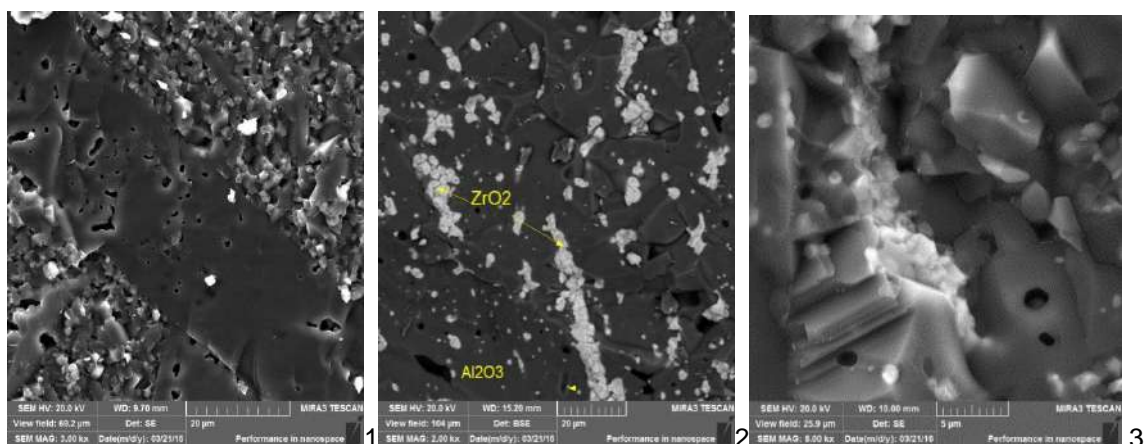


Рисунок 2 – Микроструктура корундовой керамики без добавок – 1 и с добавкой 15 % ЧСЦ-1100 – 2 и 3

Введенные добавки повышали не только прочностные характеристики, но и пластичность материала. На рисунке 3 представлены зависимости деформации образцов композитов, отожженных при 1600 и 1700°C. Наночастицы ЧСЦ не только механически заполняли поровое пространство, но создавали на поверхности крупных частиц корунда промежуточную прослойку, которая при давлении на материал способствовала скольжению частиц друг относительно друга, повышая тем самым коэффициент вязкого разрушения K1с.

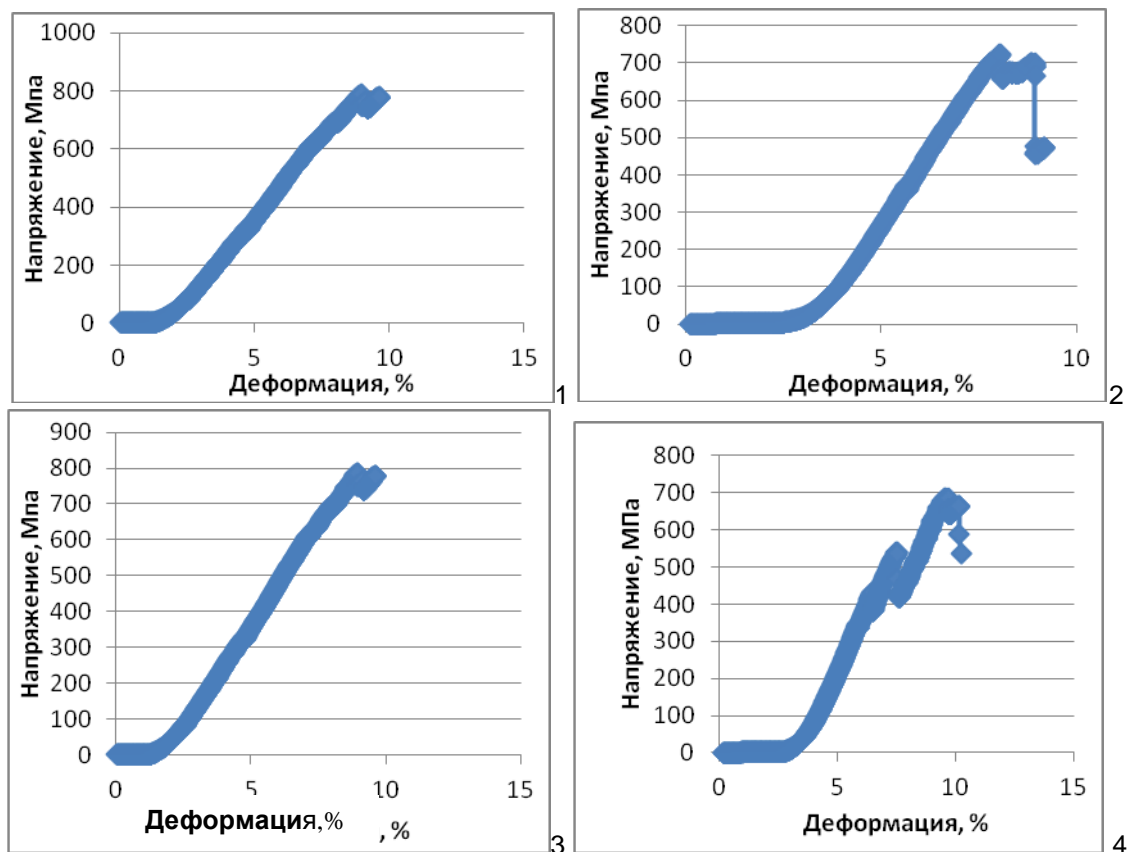


Рисунок 3 – Изменение деформационных характеристик при сжатии образцов корундовой керамики – 1 и композиционной керамики на основе корунда с наноструктурной добавкой: 2 – 5% ЧСЦ-900 (1600°С), 3 – 15% ЧСЦ-900 (1600°С), 4 – 15% ЧСЦ-1100°С (1700°С)

Сочетание наноструктурных наполнителей тугоплавких оксидов с промышленным порошком α -корунда, а также использование современных технологий изготовления и контроля структуры и свойств материалов позволяют получать композиционные керамические материалы с повышенными физико-техническими характеристиками, превышающими показатели в 1,5-2 раза по сравнению с керамикой из промышленных порошков. Полученные материалы обладают свойством псевдопластичности при разрушении и выдерживают более 50 теплосмен при перепаде температур 900/10 °С, что позволяет рекомендовать их как защитные слои и машинные компоненты для работы в чрезвычайных условиях, а также дает возможность сократить импорт дорогостоящих изделий, применяемых в различных отраслях промышленности.

Список литературы:

1. Матренин С.В. *Материаловедение и технологии новых материалов*. Томск, 2009. -24 с.
2. Ульянова Т.М., Витязь П.А., Крутько Н.П., Титова Л.В., Медиченко С.В. / Сб. *Мат. IV Межд. симп. « Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе »* 2011. Минск: Диатех. -С. 384-393.

МОДЕЛЬНЫЕ ФУНКЦИИ ТЕПЛОСОДЕРЖАНИЯ ДЛЯ НИТИНОЛА

Пряхин С.С., Лесота А.В.

Институт технической акустики НАН Беларуси,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: sspryakhin@yandex.by, ann20zv@tut.by

Ключевым элементом разработки функциональных элементов из нитинола является прогнозирование их поведения на основе моделей. Представляется, что макроскопические модели, основанные на термодинамическом подходе, являются продуктивными. В связи с этим, понимание связи теплосодержания с изменением температуры представляется актуальным. Отметим работу [1], в которой на участке фазового перехода предлагалось учитывать добавку к теплоемкости в виде функции

$$\Delta C(T) = \text{const} \cdot \cos^2 \left[\frac{\pi (T - T_{\Phi})}{2 \Delta T_{\Phi}} \right], \quad (1)$$

где T_{Φ} - середина температурного отрезка фазового перехода; ΔT_{Φ} - полуширина.

При этом автор заострял внимание на равенство нулю изменения теплосодержания в цикле между температурными точками завершения прямых и обратных фазовых превращений. Настоящая работа является попыткой построить модельную функцию теплосодержания q для нитинола, представив ее в зависящей от переменных температуры T и внутренней переменной (содержания мартенсита) ξ :

$$q = q(T, \xi) \quad (2)$$

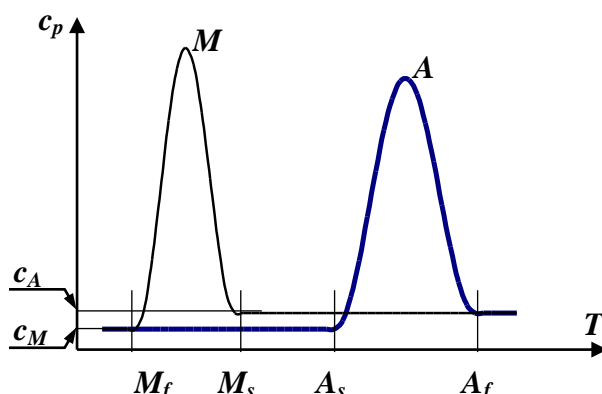


Рисунок 1 – Кривые изменения теплоемкости нитинола $c_p(T)$ при росте температуры А и понижении температуры М с участками полных фазовых переходов: $M_f \leq T \leq M_s$ – прямое мартенситное превращение; $A_s \leq T \leq A_f$ – обратное превращение

На рисунке 1 изображен ход зависимостей теплоемкости от температуры для ветвей А и М, содержащих участки обратных и прямых мартенситных превращений, соответственно. Проанализируем изменение теплосодержания на ветви нагрева при изменении температуры от M_f до A_f . На отрезке $M_s \leq T \leq A_s$ фазовый состав полностью мартенситный, т.е. $\xi=1$ и изменение теплосодержания отвечает нагреву мартенситной фазы с теплоемкостью c_M .

$$q(T, 1) - q(M_f, 1) = c_M (T - M_f) \quad (3)$$

Изменения теплосодержания $q(T, \xi)$ сплава при последующем повышении температуры T на отрезке $A_s \leq T \leq A_f$ сопровождается изменением фазового состава от полностью мартенситного $\xi_0 = \xi(A_s) = 1$ до полностью аустенитного $\xi_f = \xi(A_f) = 0$. При этом теплоемкость меняется от $c_0 = c(A_s) = c_M$ до теплоемкости аустенитной фазы $c_f = c(A_f) = c_A$. Считаем, что доля мартенсита ξ описывается уравнением [2]:

$$\xi = \frac{\xi_0}{2} \left[1 + \cos \left(\pi \frac{T - A_s}{A_f - A_s} \right) \right]_{A_s \leq T \leq A_f} \quad 0 \leq \xi \leq 1, \quad (4)$$

ξ_0 – параметр ветви А, отвечающий содержанию мартенсита при $T=A_s$.

Изменение теплосодержания (2) на отрезке $A_s \leq T \leq A_f$ обозначим как функцию

$$q_A(T, \xi) = q(T, \xi) - q(A_s, \xi_0), \quad (5)$$

полный дифференциал которой представляется в виде

$$dq_A = \left(\frac{\partial q_A}{\partial T} \right)_{\xi} dT + \left(\frac{\partial q_A}{\partial \xi} \right)_T d\xi \quad (6)$$

Частную производную по температуре в (6) представим в виде

$$\left(\frac{\partial q_A}{\partial T} \right)_{\xi} = c_A - \frac{1}{2}(\xi + \xi_0)(c_A - c_M) \quad (7)$$

Перекрестное дифференцирование частных производных в (6) дает равные значения независимо от порядка дифференцирования. Поэтому, приняв (7), выпишем

$$\frac{\partial^2 q_A}{\partial T \partial \xi} = \frac{\partial^2 q_A}{\partial \xi \partial T} = -\frac{1}{2}(c_A - c_M) \quad (8)$$

Равенство (8) позволяет представить частную производную функции q_A по ξ в виде

$$\left(\frac{\partial q_A}{\partial \xi} \right)_T = \int_{A_s}^T \frac{\partial^2 q_A}{\partial \xi \partial T} dT + f(\xi) = -\frac{1}{2}(c_A - c_M)(T - A_s) + f(\xi) \quad (9)$$

где для функции $f(\xi)$ допускается произвол на отрезке $\xi \in [0, 1]$.

Заметим, что функция вида

$$F_1(T, \xi) = [c_A - (c_A - c_M)(\xi + \xi_0)/2](T - A_s) \quad (10)$$

удовлетворяет уравнению для части производной, выписанной в (9), без учета $f(\xi)$

$$\left(\frac{\partial q_A}{\partial \xi} \right)_T = -\frac{1}{2}(c_A - c_M)(T - A_s) \quad (11)$$

уравнению для производной (7) и начальному значению

$$q_A(A_s, \xi_0) = 0 \quad (12)$$

Учтем вклад функции $f(\xi)$ в (9) в изменение теплосодержания (5), в виде добавочной функции $F_2(\xi)$

$$q_A(T, \xi) = q(T, \xi) - q(A_s, \xi_0) = F_1(T, \xi) + F_2(\xi) \quad (13)$$

Примем

$$f(\xi) = -\alpha \sqrt{\xi(1-\xi)}, \quad (14)$$

где α – положительная константа размерности Дж/кг. Функция $f(\xi)$ положительно определена на отрезке $0 \leq \xi \leq 1$, на его краях равна нулю, имеет максимум в $\xi = 0.5$ и симметрична относительно этой точки. Получим выражение для $F_2(\xi)$ в виде

$$F_2(\xi) = -\alpha \int_1^{\xi} \sqrt{x(1-x)} dx = \alpha \int_{\xi}^1 \sqrt{x-x^2} dx \quad (15)$$

где

$$\int_{\xi}^1 \sqrt{x-x^2} dx = \frac{1}{8} \left[\frac{\pi}{2} - (4\xi - 2)\sqrt{\xi - \xi^2} - \frac{1}{2} \arcsin(2\xi - 1) \right] \quad (16)$$

Если в функции изменения теплосодержания $F_2(\xi)$ (15) величину ξ связывать с T уравнением (4) при $\xi_0 = 1$, то она воспроизведет теплосодержание, отвечающее интегральной функции, построенной по функции теплоемкости вида (1).

Отметим, что в точке окончания фазового перехода значение функции

$$F_2(\xi = 0) = \alpha\pi/8 \quad (17)$$

Используя выражения (3), (10), (17), составим выражение для изменения теплосодержания в нитиноле при повышении температуры от M_f до A_s , нагрев **A**:

$$q(A_f, 0) - q(M_f, 1) = c_M(A_f - M_f) + [(c_A - c_M)(A_f - A_s)/2 + \alpha\pi/8] \quad (18)$$

Квадратными скобками в правой части (18) выделена составляющая изменения тепла, обусловленная только приращениями мартенситной фазы $d\xi$ в уравнении (6). Поэтому резонно называть ее скрытой теплотой фазового перехода при превращении мартенсита в аустенит и обозначить

$$L_A = (c_A - c_M)(A_f - A_s) + \alpha\pi/8 \quad (19)$$

Аналогично получаем выражение для изменения теплосодержания в нитиноле при уменьшении температуры от A_s до M_f , отвечающее на рис. 1, за охлаждение:

$$q(M_f, 1) - q(A_f, 0) = -c_A(A_f - M_s) - c_M(M_s - M_f) - [(c_A - c_M)(M_s - M_f)/2 + \mu\pi/8] \quad (20)$$

При анализе прямого мартенситного перехода:

Принималось во внимание уравнение Лианга-Роджерса эквивалентное [2]

$$1 - \xi = \frac{1 - \xi_0}{2} \left[1 + \cos \left(\pi \frac{T - M_f}{M_s - M_f} \right) \right] \quad M_f \leq T \leq M_s, \quad 0 \leq \xi \leq 1, \quad (21)$$

ξ_0 – параметр ветви М, отвечающий содержанию мартенсита при $T = M_s$.

Получены функции изменений теплосодержания, являющиеся аналогами функций (10), (15) ветви мартенситных превращений

$$F_3(T, \xi) = [c_A - (c_A - c_M)(\xi + 1)/2](T - M_s) \quad (22)$$

$$F_4(\xi) = -\mu \int_0^{\xi} \sqrt{x - x^2} dx \quad 0 \leq \xi \leq 1, \quad (23)$$

где μ – положительная константа размерности Дж/кг.

$$F_4(\xi = 1) = -\mu\pi/8 \quad (24)$$

В силу симметрии подинтегральной функции в (23) относительно $\xi = 0.5$ можно

$$\int_{\xi}^1 \sqrt{x - x^2} dx = \int_0^{\xi} \sqrt{x - x^2} dx$$

использовать аналитическое выражение (16), поскольку

Обозначим выделенную в (20) составляющую как *скрытую теплоту фазового перехода* аустенита в мартенсит

$$L_M = (c_A - c_M)(M_s - M_f) + \mu\pi/8 \quad (25)$$

Используя (18), (20), потребуем равенства изменения тепла нулю в температурном цикле $M_f \rightarrow A_f \rightarrow M_f$. Преобразовав полученное уравнение, получим

$$c_M(A_f - M_s) + L_A = c_A(A_f - M_s) + L_M \quad (26)$$

Понятие скрытой теплоты фазового перехода следует трактовать как долю изменения теплосодержания $\Delta q(T, \xi)$, обусловленную изменением фазовой компоненты ξ . Поскольку теплоемкость аустенитной фазы нитинола почти вдвое превышает теплоемкость мартенситной $c_A > c_M$, из уравнения (26) следует, что величины скрытой теплоты прямого и обратного фазового перехода различаются между собой: $L_A > L_M$. Температурно обусловленные составляющие в уравнении (26) можно трактовать как перегрев или переохлаждение, необходимые для соответствующего фазового перехода.

Список литературы:

1. Вьюненко, Ю.Н. Эффект памяти формы, инициируемый механизмом остаточных напряжений // Перспективные технологии и методы контроля. – Витебск: УО «ВГТУ», 2009. – Гл. 14. – С. 384-399.

2. Liang, C., Rogers C.A. One-dimensional thermomechanical constitutive relations for shape memory materials// Journal of Intelligent Material Systems and Structures. – 1990. – Vol. 1, Issue 2. – P. 207-234.

БЫСТРОДЕЙСТВУЮЩИЙ КОМПОЗИТНЫЙ НАНОАКТЮАТОР НА ОСНОВЕ СПЛАВА С ЭПФ Ti_2NiCu

¹Иржак А.В., ²Коледов В.В., ²Кучин Д.С., ²Лега П.В., ²Орлов А.П., ³Шеляков А.В.

¹НИТУ «МИСус», г. Москва, Россия, E-mail: airzhak@gmail.com

²ИРЭ им. В. А. Котельникова РАН, г. Москва, Россия, E-mail: rexby@list.ru

³НИЯУ МИФИ, г. Москва, Россия, E-mail: alex-shel@mail.ru

Для совершения механической работы на микро и наноуровне могут использоваться устройства, в основе функционирования которых лежат различные физические эффекты. Перечислим некоторые из этих эффектов с указанием порядка величины обратимой относительной деформации: магнитострикция (10^{-3}), пьезоэффект (10^{-2}), эффект памяти формы (ЭПФ) (10^{-1}). Таким образом, не трудно видеть, что сплавы с ЭПФ проявляют рекордные обратимые деформации. Так как эффект памяти формы реализуется при нагреве материала, то для работы устройств с памятью формы в циклическом режиме необходимо организовать периодический нагрев и отвод тепла. Управление устройством за счет нагрева и охлаждения может показаться нетехнологичным решением, т.к. тепловые процессы довольно инертны. Однако, при уменьшении размеров устройства на порядок характерные времена тепловых процессов снижаются на два порядка (т.е. квадратично). Это открывает перспективу создания быстродействующих миниатюрных устройств на основе сплавов с ЭПФ с рекордными характеристиками: быстродействием, обратимой деформацией, наработкой на отказ.

В настоящей работе представлены результаты экспериментов по изучению быстродействия композитного актюатора на основе сплава Ti_2NiCu с ЭПФ [1]. Нижняя консоль актюатора представляет собой композит, состоящий из слоя с ЭПФ и упругого слоя. При нагревании нижняя консоль изгибается и касается верхней части пинцета, т.е. происходит срабатывание актюатора. Нагревание осуществлялось джоулевым теплом при пропускании тока через пинцет. Для реализации предложенной схемы нагрева нанопинцет был припаян к вольфрамовой игле, установленной на микроманипулятор Kleindiek. Другая вольфрамовая игла, установленная на второй такой же манипулятор, подводилась к пинцету, после чего достигалось касание иглой нижней части пинцета (рис.1,а). Суммарное электросопротивление пинцета, подсоединенных к нему игл и подводящих проводов варьировалось в пределах от 20 Ом до 100 Ом в зависимости от качества контакта пинцета с нижней иглой. При протекании тока 4–11 мА в электронный микроскоп Crossbeam Neon 40 EsB наблюдалось смыкание губок пинцета, а при выключении тока – размыкание (рис.1,а и 1,б).

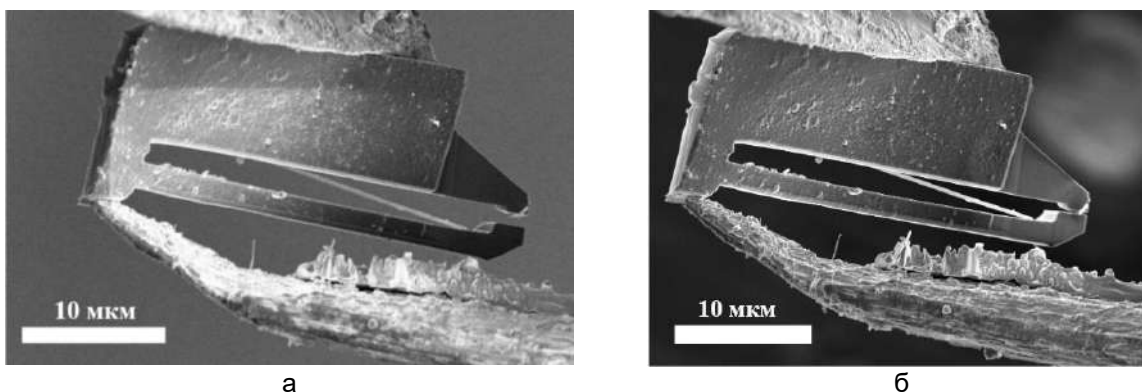


Рисунок 1 – Композитный нанопинцет в открытом (а) и закрытом (б) состоянии

Область развертки электронного луча была сужена до того, чтобы захватывать только губки пинцета (выделена зеленым прямоугольником на рис.2). При этом срабатывание пинцета визуально было заметно при уменьшении длительности импульса до 5 мс (рис.2,а). Дальнейшая оценка срабатывания пинцета по его изображению в электронный микроскоп при длительности импульсов тока менее 5 мс

не представлялась возможной, т.к. время сканирования электронным лучом одного кадра изображения существенно превышало длительность импульса тока.

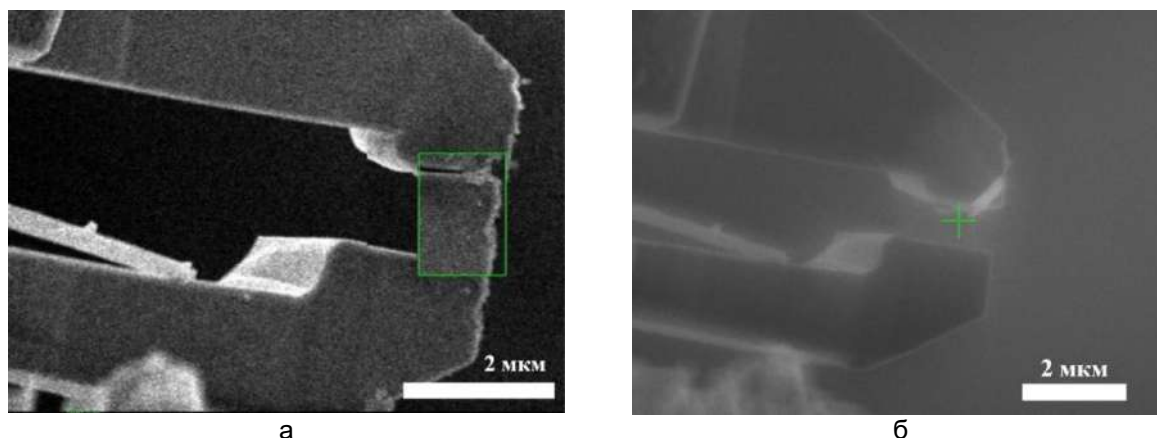


Рисунок 2 – Композитный нанопинцет. (а) – зеленый прямоугольник – область наблюдения в электронный микроскоп. Показан момент смыкания губок пинцета при подаче импульса тока длительностью 5 мс; (б) – зеленый крест – точка фокусировки электронного луча

Для дальнейшей оценки срабатывания нанопинцета электронный луч был сфокусирован в область размером порядка единиц нанометров, изображенную крестом на рисунке 2,б. Величина силы тока в электронном луче составила 1 нА. Луч попадал на предметный столик, установленный в камере микроскопа. Ток со столика протекал на «землю» через резистор 100 кОм, напряжение с которого усиливалось и поступало на вход цифрового осциллографа, работающего с частотой дискретизации 500 Мвыб./с. При подаче импульса тока происходил нагрев пинцета. Губки пинцета смыкались и перекрывали электронный луч. Сигнал от электронного пучка в этот момент снижался до нуля. Была получена серия графиков при подаче как одиночных импульсов тока, так и серии импульсов. Длительности импульсов составляла от 200 мс до 100 мкс, что соответствует частоте от 5 Гц до 10 кГц. Осциллограмма сигнала на частоте 1 кГц показана на рисунке 3,а.

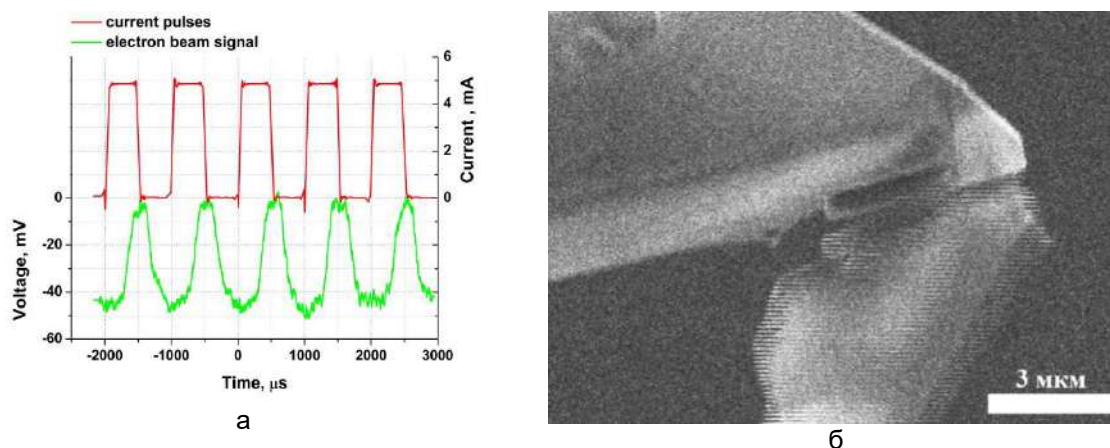


Рисунок 3 – (а) – Временная зависимость управляющего тока частоты 1 кГц (сверху) и отклик нанопинцета (внизу); (б) – изображение нанопинцета в электронный микроскоп при подаче управляющего сигнала с частотой 1 кГц.

На частоте 1 кГц срабатывание пинцета визуально наблюдалось в виде размытого изображения нижней консоли пинцета в электронный микроскоп (рис.3,б). Обнаружение срабатывания пинцета, определенное по прерыванию электронного луча, на частотах выше 1 кГц оказалось затруднительным, из-за электромагнитных наводок на канал электронного луча от переднего и заднего фронта импульса тока управления (на рис.3,а показан обработанный сигнал после вычитания помехи). Однако, размытие нижней консоли визуально наблюдалось при увеличении частоты

управляющих импульсов вплоть до 7 кГц, что значительно превосходит рабочие частоты известных устройств с памятью формы [2].

При работе на частотах порядка единиц килогерц срабатывание пинцета фиксировалось в течение нескольких минут. Таким образом, безотказная работа устройства составила 10^5 – 10^6 циклов, что не уступает известным аналогам [3].

Также были получены автоколебания консоли пинцета. Для этого одна из вольфрамовых игл была перенесена от основания пинцета к концу композитной консоли (рис.4,а). При подаче на иглы постоянного напряжения в цепи нанопинцета протекал ток, что приводило к нагреву и срабатыванию (частичному) пинцета. В момент срабатывания контакт губки с иглой разрывался, ток прекращался и пинцет остывал. После остывания нижняя губка вновь касалась иглы и весь процесс повторялся вновь. Таким образом, имели место автоколебания нижней губки пинцета. При этом на осциллограммах были видны импульсы тока через пинцет с частотами от единиц килогерц до более чем ста килогерц (рис.4,б).

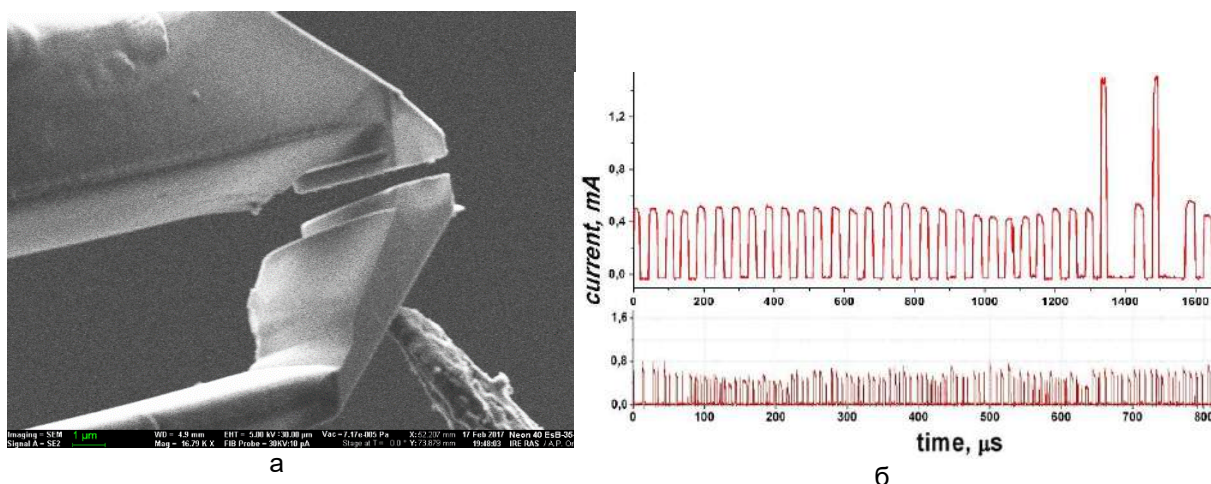


Рисунок 4 – (а) – Нанопинцет в контакте с иглой в схеме для наблюдения автоколебаний; (б) – временные зависимости тока в цепи нанопинцета при приложении постоянного напряжения. Частоты сигналов 20 кГц (сверху) и 125 кГц (внизу)

В работе продемонстрировано рекордное по быстродействию устройство с памятью формы. По мнению авторов, такие устройства могут найти применение в технологии микроэлектромеханических систем для создания исполнительных элементов и роботизированных устройств, в lab-on-a-chip технологии, в биологии, для исследования биологических (ДНК, сенсилы насекомых и др.) и небиологических (углеродные нанотрубки, графеновые слои, вискеры) микро- и нанообъектов.

Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 17-19-01748.

Список литературы:

1. Mazaev P. V. et al. // J. of Comm. Techn. and Electron. – 2016. – Т. 61, №. 6. – С. 630-638.
2. Song S. H. et al. // Scientific reports. – 2016. – Т. 6.
3. Chluba C. et al. // Science. – 2015. – Т. 348, №. 6238. – С. 1004-1007.

**ВЛИЯНИЕ АКТИВНЫХ МОДИФИКАТОРОВ НА СТРУКТУРУ И
СВОЙСТВА СТЕКЛОКЕРАМИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ
КОМПОЗИЦИИ Si-B₄C-ZrB₂**

¹Баньковская И.Б., ¹Коновалов А.Н., ²Ульянова Т.М., ²Крутько Н.П.,
¹Коловертнов Д.В.

¹Институт химии силикатов им И.Б.Гребенщикова РАН, г. Санкт-Петербург,
Россия, E-mail: inbankov@isc1.nw.ru

²Институт общей и неорганической химии НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь

Введение

Развитие энергетики и современного машиностроения с привлечением аддитивных технологий непосредственно связано с решением задачи создания новых материалов конструкционного, тепло- и химически защитного назначения для работы в экстремальных условиях – при высоких температурах, давлениях, в агрессивных средах и эрозионных воздействиях.

Для создания таких материалов используются керамические, металлические и полимерные матрицы в сочетании с различными наполнителями и модификаторами. Решение указанных задач может быть реализовано совершенствованием имеющихся конструкционных материалов путём их легирования, оптимизации структуры, создание композиций сложного состава, а также формированием на поверхности материалов функциональных защитных покрытий [1,2].

Целью настоящей работы было исследовать влияние активных добавок, модифицирующих стеклокерамическое покрытие, для графита и корундовых деталей, работающих при высоких температурах в окислительной среде, испытывающих термический удар и эрозионное воздействие.

Методы исследования

В качестве матрицы использовали ранее хорошо зарекомендовавший состав, включающий кремний, карбид бора и борид циркония [3]. В качестве модифицирующих веществ использовали шунгит и волокнистые дисперсии частично стабилизированного диоксида циркония (ЧСЦ). Шунгит представляет собой плотное или пористое вещество природного происхождения, он состоит из смеси различных углеродных аллотропных форм, соединенных аморфным углеродом. Шунгит содержит значительное количество оксида кремния и примеси различных оксидов металлов. Он обладает активными сорбционными и каталитическими свойствами, используется как естественный адсорбент для очистки воды [4]. Наноструктурный волокнистый порошок ЧСЦ содержит 5 мас.% Y₂O₃ и 95% диоксида циркония. Волокна оксида циркония синтезировались методом насыщения макромолекул целлюлозы растворами солей соответствующего металла с последующим удалением органической компоненты и формированием аналогичного по макроструктуре волокнистого оксида. Каждое моноволокно состояло из нанозерен оксида металла размером 3-7 нм, которые в процессе отжига при температуре 1000-1100°C увеличивались до 40-45 нм. В целом, это биомиметический метод, основанный на формировании биошаблонов, когда сложная архитектура биологического объекта воспроизводится неорганическими веществами, состоящими из наноразмерных частиц. В результате формируются наноструктурные объекты с гомогенно распределенными элементами, высокими реакционно-активными и адсорбционными свойствами (рис.1). Волокна ЧСЦ размалывались в порошок и вводились в шликерную смесь исходных компонентов.

Было сделано предположение, что активные компоненты с одной стороны должны ускорять термохимические твердофазные процессы при формирования покрытий, а с другой стороны – будут служить центрами диссипации энергии при образовании магистральной трещины при работе композиционного материала в экстремальных условиях. Характеристика исходных компонентов и состав исследованных смесей покрытий представлены в таблицах 1 и 2. Подложками для нанесения защитных покрытий служили пластины из графита и корунда. Для нанесения покрытий использовали шликерно-обжиговой метод. Шликер готовили из шихты, модифицирующих добавок и водного раствора карбоксиметилцеллюлозы.

Покрытие наносили несколько раз, чтобы его толщина была порядка 80-100 мг/см². Формирование покрытий происходило в процессе обжига в электропечи и сопровождалось сложными физико-химическими и диффузионными процессами.

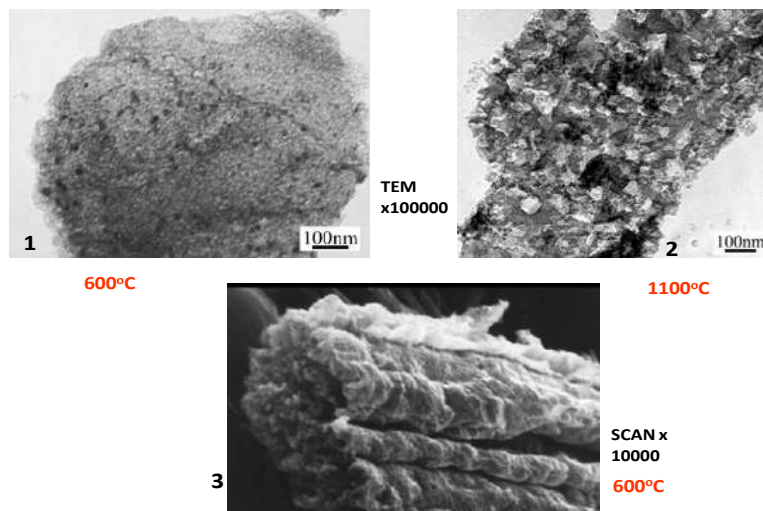


Рисунок 1 – Наноструктурное волокно ЧСЦ, отожженное при температуре: 1 – 600 (наноструктура), 2 – 1100 (наноструктура) и 3 – 600°C-поверхность волокна

Таблица 1 – Характеристика исходных компонентов

Наименование вещества	Химическая формула	Гранулометрический состав	Марка
Диборид циркония	ZrB ₂	5-30 мкм	Ч
Кремний	Si	50 мкм	Кр-1
Карбид бора	B ₄ C	5-30 мкм	ГОСТ 5744-51
Волокнистый порошок ЧСЦ 1100 °С,	ZrO ₂	< 0.071 мм	-
Шунгит	SiO ₂ + C	-	-
Графит	C	-	ГМЗ
Высокоглинозёмная керамика (ВГК)	Основной компонент Al ₂ O ₃	-	-

Исследование влияния температуры, изотермической выдержки на жаростойкость образцов графита с покрытиями, содержащими модификаторы и без них, выполняли, используя термогравиметрический анализ на приборе системы Paulik-Paulik-ErdeyQ-1500С (МОН, Венгрия), нагревание образцов проводилось со скоростью 10 °/мин до 1000 и 1300°C, эталоном служил Al₂O₃.

Таблица 2 – Содержание компонентов в исходных смесях для покрытий

№ состава	Содержание компонентов, масс. %			
	Si	B ₄ C	ZrB ₂	ZrO ₂
1	70.0	10.0	20.0	-
2	66.5	9.5	19.0	5.0
3	63.0	9.0	18.0	10.0
4	59.5	8.5	17.0	15.0
5	66.5	9.5	19.0	5 (шунгит)

Для определения фазового состава на определенных этапах термообработки проводили рентгенофазовые исследования на дифрактометре ДРОН – 2.0 при CuK_α излучении с никелевым фильтром. Полученные рентгенограммы расшифровывались с использованием картотеки JCPDS. Твёрдость исследуемых покрытий выполнялись с помощью маятникового прибора Персоза. Сущность метода заключается в определении времени (числа колебаний), в течение которого амплитуда затухающих колебаний маятника, помещённого на исследуемое покрытие, уменьшается на

заданную величину. Сравнение проводили по отношению к эталонной пластине из стекла. Морфологию поверхности покрытий изучали с помощью атомно-силового микроскопа. Измерение электросопротивления покрытий проводили двухконтактным методом в электрической печи с нагревателями из нихрома с использованием керамической измерительной ячейки. Измерения выполнялись в воздушной среде при постоянном токе с напряжением 10 В.

Обсуждение результатов

В настоящей работе представлены результаты исследования образцов покрытий на графитовой и корундовой подложках пяти различных составов: композиция, содержащая кремний, бор, диборид циркония без добавления волокон (1, 2), а также с добавлением активных модификаторов: 5% волокнистого порошка ЧСЦ (3, 4), 10% волокнистого порошка ЧСЦ (5, 6), 15% волокнистого порошка ЧСЦ (7, 8) и 5% шунгита (9, 10). Для повышения надежности результатов выполнялись по два параллельных опыта каждого состава покрытия. В результате выполненного эксперимента все образцы оказались беспористыми и имели заметный блеск, т.е. произошло остекловывание покрытия, а также было отмечено хорошее сцепление покрытия с подложкой. Последнее было обусловлено взаимодействием исходных компонентов с кислородом воздуха при отжиге в интервале температур 600-1300°C. В процессе нагревания формировалась боросиликатная стекломатрица, капсулирующая исходные компоненты и препятствующая поступлению кислорода воздуха внутрь покрытия.

Согласно данным термогравиметрического анализа было установлено, что начало окисления кремния соответствует температуре 400°C, а борид циркония начинает окисляться при 600 °C (об этом свидетельствуют два экзотермических пика при 640 и 750 °C). Бор начинает активно окисляться при температуре 458°C, реакция достигает максимума при 568°C. Следует отметить, что у некоторых образцов при нагревании из-за активно протекающей реакции окисления появлялись мелкие трещины. Однако в процессе термоциклирования происходило самозалечивание трещин, и окисления углеродной подложки не происходило, что обусловлено остекловыванием поверхности покрытия. Образцы, модифицированные введением 5% шунгита и 15% волокнистого порошка ЧСЦ, оказались лучшими, они не имели дефектов, и потери массы графита не было зафиксировано (рис.2). Как видно из рисунка 2, в начале первых 15-20 мин наблюдается увеличение массы покрытий всех составов, когда окисляется диборид циркония. Затем, как показали проведенные исследования, формируется стеклообразующий боросиликатный расплав, который оказывает капсулирующее действие, и окисление исходных компонентов прекращается. Исследование морфологии поверхности и состояния защитного покрытия было проведено с помощью оптической и атомно-силовой микроскопии, и хорошо подтверждает образование стеклообразного беспористого покрытия, результаты представлены на рисунках 3 и 4.

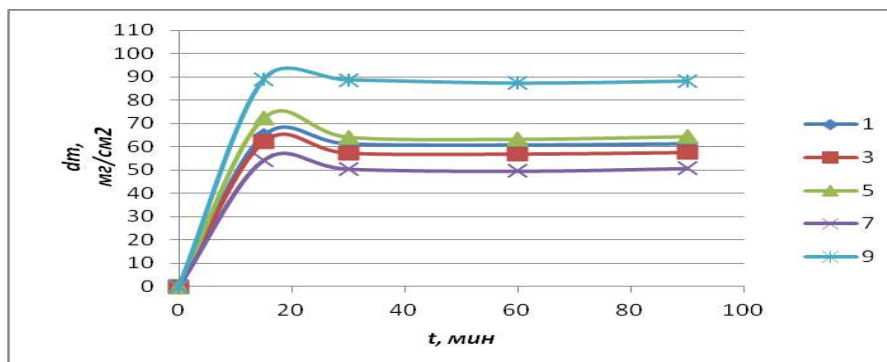


Рисунок 2 – Кинетика окисления отожженных образцов с покрытием, после его формирования при температуре 1000 – 1300°C и последующего испытания при 1300 °C:

1 – добавка шунгит, 3,5,7 – добавка волокнистого порошка ЧСЦ – 5, 10 и 15 %, 9 – покрытие без добавок

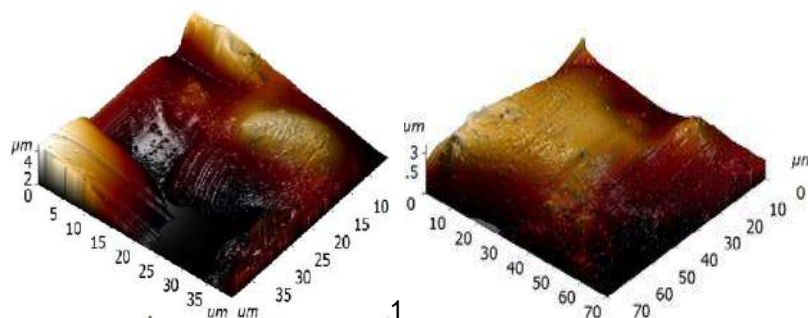


Рисунок 3 – Исследование морфологии поверхности образцов графита с покрытием $\text{Si-B}_4\text{C-ZrB}_2$ – 1 и с добавкой волокнистого порошка ЧСЦ – 2 на атомно-силовом микроскопе

Для исследования твёрдости покрытий были изготовлены 3 пластинки из графита. В качестве исследуемых были выбраны: образец графита с покрытием без добавок и лучшие составы покрытий: с добавкой 5% шунгита и 15 % волокнистого порошка диоксида циркония. Измерения проводились с помощью маятникового прибора. Из анализа полученных данных, следует, что исследуемые покрытия значительно превышают твердость эталонной пластины из стекла.

Введение волокнистого порошка и других добавок, а также различная термообработка образцов не оказывает существенного влияния на величину удельного электросопротивления материала, которая при 25°C достигает величины порядка $10^5 \text{ Ом}\cdot\text{см}$. При повышении температуры до 800°C сопротивление образцов уменьшается до $10^3 \text{ Ом}\cdot\text{см}$.

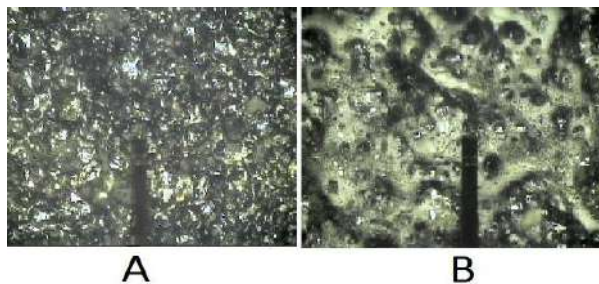


Рисунок 4 – Микрофотографии поверхностей графита с покрытием Si-B-ZrB_2 –А, с волокнистым порошком ЧСЦ –В

В целом, модифицирующие добавки наноструктурного порошка ЧСЦ и шунгита препятствовали распространению трещин при термическом и механическом нагружении образцов, повышали термостойкость, жаростойкость, твердость покрытия, а также способствовали сохранению чёрного цвета, что важно при эксплуатации таких материалов в экстремальных условиях. Полученное стеклокерамическое покрытие может использоваться в химической, аэрокосмической, металлургической отрасли и электронике для защиты графита от выгорания, а корунда от эрозии.

Список литературы:

1. Аппен А.А. Температуроустойчивые неорганические покрытия. Jl. «Химия». 1976. -296 с.
2. AndrievskiR.A. The-state-of-the-artof nanostructured high melting point compound-based materials. // Nanostructured Materials. Kluwer Academic Publishers. Printed in Netherlands / G.M. Chow and N.L.Noskova (eds.). 1998. -P. 262-282.
3. Баньковская И.Б., Сазонова М.В., Антонова Е.А. Состав для покрытия. А.с. 1331846 СССР // Б.И. 1987. №31.
4. Мосин О.В. Шунгит – природный нанотехнологический материал – Nano News Net www.nanonewsnet.ru/articles/16 мая 2008/shungit-prirodnyi-nanotekhnologicheskii-material.
5. Т.М. Ульянова, Н.П. Крутько, Л.В. Титова Процессы формирования и твердофазного взаимодействия оксидов в наноструктурных волокнах и порошках // Сб. научных статей «Наноструктуры в конденсированных средах» 2011, Минск: Изд. центр БГУ. -С. 67-72.

АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ИМПУЛЬСНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ТОКА НА СТРУКТУРУ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПРИ УСТАЛОСТИ¹Новиков М.Ю., ²Косинов Д.А., ²Комиссарова И.А., ¹Коновалов С.В., ²Громов В.Е.¹Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П.

Королева, г. Самара, Россия, E-mail: ksv@ssau.ru

²Сибирский государственный индустриальный университет,

г. Новокузнецк, Россия, E-mail: i.r.i.ss@yandex.ru

Несмотря на многолетнюю историю исследования, проблема усталостного разрушения сталей и сплавов является актуальной до сих пор. С современной точки зрения разрушение представляется заключительным этапом эволюции субструктуры, наступающим после исчерпания материалом своих аккомодационных возможностей и образования критической субструктуры [1-3]. Поэтому представляется весьма важной проблема диагностики критической стадии деформации материала при усталостных испытаниях.

Одним из эффективных методов, позволяющим подавить зарождение разрушения и тем самым повысить ресурс выносливости сталей на 20-30%, является воздействие электрическим током (ВЭТ), заключающееся в пропускании по материалу на третьей стадии зависимости скорости ультразвука от числа циклов нагружения мощных токовых импульсов, оптимальных параметров по частоте, амплитуде и времени воздействия [1,2].

В качестве материала исследований была использована аустенитная сталь 45Г17ЮЗ. Усталостные испытания проводили при комнатной температуре. Частота нагружения образцов изгибом составляла 18 Гц. Разрушение образцов при обычном нагружении происходило при числе циклов испытания $N_1=10,2 \cdot 10^4$. После $N_2=7 \cdot 10^4$ циклов нагружения механические испытания части образцов прекращали. Выбранные образцы подвергали обработке импульсным электрическим током ($f=19$ Гц) в течение $\tau=45$ с. Далее образцы подвергали усталостным испытаниям. Суммарное число циклов до разрушения данных образцов $N_3=17,9 \cdot 10^4$.

В некоторых случаях в стали обнаруживаются области материала, содержащие кристаллы ε -мартенсита. Еще одной фазовой составляющей структуры стали в исходном состоянии являются выделения алюминия. Частицы алюминия нанометрового диапазона, как правило, располагаются на дислокациях, декорируя последние. Высокий уровень упругих полей напряжений, фиксируемых во фрагментированной субструктуре, коррелирует с максимальной плотностью дислокаций. Участки с фрагментированной субструктурой наиболее упрочнены.

В среднем по материалу и каждой из субструктур по отдельности, амплитуда полей напряжений, формирующихся в структуре стали в зоне разрушения, существенно (в 1,5–3 раза) превышает данную характеристику исходного состояния. При этом на промежуточной стадии нагружения (при $N_2 \approx 0,7 N_{\text{разр.}}$) изменение амплитуды кривизны-кручения кристаллической решетки материала незначительно.

Циклическое деформирование стали сопровождается формированием в зоне разрушения микродвойников. Микродвойники образуются преимущественно в сетчатой дислокационной субструктуре. Одной из причин двойникования исследуемой стали при циклировании является высокий уровень внутренних дальнедействующих полей напряжений, достигающий наибольших значений именно в сетчатой дислокационной субструктуре.

На промежуточной стадии циклирования ($N_2=7 \cdot 10^4$) количество кристаллов ε -мартенсита практически не изменяется, однако в зоне разрушения их объемная доля существенно (в ~2-3 раза) возрастает. Кристаллы ε -мартенсита в зоне разрушения формируются в большинстве случаев в сетчатой дислокационной субструктуре, значительно реже – в хаотической. Во фрагментах ε -мартенсит не обнаружен.

ВЭТ приводит к протеканию в материале нескольких типов релаксационных процессов.

Первый процесс – перестройка зеренной структуры путем зарождения и роста зерен вследствие развития локальной динамической рекристаллизации. Как правило,

новые зерна формируются у границ старых зерен, или их стыков (рис.1,а). В материале одновременно протекают два процесса: фрагментация и рекристаллизация. Рекристаллизация снимает внутренние напряжения, которые являются одним из основных вкладов в движущую силу этого процесса. Еще одним вкладом в движущую силу рекристаллизации является формирование низкоэнергетических границ.

Второй процесс – аннигиляция дислокаций, которая приводит к фиксации в материале хаотической дислокационной субструктуры, отсутствовавшей в циклированной стали. В отдельных случаях структура дислокационного хаоса сформирована длинными отрезками дислокаций, расположенных параллельными рядами (рис.2,б).

Третий процесс – частичная перестройка дислокационной субструктуры – снижение объемной доли сетчатой субструктуры (до ~0,4 объема стали), увеличение доли хаотической (~0,05) и фрагментированной субструктур (~0,55).

Четвертый процесс – образование большого числа микродвойников. Как правило, микродвойники наблюдаются в сетчатой дислокационной субструктуре. Причиной их формирования являются термические напряжения, возникающие в стали при электростимуляции.

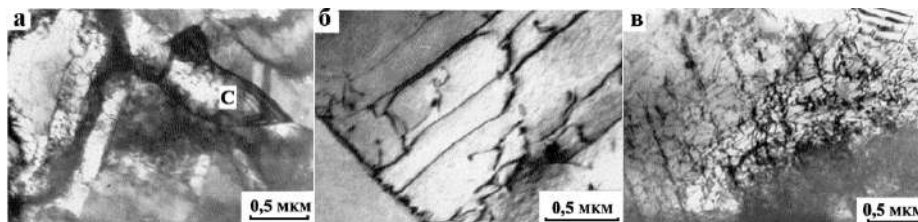


Рисунок 1 – Электронно-микроскопическое изображение нагруженной током аустенитной стали.

- а) структура рекристаллизованных зерен (С); б) участок с длинными дислокациями;
- в) зародыши микродвойников в сетчатой структуре

Основным типом дислокационной субструктуры в зоне разрушения образца после ВЭТ являются сетки, объемная доля которых стремительно увеличивается с ростом числа циклов нагружения. Объемная доля двух оставшихся типов субструктуры (дислокационного хаоса и фрагментов) монотонно снижается, не смотря на некоторое увеличение их объемной доли в процессе ВЭТ (табл.1). В сетчатой дислокационной субструктуре чаще появляется ϵ -мартенсит с последующим зарождением микротрещин на межфазных и внутрифазных границах.

Сравнение дислокационных субструктур двух образцов в разрушенном состоянии без и с ВЭТ свидетельствует об изменении электронной структуры твердого раствора и его концентрационного состава. Наряду с микродвойниками присутствуют их зародышевые дислокации – конфигурации прямолинейных дислокаций (рис.1,в). Воздействие электрическим током уменьшает содержание ϵ -фазы и, вследствие этого, повышает работу образования микротрещин, поскольку трещины имеют тенденцию располагаться на межфазных границах γ - ϵ . Уменьшение вклада $\gamma \rightarrow \epsilon$ превращения в деформацию компенсируется, наряду с дислокационным скольжением, двойникованием. Изменение электронной структуры стали обусловлено изменением концентрации в твердом растворе. Наряду с полями напряжений электронная структура является еще одним фактором повышения пластичности материала.

Таблица 1 – Характеристики структурно-фазового состояния аустенитной стали, разрушенной в результате многоцикловых усталостных испытаний и ВЭТ

Состояние образца	P _v , %			ρ_{10} , 10 ¹⁰ , см ⁻²	χ , см ⁻¹	$\rho(\epsilon)$, 10 ⁻⁴ , см ⁻¹	$\rho(\text{ДВ.})$, 10 ⁻⁴ , см ⁻¹
	дислокационный хаос	сетчатая структура	фрагментированная структура				
Без ВЭТ	18	42	40	0,8	915	1,16	0,17
ВЭТ	3	77	20	1,72	953	0,21	0,43

Методами дифракционной электронной микроскопии проведены исследования структуры и фазового состава аустенитной стали, подвергнутой разрушению в результате многоцикловых усталостных испытаний в результате воздействия электрическим током. ВЭТ приводит к перестройке зеренной структуры путем зарождения и роста зерен вследствие развития локальной динамической рекристаллизации, аннигиляции дислокаций, частичной перестройки дислокационной субструктуры и образованию большого числа микродвойников. Но при этом оно не изменяет механизма разрушения стали. Совокупность вышеперечисленных процессов отодвигает разрушение и способствует увеличению усталостного ресурса изделий. Повышение ресурса работоспособности образцов, подвергнутых воздействию электрическим током на промежуточном этапе испытаний связано с затруднением $\gamma \rightarrow \varepsilon$ -мартенситного превращения, релаксацией концентраторов напряжений, уменьшением доли критической дислокационной (сетчатой) субструктуры, в которой в основном развивается ε -мартенсит.

Авторы выражают признательность д.ф.-м.н., профессору Ю.Ф. Иванову за поддержку в получении результатов и их обсуждении. Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект №16-32-60048 мол_a_дк) и государственного задания № 3.1283.2017/ПЧ.

Список литературы:

1. Effect of electropulsing treatment on the microstructure and superelasticity of TiNi alloy // Zhu R.F., Tang G.Y., Shi S.Q., Fu M.W., Gromov V.E. / Appl Phys A (2013) 111: 1195-1201.
2. Влияние электромагнитных полей и токов на пластическую деформацию металлов и сплавов // Коновалов С.В., Громов В.Е., Иванов Ю.Ф. - Изд-во «Интер-Кузбасс». – 2013. - 293 с.
3. Эволюция структуры и свойств легких сплавов при энергетических воздействиях // Громов В.Е., Коновалов С.В., Аксёнова К.В., Кобзарева Т.Ю. – Новосибирск, Изд-во «СО РАН». – 2016. - 249 с.

УНИКАЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ КОНФОКАЛЬНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ФИЗИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ

Мерсон Д.Л., Мерсон Е.Д., Данилов В.А.

*Тольяттинский государственный университет,
г. Тольятти, Россия, E-mail: d.merson@tltsu.ru*

При решении ряда задач в области материаловедения часто возникает необходимость получения данных об объекте исследования в трёхмерном объёме (3D). Для решения таких задач идеально подходит, появившийся сравнительно недавно новый класс приборов – конфокальный лазерный сканирующий микроскоп (КЛСМ). В основе данного метода лежит применение специальной конфокальной оптической схемы, позволяющей отсеять внефокусные лучи света и таким образом существенно увеличить контрастность изображения. Применение лазера в качестве источника света совместно с высокоточной системой сканирования поверхности объекта позволяет получать изображения с разрешающей способностью до 120 нм в горизонтальной плоскости XY и до 10 нм вдоль вертикальной оси Z.

Основным преимуществом КЛСМ является возможность получения точных трёхмерных моделей поверхностей исследуемых объектов за счёт перемещения объектива вдоль оси Z. Кроме того, благодаря сканированию объекта лучом лазера не требуется его электрическая проводимость, а отсутствие необходимости в вакуумной системе позволяет снизить требования к чистоте поверхности образца. По сравнению с получившей широкое распространение атомно-силовой микроскопией КЛСМ имеет достаточно большой диапазон сканирования вдоль оси Z, что позволяет исследовать образцы, поверхность которых имеет большие перепады высот.

Наибольшую популярность метод КЛСМ получил в биологических исследованиях, для которых, собственно, он и был изначально разработан. В то же время, его применение в материаловедении менее распространено, не смотря на то, что с помощью КЛСМ можно проводить точные 3D измерения элементов поверхности и в ряде случаев перейти от качественного к количественному анализу объекта исследования. Данная работа предназначена для того чтобы продемонстрировать реализацию метода КЛСМ на конкретных примерах использования прибора LEXT OLS4000 (Olympus).

Применение метода КЛСМ для изучения поверхности изломов

В настоящее время фрактографический анализ чаще всего носит описательный качественный характер и полностью зависит от опыта и навыков исследователя, что негативно сказывается на объективности получаемых данных. В частности, распространённой фрактографической задачей является определение соотношения вязкой и хрупкой составляющих излома. Однако в существующих на сегодняшний день методиках отсутствует какой-либо количественный параметр, описывающий степень вязкости излома. Поэтому исследователи вынуждены оценивать соотношение вязкой и хрупкой составляющих либо по эталонным изображениям, либо путем сравнения макроскопических размеров образца до и после ударных испытаний. Вместе с тем, в качестве меры вязкости излома может быть использована степень развитости поверхности разрушения, численно равная нормализованной или характеристической площади поверхности (S_r), определяемой как отношение полной площади рельефа поверхности излома к площади поперечного сечения.

Исследование двух радикально отличающихся изломов образцов стали 20: (1) преимущественно хрупкого излома, полученного при ударных испытаниях на копре при температуре жидкого азота и (2) вязкого излома, полученного при испытаниях при температуре +150 °С – показало, что параметр S_r равен 3,99 для хрупкого и 4,90 для вязкого – изломов [2]. То есть при переходе от чисто хрупкого к чисто вязкому разрушению величина S_r изменяется более чем на 20%, что свидетельствует о достаточно высокой чувствительности параметра S_r к механизмам разрушения и возможности использования этого параметра для описания степени вязкости излома.

Важную информацию о механизме хрупкого разрушения можно извлечь, измеряя углы между фасетками на поверхности излома. Обычно для этой цели используется достаточно трудоемкий метод стереопар. Применение метода КЛСМ позволяет существенно упростить процедуру получения таких данных и, одновременно, повысить их точность. Ниже приводятся результаты анализа топологии изломов низкоуглеродистой стали марки S235JR, разрушенной по двум различными

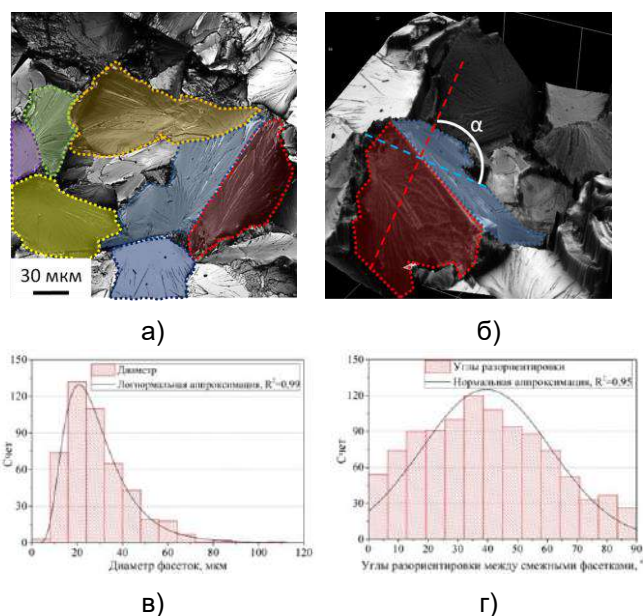


Рисунок 1 – Выделение фасеток (а), определение углов их разориентировки (б) и построение гистограммы распределения углов разориентировки для различных механизмов охрупчивания: в – водородного, г – низкотемпературного

механизмам хрупкого разрушения: в одном случае охрупчивание связано с деформацией при температуре жидкого азота, а в другом – с наводороживанием. При помощи специального программного обеспечения, работающего с изображениями, полученными методом КЛСМ, определяли границы фасеток (рис.1,а) и углы между ними (рис.1,б). В результате проведенной работы было установлено, что средний угол разориентировки фасеток в изломе наводороженной стали оказался в 2 раза ниже, чем у фасеток скола. Кроме того, в первом случае углов разориентировки фасеток были распределены по логнормальному закону, а во втором по нормальному (рис.1,в,г) [3].

Применение метода КЛСМ для оценки коррозионной повреждаемости

При традиционных способах оценки скорости коррозии (по потере веса или импедансным методом) определяется, главным образом, скорость равномерной коррозии, точность которой оставляет желать лучшего. Применение метода КЛСМ позволяет не только повысить точность определения скорости равномерной коррозии, но и одновременно определять скорость локальной. Разработанная методика подразумевает следующие процедуры. Заготовка исследуемого металла (в данном случае магниевый сплав) заливается в эпоксидную смолу с последующим изготовлением шлифа до тонкой полировки. Далее готовый шлиф выдерживается в коррозионной среде (0,9 NaCl) в течение заданного времени (24 часов). В процессе коррозионных испытаний происходит повреждение поверхности исследуемого образца, а заливка остается нетронутой. Таким образом, поверхность заливки можно принять за базовую плоскость, являющуюся точкой отсчета при дальнейшем измерении на КЛСМ объема потерянного металла. Перед измерением с поверхности требуется удалить продукты коррозии соответствующим реактивом, например, по ГОСТ 9.907-2007. После удаления продуктов коррозии проводится панорамная съемка шлифа (рис.2) и вычисляется объем потерянного металла. Зная время выдержки в коррозионной среде, не представляет труда оценить среднюю скорость коррозии, а зная глубину коррозионных язв – скорость локальной коррозии.

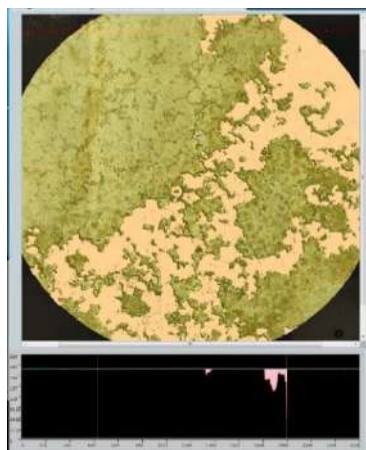


Рисунок 2 – Панорамное изображение поверхности и профилограмма локальных повреждений после удаления продуктов коррозии

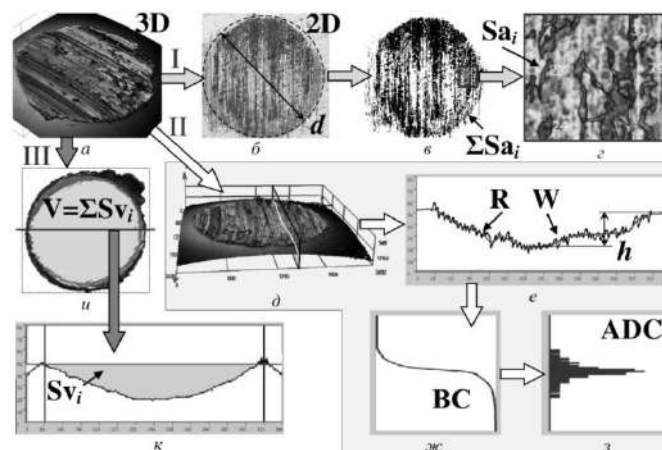


Рисунок 3 – Анализ поверхности разрушения на ЛКСМ после трибологических испытаний. Обозначения, приведенные на рисунке обсуждаются по ходу текста статьи

Применение КЛСМ для оценки результатов трибологических испытаний

Для решения различных трибологических задач наиболее часто определяют: шероховатость (R), волнистость (W) или отклонение формы (линейный износ), относительную опорную кривую профиля (BC), радиус кривизны вершины неровностей, расстояние между выступами и другие геометрические характеристики поверхности трения (рис.3). Все вышеперечисленные данные определяют по профилограмме, которая может быть легко получена с помощью КЛСМ, который оказался незаменим при решении задач, связанных с измерением малого весового износа, когда изменение находится в пределах погрешности весов. В этом случае 3D скан позволяет определить объем потерянного материала, который в зависимости от геометрии объекта исследования будет заключен ниже/выше ограничивающей расчет плоскости (рис.3, u и 3, $к$). Таким образом, применение КЛСМ позволяет расширить информативность трибоиспытаний и совмещает в себе измерительный микроскоп, профилометр и аналитические весы.

Работа выполнена при поддержке грантов РФФИ № 15-19-30025 и РФФИ № 17-08-01033.

Список литературы:

1. Paddock S. W. Principles and practices of laser scanning confocal microscopy //Molecular biotechnology. – 2000. – Т. 16, №. 2. – С. 127-149.
2. Мерсон Е.Д., Данилов В.А., Мерсон Д.Л. Количественный анализ изломов при помощи конфокальной лазерной сканирующей микроскопии //Вектор науки Тольяттинского государственного университета. - 2015. -№ 4 (34). -С. 68-75.
3. Merson E., Kudrya A., Trachenko V., Merson D., Danilov V., Vinogradov A. (2016) Quantitative characterization of cleavage and hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture surfaces with the use of confocal laser scanning microscope.

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ БОРИДОВ ТИТАНА В СВС ПРОЦЕССЕ**Клубович В.В., Кулак М.М., Хина Б.Б.**

*Институт технической акустики НАН Беларуси,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: mmk_vit@mail.ru
Физико-технический институт НАН Беларуси,
г. Минск, Беларусь, E-mail: khina@tut.by*

Самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) является эффективным, ресурсо- и энергосберегающим способом получения различных соединений, в том числе наноразмерных, например, карбидов, боридов, интерметаллидов, а также композиционных материалов. СВС протекает в узкой области параметров и плохо поддается контролю после инициирования; управление обычно сводится к изменению состава и начальной температуры шихты. В связи с этим актуальной проблемой является разработка контролируемых СВС-процессов. Для изменения условий взаимодействия в волне СВС используют как традиционные, так и относительно новые, нетрадиционные методы. К традиционным относятся такие методы, как: 1) изменение химического состава исходной шихты, в том числе разбавление инертным веществом (часто – конечным продуктом) для снижения температуры горения T_c или введение реагентов, обеспечивающих дополнительные экзотермические реакции (для повышения T_c); 2) добавление небольших количеств летучих добавок для инициирования газотранспортных процессов в волне горения; 3) подогрев шихты для внесения дополнительной энтальпии в систему с целью повышения T_c , и 4) механоактивация порошковой смеси в энергонагруженной шаровой мельнице, что уменьшает характерный размер реагентов, повышает площадь контакта и создает большое количество дефектов в кристаллической структуре исходных веществ. Все эти методы изменяют состав, структуру и свойства реакционной шихты и не позволяют воздействовать на волну СВС после поджига.

К нетрадиционным методам можно отнести те, при которых внешнее воздействие прикладывается непосредственно во время протекания СВС, или *in situ*: 1) пропускание сильного электрического тока через реакционноспособную шихту, часто с наложением высокого давления, т.е. сочетание СВС с электроразрядным спеканием; 2) проведение СВС во внешнем магнитном или электрическом поле (стационарном или переменном); 3) воздействие лазерного излучения на образец, т.е. сочетание СВС с селективным лазерным спеканием и 4) наложение мощных ультразвуковых колебаний (УЗК) на СВС-процесс.

Исследованию влияния УЗК на СВС в различных системах посвящены работы, выполненные в СССР и России с конца 1970-х до начала 1990-х годов. В последнее время возобновился интерес к этой проблеме в связи с необходимостью получать этим экономичным методом материалы на основе тугоплавких соединений, структура и свойства которых были бы “подстроены” под конкретные условия работы конечного изделия – детали или инструмента. Так, авторами данной работы выполнено исследование влияния УЗК на СВС в системе на основе Ti-C с добавлением никеля и молибдена (инертных компонентов) для получения кермета, состоящего из зерен твердого тугоплавкого продукта (карбида титана TiC_x) с металлической связкой Ni-Mo. Показано, что влияние УЗК на СВС связано как с тепловыми эффектами (усилением теплообмена с окружающей средой из-за осцилляций образца и возникновением вынужденной конвекции газа, приводящей к снижению температуры и скорости горения), так и с физическим (нетепловым) воздействием УЗК на механизмы взаимодействия в высокотемпературной зоне волны СВС – в частности, на кристаллизацию зерен тугоплавкого продукта из металлического расплава.

Совсем недавно зарубежные исследователи стали применять СВС в ультразвуковом поле для получения тройных MAX-фаз в системе Ti-C-Al в режиме теплового взрыва при различных составах. Установлено, что наложение УЗК на СВС приводит к изменению соотношения фаз TiC и Ti_3Al в продукте и более быстрому растворению исходных частиц графита в расплавленном титане. Было показано сильное влияние УЗК на фазовый состав СВС-продукта в данной системе при мольном

соотношении компонентов 2:1:1: без УЗК формируется преимущественно МАХ-фаза Ti_3AlC_2 , а при УЗК-СВС существенно возрастает доля тройной фазы Ti_2AlC . В обоих случаях наблюдалась сильная деформация (сжатие) образца при СВС под действием УЗК.

Целью данной работы является анализ материаловедческих аспектов влияния УЗК на СВС, т.е. изменение структуры и фазового состава продукта. В качестве предмета исследования нами выбрана классическая СВС-система «титан-бор». Бориды титана являются весьма твердыми и тугоплавкими соединениями, обладающими металлической проводимостью, и композиты на основе TiB_2 представляют собой перспективные материалы для изготовления особого шлифовального инструмента. В отличие от ранее изученной системы на основе $Ti-C$, где имеется только одна фаза – карбид титана, в данной системе на равновесной диаграмме состояния присутствуют пять фаз: Ti_2B , TiB , Ti_3B_4 , TiB_2 , Ti_2B_5 . В связи с этим можно ожидать, что при наложении УЗК на СВС изменится соотношение фаз в продукте из-за физического воздействия мощного ультразвука на процессы конкурирующего зародышеобразования и роста твердых фаз из высокотемпературного расплава на основе титана, существующего короткое время в волне СВС.

Для приготовления шихты использовали порошок титан с размером частиц менее 100 мкм и порошок бора аморфного с удельной поверхностью $16,5 \text{ м}^2/\text{г}$ (размер частиц около 1 мкм). Мольное отношение бора к титану (параметр β) в шихте варьировали от 0,75 до 2,25, что соответствует области составов от 42,9 до 69,2 ат. % В. Шихту прессовали в цилиндрические образцы диаметром 20 мм и высотой 20-25 мм и просушивали в вакуумном сушильном шкафу при $100 \text{ }^\circ\text{C}$. Относительная плотность образцов составляла 55–60 %.

СВС проводили в атмосфере аргона при давлении 0,98 МПа (10 атмосфер) в установке собственной конструкции. Состав и структуру синтезированных материалов исследовали с помощью оптической микроскопии, рентгеноструктурного анализа на дифрактометре BRUKER D8 ADVANCE и сканирующей электронной микроскопии (Carl Zeiss LEO1455VP). Для количественного металлографического анализа использовали программный комплекс «Image SP». При этом определяли средний размер зерен продукта и их статистическое распределение по размерам.

Для сравнения с экспериментальными данными было проведено термодинамическое моделирование (ТМ) по программе «Терра» (разработка МГТУ им. Н.Э.Баумана), представляющей собой Windows-версию известной программы «АСТРА-4» с термодинамической базой данных (ТБД), содержащей большое число неорганических веществ. С помощью ТМ рассчитывали адиабатическую температуру горения $T_{ад}$ и равновесный состав продуктов при $T_{ад}$. Из-за отсутствия в ТБД программы «Терра» фазы Ti_3B_4 , ее характеристики определяли на основе работы, в которой выполнен расчет равновесной диаграммы состояния $Ti-B$ по методу CALPHAD. Для термодинамического описания высокотемпературного расплава $Ti-B$ при ТМ использовали модель идеального раствора продуктов взаимодействия. Причина использования такого подхода состоит в следующем. Фазы TiB и Ti_3B_4 плавятся неконгруэнтно (по перитектической реакции), и поэтому в справочной литературе отсутствуют данные по их энтальпии плавления. В термодинамических расчетах с использованием программы Терра невозможно, в силу особенностей этой программы, учесть избыточную энтальпию образования бинарного расплава $Ti-B$, которая в CALPHAD-подходе описывается с помощью полинома Редлиха-Кистера-Муггиану.

Сравнение результатов ТМ с экспериментальными данными по количественному фазовому составу системы после СВС позволяет определить (методом «от противного»), являются ли процессы фазообразования в волне СВС равновесными или же существенно неравновесными, и делать выводы о возможном механизме процесса.

При проведении СВС измеряли основные характеристики горения – скорость и температуру – для различных составов шихты и амплитуд приложенных ультразвуковых колебаний. Установлено, что наложение ультразвуковых колебаний на процесс СВС приводит к изменениям характеристик процесса горения (скорости и

максимальной температуры) и параметров кристаллических решеток синтезированных фаз. Температура и скорость горения при наложении ультразвуковых колебаний уменьшаются, а с увеличением амплитуды УЗК параметры кристаллических решеток приближаются к эталонным значениям. Из сопоставления экспериментальных и теоретических данных по температуре горения видно, что расчетные значения выше экспериментальных, причем различие возрастает с увеличением мольного соотношения компонентов β . Это может быть связано с двумя факторами: а) неполным (т.е. неравновесным) реагированием – отличием расчетного равновесного фазового состава системы при T_{ad} от реального, и б) с охлаждением образца из-за вынужденной конвекции окружающего газа.

Из вышеизложенного следует, что даже в отсутствии УЗК при СВС в данной системе не достигается равновесное содержание продуктов, что приводит к более низкому тепловыделению (без учета охлаждения реагирующей системы за счет конвективного теплоотвода от поверхности образца) и снижению величины T_{ad} по сравнению с теоретическими значениями.

Согласно одному из ключевых положений синергетики, в случае, если система находится в неравновесном состоянии, даже слабое внешнее воздействие может существенно изменить ее состояние. В связи с этим следует ожидать, что наложение УЗК на СВС-систему, в которой протекают неравновесные процессы химического взаимодействия и структурообразования, приведет к изменению ее фазового состава и структуры.

В результате проведенных исследований установлено, что наложение УЗК на СВС-процесс позволяет *in situ* изменять фазовый состав и микроструктуру продукта в системах Ti-B и Ti-C-Ni-Mo (форму зерен фаз, их размер и статистическое распределение зерен по размеру). Показано, что для состава Ti-2B (т.е. $\beta=2$) имеется оптимальная амплитуда УЗК ($\xi=10$ мкм), обеспечивающая получение весьма однородной мелкозернистой структуры однофазного продукта (TiB_2) синтеза. Полученные результаты открывают перспективу создания СВС-технологий синтеза новых материалов на основе боридов титана, позволяющих получать изделия с заданной микроструктурой.

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЗАЩИТНЫХ СПЛАВОВ ЦИНКА ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ

Ануфрик С.С., Валько Н.Г., Лукашик О.А., Иванов А.Ю., Васильев С.В., Белаш В.А.
УО «Гродненский государственный университет им. Я.Купалы»
г. Гродно, Беларусь, E-mail: N.Valko@grsu.by

В настоящее время самой актуальной задачей машиностроения является улучшение эксплуатационных свойств защитных покрытий на основе цинка, как наиболее распространенных среди защитных покрытий на стальных изделиях, обладающих хорошими механико-химическими свойствами вследствие высокой электроотрицательности цинка по отношению к большинству металлов. Самыми перспективными и широко используемыми в промышленности являются электролитические сплавы ZnNi. Среди сплавов на основе металлов семейства железа они наиболее коррозионноустойчивые. Их преимуществом является достаточно низкая стоимость, невысокая токсичность и наводороживание стальной основы, высокая твердость.

В работе анализируется возможность модификации покрытий ZnNi лазерным излучением (ЛИ), с целью их улучшения свойств покрытий. Интерес обработке покрытий ЛИ вызван, прежде всего, высокой концентрацией энергии, вводимой в зону воздействия. Представлены результаты исследования морфологии поверхности, элементного и фазового состава покрытий, осажденных в поле рентгеновского излучения и без.

Покрытия ZnNi осаждались из сульфатного электролита при плотности катодного тока 2 A/dm^2 . Электроосаждение проводилось при температуре 21°C в течение 1 ч. Перед осаждением на катод подавался реверсивный ток, превышающий ток осаждения в 5 раз. Исследовались образцы, сформированные в поле рентгеновского излучения (мощность экспозиционной дозы рентгеновского излучения составляла 100 kP/ч) и контрольные, осажденные в стационарных условиях. Воздействие рентгеновского излучения на электролит в процессе осаждения покрытий позволяет ингибировать процесс осаждения на катоде продуктов промежуточного восстановления, препятствующие формированию покрытий с требуемыми эксплуатационными свойствами. Концентрация цинка в контрольных покрытиях составляла 92%, а в облучаемых в процессе осаждения 88%.

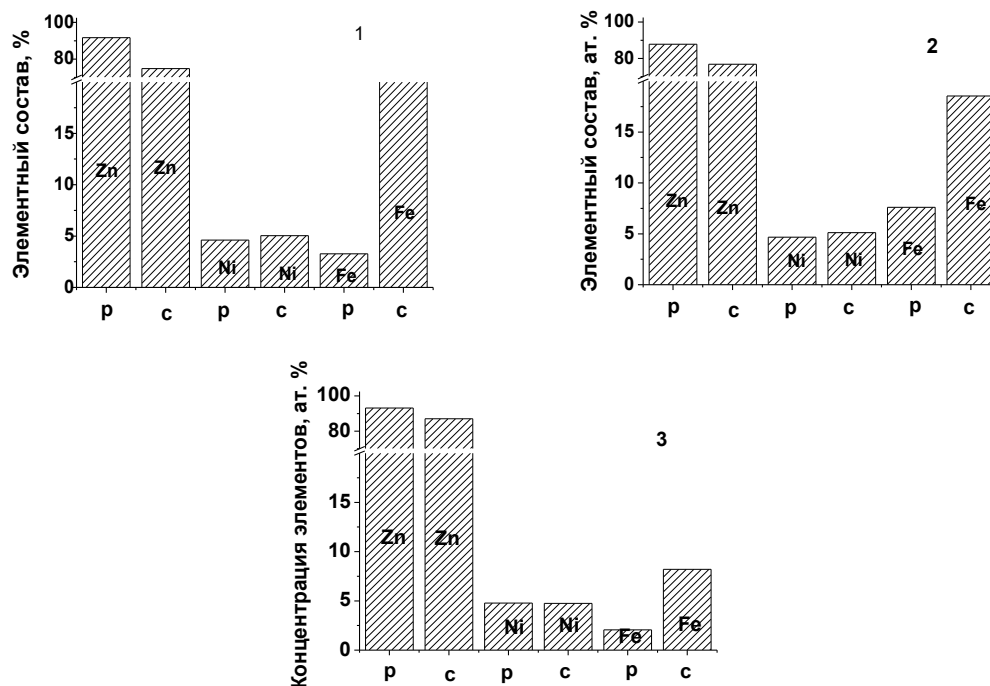
Облучение образцов ЛИ, генерируемым рубиновым лазером, проводилось в трех режимах: режим свободной генерации, облучение в водной среде, облучение в моноимпульсном режиме. Основной задачей являлось выявление наиболее эффективного режима, приводящего к наилучшей модификации облучаемого покрытия.

Для решения поставленной задачи у модифицированных ЛИ покрытий исследовались морфология поверхности, элементный состав в двух точках обрабатываемой поверхности: в центральной (с) и в периферийной (р) зонах.

Результаты исследования элементного состава модифицированных лазерным излучением ZnNi покрытий, сформированных в поле рентгеновского излучения и контрольных, необлучаемых в процессе осаждения, приведены на рисунках 1-2. Анализ данных показывает, что воздействию ЛИ на покрытия ZnNi приводит к изменению, а также к неоднородному распределению концентрации элементов в области лазерного воздействия, которое зависит от режимов облучения, а также от распределения энергии в лазерном пучке.

Для всех трех режимов облучения обнаружено заметное снижение концентрации цинка в центральной зоне воздействия. В режиме свободной генерации на воздухе снижение концентрации цинка в с – зоне происходит до 75 %, в воде – до 88%, что связано с частичным поглощением энергии лазерного излучения водой. При моноимпульсном режиме облучения концентрация цинка снизилась до 84 ат.%. При этом, наблюдается рост концентрации железа в направлении от периферийной р – зоны обработки к с-зоне, что может быть обусловлено уменьшением толщины покрытия вследствие нагрева и его частичного испарения, а также диффузии железа из подложки в покрытие [1].

Сравнение распределения элементов концентраций элементов по поверхности покрытий при облучении ЛИ в воздухе и в воде показывает, что концентрация цинка на поверхности облученного ЛИ на воздухе выше, чем на поверхности покрытий модифицированных ЛИ в режиме свободной генерации в воде. В частности в р-зоне концентрация цинка у покрытий, модифицированных на воздухе на 5% выше, чем у покрытий, облученных в воде, что может быть связано с частичным испарением Zn и последующим осаждением его на периферии покрытий.

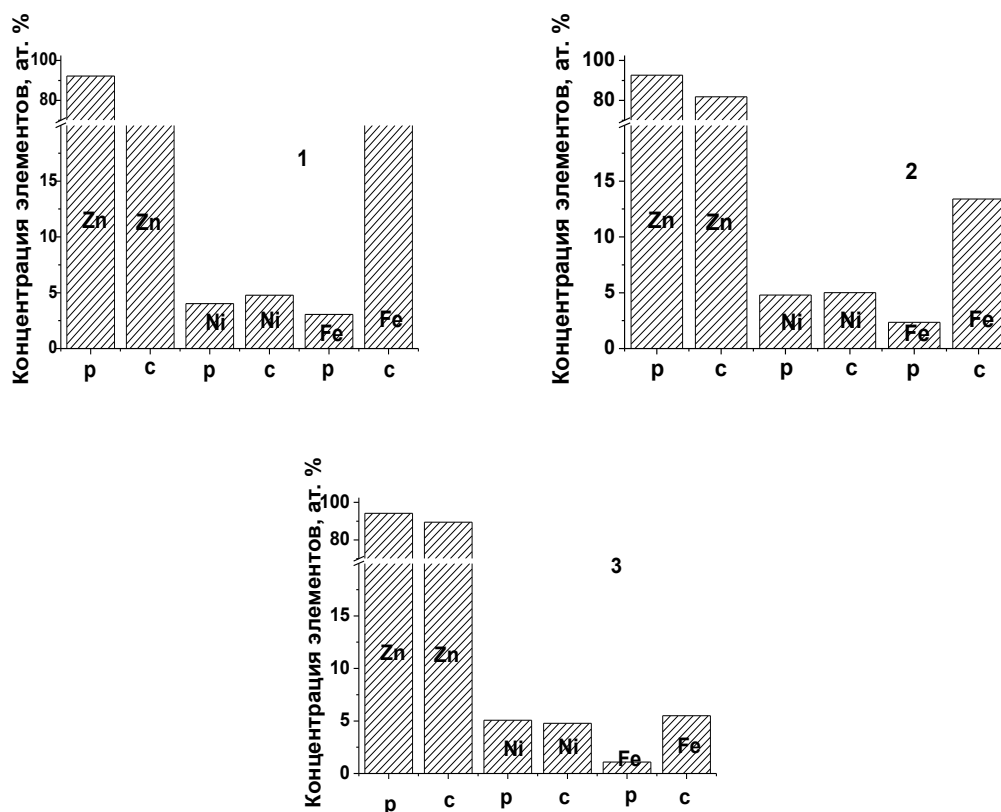


1 – режим свободной генерации (воздух); 2 – режим свободной генерации (вода);
3 – моноимпульсный режим (воздух)

Рисунок 1 – Концентрация элементов, входящих в покрытия ZnNi, в зоне воздействия ЛИ

Для моноимпульсного режима разброс концентраций элементов в покрытии в центральной и периферийных зонах значительно меньше, вследствие более однородного распределения интенсивности по пучку излучения, а также более короткого импульса генерации и соответственно более высокой мощности излучения, которые приводят к мгновенному нагреву покрытия, его переплавке и последующей закалке. В результате этого диффузионные процессы в направлении перпендикулярном плоскости кристаллизации медленнее, чем при облучении в режиме свободной генерации.

Исходя из результатов, представленных на рисунке 1, можно заключить, что распределение концентрации элементов в покрытиях, сформированных в поле рентгеновского излучения, аналогично распределению в контрольных покрытиях, полученных вне поля излучения. Видно, что концентрация железа в модифицированных ЛИ (при всех исследуемых режимах) покрытиях, сформированных в поле рентгеновского излучения, значительно ниже, чем у контрольных образцов, а концентрация цинка выше. Заметная разница наблюдается при моноимпульсном режиме, где концентрация железа в покрытии меньше всего в сравнении с режимом свободной генерации на воздухе и в воде, а разброс концентраций элементов в центральной и периферийной зонах облучения минимальный. Так, разница концентрации цинка в с- и р-зонах у покрытия, сформированного без воздействия рентгеновского излучения на электролит в процессе осаждения, составляет 6 %, а для облучаемых в процессе осаждения она снижается до 3 %. Аналогично для железа – 6 % и 3 %, соответственно.



1 – режим свободной генерации (воздух); 2 – режим свободной генерации (вода);

3 – моноимпульсный режим (воздух)

Рисунок 2 – Концентрация элементов, входящих в покрытия ZnNi, сформированных в поле рентгеновского излучения, в зоне воздействия ЛИ

Наблюдаемые изменения в количественном соотношении элементов, входящих в модифицированные ЛИ ZnNi покрытия, которые были сформированы в поле рентгеновского излучения, связаны в первую очередь со структурно-фазовыми превращениями, возникшими в процессе осаждения, которые и определяют порог чувствительности к лазерному излучению. Таким образом, можно заключить, что действие рентгеновского излучения в процессе осаждения покрытий ZnNi на электрохимическую систему способствует формированию слоев, менее подверженных процессам испарения при исследованных уровнях мощности рубинового лазера.

Список литературы:

1. Valko, N. Laser modification of the microstructure of Zn-Co electroplating alloys / N. Valko [и др.] // Nanomaterials: Applications and Properties. - 2015.- Т.4, № 1.- С.01PISERE01 (1-2).

**ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ДИФФУЗИОННОГО БОРИРОВАНИЯ НА
МАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ**

Константинов В.М., Щербаков В.Г.

*Белорусский национальный технический университет,
г. Минск, Беларусь, E-mail: v_m_konst@mail.ru, vg.stcherbakov@bntu.by*

Традиционными объектами химико-термической обработки (ХТО) являются тела, размеры которых намного превышают толщину диффузионного слоя. ХТО таких объектов проводится в целях повышения эксплуатационных свойств поверхности. Микрообъекты (с позиций ХТО) – это тела, линейные размеры которых сопоставимы с толщиной диффузионного слоя. Микрообъектами могут быть порошки, проволока малых диаметров, лист, фольга и микроизделия. Существенные различия целей ХТО микрообъектов, технологических схем и процессов структурообразования позволили выделить новое перспективное направление ХТО – термодиффузионное легирование микрообъектов [1]. Необходимость подобной дифференциации на микро- и макрообъекты обусловлена существенными различиями в диффузионных процессах, структурообразовании и технологических схемах реализации процессов ХТО. Вследствие вышеизложенного различные процессы ХТО микрообъектов в технической литературе принято называть диффузионным легированием (ДЛ) [1].

Диффузионно-легированные сплавы нашли широкое применение при упрочнении и восстановлении деталей машин и механизмов, работающих в условиях интенсивного абразивного изнашивания. [2]. В ряде случаев кроме известных технологических свойств, к указанным порошкам предъявляются специфические требования по магнитным характеристикам. Примерами таких технологий нанесения покрытий являются индукционная, электроискровая наплавка, и др. [3]. Специфика указанных технологий подразумевает использование материалов с требуемой намагничиваемостью и магнитной проницаемостью. В данной работе была проведена анализ информации о магнитных свойствах диффузионно-легированных бором порошковых сплавах на стальной либо чугуновой основах.

Как известно, выше точки Кюри интенсивность теплового движения атомов ферромагнетика оказывается достаточной для разрушения его самопроизвольной намагниченности и изменения симметрии, в результате ферромагнетик становится парамагнетиком. Это приводит к резкому падению значения магнитной проницаемости с порядка 10^2 – 10^4 до единиц [4]. Магнитомягкие сплавы (стали) лучше поддаются индукционному нагреву, чем магнитотвёрдые, так как у них коэрцитивная сила меньше [5]. По известным данным А.П. Гуляева, уменьшение размера зерна, наклёп, напряжения в решётке, фазовые превращения вызывают увеличение коэрцитивной силы, следовательно, размер дисперсность структуры и ее морфология являются факторами поведения сплава в магнитном поле (рис. 1).

Авторами ранее исследовано влияние температуры процесса и продолжительности выдержки при обработке на толщину, а, следовательно, и на концентрацию легирующих элементов в чугуновой дроби (рис. 2) [6-7]. При увеличении продолжительности диффузионного легирования от 60 до 120 мин, с постоянной температурой обработки, увеличение толщины диффузионного слоя составляет около 10...15 %, что при получении экономно диффузионно-легированных сплавов является нерациональным. Повышение температуры диффузионного легирования с 850...900 °С до 1000 °С, с сохранением постоянного времени обработки, способствует росту диффузионного слоя на 15...25%, однако концентрация легирующих элементов и стоимость готового сплава, с учетом энергозатрат, при производстве нивелируются.

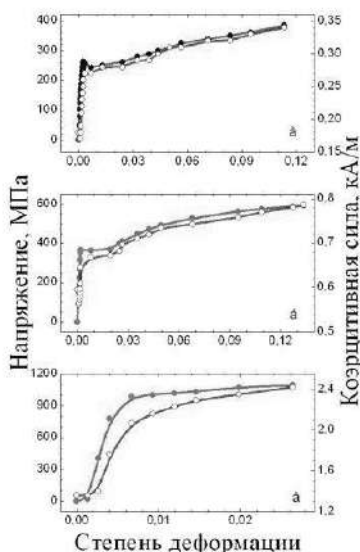
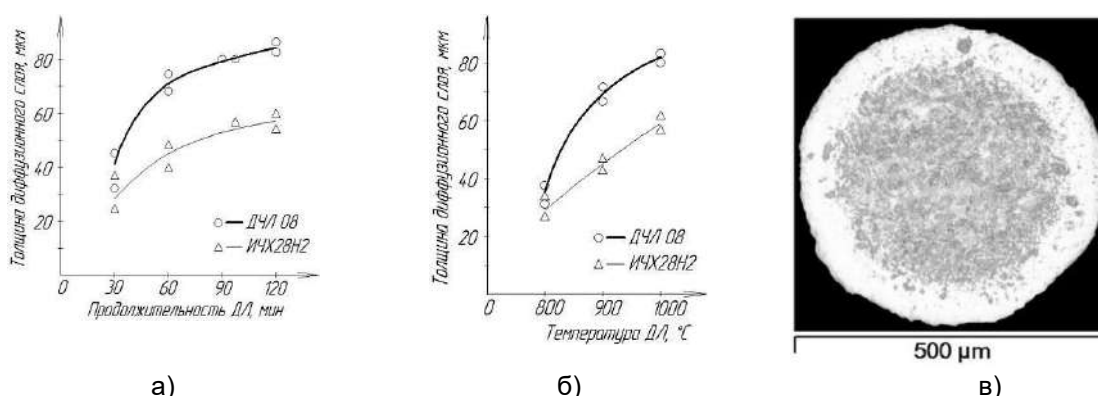


Рисунок 1 – Зависимость коэрцитивной силы от степени деформации и напряжения для конструкционных сталей [8]

Известно, что высокая коэрцитивная сила углеродистой стали получается после закалки при наличии мартенситной структуры. Наилучшие свойства получаются в сплаве, содержащем 0,8% С после закалки, оптимальная температура закалки 780...850 °С, закалка производится в воду или масло [8]. В порошковых материалах на коэрцитивную силу в значительной степени влияет диаметр частиц.



а) – Зависимость толщины слоя от продолжительности ДЛ;
 б) – Зависимость толщины слоя от температуры ДЛ;
 в) – Микроструктура диффузионно-легированной дроби ДЧЛ 08

Рисунок 2 – Температурно-временные зависимости диффузионного легирования металлических отходов чугуновой дроби и микроструктура

Как известно, борирование снижает магнитную проницаемость углеродистых сталей и тем значительнее, чем больше толщина слоя [9]. Коэрцитивная сила боридов FeB и Fe₂B оценивается величинами 1,9...2,1 и 2,8...3,1 Э соответственно. Точка Кюри борида FeB равна 685 °С. Борирование также увеличивает электросопротивление стали [10]. Однако авторами [11] исследованы фазовый и химический составы диффузионного боридного покрытия, нанесенного на штамповую сталь марки 4Х6МФС. Показано, что борирование стали изменяет форму петли магнитного гистерезиса, увеличивая значения коэрцитивной силы, максимальной дифференциальной магнитной проницаемости и остаточной индукции. С увеличением толщины боридного покрытия магнитные характеристики изменяются незначительно, а значения удельного электросопротивления возрастают.

Таким образом, наличие диффузионных боридных слоев и термическая обработка значительно изменяют магнитные характеристика стальных и чугуновых

порошков, что является существенным фактором ряда упрочняющих технологий. Известные данные неполны и в ряде случаев, противоречивы.

Необходимы дальнейшие исследования в данной области с подробным анализом исходных материалов и корректных назначений режимов диффузионного легирования.

Список литературы:

1. Пантелеенко, Ф.И. Состояние и особенности диффузионного легирования порошков / Ф.И. Пантелеенко, В.М. Константинов // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2008. - № 1. - С. 36–43.
2. Пантелеенко Ф.И., Константинов В.М. Теоретические основы и технологии получения защитных покрытий из диффузионно-легированных сплавов Перспективные материалы и технологии; под общ. ред. В.В. Клубовича. – 2008. – Витебск: Изд-во УО «ВТГУ» – Глава 9. - С. 187-214.
3. Акулович, Л.М. Технология и оборудование магнитно-абразивной обработки металлических поверхностей различного профиля / Л.М. Акулович, Л.Е. Сергеев. – Минск: БГАТУ, 2013. – 372 с.
4. Обработка изделий машиностроения с применением индукционного нагрева [Текст]: научное издание / [А. И. Гордиенко и др.]; Национальная академия наук Беларуси, Физико-технический институт. - Минск: Беларуская навука, 2009. - 287 с.
5. Иванов В.Н., Фролов В.Я., Иванов Д.В. Индукционный нагрев металлов. Теория и практика. Учебное пособие. СПб. Изд Политехнического Института. -2008. -362 с.
6. Щербаков, В. Г. Некоторые особенности получения диффузионно-легированных сплавов для индукционной наплавки из дисперсных отходов стали и чугуна в подвижных порошковых смесях / В. Г. Щербаков // Металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск: БНТУ, 2015. – Вып. 36 - С. 243-249.
7. Щербаков, В.Г. Диффузионно-легированные сплавы из металлических отходов производства с пониженной температурой плавления для формирования износостойких покрытий индукционной наплавкой токами высокой частоты / В.Г. Щербаков // Литье и металлургия. – 2016. – № 4 (85). – С. 89 - 96.
8. Гуляев, А.П. Материаловедение/А.П. Гуляев. М.: Металлургия, 1986. – 544 с.
9. Дубинин Г.Н. Конструкционные, проводниковые и магнитные материалы / Г.Н. Дубинин, Ю.С. Авраамов. – М.: Машиностроение, 1973. – 296 с.
10. Борисенко Г.В. Химико-термическая обработка металлов и сплавов / Г.В. Борисенко, Л.А. Васильев, Л.Г. Ворошнин [и др.] / М.: Металлургия, 1981. -424 с.
11. Пугачева Н.Б. Влияние диффузионных боридных покрытий на электромагнитные свойства штамповой стали / Н.Б. Пугачева, С.М. Задворкина, Т.М. Быкова / Вопросы материаловедения, Санкт-Петербург, ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей», 2016. - № 3. - С. 66–73.

ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СМЕННЫХ НЕПЕРЕТАЧИВАЕМЫХ ПЛАСТИН С НАПАЙНЫМИ РЕЖУЩИМИ ЭЛЕМЕНТАМИ ИЗ СВЕРХТВЕРДОЙ НИТРИДНОЙ КЕРАМИКИ

Урбанович В.С., Маликина Т.Д., Лавыш Е.О., Карась С.М., Шлома Е.Н.
ГО «Научно-практический центр НАН Беларуси по материаловедению»,
г. Минск, Беларусь, E-mail: urban@physics.by, slonik_66@tut.by

Эксплуатационные показатели инструмента в значительной степени зависят от способа и технологии крепления режущих элементов из сверхтвердых материалов (СТМ) [1]. В настоящее время ведущие зарубежные производители лезвийного инструмента, такие как «Mitsubishi», «Seco», «Pramet», «Korloy», «Mikrobor», «ZSC-CuttingToolsEuropeCmbH» используют метод крепления режущего элемента из СТМ вакуумной пайкой на твердосплавную пластину. Данный вид крепления обеспечивает жесткость в процессе эксплуатации [2-7]. Твердосплавная пластина с напайными режущими элементами из СТМ механически крепится в держателе.

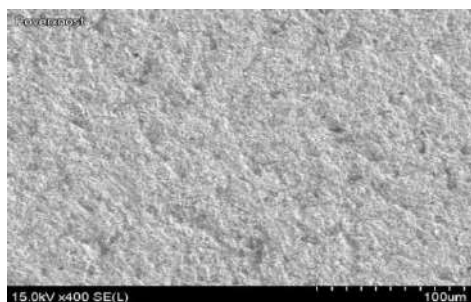
Одной из важных задач при изготовлении такого инструмента является подготовка поверхности твердосплавной пластины для пайки СТМ, которая во многом определяет надежность крепления сверхтвердого материала. В литературе этот вопрос слабо освещен.

В ГО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению» разработана технология изготовления сменных неперетачиваемых пластин с напайными режущими элементами из сверхтвердой нитридной керамики [8] для обработки твердозакаленных сталей и чугунов. Для пайки керамических режущих элементов использовались пластины из твердого сплава типа ВК производства ОАО «Кировградский завод твердых сплавов» (Россия). Подготовка их поверхности производилась методом электроэрозионного прямого прожога с использованием графитового и медного электродов в керосине, а также методом электроэрозионной резки латунной проволокой в воде.

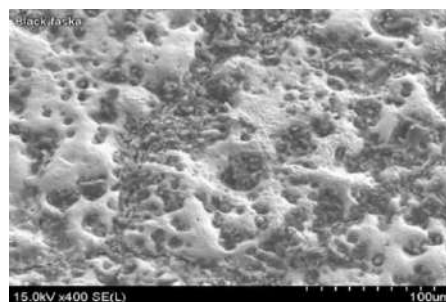
Электроэрозионная обработка графитовым электродом производилась в «ФТИ НАН Беларуси», а медным электродом и латунной проволокой – в ОАО «Промсвязь». Изучение микроструктуры и химического состава поверхностей твердосплавных пластин производили с помощью электронной микроскопии и рентгеноспектрального микрозондового анализа в НТЦ «Белмикросистемы» ОАО «Интеграл». Пайка режущих элементов из сверхтвердой нитридной керамики производилась медным припоем с легирующими добавками в высокотемпературной вакуумной электропечи (СНВЭ-1.3.1/16 И4).

Вид поверхностей твердого сплава до и после электроэрозионной обработки графитовым и медным электродом представлены на рисунке 1, а после резки латунной проволокой – на рисунке 2.

Графитовый электрод. Как следует из рисунка 1,а до обработки пластина имеет ровную поверхность, а после обработки поверхность оплавлена, границы кластеров выражены резко (рис.1,б). Данные микрозондового рентгеноспектрального анализа (табл.1) свидетельствуют о химических реакциях и фазовых превращениях на поверхности в процессе обработки. Они содержат информацию об основных элементах контактирующих материалов. Наличие углерода на поверхности пластин (темные пятна) отрицательно сказывается на качестве пайки, снижая адгезию к материалу пластины.



а



б

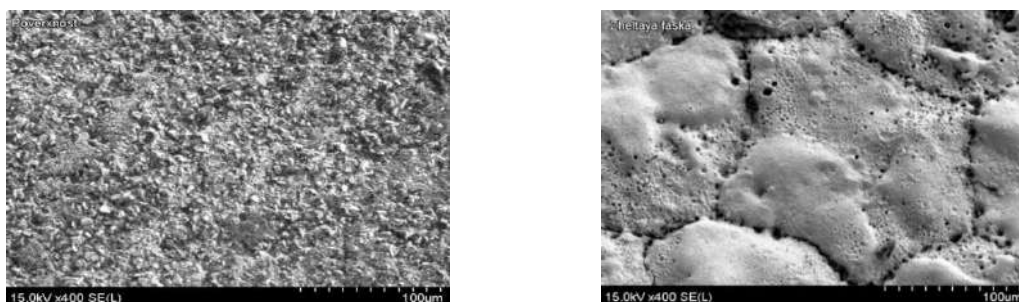


Рисунок 1 – Поверхность твердосплавной пластины: до обработки графитовым электродом (а); после обработки (б); до обработки медным электродом (в); после обработки (г). x400

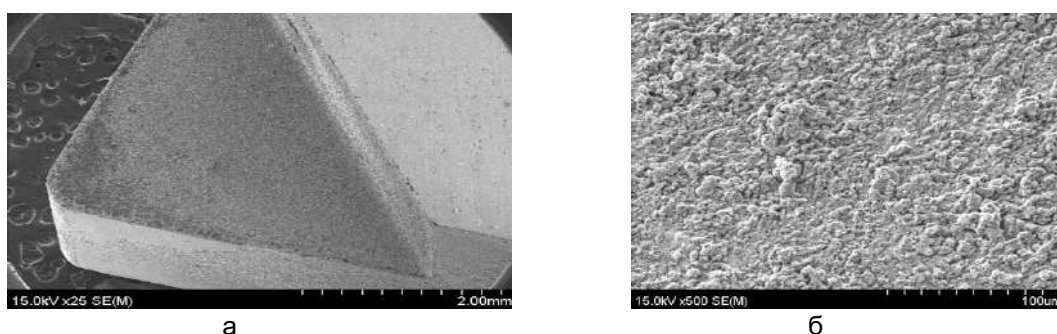


Рисунок 2 – Поверхность твердого сплава после электроэрозионной резки латунной проволокой при различном увеличении: а – x25; б – x500

Медный электрод. После обработки медным электродом пластина также имеет оплавленную поверхность с кластерной структурой. Границы кластеров четко видны, и на них имеется много микропрожогов и микротрещин (рис.1,в,г). Как следует из таблицы 1, в процессе прожога медь диффундирует в поверхностный слой обработанной пластины.

Резка проволокой. Структура поверхности для пайки однородная, крупнозернистая с отсутствием трещин и кластеров. Поверхность покрыта слоем латуни (сплав меди и цинка), что способствует повышению ее адгезионных свойств.

Как следует из данных таблицы 1, концентрация элементов в материалах пластин до и после обработки изменяется. Увеличение концентрации углерода при обработке графитовым электродом обусловлено частично его диффузией в материал при прожоге, а частично из-за разрушения графитового электрода, что повлекло за собой изменение концентраций других элементов. При этом происходит изменение концентрации вольфрама и кобальта.

В процессе прожога температура образцов может достигать порядка 1000 °С. При такой температуре в материале пластины могут протекать фазовые превращения

Таблица 1 – Элементный состав поверхности пластин до и после электроэрозионной обработки

Химический элемент	Графитовый электрод		Медный электрод		Резка проволокой
	до обработки	после обработки	до обработки	после обработки	после обработки
C	10,27	26,92	10,85	8,91	15,09
O	2,96	5,85	15,69	1,62	5,52
W	63,21	32,88	44,97	68,45	15,13
Ti	15,59	7,29	–	–	–
Co	2,76	7,58	7,54	7,66	2,77
Cu	–	–	–	1,61	29,27
Zn	–	–	–	–	12,20

При обработке пластины медным электродом изменение концентрации элементов незначительно по сравнению с графитовым электродом. Происходит диффузия меди в поверхностный слой пластины. Этот слой при пайке в вакууме припоем может способствовать увеличению адгезии припоя к сплаву ВК. Таким образом, использование медного электрода для электроэрозионного прожога лунки является более целесообразным. Для углового крепления режущего элемента из СТМ использовали электроэрозионную резку латунной проволокой. На рисунке 3 показаны: внешний вид твердосплавных пластин различной конфигурации после электроэрозионной обработки, паяный шов и режущие пластины после механической обработки.

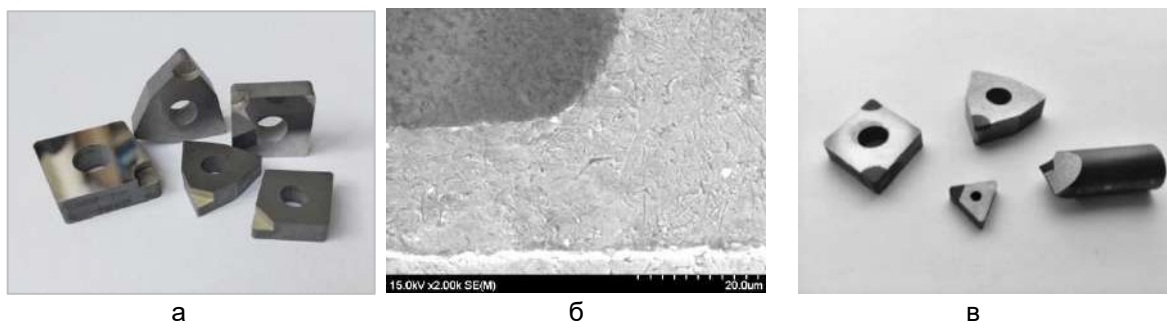


Рисунок 3 – Внешний вид твердосплавных пластин различной конфигурации после электроэрозионной обработки (а); соединение твердосплавной режущей пластины и керамического режущего элемента, $\times 2000$ (б); режущие пластины после механической обработки (в)

Таким образом, использование вакуумной пайки позволило получить надежное паяное соединение твердосплавной пластины и керамического режущего элемента с отсутствием в нем пор и остатков флюса, вызывающих коррозию (рис.3,б). Паяный шов является однородным по плотности и структуре. Его толщина составляет порядка 18–20 мкм. Состав припоя обеспечивает хорошее смачивание и адгезию к спаиваемым материалам.

Испытания режущих пластин с напайными режущими элементами проводили на ОАО «Оршанский инструментальный завод» на токарно-винторезном станке 16К20 (рис.4,а) на заготовках из стали ХВГ с твердостью HRC в пределах 47-62 и из стали ШХ 15 с твердостью HRC 57-58 при чистовом точении. Внешний вид заготовок после испытаний представлен на рисунке 4,б.



Рисунок 4 – Проведение испытаний режущего инструмента (а); внешний вид заготовок после испытаний (б)

Режимы резания варьировались в следующих пределах: продольная подача – 0,1 мм/об, глубина резания – 0,2-0,3 мм, скорость резания – 155-170 м/мин. Оценка режущих свойств СТМ проводили по результатам стойкостных испытаний. Критерием служил износ резца по задней грани 0,4 мм. В результате проведенных испытаний

шероховатость обработанной поверхности заготовки соответствовала 6-8 классу чистоты.

Таким образом, использование медного электрода и латунной проволоки при электроэрозионной обработке твердосплавной пластины обеспечивает максимальную смачиваемость ее поверхности припоем. Это позволяет достичь наилучших результатов и наиболее прочного сцепления спаиваемых материалов.

Работа выполнена при финансовой поддержке ГНТП «Ресурсосбережение, новые материалы и технологии-2015», подпрограмма «Алмазы и сверхтвердые материалы» (х/д №84/3.69).

Список литературы:

1. Инструменты из сверхтвердых материалов / под ред. Н.В. Новикова и С.А. Клименко. – Изд. 2-е, перераб. и доп. – М.: Машиностроение, 2014. – 608 с.: ил. (Б-ка инструментальщика).
2. Общий каталог 2016/2018. Токарный инструмент, вращающийся инструмент. MitsubishiMaterials.
3. Токарная обработка. Каталог + техническое руководство 2012. Seco.
4. Каталог 2017. Pramet.
5. CuttingTools. 2013. Korloy.
6. Каталог. Металлорежущийинструмент. 2010. Microbor.
7. Каталогкомпании ZCC-Cutting Tools Europe CmbH.
8. Новый сверхтвердый нанокompозит на основе кубического нитрида бора и тугоплавких соединений // В.С. Урбанович, Т.Д. Солоненко, Е.О. Лавыш, В. Ф. Лутай, С.И. Матюшевский, Л.М. Гамеза // Наноструктурные материалы–2014: Беларусь–Россия–Украина (НАНО-2014): материалы IV Междунар. науч. конф. (Минск, 7–10 окт. 2014 г.) / редкол.: П. А. Витязь [и др.]. – Минск: Беларуская навука, 2014. – С. 196-197.

**ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ С ВОЗДЕЙСТВИЕМ УЛЬТРАЗВУКА
И ИМПУЛЬСНОГО ТОКА**

Рубаник В.В., Царенко Ю.В., Рубаник В.В.мл., Ворошилов И.В., Самолетов В.Г.
*ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: ita@vitebsk.by*

Для интенсификации технологических процессов пластической деформации металлов давлением используют явление электропластичности, которое возникает при наложении на зону деформации импульсов тока большой плотности (порядка 10^3 А/мм²) и малой продолжительности (около 10^{-4} с). Действие электрического тока в этом случае не вызывает существенного нагрева металла и поэтому принципиально отличается от джоулевого эффекта, лежащего в основе электроконтактного нагрева. Изменение пластических свойств металла в этом случае происходит без заметных изменений его прочности [1]. Взаимодействие деформируемого металла с электрическим током большой плотности приводит к снижению сопротивления металла деформированию и меняет его физико-механические характеристики. Достаточно широко изучены процессы электропластической деформации при обработке металлов давлением для титановых сплавов [1].

Применение комбинированных методов деформации позволяет создать ряд новых наноструктурных и ультрамелкозернистых состояний с высоким уровнем прочности и пластичности, добиться более равноосного зерна и большей степени измельчения структуры. Использование различных физических воздействий позволяет в значительной мере интенсифицировать технологические процессы получения и обработки материалов и в большинстве случаев получать результаты, недостижимые при традиционной технологии. К числу таких воздействий, дающих наибольший эффект, относятся концентрированные потоки энергии, в частности, ультразвуковые.

Известен [2,3] способ применения ультразвуковых колебаний (УЗК) при электропластическом плющении. Отмечается, что при ультразвуковом воздействии на процесс плющения достигаются высокие степени единичного обжатия - в несколько десятков процентов (до 88-90%) без растрескивания материала.

За счет оптимальной комбинации (последовательной или одновременной) действия акусто- и электропластического эффекта на сплавы планируется существенно снизить усилия деформирования и измельчить микроструктуру материалов до наноструктурного состояния.

В целом механизмы электропластического и акустопластического эффектов отличаются, поэтому на первом этапе работ необходимо оценить остаточный ресурс пластичности при последовательной деформации проволоки из никелида титана по следующим схемам: электропластическое волочение + волочение с УЗК; волочение с УЗК + электропластическое волочение [2].

Для одновременного воздействия на проволоку ультразвуковых колебаний и импульсного тока нами предложен способ деформации, схема которого представлена на рисунке 1.

Показано, что за счет оптимальной комбинации (последовательной или одновременной) действия акусто- и электропластического эффекта на сплавы с памятью формы можно существенно снизить усилия деформирования и измельчить микроструктуру материалов вплоть до наноструктурного состояния. Предложен способ комбинированной обработки проволоки импульсным током и ультразвуком [4].

Наложение ультразвуковых колебаний ведёт к снижению усилия волочения на 30- 40 % по сравнению с волочением в обычных условиях. С ростом степени деформации возрастает усилие волочения, причём при больших обжатиях (порядка 25%) происходит обрыв проволоки.

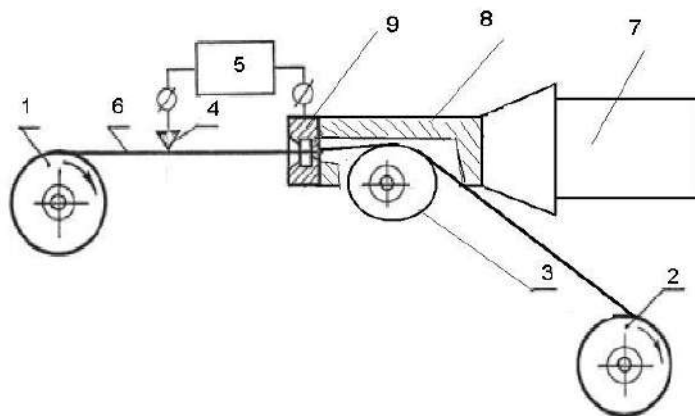


Рисунок 1 – Устройство волочения и воздействия на проволоку ультразвуковых колебаний и импульсного тока: 1- отдающий барабан, 2 – тянущее устройство, 3 – направляющий ролик, 4 – контактное устройство, 5 – генератор электрических импульсов, 6 – обрабатываемая проволока, 7 – ультразвуковой преобразователь, 8 – волновод с закрепленной в пучности смещений волокой 9

Установлено, что значение степени восстановления формы практически совпадают для случая волочения с наложением ультразвука и в обычных условиях. Термообработка проволоки после деформации менее 8% ведёт к полному возврату исходной формы, а после деформации свыше 20% ЭПФ в значительной мере подавляется. Результаты измерений предела прочности показывают, что проволока, протянутая в обычных условиях и с наложением УЗК, имеет практически одинаковые прочностные свойства.

Процесс волочения осуществляли при комнатной температуре. В случае ультразвукового воздействия температура в очаге деформации не превышала 70°C. Поскольку превращение мартенсита в аустенит начинается при температуре $A_n=90^\circ\text{C}$, следовательно, весь объём исходного материала находился в мартенситном состоянии.

Практически одинаковая величина возврата формы проволоки протянутой в обычных условиях и с наложением ультразвука, её одинаковые прочностные свойства, могут говорить об идентичности механизмов пластической деформации в обоих случаях, или о незначительном влиянии ультразвука на физико-механические свойства нитинола.

Калориметрические эффекты (ДСК) в образцах нитинола, полученных после ультразвукового волочения и электропластической прокатки, исследовали с помощью синхронного термоанализатора фирмы NETZSCH STA 449 C Jupiter®. Измерения проводились при нагреве со скоростью 10 К/мин в атмосфере аргона. Калориметрия проводилась в два этапа: сначала в ходе нагрева с определенной скоростью до температуры 700°C записывалась кривая поглощения, затем образец охлаждался вместе с печью, затем повторно проводился нагрев того же образца с той же скоростью для записи базовой линии. Для анализа использовалась разница между линией поглощения и базовой линией.

На рисунке 2 показаны ДСК кривые образцов нитинола после электропластической прокатки и последующей ультразвуковой обработки. В процессе калориметрических исследований было выполнено два цикла нагрева образца. Прокатка выполнялась с пропуском импульсного тока. После прокатки была выполнена ультразвуковая обработка образца нитинола в пучности напряжений волновода. Амплитуда напряжений составляла 100 МПа, а время экспозиции 3 мин.

Из рисунка 2,а (кривая 1), видно, что после прокатки наблюдается 2 пика энергии при температурах 350 и 550°C, которые исчезают после повторного нагрева образца (кривая 2).

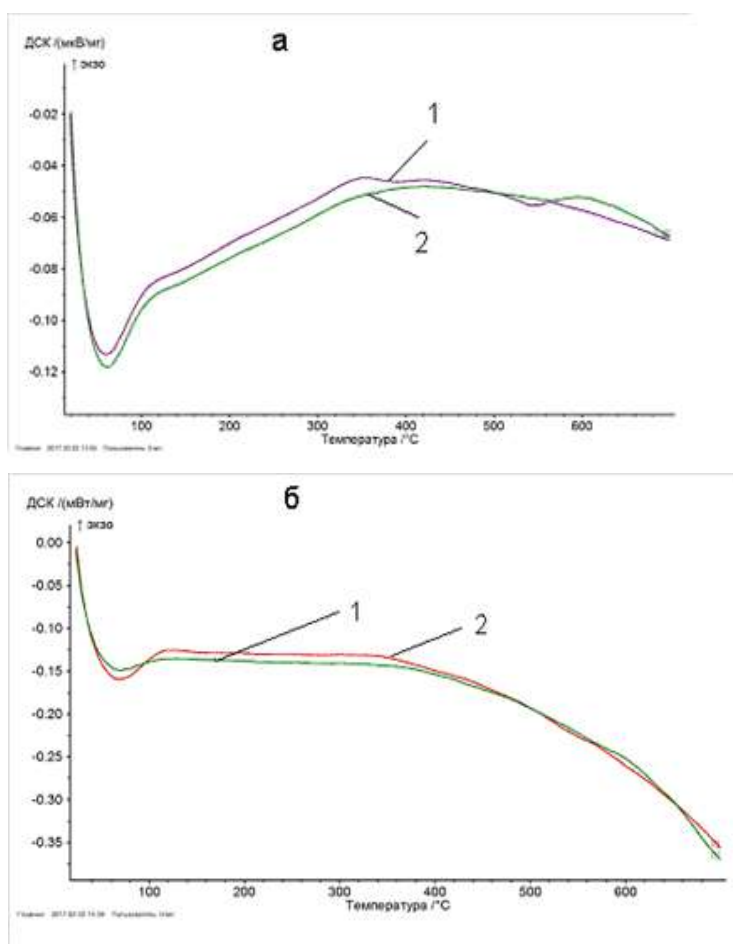


Рисунок 2 – Кривые ДСК образцов нитинола после прокатки (а) и последующей ультразвуковой обработки (б); кривые 1 – первый цикл нагрева, кривые 2 – повторный нагрев

После ультразвуковой обработки нитинола (рисунок 2б) кривые ДСК после 1 и 2 цикла нагрева практически совпадают, что свидетельствует о достижении в материале под действием ультразвуковой обработки эффекта, аналогичного термическому.

Образцы никелида титана в рамках выполнения совместного гранта БРФФИ-РФФИ №Т16-152 были представлены сотрудниками Института машиноведения им. А.А. Благодрава РАН (проф. Столяров В.В.).

Список литературы:

1. Столяров В.В. Деформационное поведение титановых сплавов при растяжении с пропусканием импульсного тока //Физика и техника высоких давлений. 2010. - Т. 20, № 4. - С.127-133.
2. Троицкий О.А. Ультразвуковое электропластическое плющение металла // Вестник научно-технического развития. – 2009. - № 10 (26). - С.42-49.
3. Kozlov A.V., Mordyuk B.N., Chernyashevsky A.V. On the additivity of acoustoplastic and electroplastic effects //Mater. Sci.&Eng.A190 (1995) 75-79.
4. Столяров В.В., Мисоченко А.А., Рубаник В.В., Рубаник В.В.мл., Царенко Ю.В. Влияние импульсного тока и ультразвука на деформационное поведение в сплавах с памятью формы// Материалы Межд. конф. «Техническая акустика: разработки, проблемы, перспективы». Витебск, УО «ВГТУ» – Витебск, 2016. - С.51-54.

**ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КРИСТАЛЛОВ
НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ**

¹Кулебякин А.В., ²Алисин В.В., ¹Борик М.А., ¹Ломонова Е.Е., ³Милович Ф.О.,
¹Мызина В.А., ³Табачкова Н.Ю.

¹Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук,
г. Москва, Россия

²Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук,
г. Москва, Россия

³Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
г. Москва, Россия, E-mail: kulebyakin@lst.gpi.ru

Материалы на основе диоксида циркония имеют несколько полиморфных модификаций. При комнатной температуре диоксид циркония имеет моноклинную структуру, но для практического применения она не представляет большого интереса, так как переход в данную фазу сопровождается значительным изменением объема, что приводит к его растрескиванию. Наибольший интерес представляют материалы с кубической и тетрагональной структурой. Данные состояния характерны для более высоких температур, но их можно стабилизировать путем введения в состав материала примесей редкоземельных или переходных элементов. В зависимости от концентрации и вида примеси структурные характеристики и свойства материала претерпевают значительные изменения. Материалы на основе ZrO_2 с кубической кристаллической решеткой являются не только хорошим оптическим материалом и могут использоваться в качестве активных лазерных сред, но и обладают высокой ионной проводимостью и находят широкое применение в качестве твердых электролитов для твердооксидных топливных элементов. В качестве конструкционного материала лучше использовать тетрагональную модификацию диоксида циркония или частично стабилизированный диоксид циркония (ЧСЦ). Благодаря особенностям фазового состава и доменной структуры данный материал обладает высокими значениями прочности, микротвердости, трещиностойкости, большой стойкостью к абразивному износу и низким коэффициентом трения.

В настоящее время наибольшее применение находят керамические материалы на основе диоксида циркония, но в силу специфики их структуры (наличие зерен и их границ) и способов получения они не лишены ряда недостатков, в первую очередь заметную деградацию свойств при повышении температуры эксплуатации. Синтез кристаллов диоксида циркония методом направленной кристаллизации расплава в холодном контейнере с использованием прямого высокочастотного нагрева позволяет получать монолитные, беспористые, устойчивые к агрессивным средам материалы, обладающие более высокими механическими характеристиками по сравнению с керамическими аналогами.

В настоящей работе представлены комплексные исследования кристаллов ZrO_2 широкого диапазона составов. Кристаллы были выращены на ростовой установке «Кристалл-407» с диаметром холодного контейнера 130 мм. В качестве стабилизирующего оксида использовали Y_2O_3 , CeO_2 , Nd_2O_3 , Sc_2O_3 . Фазовый состав кристаллов ЧСЦ был изучен методами рентгенофазового анализа и комбинационного рассеяния света. Ростовую поверхность и внутреннюю структуру кристаллов исследовали методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии.

Наибольшую популярность среди стабилизаторов диоксида циркония имеет оксид иттрия, для получения тетрагональной фазы ZrO_2 достаточно 2.5-4 мол.% Y_2O_3 . Исследования фазового состава показывают, что в выращенных кристаллах одновременно присутствуют две тетрагональные фазы, так называемая нетрансформируемая t' -фаза со степенью тетрагональности, близкой к кубической фазе $c/a=1.006$ и трансформируемая t -фаза, которая при приложении механической нагрузки может переходить в моноклинную фазу с $c/a=1.016$.

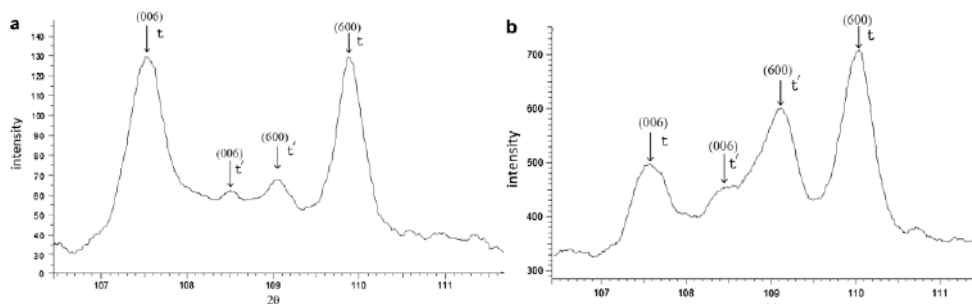


Рисунок 1 – Участки дифрактограмм в области отражений (006) и (600) кристаллов ЧСЦ с концентрацией Y_2O_3 2.8 (а) и 4.0 мол. % (b)

При увеличении концентрации стабилизирующей примеси, судя по изменению интенсивности дифракционных линий (рис.1), увеличивается количество слаботетрагональной t' -фазы. Кроме того, тетрагональные фазы отличаются друг от друга содержанием стабилизирующего оксида (табл.1). Таким образом, изменение количественного соотношения двух фаз оказывает влияние на трансформационный механизм упрочнения в кристаллах ЧСЦ, что сказывается на механических характеристиках материала.

Таблица 1 – Характеристики t и t' -фазы в кристаллах ЧСЦ

Концентрация Y_2O_3 в кристаллах ЧСЦ, мол. %	Содержание Y_2O_3 , мол. %		Объемная доля фазы, %		c/a	
	t -фаза	t' -фаза	t -фаза	t' -фаза	t -фаза	t' -фаза
2.8	2.6	5.0	85	15	1.016	1.006
3.2	2.7	5.6	80	20	1.015	1.006
3.7	2.8	5.7	70	30	1.014	1.005
4.0	2.9	5.8	65	35	1.014	1.005
5.0	3.5	6.7	55	45	1.012	1.005

Увеличение концентрации оксида иттрия до 8 и 10 мол.% приводит к появлению новой тетрагональной t'' -фазы. Данная фаза имеет степень тетрагональности $c/a=1$, но принадлежит к пространственной группе симметрии $R4_2/mmc$ вследствие смещения атомов кислорода в анионной подрешетке. Аналогичное явление наблюдается при замещении части ионов Y на Sc , именно данные составы обладают наивысшей ионной проводимостью, но по механическим характеристикам они заметно уступают кристаллам с меньшим содержанием оксида иттрия.

Исследования методом ПЭМ показали, что все тетрагональные образцы кристаллов имеют развитую доменную двойниковую структуру с размером элементарных доменов 5-10 нм (рис.2,b). При увеличении концентрации стабилизирующей примеси двойниковая структура становится более однородной и дисперсной (рис.2,c).

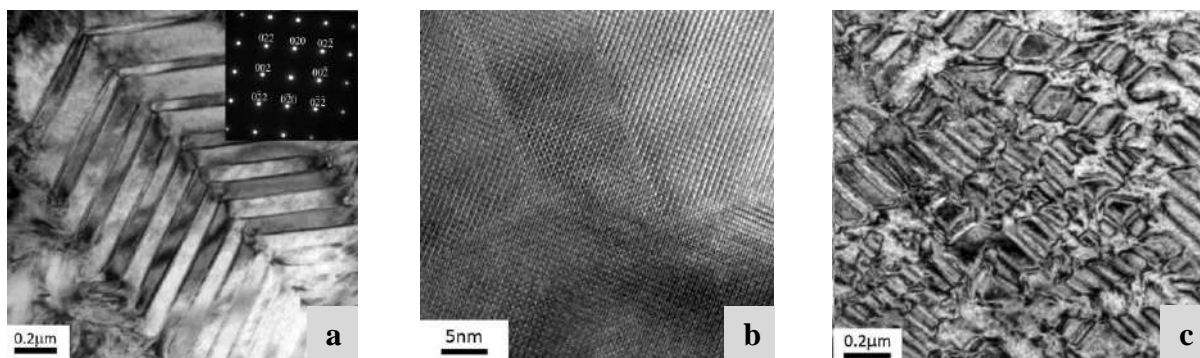


Рисунок 2 – Изображения доменной структуры кристаллов ЧСЦ с концентрацией Y_2O_3 2.8 (а, b) и 4.0 (с) мол. %

Благодаря тому, что при низких концентрациях стабилизатора в кристаллах содержится большее количество t-фазы, данные составы обладают более высокими значениями трещиностойкости (табл.2), так как высока вероятность тетрагонально-моноклинного перехода при внешнем воздействии на материал. Кроме того, наблюдается зависимость трещиностойкости от ориентации образца: максимальные значения наблюдаются в направлении (100). Показатели микротвердости практически одинаковы для всех исследуемых составов и не зависят от кристаллографической ориентации кристалла.

Таблица 2 – Трещиностойкость и микротвердость кристаллов ЧСЦ

Концентрация Y_2O_3 в кристаллах ЧСЦ, мол. %	Содержание Y_2O_3 , мол. %	
	Трещиностойкость K_{1c} , МПа·м ^{0.5} (10 кг)	Микротвердость H_v , кгс/мм ²
2.8	12 ± 0.5	14.1 ± 0.4
3.0	11 ± 0.5	14.7 ± 0.4
3.2	9 ± 0.5	14.0 ± 0.4
3.7	9 ± 0.5	14.2 ± 0.4
4.0	8 ± 0.5	14.5 ± 0.4

Показано, что введение в ряд составов кристаллов ЧСЦ, стабилизированных оксидом иттрия, небольшого количества дополнительных примесей редкоземельных элементов, таких как Се и Nd, позволяет получить материал более устойчивый к образованию трещин: ZrO_2 -2.0 мол.% Y_2O_3 -0.8 мол.% CeO_2 ($K_{1c}=20$); ZrO_2 -2.5 мол.% Y_2O_3 -0.26 мол.% CeO_2 -0.04 мол.% Nd_2O_3 ($K_{1c}=18.0$); ZrO_2 -2.03 мол.% Y_2O_3 -0.44 мол.% CeO_2 -0.33 мол.% Nd_2O_3 ($K_{1c}=14.9$). Данный факт объясняется тем, что в полученных кристаллах содержится большее количество трансформируемой t-фазы, а также наличием церия, который имеет переменную валентность и входит в кристалл в состоянии Ce^{3+} , а при механическом воздействии может переходить в Ce^{4+} . В этом случае, релаксация упругих напряжений может быть связана с изменением размеров ионов церия и появлением неустойчивых вакансий. Проведенные в работе отжиги на воздухе, приводящие к уменьшению концентрации ионов Ce^{3+} , показывают, что в этом случае значения трещиностойкости уменьшаются.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 15-38-70053.

ВЛИЯНИЕ ДОПИРУЮЩИХ АНИОНОВ НА ЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОИАНИЛИНА

Крылов А.А.

Тверской государственной университет, г. Тверь, Россия, E-mail: tolya21@yandex.ru

Известно, что под действием окисления и восстановления пленка полианилина может изменять свои геометрические размеры. Авторы предположили, что это связано с изменением конформации молекул полианилина. В литературе описано также аналогичные изменения, однако, в качестве одного из механизмов этого явления предполагалось за счет диффузии допирующих ионов. Для того, чтобы уточнить какой из механизмов наиболее вероятен было проведено исследование, целью которого было изучить влияние различных допирующих анионов на электромеханический отклик актуатора.

Для изучения электромеханических свойств был изготовлен актуатор в соответствии с рекомендациями. Установка позволяла фиксировать изменение положения актуатора в зависимости от потенциала подложки. В качестве допирующих анионов были выбрана: Cl^- , Br^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} . Измерение производились при одинаковом значении pH 1-1,1. Степень окисления полианилина контролировали по потенциалу подложки подключенной по 3-хэлектродной схеме подключенной к потенциостату. Методика эксперимента заключалась в погружении ЭХА в оптическую кювету.

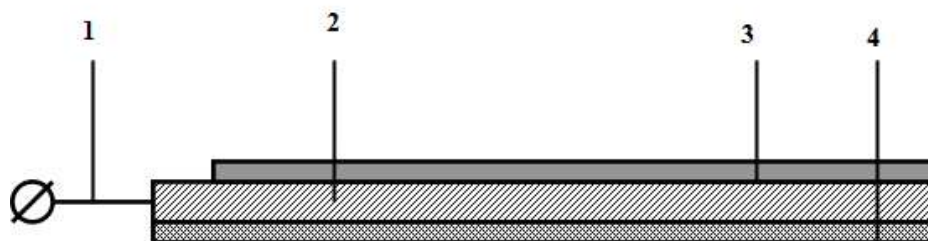


Рисунок 1 – Устройство актуатора: 1 – платиновая подложка, 2 – слой полианилина, 3 – сигнальный кабель, 4 – изоляционный лак

На актуатор подавался потенциал от -200 до 1100 мВ относительно хлорсеребряного электрода. Установка позволяла подавать не только фиксированный потенциал, но и производить его сканирование в указанном выше диапазоне. За изменением положения актуатора наблюдали при помощи микроскопа, подключенного к веб камере.

Эксперименты показали, что окисление и восстановление в присутствии различных допирующих анионов происходит практически одинаково. На рисунке 1 представлен график изменения геометрических размеров ЭХА в зависимости от потенциала подложки.

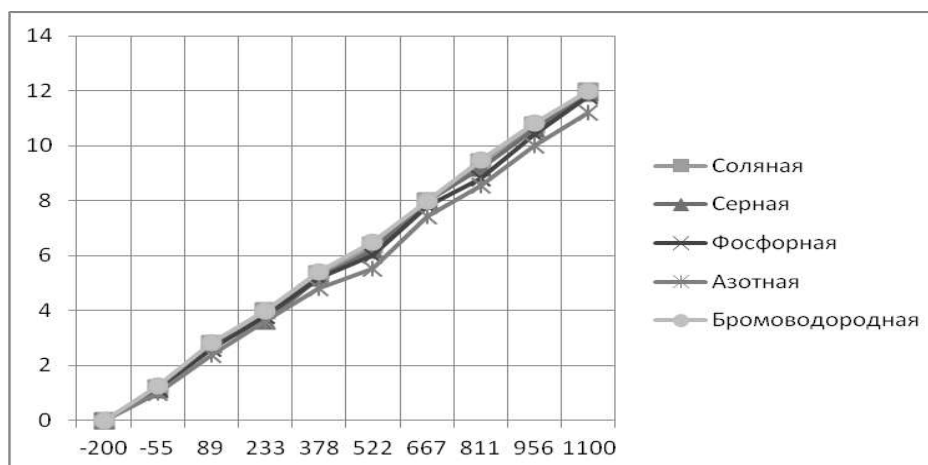


Рисунок 2 – Отклик актуатора в зависимости от потенциала подложки

Из рисунка видно, что во всех случаях наблюдается практически одинаковый отклик ЭХА на величину потенциала. Учитывая, что эффективный радиус использованных анионов в качестве допантов существенно различается, то если бы основным механизмом изменения геометрических характеристик было бы внедрение допантов в структуру полимера, то следовало бы наблюдать существенное различие отклика в зависимости от ионного радиуса аниона. Поскольку, такая зависимость не обнаружена, можно считать, что основной причиной изменения электромеханического отклика является изменение конформации полимерной цепи, представленной на рисунке ниже.

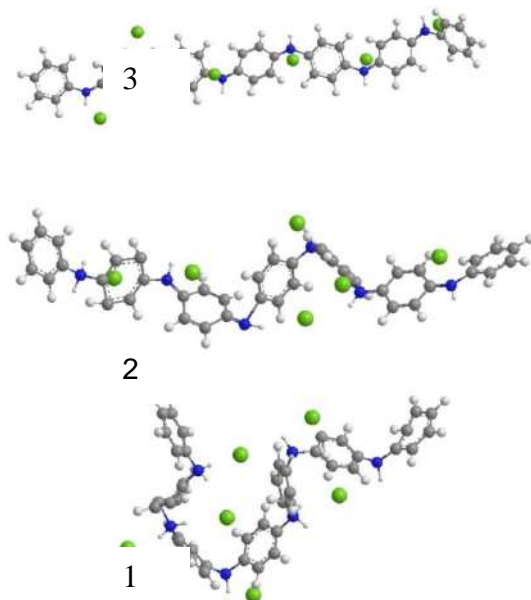


Рисунок 3 – Результаты расчета конформаций модельной молекулы полианилина в зависимости от степени окисленности

1. Степень окисленности 1
2. Степень окисленности 0,5
3. Степень окисленности 0

Как видно из рисунка, окисленная форма имеет зигзагообразную конформацию, а восстановленная – более линейную. Допирующие ионы в данной схеме играют второстепенную роль и служат лишь для компенсации избыточного положительного заряда на азоте. Информацию о сравнительной скорости диффузии при допировании полианилина вероятно можно получить изучая циклическое допирование/дедопирование пани с одновременным наблюдением за электромеханическим поведением актуатора. Результаты этих исследований представлены на рисунке. Как видно из рисунка, нами зафиксирован своеобразный гистерезис, который заключается в том, что процесс окисления происходит быстро, а процесс восстановления замедлен. Эксперимент также показал, что величина «гистерезиса» практически не зависит от допирующего аниона. Таким образом, диаметр аниона практически не влияет на величину гистерезиса. Это ещё раз подтверждает предложенный нами механизм электрохимического отклика полианилина.

Интересно отметить, что величина гистерезиса зависит от скорости сканирования потенциала в прямом и обратном направлении.

Для остальных анионов были получены аналогичные зависимости. Если скорость сканирования превышает 140 мВ/с, то актуатор не успевает вернуться в исходное состояние и наблюдается постепенное смещение его до максимального искривления. Однако, если выдержать некоторое время при потенциале -200 мВ, то он снова возвращается в исходное положение.

**ВЛИЯНИЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОЧАСТИЦ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА
ОКСИДОКЕРАМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА СИЛУМИНАХ С РАЗЛИЧНЫМ
СОДЕРЖАНИЕМ КРЕМНИЯ**

Комаров А.И., Комарова В.И.

*Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси,
г. Минск, Беларусь, E-mail: al_kom@tut.by*

Введение

Структура и свойства оксидокерамических покрытий (КП), получаемых микродуговым оксидированием (МДО) на алюминии и его сплавах, во многом определяются режимами и условиями этого процесса, который можно регулировать в относительно широких пределах. Основными методами воздействия на микроплазменный процесс с целью повышения структурных параметров КП, ответственных за требуемые их функциональные свойства, является модифицирование покрытий и оксидными наночастицами различной природы. В ранее проведенных нами исследованиях, в частности [1,2], показана высокая эффективность использования в качестве неоксидных модификаторов углеродных наночастиц различной структурно-фазовой организации – наноалмазы, фуллеренсодержащие сажи, углеродные нанотрубки (УНТ), наноуглерод, полученный электроразрядной обработкой углеводородных жидкостей. При введении углеродных наночастиц в электролиты было достигнуто повышение толщины КП на деформируемых сплавах в 1,5–2 раза, микротвердости, износостойкости, несущей способности по сравнению с базовыми КП не менее 2-х раз при одновременном снижении коэффициента трения в условиях граничного трения до 8 раз [1,2]. В настоящее время значительный интерес проявляется к использованию в процессе МДО в качестве модификаторов таких оксидных наночастиц как TiO_2 , ZrO_2 , $\alpha-Al_2O_3$ [3]. В настоящей работе представлены результаты систематических исследований по формированию КП на силуминах под воздействием углеродных наночастиц.

Материалы и методика исследования

Процесс МДО проводился в анодно-катодном режиме на разработанной в Объединенном институте машиностроения НАН Беларуси установке УЭМПО при использовании силикатно-щелочного электролита – базового (4 г/л Na_2SiO_3 , 2 г/л KOH) и модифицированного наночастицами углерода. Концентрация неоксидных добавок варьировалась в диапазоне 125–750 мг/л.

Структурно-фазовое состояние КП изучалось на поперечных шлифах методами рентгеноструктурного и металлографического анализов. Для получения информации о характере изменения фазового состава и микротвердости КП по его глубине осуществлялось послойное механическое удаление слоев с поверхности к основе с последующей рентгеновской съемкой каждого слоя. Съемка проводилась в режиме сканирования с шагом $0,1^\circ$ продолжительностью 20 с в каждой точке. Морфология структурных составляющих образцов КП изучалась на поперечных шлифах на микроскопах МИМ-8, JX-200E. ДюрOMETрический анализ поперечных шлифов КП проводился на приборе ПМТ-3 при нагрузке на индентор 0,20; 0,49 Н в зависимости от исследуемого участка шлифа.

Результаты исследования и их обсуждение

Для получения информации о степени влияния УНЧ на характеристики покрытия на силуминах проведем анализ структуры КП на доэвтектическом (AK5M2) и заэвтектическом (KC740) силуминах.

Сплав AK5M2 (Si-6,8, Cu-2,5, Mg-0,5, Mn-0,4, Fe-0,96, Ti-0,13, Al-ост.) относится к группе Al-Si-Cu материалов, отличающихся высокой жаропрочностью, но по литейным свойствам, коррозионной стойкости и герметичности уступают сплавам Al-Si и Al-Si-Mg. Термическая обработка по предлагаемым режимам, не всегда обеспечивает требуемые свойства и, в первую очередь, упрочнение поверхности изделий, что может быть решено формированием на ней покрытий.

На рисунке 1 приведены микроструктуры КП образцов сплава АК5М2, полученного в базовом (а) и модифицированном шихтой алмазосодержащей ША-А (б) электролитах. Видно, что при добавке ША-А в электролит толщина покрытия δ достигает 225 мкм, что 2 раза больше базового.

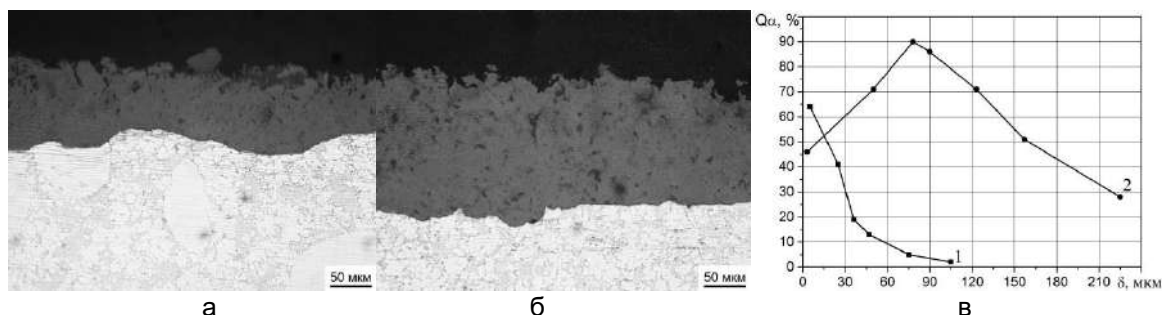


Рисунок 1 – Микроструктуры КП на АК5М2, полученного в базовом (а) и с добавкой ША-А с концентрацией 125 мг/л; послойное распределение корунда (α -Al₂O₃) по глубине покрытия без добавки (1), при ее концентрации 125 мг/л (2)

Согласно данным рентгенофазового анализа (РФА), в обоих случаях состав КП представлен низкотемпературной фазой γ -Al₂O₃ и корундом α -Al₂O₃, в небольшом количестве присутствует муллит (Al₆Si₂O₁₃). Как следует из рисунка 1, в модифицирование покрытия наноалмазами сопровождается резким возрастанием во всех слоях покрытия корунда, который в слое КП, равном 70 мкм, достигает 90 %, что, как установлено, приводит к выходу микротвердости на уровень 22 ГПа, тогда как в базовом КП он составляет 12,5 ГПа.

Учитывая эффективное воздействие фуллеренсодержащих саж на микроплазменные процессы создания поверхностных оксидных слоев на сплавах алюминия [2], были проведены исследования по созданию покрытий на силумине КС740 (Si-16-18, Cu-1,5-2,5, Mg-1,8-2,8, Mn-0,6-1,0, Fe-0,7, Al-ост.) в электролитах, включающих катодный депозит (КД), являющийся осадком на катоде при получении фуллеренов, и базовом. Состав КД представлен смесью УНТ, фуллерена C₆₀ и графита. На рисунке 2 приведены микроструктуры КП на образцах из КС740, полученных в базовом (а) и модифицированном КД (б) электролитах с концентрацией 750 мг/л.

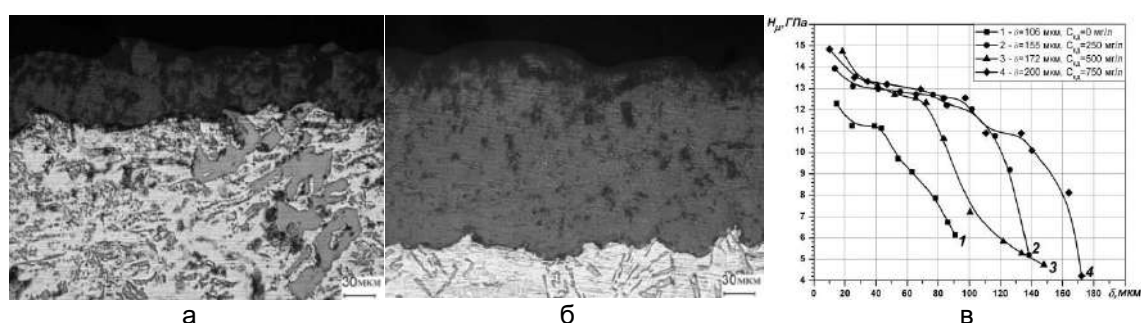


Рисунок 2 – Микроструктуры КП на образцах из КС740, полученных в базовом (а) и модифицированном КД электролитах с C= 750 мг/л; распределение микротвердости по глубине КП

Из анализа приведенных данных следует, что включение катодного депозита в базовый раствор сопровождается, как и в случае ША-А для сплава АК5М2, существенным (в 2,5 раза) ростом толщины δ покрытия, что свидетельствует о интенсифицирующем влиянии КД на процесс МДО. В отличие от КП на сплаве АК5М2 на заэвтектическом силумине КС740, кроме γ – и α -Al₂O₃ образуется в значительном количестве муллит. Установлено, что распределение фаз по толщине покрытия неравномерно. Наибольшее содержание α -Al₂O₃ в модифицированном покрытии составляет 40%, доля муллита в рабочем слое (20–0 мкм) этого покрытия – 35 %, а в

поверхностных слоя (170–200 мкм) – 58%. При $C_{\text{кд}}=0$ мг/л преобладающей фазой в покрытии является $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Показано, что характер распределения фаз в слоях КП определяет изменение и величину микротвердости H_{μ} (рис.2,в). Все образцы покрытия, полученные в модифицированном КД электролите, имеют характерные участки с равномерным распределением микротвердости по глубине КП. При этом максимальный уровень H_{μ} соответствует большему содержанию корунда в КП, что определяет его превышение относительно базового КП в $\sim 1,3$ раза.

Было установлено, что особенностью МДО-процесса на силуминах в электролитах с добавками углеродных наночастиц является повышенное содержание муллита в формируемых покрытиях. Следует отметить, что это дает дополнительные возможности использования технологии МДО для получения теплозащитных покрытий, поскольку, как показано в [4], покрытия с повышенным содержанием муллита обладают низкой теплопроводностью (до $0,5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) при повышенной стойкости к растрескиванию при термоциклировании.

Заключение

В результате проведенных исследований показано, что введение алмазсодержащей шихты (ША-А) и катодного депозита в базовые электролиты приводит к значительной интенсификации процесса МДО как в случае доэвтектического сплава АК5М2, так и заэвтектического КС740, о чем непосредственно свидетельствует увеличение толщины покрытия на них до 2-х раз.

Одновременно с этим углеродные наночастицы, включенные в электролиты, способствуют более интенсивному образованию корунда (в КП на АК5М2 до 90%) и муллита в КС740, что может быть связано с повышением температуры протекающих плазмохимических реакций, либо со снижением температуры фазовых переходов оксидов алюминия. Последнее приводит к повышению прочностных свойств покрытия, в частности микротвердости до 2-х раз.

Список литературы:

1. Витязь П.А. Наноалмазы детонационного синтеза: получение и применение / П.А.Витязь, В.И. Жорник, А.Ф. Ильющенко, В.Т. Сенють, А.И. Комаров и др. – Минск: Беларуская навука. – 2013. - 380 с.
2. Витязь П.А. Наноалмазы детонационного синтеза: получение и применение / П.А.Витязь, В.И. Жорник, А.Ф. Ильющенко, В.Т. Сенють, А.И. Комаров и др. – Минск: Беларуская навука. – 2013. - 380 с.
3. Xiaopeng Lu. Plasma electrolytic oxidation coatings with particle additions – A review / Lu Xiaopeng, M. Mohedano, C. Blawert, E. Matykina, R. Arrabal, K. Ulrich Kainer, M.L. Zheludkevich // Surface & Coatings Technology. – 2016, v. 307, p. 1165 – 1182.
4. J.A. Curran, H. Kalkanci, Yu. Magurova, T.W. Clyne. Multi-rich plasma electrolytic oxide coatings for thermal barrier applications // Surface & Coatings Technology. 201 (2007) 8683-8687.

ВЛИЯНИЕ ВЫЛЁЖИВАНИЯ НАВОДОРОЖЕННЫХ ОБРАЗЦОВ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ДВОЙНЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА

^{1,2}Батурин А.А., ¹Лотков А.И., ¹Гришков В.Н., ¹Родионов И.С.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
г. Томск, Россия, E-mail: abat@ispms.tsc.ru

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
г. Томск, Россия

Введение

В настоящее время установлено, что введение атомов водорода в материалы на основе никелида титана (TiNi) приводит в свеженаводороженных образцах к деградации величины эффекта памяти формы (ЭПФ), а также увеличивает напряжение мартенситного сдвига, уменьшает величину неупругой деформации при проявлении эффекта сверхэластичности (СЭ) и значительно понижает пластичность («водородная хрупкость») [1-3].

Обычно водород вводится электролитическим способом (катодное наводороживание), при котором сразу после наводороживания весь водород сосредоточен в узком приповерхностном слое, который является значительно упрочнённым и обуславливает проявление водородной хрупкости. При дальнейшем вылёживании при комнатной температуре происходит диффузионное перераспределение водорода по объёму материала. Как показали исследования [4], сверхэластичные и механические свойства образцов двойных сплавов на основе TiNi могут при этом существенно изменяться.

Поскольку ЭПФ, СЭ и температурная область их проявления в сплавах на основе TiNi определяются термоупругими мартенситными превращениями (МП), протекающими в этих сплавах, важно знать влияние водорода на температуры и последовательность МП в них при вылёживании. В данной работе изучено влияние водорода на температуры и последовательность МП при электролитическом наводороживании двойного сплава Ti_{49,1}Ni_{50,9} с нанокристаллической структурой в зависимости от длительности вылёживаия при комнатной температуре.

Материалы и методы.

Исследование выполнено на проволочных образцах диаметром 1,1 мм из сплава Ti_{49,1}Ni_{50,9} (ат.%), произведёнными ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ». Микроструктуру образцов исследовали методом электронной микроскопии (LEO EVO 50). Исходное состояние проволоки в состоянии поставки – нанокристаллическая структура со средним размером зёрен/субзёрен 86 нм [5]. Наводороживание образцов проводили электрохимическим методом в растворе (0,9% NaCl) при плотности тока 20 А/м², время насыщения составляло 3 часа.

Измерение концентрации водорода было выполнено на газоанализаторе RHEN 602 фирмы LECO. Исходное содержание водорода сразу после наводороживания составляло 400-430 ppm. Исследование влияния времени вылёживаия на последовательность и температуры МП проводили из анализа температурных зависимостей электросопротивления $\rho(T)$, полученных четырёхточечным потенциальным методом в интервале температур (83–333)К и дифференциальной сканирующей калориметрией (Mettler Toledo 822) в интервале температур (173–373)К. Скорость нагрева и охлаждения составляла 10⁰С/мин.

Результаты и обсуждение

На рисунке 1а представлена температурная зависимость электросопротивления и результаты исследований методом ДСК для исходного образца с нанокристаллической структурой. Такой вид характерен для последовательности МП B2↔R↔ B19' в двойных сплавах TiNi с избытком никеля, не превышающим 1 ат.% относительно эквиатомного состава. Характеристические температуры МП показаны

стрелками (M_n и M_k – температуры начала и конца прямого МП $R \rightarrow B19'$, A_n и A_k – температуры начала и конца обратного МП, T_R – температура МП $B2 \rightarrow R$).



Рисунок 1 – Температурная зависимость электросопротивления и калориметрические кривые (ДСК) образцов с ультрамелкозернистой структурой сплава $Ti_{49.1}Ni_{50.9}$

Температуры МП составляют: $T_R=264K$, $M_n=212 K$, $M_k=182 K$, $A_n=236K$, $A_k=252 K$. По данным ДСК $T_R=274,2 K$, $M_n=207,3 K$, $M_k=181,23 K$, $A_n=252,5 K$, $A_k=262,4 K$. Данные двух методов показывают одинаковую последовательность МП, а характеристические температуры совпадают с точностью $\pm 5^0$. Теплоты превращений при прямом МП $B2 \rightarrow R$ составляют $\Delta H=4,81$ Дж, при МП $R \rightarrow B19'$ $\Delta H=16,39$ Дж, а при обратном МП $B19' \rightarrow R \rightarrow B2$ $\Delta H=19,09$ Дж. Большая величина ΔH при обратном МП, по-видимому, связана с тем, что примерно в этом же интервале температур происходит МП $R \rightarrow B2$.

После наводороживания и последующей выдержки образцов в течение полугода произошли кардинальные изменения в характере $\rho(T)$ – характерные особенности, связанные с МП на кривой $\rho(T)$ вылежанного образца не наблюдаются вплоть до минимальной температуры измерения ($83K$), рисунок 2а.



Рисунок 2 – Температурная зависимость электросопротивления и калориметрические кривые (ДСК) образцов с нанокристаллической структурой сплава $Ti_{49.1}Ni_{50.9}$ после наводороживания и вылёживания в течение 6 месяцев

При охлаждении наблюдается только зависимость с отрицательным температурным коэффициентом электросопротивления, характерная для области предпереходных явлений. При нагреве $\rho(T)$ изменяется почти по тому же пути, что и при охлаждении, но с небольшим гистерезисом. Измерения ДСК, рисунок 2б, показали, что действительно, пики тепловыделения и теплопоглощения, связанные с МП $R \leftrightarrow B19'$ не наблюдаются вплоть до $173K$, то есть M_n по крайней мере стала ниже $173K$, а по $\rho(T)$ ниже $83K$. Однако пики, связанные с МП $B2 \leftrightarrow R$ после длительного вылёживания наводороженных образцов сохранились практически при тех же температурах, однако ΔH понизилась и стала $\Delta H=3,21$ Дж. Изменение контрольного ненаводороженного образца показали, что в нём за полгода не произошло никаких изменений.

Наблюдаемые изменения, по нашему мнению, связаны с влиянием водорода на МП при его диффузионном перераспределении в объёме образцов в процессе длительного вылёживания, так как общая концентрация водорода в образце почти не изменилась. Как показывают расчёты из первых принципов (*ab initio*) введение атомов водорода в кристаллическую решётку $TiNi$ изменяет термодинамическую стабильность фаз $B2$ и $B19'$ [6]. Причём введение водорода в $B2$ решётку $TiNi$ уменьшает её полную

энергию с увеличением концентрации водорода значительно более сильно, чем введение водорода в B19' решетку. Полные энергии двух фаз становятся близкими при концентрации более 2-3 ат % водорода (что близко к концентрации водорода в нашей работе). Это должно приводить к уменьшению температур МП B2→B19' вплоть до полного подавления МП, что и наблюдается в нашем случае. Подавление МП B2→B19' при возрастании концентрации водорода наблюдали в [7], однако в нашей работе впервые показано, что это может происходить при вылёживании наводороженных образцов никелида титана.

Авторы выражают признательность проф. Н.Н. Ресниной (СПБУ) за помощь в проведении калориметрических измерений. Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ (проект №15-08-99489).

Список литературы:

1. Adachi, Y. Effect of Hydrogen on the Shape Memory Effect and Transformation Behavior of Ti-Ni Alloy / Y. Adachi, N. Wade, Y. Hosoi // J. Japan Inst. Metals. - 1990. - V.54. - N.5. - P. 525-531.
2. Asaoka, K. Hydrogen embrittlement of nickel-titanium alloy in biological environment / K. Asaoka, K. Yokoyama, M. Nagumo // Metal. Mater. Trans. A. - 2002. - V.33. - N.3. - P.495-501.
3. Lotkov, Aleksandr Effect of hydrogen on superelasticity of the titanium nickelide-based alloy / Aleksandr Lotkov, Anatolii Baturin, Victor Grishkov, Ivan Rodionov, Victor Kudiyarov, Andrei Lider // AIP Conference Proceedings. - 2015. - V. 1683. - 020124.
4. Yokoyama, K. J Hydrogen embrittlement of Ni-Ti superelastic alloy aged at room temperature after hydrogen charging / K. Yokoyama, T. Ogawa, K. Takashima, K. Asaoka J. Sakai // Mater. Sci. Eng. A. - 2007. - V.466. - P. 106-113.
5. Baturin, A. Hydrogen-induced failure of TiNi based alloy with coarse-grained and ultrafine-grained structure / A. Baturin, A. Lotkov, V. Grishkov, I. Rodionov, K. Krukovskiy // Structural Integrity Procedia. - 2016. - V.2. - P. 1481-1488.
6. Holec, D. Ab initio study of point defects in NiTi-based alloys / D. Holec, M. Friak, A. Dlouhy, J. Neugebauer // Phys. Rev. B. - 2014. - V.89. - 014110.
7. Kubenová, M. Impact of hydrogen-assisted heat treatments on microstructure and transformation path in a Ni-rich NiTi shape memory alloy / M. Kubenová, J. Zálesák, J. Cermák, A. Dlouhy // J. Alloys Comp. - 2013. - V.577S. - P. S287-S290.

**ПЕРЕНОСНОЙ АППАРАТ ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ
ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ ПОЛИМЕРОВ**

Рубаник В.В., Луцко В.Ф., Басов Ю.А., Попова О.С.

ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси», г. Витебск, Беларусь

Ультразвуковая сварка позволяет реализовать очень ценные технологические свойства процесса, такие как низкая требовательность к состоянию свариваемых поверхностей; локальное выделение тепла в зоне сварки и отсутствие перегрева материала; сварка материалов с узким интервалом кристаллизации; возможность сварки разнородных и разнотолщинных полимерных материалов. Ультразвуком хорошо сваривается большая группа термопластичных полимеров. Некоторые полимеры, например, полистирол, лавсан и другие, свариваются только ультразвуком.

Вместе с тем, в ряде случаев заменить малопроизводительные механические способы соединения и экологически опасные операции склеивания на высокопроизводительные и экологически безопасные операции по соединению деталей из термопластичных полимеров с помощью ультразвуковой сварки не представляется возможным, так как часто специфика и условия производства не позволяют использовать стационарное ультразвуковое оборудование. Например, при сварке крупногабаритных деталей с большой площадью перекрытия, а также при отсутствии концентраторов энергии на свариваемых поверхностях и недоступности мест соединения для стационарного оборудования. Для производства такого рода работ используют переносное ультразвуковое оборудование. Однако, недостаточная эффективность существующего оборудования, обусловленная нестабильностью и непредсказуемостью, в первую очередь, его двух базовых узлов: электронного генератора, вырабатывающего электрические колебания необходимой частоты заданной мощности и преобразователя энергии электрических колебаний в механические колебания, сдерживает широкое внедрение указанного оборудования в производство.

В ИТА НАН Беларуси на базе современной цифровой схемотехники разработан переносной ультразвуковой аппарат (рис.1, табл.1), обеспечивающий:

- цифровой синтез частоты генерации – возможность мгновенной установки любой частоты генерируемых колебаний в рабочем диапазоне генерации с точностью 0,1 Гц;
- возможность создания частотно-временных профилей генерации;
- автоматическую подстройку частоты генерации на резонанс преобразователя;
- КПД преобразования электрической энергии в ультразвуковую - более 90%;
- защиту от коротких замыканий в цепи преобразователя;
- низкий уровень создаваемых помех в питающей сети;
- автоматическую подстройку импеданса выходного каскада генератора;
- безопасную работу генератора на холостом ходу;
- использование централизованного цифрового управления всеми модулями генератора позволяет относительно просто изменять алгоритм работы генератора, что дает возможность разрабатывать генераторы под конкретные требования условия производства;
- поддержание выходной мощности на заданном уровне при любых изменениях внешних условий (температура, входное напряжение и прочее);
- реализацию требуемых алгоритмов управления процессами – возможность управлять исполнительными устройствами, подключаемыми к генератору;
- возможность подключения генератора к компьютеру для обмена данными (управление работой генератора, протоколирование работы оборудования и прочее).

Таблица 1 – Технические характеристики аппарата для ультразвуковой сварки термопластов

Наименование характеристики	Величина показателя
Напряжение питания, В/Гц	230/50
Выходная мощность, Вт	250
Частота выходного напряжения, кГц	40

Продолжение таблицы 1

Время сварки, с	0,1 - 3
Масса генератора, не более, кг	1,5
Масса сварочного пистолета, не более, кг	1

Аппарат состоит из электронного генератора и сварочного пистолета, соединенных силовым кабелем и проводом дистанционного управления. Внутри корпуса сварочного пистолета находится пьезоэлектрический преобразователь ультразвуковых колебаний, к выходному торцу которого посредством резьбового соединения крепится излучатель. С помощью сменных излучателей со сварочными наконечниками различной конфигурации (рис.1,в) можно эффективно производить точечную сварку термопластичных материалов, развальцовку заклепок и запрессовку в них металлических изделий и др.



а



в

Рисунок 1 – Внешний вид аппарата для ультразвуковой сварки термопластичных полимеров (а) и излучателей с различной формой сварочных наконечников (в)

Ультразвуковая точечная сварка осуществляется путем проникновения наконечника излучателя через верхнюю деталь в нижнюю на глубину, равную половине толщины верхней детали (рис.2). Благодаря трению на границе раздела металл- полимер выделяется тепловая энергия, необходимая для плавления пластмассы. Одновременно расплав пластмассы от второй детали течет в уже оплавленную область верхней детали, создавая прочное молекулярное соединение при затвердевании. С помощью точечной сварки можно соединять крупногабаритные детали с большой площадью перекрытия в труднодоступных местах. Примером является ультразвуковая сварка полипропиленовых конвейерных лент транспортеров пометоудаления, яйцесбора, выгрузки птицы из птицеводческого оборудования.

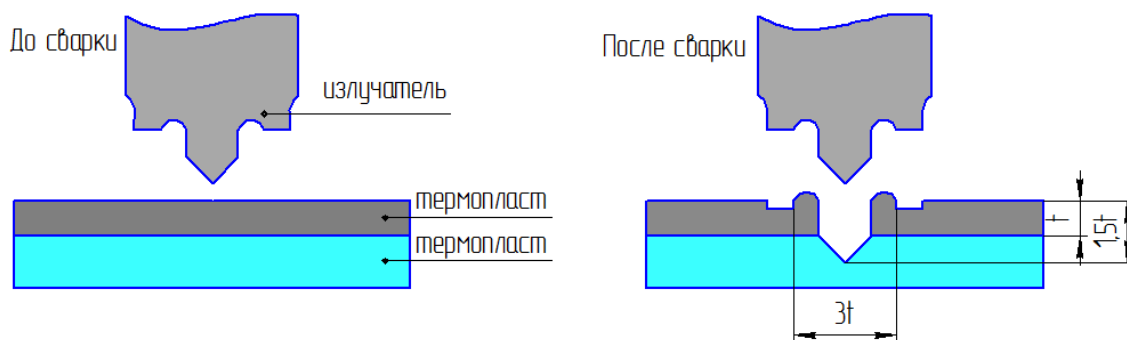


Рисунок 2 – Схема ультразвуковой точечной сварки термопластичных полимеров

Ультразвуковая развальцовка заклепок является альтернативой сварке, когда две соединяемые детали состоят из разнородных материалов (рис.3). Как правило, металлическая деталь с выполненными в ней отверстиями укладывается на деталь из термопласта с формовочными выступами. Колеблющийся наконечник излучателя, прижатый к пластмассовому выступу, создает трение на границе металл – полимер, нагревая и плавя полимерный материал. В результате формируется полимерная

заклепка, соответствующая конфигурации наконечника. После выключения колебаний расплав термопласта затвердевает, скрепляя вместе разнородные материалы.

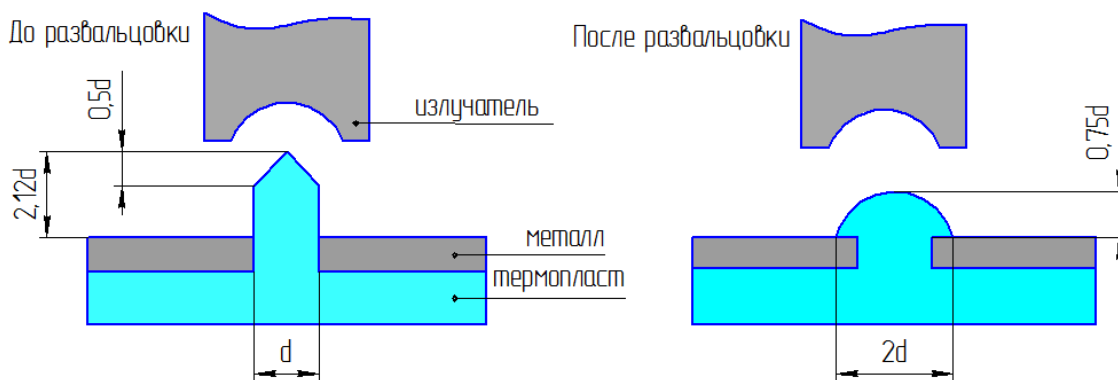


Рисунок 3 – Схема ультразвуковой развальцовки заклепок

Ультразвуковая запрессовка производится вводом металлической вставки в готовое отверстие меньшего диаметра, выполненное в термопласте (рис.4). Излучатель, контактирующий со вставкой, возбуждает в ней ультразвуковые колебания, которые на границе раздела металла и пластмассы вызывают разогрев и плавление материала. Под давлением излучателя вставка движется вдоль отверстия до упора. Расплавленная пластмасса, при этом, затекает в зазубренности и надрезы вставки. После выключения колебаний пластмасса затвердевает, прочно закрепляя вставку.

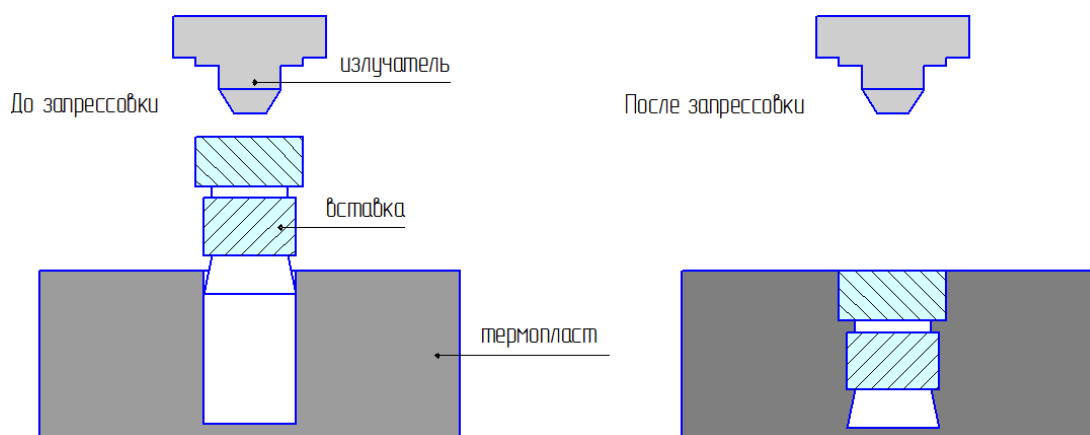


Рисунок 4 – Схема ультразвуковой запрессовки металлических вставок в термопластичный материал

Конструкция и схемотехника аппарата разработаны с использованием передовых компьютерных технологий, основанных на использовании 3D моделирования и компьютерного стимулирования электронных процессов. Оригинальные программные алгоритмы работы аппарата позволяют достичь высокой стабильности и повторяемости процесса сварки. Легкий вес и транспортабельность аппарата, высокая скорость сварки, возможность быстрой замены сварочного инструмента позволяют значительно расширить область применения ультразвуковой сварки.

РОСТ И СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ $\text{Er:KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ ДЛЯ ЛАЗЕРНЫХ ПРИМЕНЕНИЙ

¹Гурецкий С.А., ¹Колесова И.М., ¹Труханова Е.Л., ²Курильчик С.В., ²Дернович О.П.,
²Кисель В.Э., ²Кулешов Н.В.

¹ГНПО «НПЦ НАН Беларуси по материаловедению», Минск, Беларусь

²НИЦ оптических материалов и технологий БНТУ, Минск, Беларусь

E-mail: crystal2@ifftp.bas-net.by; skurilchik@bntu.by

В данной работе были разработаны теплофизические условия получения на подложках монокристаллов $\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ методом жидкофазной эпитаксии (ЖФЭ) монокристаллических пленочных структур $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$. Задача получения монокристаллических структур данного состава решалась за счет оптимизации тепломассопереноса в растворе-расплаве. С этой целью были определены температурно-временные динамические параметры кристаллизации, включающие в себя исследования влияния тепловых полей на динамику конвективных потоков в системе $\text{K}_2\text{W}_2\text{O}_7\text{-KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$.

Оптимальная гидродинамика является решающим фактором, определяющим качество выращиваемых монокристаллических структур [1]. Оптимизация и стабилизация тепловых условий в объеме кристаллизатора необходимо для обеспечения тепломассопереноса в растворе – расплаве, характеризующегося ламинарным характером конвекционных потоков. Отклонение гидродинамических параметров от оптимальных приводит к захватам микровключений, формированию мозаичной структуры и т.д. [2]. В результате существенно ограничивается использование этих материалов в случаях, требующих их высокой оптической однородности, в частности, в лазерной технике.

Исследование стационарного термогидродинамического массообмена в растворе-расплаве проводилось на лабораторном макете термоустановки с использованием платиновых тиглей $\varnothing 40\div 70$ мм в температурном диапазоне 950-990^oC. Высота раствора-расплава изменялась в пределах 40-50 мм. Двухсекционный контур нагрева состоял из проволочных нагревательных элементов, изготовленных из сплава ОХ27Ю5, диаметром 1.2 и 1.6 мм. Использование двухзонных нагревателей позволяло изменять температурный перепад по высоте раствора-расплава для обеспечения эффективного конвекционного перемешивания. Температурный осевой градиент над поверхностью раствора-расплава формировался за счет изменения толщины и профиля верхней части термоустановки – контура охлаждения.

Результаты измерений температурных градиентов сопоставлялись с качеством эпитаксиальных структур, выращенных при соответствующих показаниях контрольных термопар. Качество пленок оценивалось как по внешней морфологии и наличию включений растворителя, так и рентгеноструктурными методами.

При сравнении качества монокристаллических $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ пленок, выращенных при различных градиентах, установлено, что температурные градиенты в растворе-расплаве должны обеспечивать сохранение стабильных условий тепломассопереноса в процессе выращивания. В результате формировались симметричные ламинарные потоки требуемой скорости при достижении вертикального $\Delta T_1=8-10$ мкв/см на первых 4 см над поверхностью расплава и дальнейшем его увеличении до 130-180 мкв/см на 7 см выше поверхности расплава. При этом достигаются максимально возможные значения градиентов $\Delta T_2=80-120$ мкв на глубине первых 2 см расплава и радиальный градиент $\Delta T_3=12-16$ мкв/см. Скорость движения конвекционных ламинарных потоков при такой картине на поверхности раствора-расплава составляет 0.02-0.03 м/сек.

Рост монокристаллического слоя $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ на подложке $\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ производился методом жидкофазной эпитаксии следующим образом. Раствор-расплав готовился в отдельной термоустановке последовательным наплавлением компонент при температурах 960-1000^oC в следующем порядке: $\text{K}_2\text{CO}_3(\text{K}_2\text{O}) \rightarrow \text{WO}_3 \rightarrow \text{Gd}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Yb}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Y}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Er}_2\text{O}_3$. Использовался цилиндрический Pt-й тигель объемом 100-250 см² в зависимости от размера подложки. Температура насыщения ($T^0_{\text{нас}}$) раствора-расплава находилась в диапазоне 880-900^oC.

Гомогенизация проводилась в течение 20-30 часов с применением принудительного перемешивания. Температура насыщения определялась методом пробных затравочных кристаллов, погружаемых в приповерхностный слой. После определения температуры насыщения и последующей 6 часовой гомогенизации при $T=940-960^{\circ}\text{C}$ кристаллодержатель с подложкой медленно вводился в кристаллизационную камеру и размещался на расстоянии 0.5-1.0 см над поверхностью раствора-расплава. Температура понижается до температуры роста, которая находится на $2-4^{\circ}\text{C}$ ниже температуры насыщения, монокристаллическая подложка нижней плоскостью на 0,2-0,5 мм заглубляется в раствор-расплав и приводится во вращение со скоростью 2,0–5,0 об/мин. Процесс роста происходил при постоянной температуре. По завершению подложка извлекалась из раствора-расплава и на 2-3 мин приводился во вращение со скоростью 250-300 об/мин и далее включался режим охлаждения до комнатной температуры со скоростью $30-40^{\circ}\text{C}/\text{час}$.

С помощью разработанной математической модели были рассчитаны параметры кристаллической ячейки и показатель преломления слоя $\text{KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ при различном соотношении ионов Gd и Yb. По результатам выполненных расчетов выбран химический состав экспериментального образца слоя $\text{Er}_{0,01}:\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$, удовлетворяющий условию получения пленок без появления трещин [3] и обеспечивающий разность показателя преломления слоя и подложки $\sim 4 \times 10^{-3}$.

В результате был получен эпитаксиальный монокристаллический слой $\text{Er}_{0,01}:\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$ высокого качества толщиной 180 мкм на подложке $\text{KY}(\text{WO}_4)_2$. Вдоль оси оптической индикатрисы N_g был вырезан образец длиной 9 мм. На рисунке 1 приведена фотография торца изготовленного слоя, сделанная через микроскоп Полам РП-1 (ЛОМО).

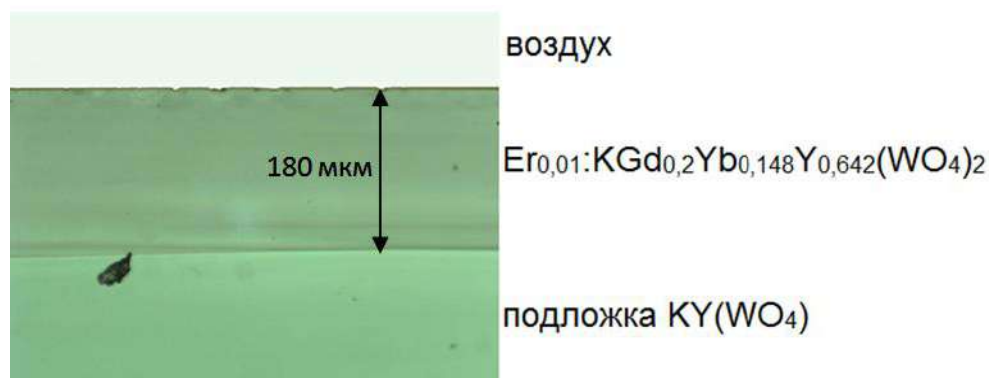


Рисунок 1 – Фотография торца монокристаллического слоя $\text{Er}_{0,01}:\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$, полученного методом ЖФЭ

Рассогласование размеров кристаллической решетки слоя и подложки по трем кристаллографическим осям составило $\Delta a=0.01\%$, $\Delta b=-0.03\%$, $\Delta c=-0.01\%$.

Спектр поглощения эпитаксиального слоя был зарегистрирован при комнатной температуре в направлении, перпендикулярном поверхности слоя на спектрофотометре Cary 5000 (Varian). Спектр поглощения образца в спектральном диапазоне 1,45-1,65 мкм (рис.2а) идентичен спектру объемного кристалла $\text{Er}:\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ [4]. На основании анализа спектров коэффициента поглощения слоя в сравнении с литературными данными, было установлено, что концентрация ионов Er^{3+} в образце составляет $9,15 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$, что соответствует 1,4 ат.%. Кинетика затухания люминесценции монокристаллического слоя, с целью изучения динамики возбужденного состояния $^4I_{13/2}$ ионов эрбия, измерялась на длине волны 1570 нм при возбуждении импульсами длительностью 20 нс на длине волны 975 нм, соответствующей полосе поглощения ионов Yb^{3+} . Затухание люминесценции носило моноэкспоненциальный характер (рис.2,б), измеренное время жизни составило 3.4 мс, что хорошо согласуется с данными для объемного кристалла $\text{Er}(0.5\text{ат}\%):\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ [4].

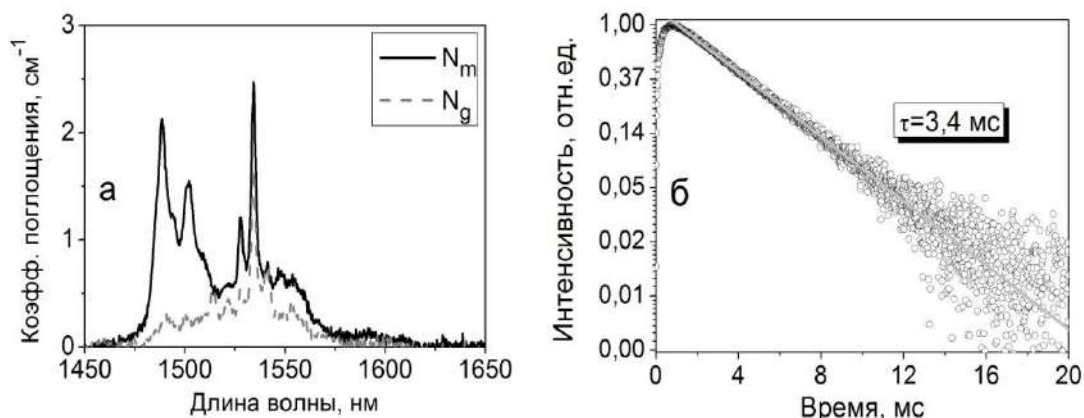


Рисунок 2 – Спектр поглощения (а) и кинетика затухания люминесценции (б) монокристаллического слоя $\text{Er}_{0,01}:\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$, полученного методом ЖФЭ

Таким образом, полученный методом жидкофазной эпитаксии образец слоя $\text{KGd}_{0,2}\text{Yb}_{0,148}\text{Y}_{0,642}(\text{WO}_4)_2$ с содержанием ионов Er^{3+} 1,4 ат.% может использоваться в качестве активного элемента планарных волноводных лазеров, излучающих в спектральной диапозоне около 1,5 мкм.

Список литературы:

1. Тимофеева В.А. Рост кристаллов из раствор-расплавов.-М.: Наука, 1978. -265с.
2. С.Острач. Влияние гидродинамики на рост кристаллов. Фримановская лекция» Теоретические основы, 1983. - Т.105, №1.
3. Engineering lattice matching, doping level, and optical properties of $\text{KY}(\text{WO}_4)_2:\text{Gd}$, Lu , Yb layers for a cladding-side-pumped channel waveguide laser / S. Aravazhi [et.al.] // Appl. Phys. B. – 2013. – Vol. 111. – P. 433-446.
4. In-band pumped room-temperature $\text{Er}:\text{KY}(\text{WO}_4)_2$ laser emitting around 1.6 μm / K. Gorbachenya [et.al.] // Laser Physics. – 2013. – Vol.23. – P. 125005.

МАРТЕНСИТНЫЙ ТЕРМОУПРУГИЙ ПЕРЕХОД В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ И ТОЛЩИНЫ

¹Иржак А.В., ²Коледов В.В., ¹Касьянов Н.Н., ²Кучин Д. С., ²Лега П.В., ²Орлов А.П.,
¹Табачкова Н.Ю., ³Шеляков А.В.

¹НИТУ «МИСус», Москва, Россия, E-mail: airzhak@gmail.com

²ИРЭ им. В. А. Котельникова РАН, Москва, Россия, E-mail: lega_peter@list.ru

³НИЯУ «МИФИ», Москва, Россия, E-mail: alex-shel@mail.ru

В последние годы большой интерес вызывает проблема создания миниатюрных механических устройств и инструментов с эффектом памяти формы (ЭПФ), способных изменять форму и производить механическую работу на микро- и наномасштабах. В [1] доказано, что ЭПФ наблюдается в композитных микроактюаторах при толщине активного слоя сплава Ti_2NiCu с ЭПФ, по крайней мере, до 80 нм. Большое количество работ посвящено исследованию мартенситных превращений на наномасштабах [2–6]. Например, в статьях [5,6] предпринимается попытка исследовать размерные эффекты в сплаве никелида титана с ЭПФ и показано, что имеется тенденция к понижению температуры мартенситного перехода при уменьшении размера элемента структуры до уровня десятков нм, а при дальнейшем уменьшении размера переход вообще блокируется. В некоторых работах эффект блокировки связывают с уменьшением вероятности появления зародыша в сферическом нанозерне.

Данная работа посвящена экспериментальному исследованию мартенситных превращений в клиновидных пластинках сплава Ti_2NiCu в зависимости от температуры и толщины. Главная идея заключается в том, чтобы проверить предположение о том, что, в принципе, микроактюаторы из Ti_2NiCu могут работать и при толщине активного слоя с ЭПФ менее 80-100 нм, пусть, если даже для этого придется проводить эксперименты в криогенной области температур.

Образцы сплава Ti_2NiCu были изготовлены методом быстрой закалки из расплава в аморфном состоянии в виде лент толщиной 30-40 мкм. Затем они были подвергнуты отжигу импульсами электрического тока и частичной кристаллизации [7]. Клиновидные пластины были получены методом утонения ионным пучком для исследований *in situ* в ПЭМ высокого разрешения с приставкой для охлаждения и нагрева образца.

Изображение в ПЭМ края образца клиновидной пластины сплава Ti_2NiCu при температуре $T=300$ К показано на рисунке 1. Его толщина составляет, приблизительно, 80-100 нм в левой части снимка, а на правом краю пластины достигает, предположительно, 10–20 нм. В левой части снимка наблюдается мартенситная структура с двойниками, посередине наблюдается граница фаз, а вблизи края – структура аустенита, которая не должна наблюдаться в объемном образце, так как температура окончания перехода мартенсит-аустенит составляет около 330 К для этого сплава.

При охлаждении, граница мартенсит-аустенит начинает движение в область меньших толщин, и при достижении температуры 150-100 К она нависает (см. рис.2).

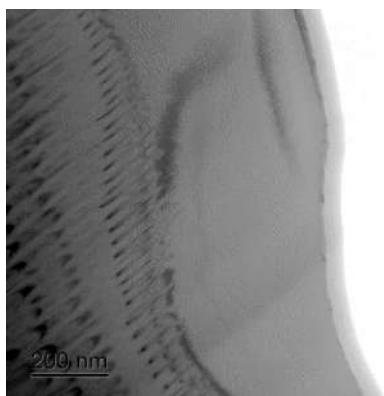


Рисунок 1 – Образец при комнатной температуре. Начало эксперимента

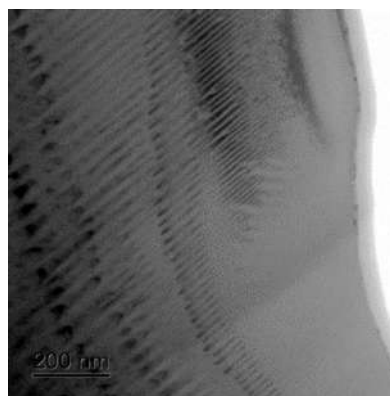


Рисунок 2 – Образец при температуре 100 К

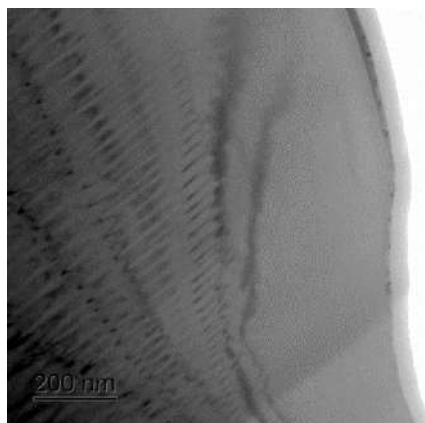


Рисунок 3 – Возвращение к комнатной температуре

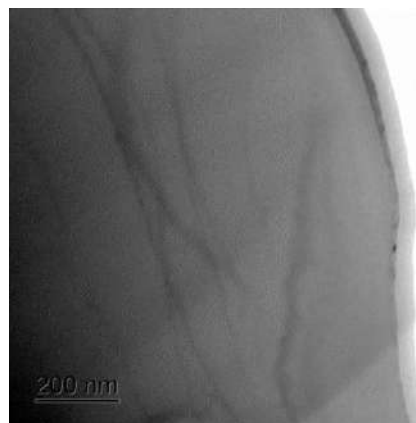


Рисунок 4 – Нагрев образца до 350 К

В то же время видно, что вблизи края клиновидной пластинки аустенит не исчезает полностью, что подтверждает предположение о том, что при толщине меньше критической, мартенситный переход блокируется. При возврате температуры к комнатной, граница мартенсит-аустенит не точно возвращается в исходное положение (рис.3). Это указывает на гистерезис зависимости положения границы мартенситного перехода по толщине. При нагреве образца до 350 К, мартенситные двойники исчезают, и образец переходит в состояние аустенита полностью по всей площади пластины (рис.4).

В связи с тем, что образец имеет неоднородную структуру и толщину вдоль края, граница перехода мартенсит – аустенит имеет форму изогнутой, зубчатой кривой. Рисунки 5-8 иллюстрируют серию дифракционных экспериментов, предпринятую для того, чтобы доказать, что положение границы структурных фаз действительно отвечает видимой зубчатой границе. На рисунке 5 области, в которых структура определялась методом дифракции пронумерованы от 1 до 7. На рисунке 6 показана типичная дифракционная картина от мартенсита в области 1. Рисунки 7 и 8 демонстрируют структуру аустенита в областях 2-7.

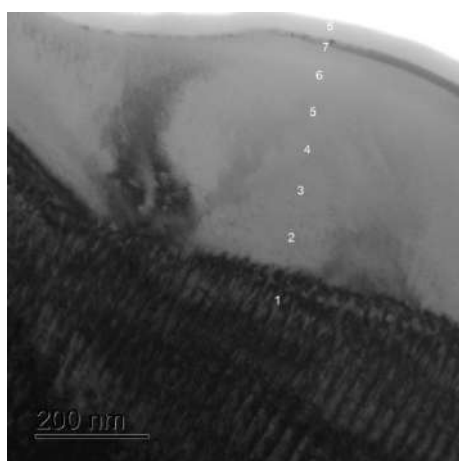


Рисунок 5 – Нумерация областей, на которых будет снята микродифракция

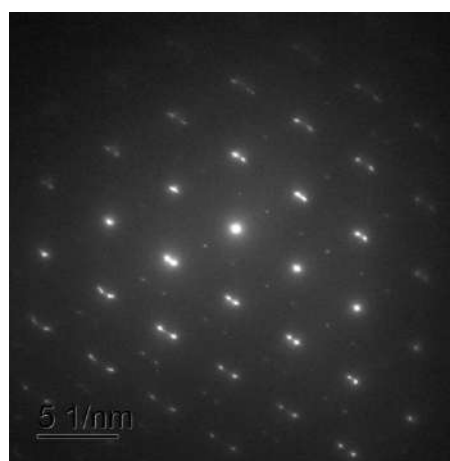


Рисунок 6 – Микродифракция от области 1 (мартенсит)



Рисунок 7 – Микродифракция от области 2 (аустенит)



Рисунок 8 – Микродифракция от области 7 (аустенит)

Таким образом, качественно доказано, что мартенситный переход в сплаве Ti_2NiCu зависит как от температуры, так от толщины платины. При этом явление блокировки перехода наблюдается также и при наличии границы мартенсит-аустенит. На следующем этапе экспериментов предстоит количественно исследовать зависимость положения границы от температуры и толщины и детально исследовать структуру в сечении клиновидной пластины.

Работа выполнена при поддержке РФФ, грант № 17-19-01748.

Список литературы:

1. Иржак А.В. и др. // Доклады Академии Наук. – 2017. – Т. 472. - № 2. - С. 139.
2. Glezer A.M. et al. // Journal of Nanoparticle Research. - 2003. – V. 5. – P. 551.
3. Пушин В.Г. и др. // Физика металлов и металловедение. – 1997. Т. 83 (3). С. 78
4. Pushin V.G. et. al. Physics of Metals and Metallography. – 2002. V. 94(1). P. S107
5. Waitz T. et al.// Materials Science and Technology.– 2008. – V. 24. - № 8. – P. 934
6. Waitz T. et al.// MRS bulletin. – 2009 – V. 34. – P. 814.
7. Belyaev S.P. et al // Journal of Alloys and Compounds. – 2014. V. 586. – P. S222.

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ И СВОЙСТВА ИЗНОСОСТОЙКИХ
НАПЛАВОК НА КОНСТРУКЦИОННУЮ СТАЛЬ**

¹Кормышев В.Е., ^{2,3}Иванов Ю.Ф., ¹Громов В.Е., ¹Коновалов С.В., ^{4,5}Глезер А.М.,
¹Рубанникова Ю.А.

¹Сибирский государственный индустриальный университет,
г. Новокузнецк, Россия, E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

²Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск, Россия

³Национальный исследовательский Томский государственный университет,
г. Томск, Россия

⁴Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии,
г. Москва, Россия

⁵Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
г. Москва, Россия

Проблема повышения надежности и долговечности машин и механизмов в настоящее время решается за счет целенаправленного и контролируемого изменения свойств их рабочих поверхностей. Получение покрытий с высокими эксплуатационными свойствами, обеспечивающими повышение долговечности работы изделий в экстремальных условиях высокого износа, коррозии, механических нагрузок и температур, является важной фундаментальной задачей[1]. Наиболее перспективными методами упрочнения и восстановления, позволяющими радикально улучшить свойства поверхностей, являются экономически эффективные методы наплавки, поскольку ресурс работы деталей преимущественно определяется долговечностью покрытий. Наплавка является малозатратным, но при этом высокоэффективным методом ремонта и защиты изделий. Основными факторами, определяющими их эксплуатационные свойства, являются химический и фазовый составы материала покрытия.

Цель работы: анализ структуры, механических и трибологических свойств слоя, сформированного на стали Hardox 450 электроконтактной наплавкой порошковой проволокой и дополнительно облученного интенсивным импульсным электронным пучком.

В качестве материала основы использовали сталь марки Hardox 450 (табл.1).

Таблица 1 – Химический состав стали Hardox 450 (вес. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	B	Fe, вес. %
0,19	0,70	1,6	0,025	0,010	0,25	0,25	0,25	0,004	остальное

Она характеризуется низким содержанием легирующих элементов, вследствие чего хорошо сваривается и обрабатывается. Благодаря специальной системе закалки листов, суть которой заключается в быстром охлаждении прокатанного листа без последующего отпуска, достигается мелкозернистая структура стали и ее высокая твердость. Благодаря этому сталь эффективно противостоит большинству видов износа.

Наплавку упрочняющего слоя осуществляли методом MIG/MAG (MetalInertGas / MetalActiveGas – дуговая сварка плавящимся металлическим электродом с автоматической подачей присадочной проволоки) в среде газа (Ar-98 %, CO₂-2%) при сварочном токе 250–300 А и напряжении (30–35) В. В качестве наплавляемого электрода использовали порошковую проволоку следующего химического состава (табл.2).

Таблица 2 – Химический состав порошковой проволоки (вес. %)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	B	Fe, вес. %
0,7	1,0	2,0	0,0	0,0	0,0	2,0	0,0	4,5	остальное

Модифицирование наплавленного слоя осуществляли, облучая поверхность высокоинтенсивным электронным пучком на установке «СОЛО» [2] в режиме плавления и высокоскоростной кристаллизации в два этапа: параметры пучка электронов на первом этапе – плотность энергии пучка электронов в импульсе $E_s=30$ Дж/см²; длительность импульсов $\tau=200$ мкс; количество импульсов $N=20$; на втором этапе $E_s=30$ Дж/см²; $\tau=50$ мкс; $N=1$.

Трибологические испытания модифицированной поверхности осуществляли на трибометре «CSEM Tribometer High Temperature S/N 07-142», CSEM Instruments; контртело – шарик диаметром 2 мм из твердого сплава ВК6, скорость износа оценивали по площади поперечного сечения трека износа, используя 3D-профилометр MICROMEASURE 3Dstation фирмы STIL. Дефектную структуру материала изучали методами оптической (микроскоп «Микровизор металлографический μ Vizo – MET-221»), сканирующей (сканирующий электронный микроскоп «SEM-515 Philips») и просвечивающей дифракционной (приборы ЭМ-125 FET Tecna 2062 TWIN) электронной микроскопии. Элементный состав поверхностного слоя определяли методами микрорентгеноспектрального анализа (микроанализатор EDAX ECON IV, являющийся приставкой к электронному сканирующему микроскопу SEM-515 «Philips»). Анализ фазового состава поверхностного слоя выполняли методами дифракции рентгеновских лучей (дифрактометр XRD-7000s, Shimadzu, Япония).

Формирование наплавленного электродуговым методом слоя на поверхности стали сопровождается слабо контролируемым нагревом материала. Это приводит к протеканию процесса отпуска закаленного состояния. Отпуск стали приводит к выделению частиц карбидной фазы (цементита), расположенных в объеме пластин и на их границах. Частицы имеют игольчатую форму, характерную для цементита, образующегося при низкотемпературном отпуске закаленной стали [3].

В наплавленном слое выявлено формирование эвтектики пластинчатого типа, содержащей борид железа преимущественного состава Fe_2B (рис.1,а). В объеме и на границах пластин выявляются частицы второй фазы (рис.1,б). Микродифракционный анализ позволил выявить рефлексы, принадлежащие, преимущественно, карбиду железа (цементит).

Облучение поверхности наплавленного слоя приводит к существенному изменению фазового состава и дефектной субструктуры материала на глубину до 50 мкм. Микродифракционный анализ с привлечением темнопольной методики исследования фазового состава модифицированного слоя наплавки выявил присутствие боридов железа состава FeB карбида бора состава B_4C .

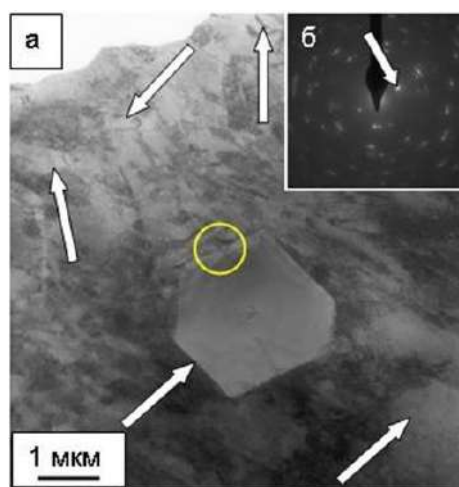


Рисунок 1 – Электронно-микроскопическое изображение структуры наплавленного слоя, расположенного на расстоянии ≈ 2 мм от поверхности облучения электронным пучком (середина наплавленного слоя). Стрелками на (а) указаны включения второй фазы; на (б) приведена микроэлектроннограмма, полученная с участка фольги, обозначенного овалом на (а); стрелкой на (б) указан рефлекс $[020]Fe_2B$

Таким образом, выполненные исследования структуры и фазового состава наплавленного слоя выявили формирование многофазного состояния, характеризующегося присутствием большого количества включений боридов железа, твердость которых существенно (более чем на порядок) превышает твердость стали Хардокс-450. Очевидно, что твердость эвтектики будет отличаться от твердости боридов железа. Действительно, выполненные механические испытания материала подтвердили это предположение.

Методами современного физического материаловедения исследованы структура, фазовый состав, дефектная субструктура и трибологические свойства покрытия, сформированного на мартенситной низкоуглеродистой стали Hardox 450 электроконтактной наплавкой проволоки Fe-C-Ni-B и модифицированного последующим облучением высокоинтенсивными импульсными электронными пучками. Показано, что электронно-пучковая обработка приводит к формированию модифицированного поверхностного слоя толщиной 50 мкм, основными фазами которого являются α -фаза, борид железа состава FeB и карбид бора B_4C .

Установлено, что износостойкость наплавленного слоя после электронно-пучковой обработки возрастает более, чем в 20 раз по отношению к износостойкости стали Hardox 450, а коэффициент трения уменьшается в 3,5 раза. Микротвердость наплавленного слоя толщиной ~7 мм превышает микротвердость металла основы более, чем в 2 раза.

Исследования выполнены за счет средств гранта РФ (проект №15-19-00065). Электронно-пучковая обработка наплавленного слоя выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ (проект №16-49-700659 p_a.).

Список литературы:

1. Капралов Е.В., Будовских Е.А., Громов В.Е. и др. Структура и свойства композиционных износостойких наплавов на сталь: монография. – Новокузнецк: Изд. центр СибГИУ, 2014. – 109 с.
2. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке // Известия вузов. Физика. - 2008. - №5. - С. 60-70.
3. Иванов Ю.Ф., Корнет Е.В., Козлов Э.В., Громов В.Е. Закаленная конструкционная сталь: структура и механизмы упрочнения. Новокузнецк: Изд-во СибГИУ, 2010. -174 с.

ПОЛУЧЕНИЕ БАРЬЕРНЫХ TiN ПОКРЫТИЙ НА ИЗДЕЛИЯХ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА

^{1,2}Рубаник В.В., ^{1,2}Рубаник В.В. мл., ¹Багрец Д.А., ³Дородейко В.Г.

¹ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,

г. Витебск, Беларусь, E-mail: ita@vitebsk.by

²УО «Витебский государственный технологический университет»,

г. Витебск, Беларусь

³ЗАО «Медицинское предприятие Сатурн», г. Витебск, Беларусь

Сплавы никелида титана (TiNi) зарекомендовали себя в качестве конструкционного материала в различных отраслях экономики благодаря проявляемым эффектам мартенситной неупругости (эффекты памяти формы, сверхэластичности, пластичности превращения). В сочетании с высокой коррозионной стойкостью и биологической совместимостью это обуславливает широкие возможности для их практического применения в медицине в качестве имплантатов, протезов, инструментов и иных устройств [1, 2].

К медицинским относят сплавы Ti-Ni с содержанием никеля от 50,5 до 51,0 ат. %. Потенциальный выход ионов никеля в биологическую среду все еще является сдерживающим фактором для массового внедрения устройств и изделий на основе никелида титана в медицинскую практику [3-6] и диктует необходимость создания на их поверхности барьерных слоев, обедненных никелем. В ИТА НАН Беларуси совместно с ЗАО «Медицинское предприятие «Сатурн» разработан способ задания памяти формы изделиям из TiNi сплава с одновременным нанесением биоинертного покрытия нитрида титана [7]. Для нанесения покрытия использовалась установка вакуумно-дугового осаждения «Булат-6».

С помощью оптического микроскопа МИКРО-200 исследовали структуру поверхности образцов TiNi сплава, подвергнутых термическому способу задания формы при 550°C в течение 15 мин (рис.1,а) и после осаждения TiN покрытия толщиной ~2 мкм (рис.1,б) с одновременным заданием памяти формы. Можно отметить, что после отжига поверхность образца имела множество дефектов в виде трещин, раковин и рисок.

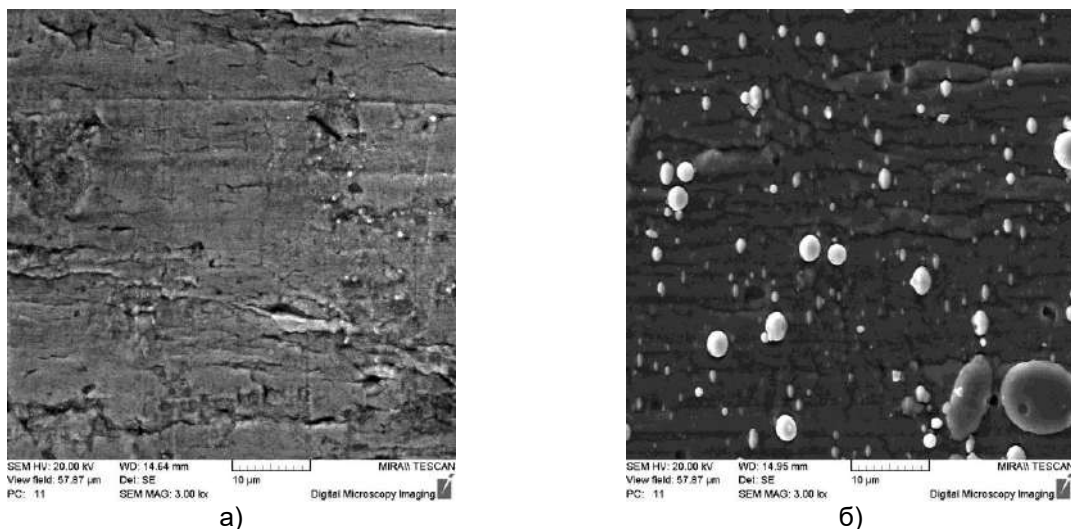


Рисунок 1 – Микрофотографии поверхности TiNi образца после отжига (а) и после нанесения TiN покрытия (б)

Поверхность образца с осажденным покрытием характеризовалась наличием другого вида дефектов – частиц капельной фазы α -Ti, характерной для вакуумно-дугового способа. При этом средний диаметр капле составлял 1-2 мкм, максимальный – до 10 мкм [8].

Наличие различного рода дефектов приводит к изменению параметров шероховатости поверхности и, как следствие, к увеличению коэффициента трения $-K_{тр}$.

Данные о нем были получены с помощью комплекса по исследованию процессов трения [9], обеспечивающему возвратно–поступательное движение образца относительно индентора. В качестве индентора использовался шарик диаметром 3,15 мм из стали марки ШХ15. Полученные результаты (рис.2) выявили повышение коэффициента трения (до 0,4) для образца, подвергнутого термической обработке, в сравнении с покрытым нитридом титана образцом ($K_{тр}=0,2$). Это вызвано, по всей видимости, наличием на поверхности и, особенно, в объеме покрытия мягкой фазы непрореагировавшего титана. Низкие значения коэффициента трения позволяют использовать TiNi сплав с нанесенным TiN покрытием при производстве сверхэластичных дуг в ортодонтической стоматологии [10].

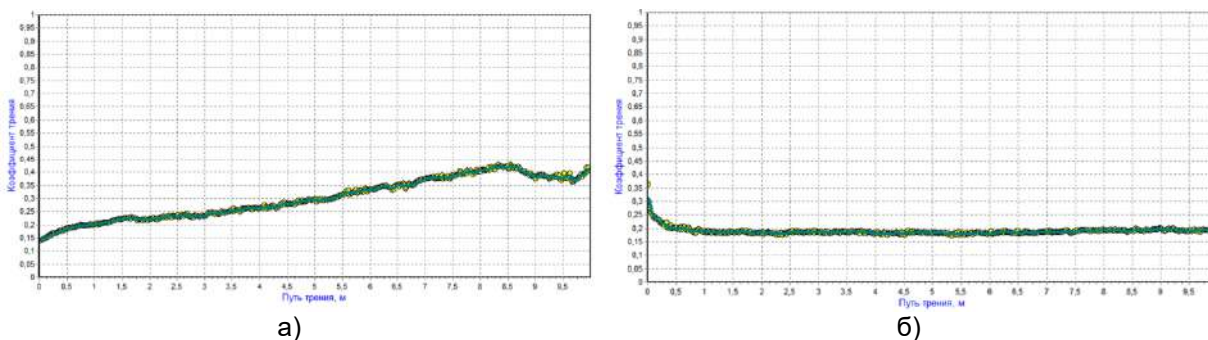


Рисунок 2 – Зависимости $K_{тр}$ от длины пути индентора для TiNi образца после отжига (а) и после нанесения TiN покрытия (б)

Присутствующий на поверхности TiNi дуги барьерный слой нитрида титана, полученный вакуумно-дуговым способом, должен удовлетворять, по крайней мере, двум условиям:

- иметь низкую шероховатость для снижения сил трения между брекетом и дугой;
- обеспечивать безникелевый слой на поверхности дуги для повышения биосовместимости материала изделия.

Анализ распределения элементов покрытия и подложки в поперечном шлифе образца TiNi дуги (рис.3) не выявил присутствия никеля в поверхностном слое покрытия вплоть до глубины 1,2 мкм от поверхности. Можно сделать вывод о формировании переходной диффузионной зоны, в которой наблюдается постепенное возрастание концентрации Ni с одновременным снижением содержания титана и азота. При этом переходная зона симметрично расположена относительно границы раздела «покрытие-подложка», ее ширина составила ~1 мкм. На глубине около 2,2 мкм концентрационные профили титана и никеля выравниваются и соответствуют исходному материалу.

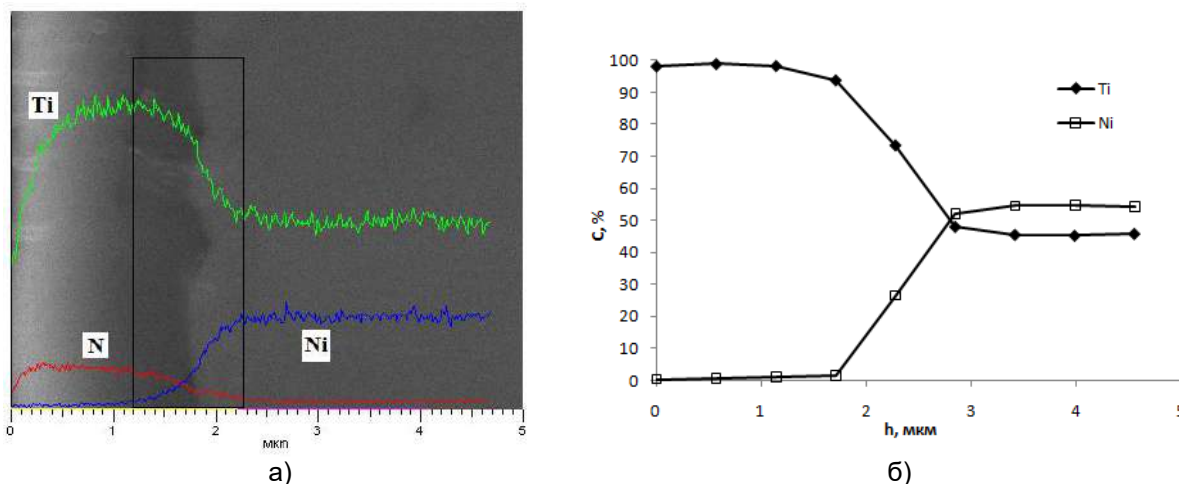


Рисунок 3 – Распределение элементов композиции «TiNi подложка-TiN покрытие» в поперечном сечении образца (а); концентрационные профили элементов Ti и Ni в покрытии, переходной зоне и подложке (б)

Таким образом, биоинертные покрытия нитрида титана на поверхности TiNi сплава, осажденные по способу [7], позволили обеспечить свойства поверхности, удовлетворяющие требованиям, предъявляемым к изделиям медицинского назначения и, в частности, к ортодонтическим сверхэластичным дугам.

Список литературы:

1. Журавлёв В.Н., Пушин В.Г. Сплавы с термомеханической памятью и их применение в медицине. Екатеринбург: УрО РАН, 2000. – 151 с.
2. Гюнтер В.Э., Ходоренко В.Н. и др. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения. Томск: НПП МИЦ, 2006. – 296 с.
3. Ryhanen J. Biocompatibility of Nitinol // Minimally Invasive Therapy & Allied Technologies. – 2000. – Vol. 9. – P. 99-107.
4. Shabalovskaya S. A. Surface, corrosion and biocompatibility aspects of Nitinol as an implant material // Biomed Mater Eng. – 2002. – 12(1). – P. 69–109.
5. Муслов С.А., Шумилина О.А. Медицинский нитинол: друг или враг? Ещё раз о биосовместимости никелида титана // Фундаментальные исследования. – 2007. – № 10. – С. 87-89.
6. Dixon T. K. Kwok, Martin Schulz, Tao Hu, Chenglin Chu and Paul Chu. Surface Treatments of Nearly Equiatomic NiTi Alloy (Nitinol) for Surgical Implants // Biomedical Engineering, Trends in Materials Science. – 2011, P. 269-282.
7. Пат. № 19507 Рэсп. Беларусь // Афіцыйны бюл. / Нац. Цэнтр інтэлектуал. уласнасці. – 2015. – №5. – С.43.
8. Рубаник В.В., Багрец Д.А., Янусов В.А. Формирование бескапельных TiN покрытий методом конденсации с ионной бомбардировкой // Сб. мат-ов XII Межд. н.-т. конф. НОМАТЕХ-2016. – 2016 г. – С. 286-289.
9. Клубович В.В., Рубаник В.В., Багрец Д.А. Влияние режимов низкотемпературного отжига на адгезионные свойства TiN покрытий // Трение и износ. – 2012. – Т.33, №5. – С. 508-511.
10. Al Jabbari Y.S., Fehrman J., Barnes A.C., Zapf A.M., Zinelis S. and Berzins D.W. Titanium Nitride and Nitrogen Ion Implanted Coated Dental Materials // Coatings. – 2012. – №2. – P. 160-178.

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА TiNi С РАЗЛИЧНОЙ МИКРОСТРУКТУРОЙ^{1,2}Рубаник В.В., ³Прокошкин С.Д., ^{1,2}Рубаник В.В. мл.,
²Милюкина С.Н., ³Рыклина Е.П.¹ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: ita@vitebsk.by²УО «Витебский государственный технологический университет»,
г. Витебск, Беларусь³ФГУО «Национальный исследовательский технологический университет МИСиС»,
г. Москва, Россия

Одним из перспективных способов воздействия на микроструктуру поликристаллов и, как следствие, их макросвойств, является ультразвуковая обработка (УЗО) [1,2]. Однако работы по влиянию ультразвуковых колебаний на функциональные свойства сплавов с эффектом памяти формы (СПФ) и их поведение, имеющиеся в литературных источниках, весьма немногочисленны. В связи с активным расширением практического применения СПФ, в частности, в медицине, актуальность проведения дальнейших исследований в этом направлении не вызывает сомнений. Целью данной работы является исследование влияния ультразвукового воздействия на функциональные свойства образцов медицинского сплава Ti-50,7ат.%Ni с эффектом памяти формы в зависимости от предварительно сформированной в них микроструктуры.

Для проведения исследований использовали проволоочные образцы производства ПЦ «МАТЭК-СПФ» (Москва, РФ) диаметром 0,45 мм, которые были получены низкотемпературной термомеханической обработкой волочением с накопленной деформацией $\varepsilon=44\%$ ($e=0.6$). Различные структурные состояния материала обеспечивали проведением последовательного отжига (ПДО) по следующим режимам:

- 1) 430 °С, 1 ч → смешанная (наносубзеренная + нанокристаллическая) + мелкодисперсные выделения фазы Ti_3Ni_4 – образец №1;
- 2) 800 °С, 1 ч → рекристаллизованная – образец №2;
- 3) 800 °С, 1 ч + 430 °С, 10 ч → рекристаллизованная + крупные выделения фазы Ti_3Ni_4 – образец №3.

В образцах TiNi методами дифференциальной сканирующей калориметрии исследовали кинетику мартенситных превращений при охлаждении и нагревании в диапазоне температур от +60 °С до -60 °С. Далее образцы закрепляли в разрезном титановом волноводе и осуществляли в течение 5 мин ультразвуковую обработку (УЗО) при амплитуде колебаний на торце волновода ~ 5 мкм, частоте ультразвуковых колебаний – 22 кГц. УЗО проводили при комнатной температуре, используя для этого ультразвуковой генератор УЗДН-2Т. После чего снова исследовали кинетику мартенситных превращений в обработанных образцах и анализировали калориметрические зависимости, полученные до и после УЗО.

Установлено, что в образце №1 после ультразвукового воздействия характеристические температуры снижаются и составляют: $M_n'=37$ °С, $M_n'=29$ °С, $M_k'=22$ °С, $A_n=25$ °С, $A_n=32$ °С, $A_k=39$ °С, – в то время как до УЗО они были несколько выше и составляли: $M_n'=47$ °С, $M_n'=38$ °С, $M_k'=25$ °С, $A_n=26$ °С, $A_n=41$ °С, $A_k=50$ °С (рис.1). При этом в обоих случаях реализация превращений осуществлялась по схеме $B2 \leftrightarrow R$, а энтальпия перехода составляла ~ 3,3 Дж/г. Таким образом, в данном случае наибольшее влияние ультразвук оказывает на температуры начала и пика мартенситного превращения из аустенитной фазы B2 в промежуточную R-фазу и на температуры пика и окончания обратного мартенситного превращения из R-фазы в B2.

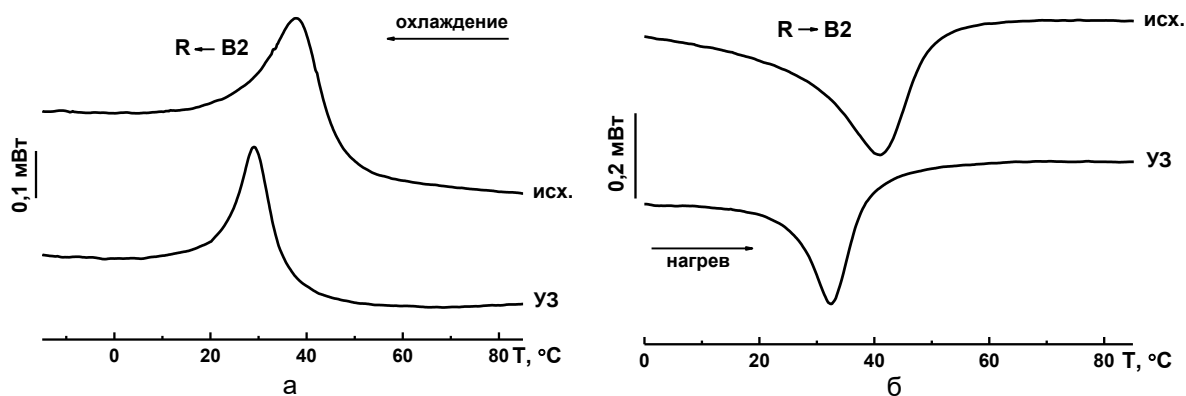


Рисунок 1 – Калориметрические зависимости для образца сплава Ti-50,7ат.%Ni после ПДО при температуре 430°C в течение 1 часа до и после ультразвукового воздействия при охлаждении (а) и нагревании (б)

В образце №2 с рекристаллизованной микроструктурой реализуются двустадийные превращения по схеме $B2 \leftrightarrow B19'$ как при охлаждении, так и при нагревании, с характеристическими температурами: $M_n = -38$ °C, $M_{n1} = -41$ °C, $M_{n2} = -47$ °C, $M_k = -55$ °C, $A_n = -30$ °C, $A_{n1} = -24$ °C, $A_{n2} = -17$ °C, $A_k = -13$ °C (рис.2). Причём после ультразвуковой обработки последовательность превращений и характеристические температуры практически не изменяются (± 1 °C), а энтальпия превращений составляет $\sim 12,4$ Дж/г.

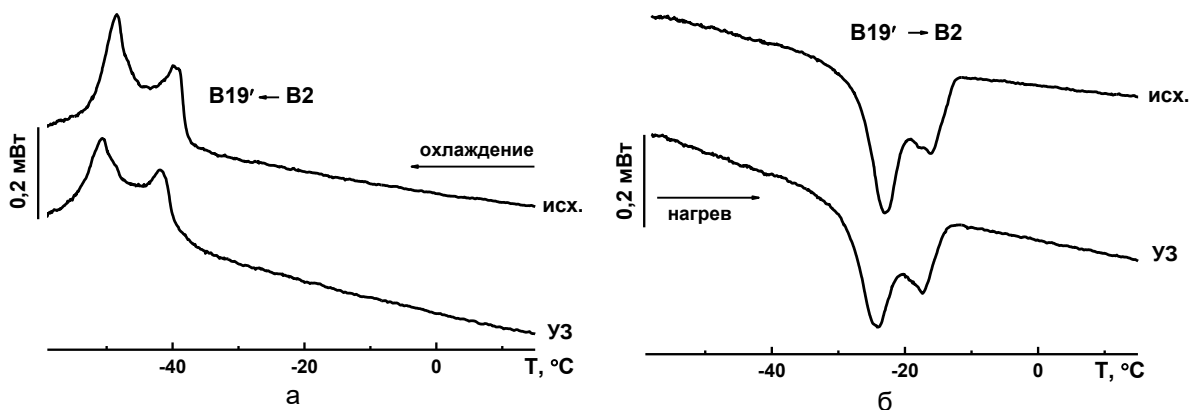


Рисунок 2 – Калориметрические зависимости для образца сплава Ti-50,7ат.%Ni после ПДО при температуре 800°C в течение 1 часа до и после ультразвукового воздействия при охлаждении (а) и нагревании (б)

В образце №3 до ультразвукового воздействия при охлаждении наблюдается последовательность мартенситных превращений по схеме $B2 \rightarrow R \rightarrow B19'$, а при нагревании по схеме $B19' \rightarrow B2$ (рис.3). Характеристические температуры превращений составляют: $M_n' = 42$ °C, $M_n = 37$ °C, $M_k' = 34$ °C, $M_n = -3$ °C, $M_n = -8$ °C, $M_k = -9$ °C, $A_n = 39$ °C, $A_n = 40$ °C, $A_k = 42$ °C, а энтальпии переходов $\sim 5,2$ Дж/г для $B2 \rightarrow R$ и $\sim 8,9$ Дж/г для $R \rightarrow B19'$. В образце после ультразвуковой обработки при охлаждении наблюдается повышение температур перехода $B2 \rightarrow R$ на ~ 3 °C и довольно значительное снижение температур перехода $R \rightarrow B19'$ с некоторым его уширением: $M_n = -21$ °C, $M_n = -25$ °C, $M_k = -29$ °C, при этом энтальпии превращений несколько снижаются и составляют: $\sim 3,8$ Дж/г для $B2 \rightarrow R$ и $\sim 6,6$ Дж/г для $R \rightarrow B19'$ переходов. При нагревании образца после УЗО реализуется последовательность переходов по схеме $B19' \rightarrow R \rightarrow B2$ с характеристическими температурами: $A_n' = 34$ °C, $A_n' = 35$ °C, $A_n = 41$ °C, $A_k = 48$ °C.

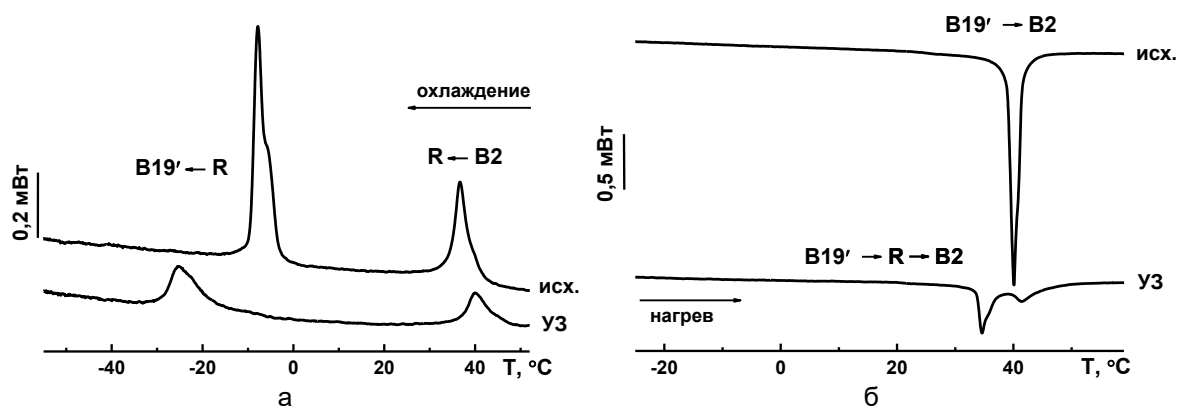


Рисунок 3 – Калориметрические зависимости для образца сплава Ti-50,7ат.%Ni после ПДО по режиму 800 °С, 1 ч + 430 °С, 10 ч до и после ультразвукового воздействия при охлаждении (а) и нагревании (б)

Следует отметить, что, так как УЗО образцов осуществлялась при комнатных температурах (~ 20 °С), то при её реализации образцы №1 и №3 находились в промежуточной R-фазе, а образец №2 – в аустенитном состоянии. Скорее всего, наблюдаемые изменения характеристических температур в образцах №1 и №3 связаны не только с их микроструктурным состоянием, но также и фазовым состоянием. Действительно, в работе [3,4] отмечается, что максимальное влияние на термомеханические свойства ультразвук оказывает на материал в мартенситном и двухфазном состоянии. Причем за счет ультразвукового воздействия возможен перевод материала из мартенситного в аустенитное состояние, т.е. реализация эффекта памяти формы [5].

Таким образом, в результате проведенных исследований установлено, что ультразвуковая обработка образцов медицинского сплава Ti-50,7ат.%Ni с различной исходной микроструктурой оказывает разное воздействие на характеристические температуры реализующихся в них мартенситных превращений, а, следовательно, и их функциональные свойства, что может служить основой для разработки ультразвуковых методов задания необходимых функциональных свойств изделиям из сплавов эффектом памяти формы.

Список литературы:

1. Кулемин, А.В. Ультразвук и диффузия в металлах / А.В. Кулемин // М.: Металлургия, 1978. – 200 с.
2. Северденко, В.П. Ультразвук и пластичность / В.П. Северденко, В.В. Клубович, А.В. Степаненко // Мн.: Наука и техника, 1976. – 446 с.
3. Рубаник, В.В. (мл.) Иницирование эффекта памяти формы в сплавах TiNi под действием ультразвуковых колебаний: дис. канд. физ.-мат. наук: 01.04.07 / В.В. Рубаник (мл.). – Минск, 2005.
4. Влияние ультразвуковых колебаний на пластические свойства материалов с памятью формы / С.А.Кириллов, В.В.Клубович, А.В.Козлов и др. // Материалы с эффектом памяти формы: Сб. докл. 1-го Рос.-Амер. семинара, СПб., 13-17 нояб. 1995 г.: В 3 ч.— СПб., 1995.— Ч. 1.— С. 81–84.
5. Klubovich, V.V. The ultrasounds initiation of SME / V.V. Klubovich, V.V. Rubanik, V.V. Rubanik Jr. // J. de Phys. -2003. -Vol. 112, № IV. – Pp. 249–251.

ОСОБЕННОСТИ РАССЕЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН ОТ КУСОЧНО-НЕОДНОРОДНОЙ ГРАНИЦЫ

Баев А.Р., Майоров А.Л., Захаренко В.В., Асадчая М.В.

ГНУ «Институт прикладной физики НАН Беларуси», г. Минск, Беларусь

Основными задачами промышленной отрасли является повышение качества и надежности выпускаемой продукции. Одно из направлений решения данных задач заключается в развитии упрочняющих технологий, включая создание защитных слоев на поверхности металлоизделий, имеющих сложную конструкцию и рельеф, путем пайки, напыления, сварки и др. [1]. Необходимо отметить, что контроль качества сцепления материалов таких конструкций неразрушающими методами является необходимым условием повышения их надежности. Наиболее эффективным методом такого контроля является ультразвуковой, который основан на особенностях взаимодействия поля ультразвуковой (УЗ) волны с дефектной областью и обладает высокой чувствительностью ее обнаружения. Использование иных известных методов контроля [2] не позволяет решить ряд задач, связанных с обнаружением дефектов, имеющих слабую способность отражения звука.

Решение этой актуальной задачи было предложено [3] и развито в работе [4]. Используется метод оптимизации апертуры фаз мнимых когерентных источников (МКИ) упругих волн, рассеянных от неоднородной границы, которая представляет собой зону сцепления с дефектной S_D и недефектной S_N областями. В свою очередь подбираются такие условия излучения-приема УЗ волн, при которых сдвиг фаз $\Delta\varphi$ между опорной волной и отраженной от дефекта отличен от нуля и близок к $\Delta\varphi \rightarrow \pi$ [5]. Проведенный анализ технологии изготовления неразъемного соединения установил, что наиболее объективной характеристикой контроля качества сцепления материалов ультразвуковым методом является фазовый сдвиг $\Delta\varphi$, изменяющийся от нуля до π . Выявление дефектов со слабой отражающей способностью ($\Delta\varphi \ll \pi$) является важной производственной задачей контроля сцепления биметаллических, металлических и полимерных материалов. Необходимо отметить, что при решении подобных задач (контроль поверхностей твердых тел сложного рельефа, контроль элементов, расположенных в труднодоступных местах) поверхностными волнами (ПАВ) требуется использование специальных устройств - отражателей звука (ОЗ), ранее предложенных в [5], которые позволяют контролировать стабильность опорного сигнала создаваемого источником излучения УЗ волн. Решению рассмотренных задач и посвящена настоящая работа.

Проведено теоретическо-экспериментальное моделирование рассеивания УЗ волн неоднородной границей в двумерной постановке задачи и аксиальном приближении. Причем поле от кусочно-неоднородной границы сред может быть представлено в общем виде:

$$A_0^*(M) = \sum_{j=1}^n D_{12} \cdot D_{21} \cdot S_{jA} \cdot R_{iA} \cdot F_{jA} \cdot \exp(-j\vartheta_j),$$

где D_{12} и D_{21} – коэффициенты звукопрозрачности на границе объекта контроля при вводе в него ультразвуковой волны и выходе из него соответственно; $R_{jA} = R_j/R_A$, где R_j и R_A – коэффициенты отражения; $S_D = S/S_A$, $S_j = S' \cos\beta$, $S_A = S'_A \cos\beta = S_D + S_N$, $F_{jA} = F_j/F_A$, F_j и F_A – интегральные функции, характеризующие направленность j -го МКИ с фазовым сдвигом θ_j ; $F_i \sim \iint_{S_i} \chi_i(\varphi) \exp(-j\vec{k}_R \vec{r}_{BM}) \cdot \frac{1}{r_{BM}} dS$, где $\chi_i(\varphi)$ – функция направленности элементарного источника; \vec{k}_R – волновой вектор; \vec{r}_{BM} – радиус-вектор, проведенный от точки i -го участка отражения в точку наблюдения.

Предполагается, что апертура источника излучения $d = a + b$, где a соответствует протяженности дефектной, а b – бездефектной области, на которую одновременно падает акустический пучок (АП). Одновременно проведены экспериментальные исследования отражения УЗ волн от неоднородной границы, характеризуемой сдвигом фаз $\Delta\varphi$, изменяемом в диапазоне $\Delta\varphi = 0 - \pi/2$. Рабочая частота источника 1,8 МГц. Моделирование малых сдвигов фаз $\Delta\varphi$ осуществлялось путем выполнения выступов малой высоты h_i на оппозитной поверхности образцов, обеспечивающих временную задержку $\Delta t \approx h/C$, где C – скорость распространения упругой волны в образце.

На рисунке 1 представлена схема отражения УЗ волны от неоднородной границы в виде акустической нагрузки (АН), создаваемой отражателями ультразвука (ПАВ), контактирующими с образцом через тонкий контактный слой. Постоянство прижима моделируемых ОЗ к образцу осуществлялось с помощью укрепленных на них источников магнитного поля.

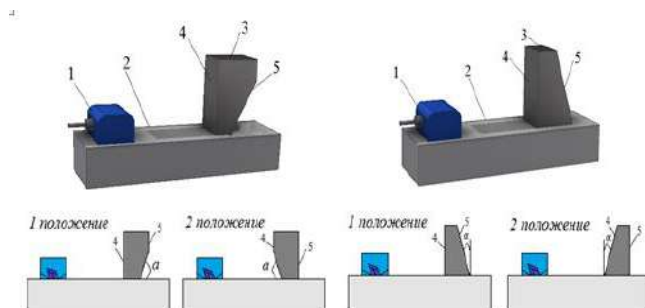


Рисунок 1 – Моделирование схем УЗК с использованием контактных ОЗ различной формы: 1 – пьезоэлектрический преобразователь (ПЭП); 2 – объект контроля; 3 – ОЗ; 4 – передняя отражающая звук граница; 5 – опозитная отражающая звук граница; $\alpha = 0^\circ, 10^\circ, 20^\circ, 30^\circ, 40^\circ, 60^\circ, 90^\circ$

Проведен теоретический анализ акустического тракта прохождения и отражения ПАВ через отражатель с учетом трансформации волны Рэлея в волну Стоунли и обратно. При этом уравнение баланса энергии волны в первом приближении может быть представлено:

$$\frac{W_R}{W_{R0}} \approx \tilde{D}_{R,R^*} + \tilde{R}_1 + \tilde{D}_{R,St}(\tilde{D}_{St,R} + \tilde{D}_{St,R^*} + \tilde{R}_2),$$

где $\tilde{D}_{R,St}$ и $\tilde{D}_{St,R}$ – коэффициенты прохождения по энергии ПАВ через переднюю и опозитную границу ОЗ соответственно и распространяющуюся вдоль контактной поверхности объекта; \tilde{D}_{R,R^*} и \tilde{D}_{St,R^*} – коэффициенты, характеризующие прохождение энергии ПАВ в виде волны Рэлея по ближайшей и дальней вертикальной стенке ОЗ соответственно; \tilde{R}_1 и \tilde{R}_2 – коэффициенты отражения ПАВ от передней (волна Рэлея) и опозитной (волна Стоунли) границы отражателя.

Результаты теоретического исследования поясняются на рисунках 2, 3, где приведены зависимости диаграмм направленности рассеянных неоднородной границы волн при разном значении $\Delta\phi$, характеризующих качество сцепления материалов. Как видно из рисунков, наиболее оптимальным способом обнаружения слабоотражающих дефектов является тот, при котором угол приема отраженных УЗ волн соответствует углу минимума первого порядка, который зависит от направления движения ПЭП относительно границы дефектной и бездефектной областей, при этом изменение составляет 20-30 и более дБ. Отметим, что при проведении измерений использование углов приема, превышающих углы первого порядка, не является эффективным, вследствие слабого проявления эффекта интерференции рассеивания волн от бездефектной поверхности. Методически показано, что использование моделирования процессов отражения УЗ волн указанным способом (выполнение выступов на отражающей поверхности) корректно для нормально падающих волн при $h/\lambda \sim 10$. Результаты эксперимента, проведенные с использованием ПАВ и объемных волн в указанном диапазоне $\Delta\phi = 0 - \pi/2$, находятся в хорошем качественном и количественном (оценочном) соответствии.

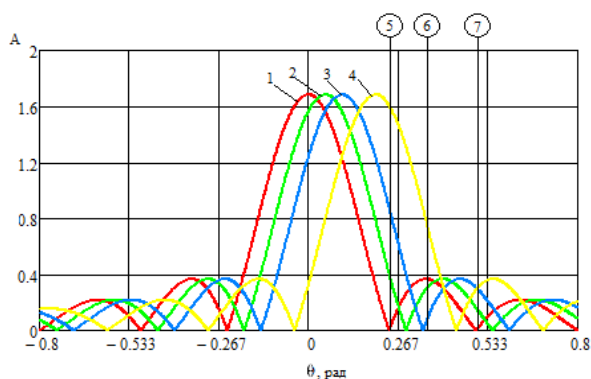


Рисунок 2 – Характерная эволюция диаграммы направленности мнимых источников ультразвуковых волн рассеянных от неоднородной границы при $a=b$ и $d/\lambda=2$ и $f=1,8$: $\Delta\phi$, рад = 0 (1), 0.05 (2), 0.1 (3) (4) 0.2 (4)

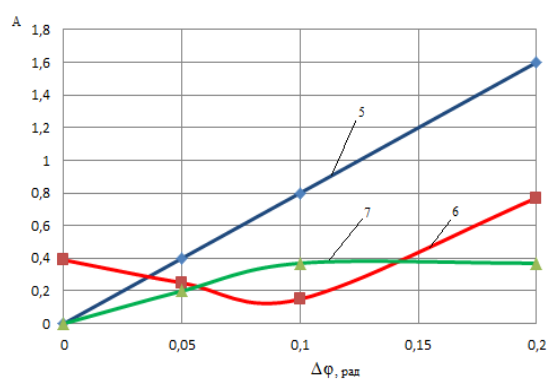


Рисунок 3 – Амплитудная зависимость от фазового сдвига $\Delta\phi$ на линиях 5-7 (рис.2)

Теоретические исследования диаграмм направленности и их амплитудные параметры от геометрии поверхности ОЗ поясняются на рисунке 4.

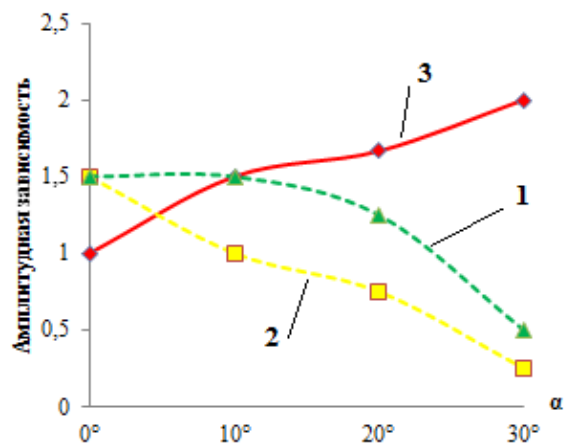


Рисунок 4 – Отражение ПАВ от передней грани ОЗ при разных положениях и геометрии (рис.1): при первом положении (1), при втором положении(2), отношение двух положений(3)

На основе исследований получены важные характеристики отраженных ПАВ от передней грани ОЗ различной конфигурации, благодаря чему выявлена оптимальная его конфигурация, предлагаемая для использования при проведении контроля поверхности изделий.

Список литературы:

1. Контроль качества конструкционных материалов: [справочное издание] / Л. П. Герасимова, Ю. П. Гук. - Москва: Интермет Инжиниринг, 2010. – 848 с.
2. Неразрушающий контроль: Справочник: В 7 т. / Под общ.ред. В.В. Клюева. – М.: Машиностроение, 2003. – Т. 3. – 864 с.
3. Баев, А.Р. Ультразвуковой контроль качества поверхностного упрочнения на основе метода гониометра/ А.Р. Баев, А.Л. Майоров, М.М. Тищенко, М.В. Асадчая / Материалы 3-й международной научно-технической конференции «Приборостроение-2010»–Минск, БНТУ, 2010. – С. 28-30.
4. Баев, А.Р. Рассеяние УЗК на неоднородной границе при контроле неразъемных соединений / А.Р. Баев, М.В. Асадчая, А.Л. Майоров, О.С. Сергеева // Неразрушающий контроль и диагностика. – 2014. - №1. - С. 25-38.
5. Баев, А.Р. Создание опорного сигнала при ультразвуковых измерениях / А.Р. Баев, А.Л. Майоров, М.В. Асадчая, О.С. Сергеева // Неразрушающий контроль и диагностика. – 2013, №1. – С. 42–55.

НЕОДНОРОДНОСТЬ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГОРЯЧЕКАТАННОЙ МЕДИ М1 ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Землякова Н.В.

Институт проблем машиностроения РАН - филиала Федерального государственного бюджетного научного учреждения «Федерального исследовательского центра Института прикладной физики Российской академии наук» (ИПМ РАН), г. Нижний Новгород, Россия, E-mail: serti222@yandex.ru

В настоящее время ставятся задачи получения нового, прежде всего высокотекстурованного материала. Для этого необходимо иметь физическое представление о динамических процессах формирования структуры с упорядоченной морфологией. Эволюция кристаллографической текстуры после РКУП для меди зависит от количества циклов или проходов [1-4]. Первый проход приводит к формированию сильной преимущественной ориентации зерен. Увеличение степени накопленной деформации способствует усилению кристаллографической текстуры. В результате многопроходного (более 8 проходов) РКУ прессования в меди формируется текстура, которая описывается идеальными кристаллографическими ориентировками $\{111\} \langle uvw \rangle$ и $\{hkl\} \langle 111 \rangle$, типичными для текстур простого сдвига в металлах с ГЦК решеткой [1]. Другим фактором, влияющим на текстуру в поверхностном слое медной полосы, является коэффициент трения: при коэффициенте трения 0,2 в поверхностных слоях возникает текстура (100) [011], а при коэффициенте трения 0,5 появляется ориентировка (111) [110]. Важно учитывать, что на поверхности образца формируется своя текстура, на которую влияет коэффициент трения.

Цель работы: Изучить неравномерное распределения структурных параметров и физико-механических свойств после РКУП обработки для образцов меди М1 разного направления вырезки (45° и 0° к направлению прокатки).

В исходном состоянии материал представлял горячекатаный лист. Степень деформации за 1 проход РКУП составила 1,08 [4], маршрут Вс, 8 проходов, комнатная температура.

Для решения поставленной задачи необходимо: провести моделирование процесса интенсивной деформации и подтвердить неоднородность акустическими и макроструктурными исследованиями.

Для моделирования течения материала через пресс при РКУП использовали образец размерами $78 \times 20 \times 20$ мм, составленный из продольных слоев пластилина разного цвета толщиной каждого слоя 5мм. На продольном сечении образца после 8 проходов по маршруту Вс через угловой канал в 90° с сечением 20мм видно, что толщина слоев изменяется от 5мм до 0,3мм (рис.1). Для образца меди ($8 \times 8 \times 55$ мм) со 2 по 8 проход РКУП произошли похожие изменения с размером зерна от 5мкм до 0,3мкм [5,6]. Расположение слоев течения пластилина у поверхности образца составляет 30° и 60° в центральной части образца (рис.1 и схемы рядом). После РКУП в макроструктуре медного образца образованы волокна, шириной 0,6 мкм, расположенные под теми же углами 35° и 60° относительно направления деформации (рис.2).

Измерения на ПМТ – 3 показали неоднородное распределение микротвердости по центру в продольном направлении: отклонения составляют ± 200 МПа (рис.3).

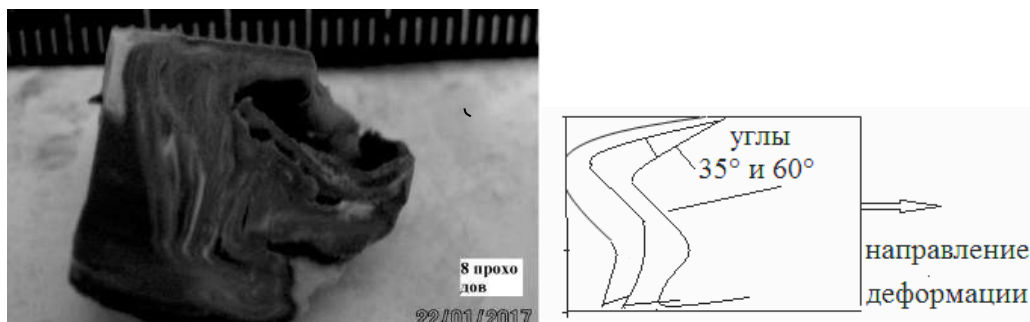


Рисунок 1 – Расположение волокон после 8 проходов по маршруту Вс равноканальной деформации на продольных гранях из пластилина и схема расположения волокон



Рисунок 2 – Макроструктура продольного образца

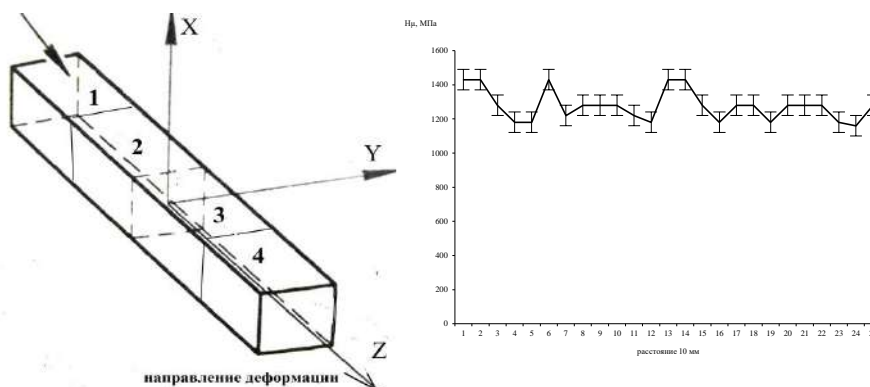


Рисунок 3 – Схема замера для определения собственной акустической анизотропии и гистограмма распределение микротвердости в центральной части образца

Для измерения акустических параметров использовали установку, состоящую из генератора, зондирующих сигналов, высокочастотного усилителя, цифрового осциллографа PC SCOPE 1000VS и ПК. Центральная частота пьезоэлектрических преобразователей составляла ~ 5 МГц. Исследования проводились при комнатной температуре. Для получения амплитудно-временной диаграммы серии отраженных импульсов использовался цифровой осциллограф PCS500 Velleman. Полученные данные обрабатывались в программе MathCad. Относительная погрешность измерения времени распространения поперечных волн составила 0.0040.02%, продольных волн 0.0140.04 %. Перед исследованием образец шлифовали, боковую поверхность разделили на 4 зоны (1, 2, 3, 4) длиной по 10мм каждая, замеры проводили на двух перпендикулярно расположенных плоскостях образца (zox), (zoy), согласно схеме (рис. 1).

$$A = \frac{2(t_2 - t_1)}{t_1 + t_2} = \frac{2(V_1 - V_2)}{V_1 + V_2} = k^w W^{420} = k^w W^{400} [7, 8, 9] \quad (1)$$

где k^w – коэффициент и W^{420} – коэффициент функции распределения ориентировок кристаллов в поликристаллическом материале, V_1 , V_2 – скорости упругих поперечных волн, поляризованных вдоль и поперек направления проката соответственно, t_1 и t_2 времена распространения поперечных волн, поляризованных вдоль и поперек направления проката соответственно.

Из формулы (1) следует, что скорости сдвиговых волн зависят от кристаллографической анизотропии. Значения акустической анизотропии для обр. №1 составили $A^1 = -0,024$ (0,048) и для продольного обр. № 2- $A^2 = -0,092$ (-0,020). Малое значение анизотропии равное $A=0,02$ соответствует изотропному материалу [7]. Для образца №2 анизотропия имеет только отрицательное значение и образца №1 анизотропия двух знаков. Объяснить полученный результат, с учетом выше изложенного, можно следующим образом. В образце продольного направления текстурные изменения происходят в одной кристаллографической плоскости, и, согласно данным работы [1,3], – это плоскости простого сдвига (111). Изменение направления вырезки под углом в 45° имеет текстуру деформации уже в двух

кристаллографических плоскостях (111) и, вероятно, согласно работе, это расположение зерен в плоскости (100) [1].

Вывод: Интенсивная пластическая деформация образцов меди размерами 8x8 x55 мм методом РКУП создает в сечении (8 x 55 мм) макроструктуру в виде волокон, толщиной менее 0,6 мкм, расположенных под разными углами у поверхности и в центре образца. Результатом неоднородной деформации становится неоднородное распределение микротвердости и появление кристаллографической анизотропии.

Автор благодарит Данилову Н.В. за помощь в проведении замеров по акустике

Список литературы:

1. Валиев Р.З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. - 272с.
2. Утяшев Ф. Р. Современные методы интенсивной пластической деформации. Уфа, 2008. - 314с.
3. Сегал В.М. и др. Процессы пластического структурообразования металлов. Минск. Наука и техника. - 1994. - 231с.
4. Коршунов А.И. Физико-механические свойства материалов после равноканального углового прессования. Особенности появления. Монография. Саров, 2013. - 256с.
5. Землякова Н.В. Влияние большой пластической деформации на изменение структуры меди М 1. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. - 2016. - Т. 13. - № 3. - С. 326-330
6. Кикин П.Ю., Мишакин В.В., Перевезенцев В.Н., Землякова Н.В. Исследование корреляции структурных параметров и механических свойств с акустическими характеристиками ультрамелкозернистого сплава 1421. // Вопросы материаловедения. 2008. №3 (55). С.19.
7. Лившиц Б.Г. Физические свойства металлов и сплавов. Москва. Металлургия, 1986.-320с.
8. Труэлл Р. Ультразвуковые методы в физике твердого тела. – М.: Мир, 1972. - 308с.
9. Sayers C.M. Ultrasonic velocities in anisotropic polycrystalline aggregates // J. Phys. D: Appl. Phys, 1982. - №15. - P. 2157 - 2167.

**МАТЕРИАЛ ДЛЯ СНИЖЕНИЯ РАДИОЛОКАЦИОННОЙ ЗАМЕТНОСТИ
ЛЕТАТЕЛЬНЫХ АППАРАТОВ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ СТРУКТУР**

¹Быченко В.С., ¹Степаненко В.Н., ²Быченко Д.С.

¹УО «Белорусская государственная академия авиации»,

г. Минск, Беларусь, E-mail: uladimirbychanok@gmail.com

НИУ «Институт ядерных проблем» БГУ, г. Минск, Беларусь

Введение

В настоящее время радиолокационные станции (РЛС) являются основными средствами обнаружения и слежения за летательными аппаратами (ЛА). Отраженный от поверхности ЛА сигнал излучателя РЛС возвращается к приемнику, предоставляя информацию о месторасположении ЛА и его размерах. Поэтому для возможности сокрытия объекта, уменьшения эффективной дальности обнаружения, искажения его истинных размеров естественно стремление получить материал, способный поглотить излучение РЛС. Кроме того, актуальна и проблема поглощения СВЧ-излучения РЛС для защиты вблизи излучателя, а также для создания безэховых камер.

Применение технологий снижения радиолокационной заметности современных летательных аппаратов (т.н. технология «Стелс») в настоящий момент находит широкое распространение во всем мире. Сущность технологии заключается в максимальном снижении эффективной площади рассеивания (ЭПР) скрываемого объекта. ЭПР – площадь некоторой фиктивной плоской поверхности, расположенной нормально к направлению падающей плоской волны и являющейся идеальным и изотропным переизлучателем, которая, будучи помещена в точку расположения цели, создаёт в месте расположения антенны радиолокационной станции ту же плотность потока мощности, что и реальная цель. Добиваются этого как применением специальных форм ЛА (например отказом от применения прямых углов между элементами конструкции планера), так и использованием радиопоглощающих материалов, покрывающих поверхность ЛА. Современные ЛА с применением снижения ЭПР в США – это самолеты В-2, F-22, F-35 и ряд БПЛА, в Российской Федерации – Т-50, ПАК ДА.

Исследованиям электромагнитных свойств композиционных материалов на основе различных форм углерода посвящено большое количество работ [1–7]. Установленные в [1,6] особенности взаимодействия электромагнитного излучения с наноуглеродными композитами показывают перспективность использования данных материалов для широкого круга научно-практических применений.

Для решения ряда практических задач, например при расчетах компонентов фюзеляжа летательных аппаратов, важно знать, как параметры конструкционного материала влияют на его поглощательные свойства в СВЧ диапазоне. Поглощение СВЧ излучения может осуществляться за счет омических потерь, ферромагнитного резонанса в магнитных материалах, дипольной релаксации.

Изготовление композитов с электропроводящими углеродными включениями

В настоящей работе мы остановимся на исследовании поглощательных свойств немагнитных композиционных материалов с электропроводящими углеродными включениями в диапазоне частот 26.37 GHz. Данный частотный диапазон используется для связи со спутниками, в бортовой электронике, а также для определения скорости движущихся объектов. Как известно, малые концентрации углеродных включений в композитах позволяют изменять значения диэлектрической проницаемости полимерной пластины и получать материалы с контролируемым поглощением. Увеличить коэффициент поглощения в композитах можно за счет использования антиотражающих свойств гофрированных поверхностей.

В качестве наполнителя для композитов был выбран углеродный флок (УФ), приготовленный из углеродной нити УРАЛ-Н-100. Средний диаметр используемых углеродных волокон (УВ) составлял 5 мкм, длина волокон – 1 мм (СЭМ-изображение представлены на рис.1,а).

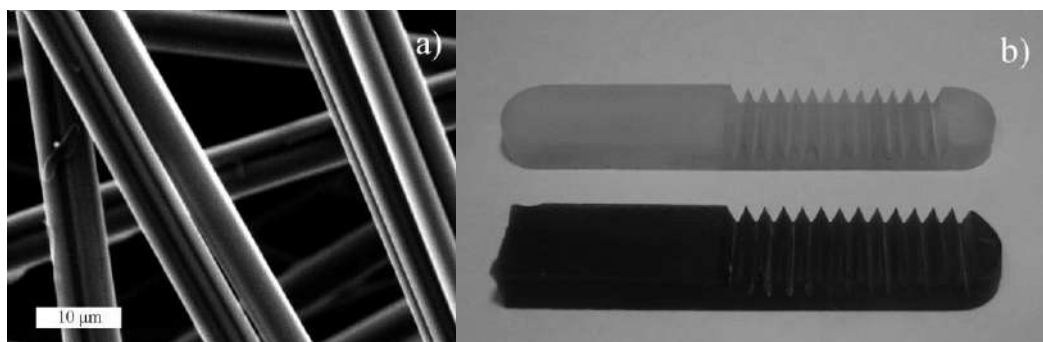


Рисунок 1 – (а) СЭМ-изображение углеродных волокон, входящих в состав углеродной нити УРАЛ-Н-100, (б) общий вид гофрированных композитов

Композиты на основе эпоксидной смолы марки ЭД-20, содержащие 0.2 % (по массе) УФ приготавливались по следующей методике: 11.8 мг УФ диспергировались в 10 мл этанола в ультразвуковой ванне в течение 8 минут. Затем в полученную суспензию добавлялось 5 г эпоксидной смолы ЭД-20. Полученная смесь подвергалась обработке ультразвуком в течение 8 минут, после чего помещалась в печь при температуре 80°C на 3 часа для удаления спирта. После испарения этанола смесь снова подвергалась обработке ультразвуком в течение 8 минут. Затем к смеси смолы и УФ добавлялось 0.55 г отвердителя ПЭПА. После ручного перемешивания в течение 5 минут композит заливался в формы. Затвердевание образцов происходило в течение 16 часов при комнатной температуре, после чего композиты помещались на 3 часа в печь при 80°C для окончательной полимеризации.

После окончательной полимеризации образцы композитов извлекались из форм, шлифовались до толщины $h=4.50$ мм и подвергались плоскопараллельному фрезерованию конической фрезой на станке с ЧПУ. Угол раствора конической фрезы составлял 45° , глубина фрезерования $dh=2.5$ мм. Масса фрезерованной части композита уменьшалась на 28%. Общий вид полученных композитов представлен на рисунке 1(б).

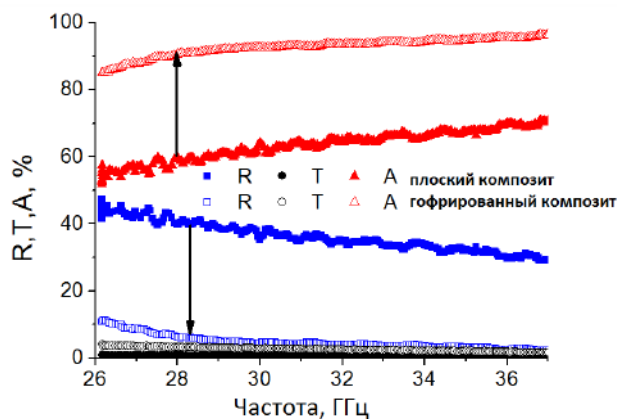


Рисунок 2 – Электромагнитный отклик плоскопараллельных и гофрированных композитов толщиной 4.50 мм, содержащих 0.2% (по массе) УФ

Электромагнитный отклик полученных материалов измерялся с помощью скалярного анализатора цепей ELMIKA R2-408R. Образцы композитов вырезались точно под размеры 7.2x3.4x4.5 мм и помещались в волновод для измерений модулей S-параметров (S_{21} , S_{11} – отношения амплитуд прошедшей и отраженной волн к амплитуде падающей волны, соответственно). Гофрированные композиты вырезались так, чтобы направление фрезерования было параллельно большей стороне волновода. Образцы помещались в волновод гофрированной стороной к падающему излучению. На рисунке 2 представлен электромагнитный отклик плоскопараллельных и гофрированных композитов одинаковой толщиной 4.50 мм, содержащих 0.2% (по массе) УФ. В случае, когда излучение падало на плоскую поверхность фрезерованного

композита, электромагнитный отклик был практически таким же, как у плоскопараллельного образца[8].

Из рисунка 2 видно, что гофрирование поверхности позволяет существенно увеличить коэффициент поглощения композита (с 63 до 92 % на частоте 30 ГГц) при той же общей толщине 4.50 мм.

Сравнительный анализ поглощения СВЧ-излучения в гофрированных композитах с углеродными волокнами и в промышленных поглотителях

Сравним исследуемый поглотитель на основе углеродных волокон с промышленным поглотителем, используемым в МРЛС «Контур-10 Ц» «РОЗ-1» ТУ-6-05-5008-73 «ХВ-3.2-А-2». Толщина поглотителя – 2мм, данный материал используется для покрытия внутренней ниши радара на самолете ТУ-134. Поглотитель представляет собой гибкий полимерный композиционный материал с магнитными включениями (вероятнее всего частицами карбонильного железа). В тыльную сторону поглотителя впрессована тонкая латунная сетка, которая играет роль заднего отражателя. Очевидно, что данный промышленный поглотитель на основе карбонильного железа рассчитывался для эффективной работы при более низких частотах, чем Ка-зона (26-37 ГГц). Поэтому для наблюдения интерференционного минимума отражения (и, соответственно, максимума поглощения) в Ка-зоне необходимо уменьшить штатную толщину 2 мм. На рисунке 3 представлены частотные зависимости S-параметров поглотителя при различных толщинах.

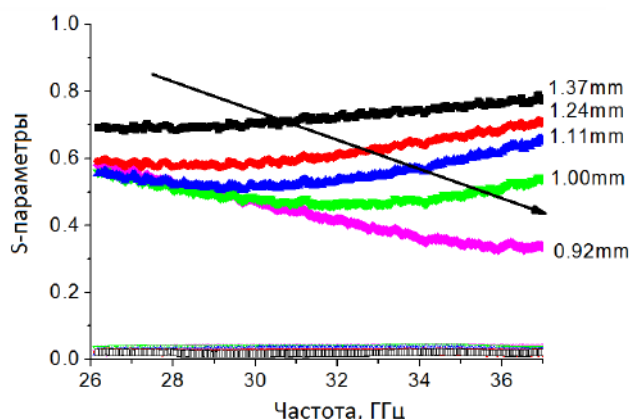


Рисунок 3 – S-параметры промышленного поглотителя различной толщины

Анализ рисунка 3 показывает, что уменьшение толщины приводит к монотонному смещению минимума отражение (максимума поглощения) в область более высоких частот. При этом максимальное поглощение около 90% достигается при минимальной толщине 0.92 мм поглотителя в районе 36 ГГц.

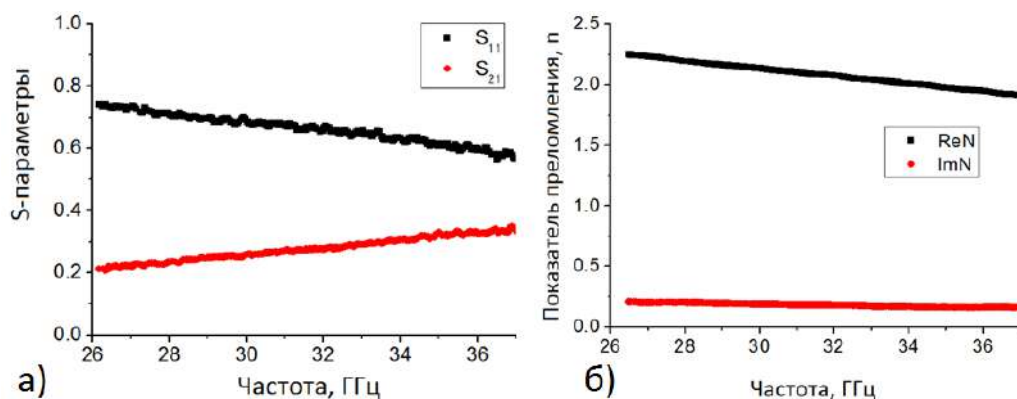


Рисунок 4 – а) S-параметры промышленного поглотителя толщиной 1.30мм без заднего отражателя, б) Частотная зависимость эффективного показателя преломления промышленного поглотителя, рассчитанная на основании экспериментальных данных на рисунке 2

Поскольку в поглотителе присутствовал задний отражатель, то амплитуда прошедшего сигнала для всех толщин на рисунке 3 оказалась практически равной нулю. Для получения информации о значениях показателя преломления исследуемого поглотителя из материала был удалена латунная сетка. Соответствующие S-параметры поглотителя без заднего отражателя представлены на рисунке 4,а.

Из рисунка 4,а хорошо видно, что удаление заднего отражателя приводит к существенному увеличению амплитуды прошедшего через материал сигнала. По данным значениям S-параметров был рассчитан комплексный коэффициент преломления материала, представленный на рисунке 4,б.

Зависимости на рисунке 4,б говорят о том, что материал обладает дисперсией, связанной с наличием у частиц карбонильного железа ферромагнитного резонанса в области более низких частот. Анализ данных на рисунке 4,а позволил установить, что промышленный поглотитель «ХВ-3.2-А-2» толщиной 2 мм спроектирован для работы на частоте около ~9.3 ГГц.

Таким образом, проведены исследования электромагнитных свойств промышленного поглотителя «ХВ-3.2-А-2», установлен механизм поглощения СВЧ-излучения в данном материале, определен принцип работы данного поглотителя, а также сделана оценка штатной рабочей частоты данного материала.

Подводя итог, можно заключить, что гофрированные композиты на основе углеродных волокон обладают рядом преимуществ перед классическим поглотителем, а именно:

- Смещение максимума поглощения на рисунке 3 говорит о невозможности создания широкополосного поглотителя на основе «ХВ-3.2-А-2». В свою очередь материал на основе углеродных волокон вполне пригоден для широкополосного поглощения СВЧ излучения.

- Наличие заднего отражателя в «ХВ-3.2-А-2» является принципиально важным, в то время как материал на основе углеродных волокон может использоваться без металлических компонент.

- Максимальный экспериментально наблюдаемый коэффициент поглощения промышленного поглотителя в Ka-зоне варьируется в диапазоне 64-90%, что существенно уступает гофрированным поглотителям на основе углеродных волокон.

Работа выполнена при поддержке федеральной целевой программы РФ «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы», проект RFMEFI57715X0186.

Список литературы:

1. Qin F., Brosseau C. // J. Appl. Phys. 2012. Vol. 111. N 6. P. 061 301-24.
2. Kuzhir P., Paddubskaya A., Vychanok D. et al. // Thin Solid Films. 2011. Vol. 519, P. 4114–4118.
3. Sarto M.S., D'Aloia A.G., Tamburrano A. et al. // IEEE Electromagn. C. 2012. Vol. 54. N 1. P. 17–27.
4. Vychanok D., Plyushch A., Piasotski K. et al. // Phys. Scripta. 2015. Vol. 90. N 9. P. 094 019.
5. Быченко Д., Каныгин М., Окотруб А. и др. // Письма в ЖЭТФ. 2011. Т. 93. №. 10. С. 669–673.
6. Vychanok D.S., Shuba M.V., Kuzhir P.P. et al. // J. Appl. Phys. 2013. Vol. 114. N 11. P. 114 304-7.
7. Vychanok D., Kuzhir P., Maksimenko S. et al. // J. Appl. Phys. 2013. Vol. 113. N 12. P. 124 103-6.
8. Vychanok, D., Plyushch, A., Gorokhov G. Et al. // Technical Physics 2016, Vol. 61, No. 12, P. 1880–1884.

IRON-CONTAINING SUPERELASTIC ALLOYS FOR SUPERSTABLE AND EARTHQUAKE-RESISTANT STRUCTURAL DESIGN

¹Koledov V.V., ¹Kamantsev A.P., ¹Kalashnikov V.S., ²Koshelev A.V., ¹Dilmieva E.T.,
³Los A.S., ¹Mashirov A.V., ¹Kuchin D.S., ⁶Larchenko V.V., ⁴Taskaev S.V., ⁵Sampath V., ¹S.V.
vonGratowski, ¹Shavrov V.G.

¹*Kotel'nikov Institute of Radioengineering and Electronics of RAS, Moscow, Russia*

²*Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia*

³*International Laboratory of High Magnetic Fields and Low Temperatures, Wroclaw, Poland*

⁴*Chelyabinsk State University, Russia*

⁵*Department of Metallurgical and Materials Engineering, Indian Institute of Technology
Madras, Chennai, India*

⁶*Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russia*

E-mail: victor_koledov@mail.ru, vsampath@iitm.ac.in

Ferromagnetic iron-containing Heusler alloys exhibiting shape memory effect (SME), such as Ni-Mn-Ga-Fe demonstrate reversible deformations of up to several % due to thermoelastic martensitic transition induced by magnetic field [1]. The iron-based, high-strength Fe-Ni-Co-(Al-Ta-B) alloy with superplasticity and reversible deformations of more than 13% with a tensile strength above 1 GPa is discussed in [2]. The tensile strength of this alloy is almost twice that for the highest stress for superelastic deformation in Ni-Ti alloys. In addition, this iron-containing alloy also shows high damping and reversibility of magnetization during loading and unloading processes. More recently, other iron-containing alloys exhibiting superelasticity have attracted attention [3-7]. The investigations of a nanostructured FeMnSi shape memory alloy produced via severe plastic deformation is done in [8]. The family of Fe-Ni-Co-(Al-Ta-B) alloys demonstrates unique physical properties: a wide temperature hysteresis of superelasticity, a change in magnetization over a larger range, and electrical resistance due to load, accompanied by high pseudoplasticity. In view of these properties, these iron-containing superelastic alloys are expected to be used for a wide range of practical applications, such as damping and functional materials. Significant interest in these alloys is caused by the quest for inexpensive structural materials for the fabrication of structures that are resistant to earthquakes, such as nuclear power plants, high-rise buildings, bridges and industrial facilities.

This report presents the results of the development of new Fe-Ni-Co-(Al-Ta-B) alloys, experimental study of structures made of them, occurrence of martensitic phase transitions due to temperature, stress as well as magnetic field. Particular attention is to be paid to the study of magnetic and functional properties of the alloys under high magnetic fields, namely, magnetic-field-induced SME, magnetoplasticity, elastocaloric and magnetocaloric effects. The engineering approach to the super-resistant structural design is briefly discussed. In addition, the mathematical problems arising from the treatment of statically indeterminate systems, in which undetermined state is due to superelasticity and intermediate state of martensite-austenite equilibrium of the material under the action of the strong external load, are outlined.

The principles of superelasticity are illustrated in Fig. 1 a, where "flag-like" stress-strain curves of the superelastic alloy, such as Fe-Ni-Co-(Al-Ta-B) and TiNi (curves 1, 2), are represented schematically, compared with standard strain-stress curve for steel (curve 3). The characteristic features of the superelastic alloys are high reversible deformation, high strain, compared with conventional steel and also hysteretic ("flag-like") character of the curve, explaining their outstanding damping properties (Fig.1,b).

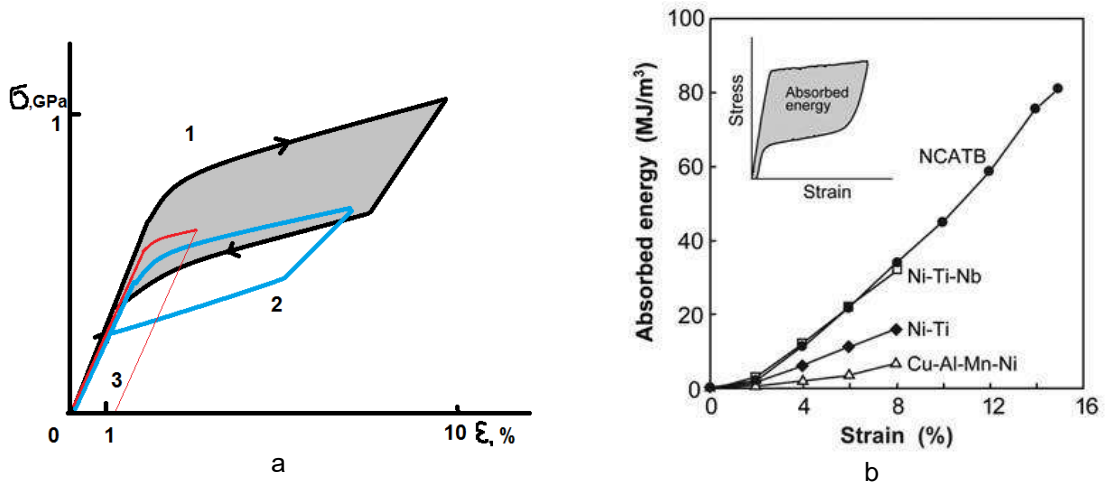


Figure 1 – (a) Stress-strain curves for superelastic Fe-Co-Ni-(Al-Ta-B) alloy – 1, shape memory TiNi alloy – 2, conventional steel – 3; (b) plot absorbed energy vs. strain for different shape memory alloys [2]

Figure 2 compares the bending strain of conventional steel (Fig.2,a) and superelastic Fe-based shape memory alloy (Fig.2,b), exhibiting completely reversible giant bending deformation under an external force, F . Both static overloads and dynamic deformations due to wind or earthquakes could be completely recovered without any technical assessment using this principle. Even larger magnitudes of deformation using the same amount of the superelastic alloy can be controlled utilizing the package design of superelastic beams (Fig.3). These kinds of large-scale structures are called «superstable» due to the fact that their completely reversible deformations are in principle several times larger than those of modern structures based on plastic inserts and shape memory wires. Figs. 4 and 5 demonstrate the concepts of the superstable completely reversible structures utilizing both damping capacity and high strength of superelastic beams and packages. The concrete structures also can be reinforced by superelastic beams giving rise to superstable walls and damping foundations.

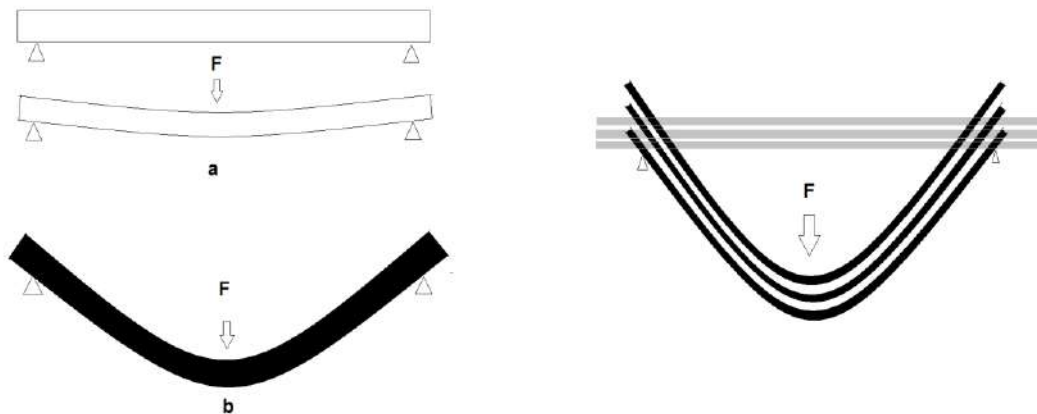


Figure 2 – The concept of giant reversible superelastic deformation: (a) normal elastic deformation of steel; (b) superelastic reversible deformation of the Fe-Ni-Co-(Ta-B) alloy for the design of superstable structures

Figure 3 – The concept of package design of super elastic beams with giant reversible deformation for the superstable structures

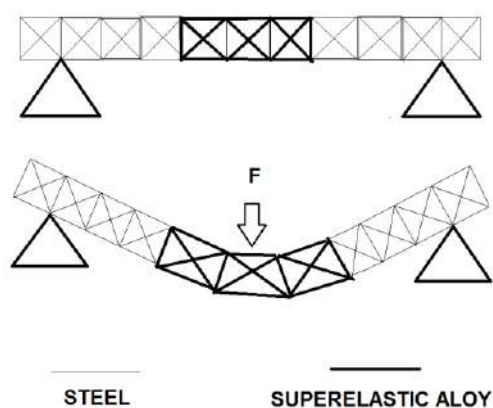


Figure 4 – The concept of superstable structure based on superelastic beams with giant completely reversible giant deformation

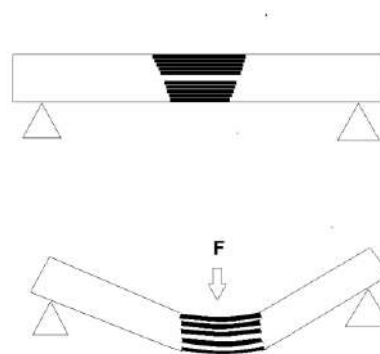


Figure 5 – Concept of the superstable structure based on the package of superelastic beams with completely reversible giant deformation

In designing the superstable structures a specific difficulty relating to the static indeterminacy of the problem arises. The traditional static indeterminacy arises from the presence of additional or «extra» connections. Due to «flag-like» stress-strain curves of the superelastic materials new mathematical methods should be applied in order to overcome the problem of description of behavior the composite materials with inserts of the alloy with martensitic transition, which under an external load go over to the intermediate state. Further work needs to be done in order to develop robust calculation methods for finding the most reliable and economical solutions.

The work is supported by RFBR, Grant No. 16-57-45066.

1. Cherechukin, A. A., et al. (2001) Shape memory effect due to magnetic field-induced thermoelastic martensitic transformation in polycrystalline Ni–Mn–Fe–Ga alloy. *Phys. Lett. A*, 291(2), 175.

2. Y. Tanaka et al. (2010) Ferrous polycrystalline shape-memory alloy showing huge superelasticity. *Science* 327, 1488.

3. Bhowmick, S., Mishra, S. K. (2016) FNCATB Superelastic damper for seismic vibration mitigation. *J. Intel. Mat. Syst. Str.*, 27(15), 2062.

4. Omori, T., Ando, K., Okano, M., Xu, X., Tanaka, Y., Ohnuma, I., & Ishida, K. (2011). Superelastic effect in polycrystalline ferrous alloys. *Science*, 333(6038), 68-71.

5. Omori, T., Abe, S., Tanaka, Y., Lee, D. Y., Ishida, K., and Kainuma, R. (2013). Thermoelastic martensitic transformation and superelasticity in Fe–Ni–Co–Al–Nb–B polycrystalline alloy. *Scripta Mater.*, 69(11), 812-815.

6. Lee, D., Omori, T., and Kainuma, R. (2014). Ductility enhancement and superelasticity in Fe–Ni–Co–Al–Ti–B polycrystalline alloy. *J. Alloy. Compd.*, 617, 120-123.

7. Tanaka, Y., Kainuma, R., Omori, T., Ishida, K. (2015). Alloy Design for Fe–Ni–Co–Al-based Superelastic Alloys. *Materials Today: Proceedings*, 2, S485-S492.

8. Gurau, G., Gurau, C., Sampath, V., Bujoreanu, L. G. (2016). Investigations of a nanostructured FeMnSi shape memory alloy produced via severe plastic deformation. *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, 23(11), 1315-1322.

ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ШУНГИТА НА СВОЙСТВА МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ ПЛАСТИФИЦИРОВАННЫХ ПОРТЛАНДЦЕМЕНТНЫХ БЕТОНОВ

^{1,2}Рубаник В.В., ^{1,2}Шилин А.Д., ³Белоус Н.Х., ³Родцевич С.П., ^{1,2}Рубаник В.В. мл., ⁴Шилина М.В.

¹ГНУ «Институт технической акустики» НАН Беларуси, г. Витебск, E-mail: ita@vitebsk.by

²УО «Витебский государственный технологический университет», г. Витебск, Беларусь

³Институт общей и неорганической химии НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь

⁴УО «Витебский государственный университет» г. Витебск, Беларусь

Получение портландцементных (ПЦ) бетонов с улучшенными эксплуатационными характеристиками является одной из тенденций развития строительного материаловедения. Одним из путей решения проблемы является введение в бетоны высокоактивных микро – и наномодификаторов, среди которых наиболее перспективны, с точки зрения стоимости, природные материалы, например, шунгит (Ш). Шунгит является многокомпонентным, двухкавказым, комбинированным наполнителем, содержащим около 30 % шунгитового углерода с размерами частиц 10-20 нм и около 70 % силикатных материалов, равномерно распределенных в углероде в виде кварца, слюды и других минералов, с преобладанием частиц кремнезема β – модификации размерами от 1-2 до 10-12 мкм. Несмотря на отсутствие химических связей между кремнеземом и углеродом, в составе шунгита они представляют собой две взаимопроникающие фазы с контактной поверхностью около 20 м²/г. Повышение дисперсности частиц шунгита может достигаться дополнительным диспергированием ультразвуком, обработка которым осуществляется в определенном технологическом режиме.

Несмотря на многочисленные исследования в этой области, наиболее сложной задачей при введении шунгита в бетоны является равномерное распределение его частиц в ПЦ матрице. Чаще всего ее решают, вводя наполнитель при дроблении в водные растворы, выполняющие функции диспергатора, транспортного средства, а также жидкости затворения ПЦ систем. Необходимым условием для равномерного распределения наполнителя является также использование в процессе измельчения поверхностно-активных веществ (ПАВ) – сурфактантов, адсорбирующихся на поверхности Ш, активирующих ее и препятствующих агрегации частиц. Сложность гомогенизации наполнителя возрастает многократно при снижении размера его частиц, что обусловлено ростом его некомпенсированной поверхностной энергии, увеличением удельной поверхности, сопровождающейся формированием агломератов, а также снижением агрегативной и седиментационной устойчивости полученных водных суспензий.

Целью данной работы являлось изучение влияния добавок обработанного ультразвуком шунгита на реологические и прочностные характеристики мелкозернистого ПЦ бетона, пластифицированного анионноактивным нафталинсульфоновым суперпластификатором СЗ (СП СЗ).

В работе использован измельченный шунгит Зажогинского месторождения (Республика Карелия) двух модификаций, первая была получена помолом шунгитового щебня в вибромельнице в течение 3 ч, вторая – подвергнута дополнительной ультразвуковой обработке (УЗО) в воде (генератор мощностью 4 кВт, частота 22 кГц) в течение 10 мин после помола в вибромельнице. Измельченный шунгит в определенных количествах вводили в 3 % – ные водные растворы СП СЗ (ТУ ВУ 190669631.009-2011, ООО Фрэймхаустрэйд, Минск), полученные суспензии, в дальнейшем, были использованы в качестве жидкостей затворения цементно-песчаных смесей (ЦПС). Перед введением шунгита в ПЦ матрицу с помощью автоматического фотоседиментометра ФСХ-4 (Россия) изучено распределение частиц в водном растворе СЗ, а также их стабильность при контакте с суперпластификатором. Установлено, что сразу после введения первой модификации Ш в СЗ суспензия расслаивается, т.е. она седиментационно неустойчива, после УЗО размеры частиц шунгита уменьшаются, однако, и в этом случае равномерность распределения частиц

в водном растворе далека от совершенства. При продолжительном хранении, как первой, так и второй модификации в растворе СЗ картина интегрального распределения частиц изменяется (рис.1).

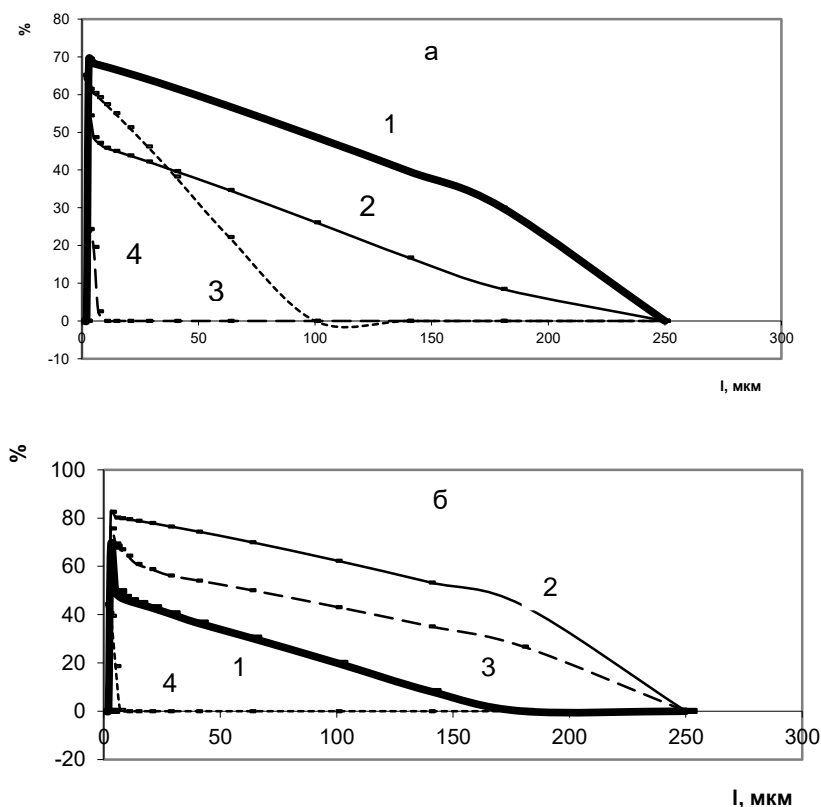


Рисунок 1 – Изменение размеров частиц Ш при хранении в растворе СЗ, а – образец Ш первой модификации, б – образец Ш второй модификации, 1 – сразу после введения, 2 – 4 ч, 3 – 7 сут, 4 – 14 сут контакта с СЗ

В процессе нахождения в контакте с СП размеры частиц Ш, как измельченного в вибромельнице, так и после дополнительной УЗО, изменяются сложным образом, в отдельных случаях наблюдается диспергирующий, в других – флокулирующий эффект ПАВ, что свидетельствует о сложности протекающих в данной системе процессов. Однако уже через 14 суток размеры частиц Ш, как одной, так и другой модификации, уменьшаются (рис.1), что требует продолжительных, комплексных исследований их поведения при хранении в водных растворах СЗ. Если частицы исходного шунгита первой модификации характеризовались средним диаметром – 109,9 мкм, удельной поверхностью- 11712 см² / г, плотностью – 1,1 г/см³, а второй модификации – 42,4 мкм, 15014 см²/г, 1,1 г/см³, соответственно, то после хранения в растворе СЗ в течение 14 суток происходило разрушение присутствующих агрегатов, а частицы характеризовывались диаметром- 31,1 мкм и 2,3 мкм, удельной поверхностью -19800 и 32700 см² /г, плотностью – 2,24 г/см³, соответственно.

Сразу после введения в раствор СЗ суспензии шунгита также были использованы в качестве жидкостей затворения ЦПС (ПЦ марки М 500 Д 20, БЦЗ г. Костюковичи, РБ, ГОСТ 10178-85, песок 1 класса, карьер «Крапужино», Логойский район, фракции 0,16- 3 мм), полученных при масс. соотношении цемент песок -1:1,5, водоцементное соотношение составов составляло 0,36, содержание шунгита в бетонах варьировалось в пределах 0, 5-7 % от массы цемента. Для оптимизации составов по стандартным гостированным методикам исследованы воздухововлечение, удобоукладываемость ЦПС по осадке конуса, сроки схватывания, плотность, кинетика набора прочности при сжатии бетонов.

Результаты исследований свидетельствуют об экстремальной зависимости влияния содержания шунгита обеих модификаций на воздухововлечение и плотность

бетонов. Наиболее низкие значения воздухоовлечения и высокие значения плотности характерны для бетонов, содержащих ~ 0,5 и 5-7 % шунгита, при этом, введение Ш второй модификации, снижает ~ на 22 % величину воздухоовлечения и увеличивает, соответственно, плотность бетонов, по сравнению с первой. Осадка конуса ЦПС, характеризующая их удобоукладываемость, равномерно снижается при увеличении содержания Ш, что согласовывается с литературными данными, при этом существенных различий от введения обеих модификаций не обнаруживалось.

Некоторые различия прочностных характеристик на поздних стадиях твердения (28 сут) наблюдались для образцов бетонов, содержащих шунгит первой и второй модификации. Так $\sigma_{сж.}$ бетонов со второй модификацией наполнителя повышалось, по сравнению с ненаполненным на ~50 % (максимум $\sigma_{сж.}$ зафиксирован при содержании Ш 3 %), с первой – на ~25 %. Некоторое повышение прочности наполненных бетонов можно объяснить с позиций взаимодействия шунгита с компонентами ПЦ и образованием некоторого количества уплотняющих структуру бетонов, кольтирующих поры и трещины, а также выполняющих роль эпитаксической подложки для образования новых соединений, продуктов твердения.

Список литературы:

1. Бабков В.В., Мохов В.Н., Капитонов С.М., Комохов П.Г. Структурообразование и разрушение цементных бетонов.– Уфа, ГУП «Уфимский полиграфкомбинат», 2002 г. – 376 с.
2. Лукутцова Н.П., Матвеева Е.Г. Наномодифицированный мелкозернистый бетон // Вестник МГСУ. 2009. Спецвып. № 3. С. 84–90.
3. Лукутцова Н.П., Матвеева Е.Г., Фокин Д.Е. Исследование мелкозернистого бетона, модифицированного наноструктурной добавкой // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2010. № 4. С. 6–11.
4. Чан Минь Дык, Сахаров Г.П. Усадка и ползучесть мелкозернистого бетона из экструдированных смесей // Вестник МГСУ. 2009. Спецвып. № 1. С. 384–390.
5. Баженова С.И., Алимов Л.А. Высококачественные бетоны с использованием отходов промышленности // Вестник МГСУ. 2010. № 1. С. 226–231.
6. Толыпина Н.М., Рахимбаев Ш.М., Карпачёва Е.Н. Об эффективности действия суперпластификаторов в мелкозернистых бетонах в зависимости от вида мелкого заполнителя // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2010. № 3. С. 66–74.
7. Пыкин А.А., Лукутцова Н.П., Костюченко Г.В. К вопросу о повышении свойств мелкозернистого бетона микро- и нанодисперсными добавками на основе шунгита // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2011. № 2. С. 22–27.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Zr-Ti-Cu-N ПУТЁМ ВОЗДЕЙСТВИЯ НА НИХ ИОННЫХ ПОТОКОВ

¹Волочко А.Т., ¹Гусаров С.В., ¹Марков Г.В., ²Асташинская М.В.

¹*ГНУ Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь,
E-mail: volochkoat@mail.ru*

²*Белорудский государственный университет, г. Минск, Беларусь,
E-mail: astashynskaya@rambler.ru*

Введение

В настоящее время в стране и за рубежом активно развивается принципиально новый подход к созданию материалов, при котором механическая прочность детали обеспечивается за счет нанесения на её поверхность покрытия, свойства которого соответствуют эксплуатационным требованиям. Для получения многокомпонентных функциональных покрытий используются различные PVD-методы (Physical Vapor Deposition), такие как магнетронное распыление, вакуумно-дуговое осаждение, комбинированные методы, включающие одновременное использование ионных источников, магнетронов, электродуговых испарителей и др. Также исследователями активно ведётся работа не только по нахождению новых методов формирования покрытий, но и ставится цель – повысить эффективность процесса осаждения или минимизировать недостатки выбранного метода [1].

Целью данной работы являлось исследование формирования многокомпонентных Zr-Ti-Cu-N покрытий нанесенных вакуумным электродуговым методом (метод КИБ) путём воздействия ионных потоков на подложки из твердых сплавов ВК6 и Т15К8.

Методика эксперимента

Нанесение многокомпонентных покрытий осуществлялось на полированную поверхность двух видов твёрдосплавных пластин ВК6 и Т15К8 методом КИБ с использованием многокомпонентного катода (ат.%) 88Ti-6Zr-6Cu [2]. После размещения твёрдосплавных пластин воздух из вакуумной камеры откачивался до давления остаточных газов в ней не более $5 \cdot 10^{-3}$ Па. Формирование многокомпонентного покрытия Zr-Ti-Cu-N осуществлялось в двух режимах путём воздействия на них ионных потоков.

В начале на подложку подавался отрицательный относительно стенок вакуумной камеры потенциал величиной ~ 2500 В, в камеру напускался азот до парциального давления $7 \cdot 10^{-2} - 1 \cdot 10^{-1}$ Па и включалась вакуумная дуга. Во избежание большого количества микрокапель в составе формируемого покрытия ток вакуумной дуги устанавливался на уровне 35 А в случае режима 1, и на уровне 25 А в случае режима 2. В ходе нанесения Zr-Ti-Cu-N покрытия в режиме 1 ионная обработка осуществлялась непрерывно в течение 7 минут и в результате образцы нагревались предположительно до температуры 900 К. В случае режима 2 процесс нанесения имел циклический характер и заключался в обработке в течение 1 минуты, затем перерыв 15 секунд. При таких параметрах процесс ионной очистки поверхности образцов проводился в течение 5 минут. В результате, образцы нагревались до температуры 720-840 К и предполагалось, что на поверхности образцов формировался слой имплантированных атомов катода толщиной 0,5–2 нм. Такой слой обеспечивает максимальное сцепление покрытия с поверхностью образцов [3].

После проведения такой модифицирующей ионной очистки и нагрева образцов (режим 1, режим 2), величина потенциала на подложке уменьшалась до 150-180 В. Тем самым режим ионной очистки сменялся режимом нанесения покрытия. Само нанесение покрытия на поверхность образцов продолжалось в течение 5 минут, что позволило сформировать покрытие толщиной ~ 1 мкм.

После нанесения покрытия вакуумная дуга выключалась, на подложку прекращали подавать отрицательный потенциал, а в вакуумную камеру азот. Образцы находились и охлаждались в вакуумной камере в течение не менее 30 минут.

Результаты и их обсуждение

Особенности структурно-фазового состояния Zr-Ti-Cu-N покрытий после воздействия ионных потоков в двух режимах нанесения: режим 1 – непрерывный, режим 2 – циклический, были выявлены методом рентгеноструктурного анализа (РСА). При непрерывном и циклическом режимах нанесения в образцах были выявлены следующие фазы: (Zr,Ti)N, TiC, WC, Co (рис.1а). Исходя из ширины дифракционных пиков, пренебрегая величиной микронапряжений можно сказать, что фаза твёрдого раствора (Zr,Ti)N характеризуется мелкокристаллической структурой, формирование которой обеспечивается присутствием атомов меди, нерастворимой в кристаллической решётке нитридов [2]. Так как на спектрах РСА Zr-Ti-Cu-N покрытий фаза меди не была зарегистрирована, то, возможно, медь была локализована на межзеренных границах и находилась в аморфном состоянии, что подтверждается литературными данными [4,5].

Известно, термическое воздействие на покрытие способствует кристаллизации меди за счёт диффузионных процессов. В данной работе был проведён отжиг покрытий при температуре 1073 K на воздухе в течение часа, что позволило выявить дифракционный пик меди, зафиксированный при значении $2\theta \sim 43^\circ$ (рис.1,б). Таким образом, медь может препятствовать росту кристаллических (Zr,Ti)N зёрен из-за нерастворимости в решётке, способствуя тем самым формированию мелкокристаллической структуры.

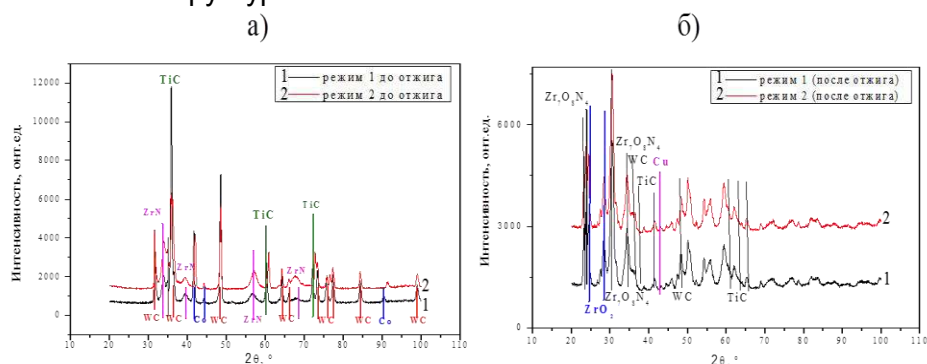


Рисунок 1 – Рентгенограммы системы Zr-Ti-Cu-N покрытий/твердосплавный элемент после воздействия ионных потоков в двух режимах нанесения: а – до отжига, б – после отжига

Особенности структуры Zr-Ti-Cu-N покрытий были выявлены методом растровой электронной микроскопии (РЭМ). Таким образом, при непрерывном режиме нанесения происходит перераспыление покрытия, сопровождающееся выбиванием отдельно взятых микрокапель больших размеров, в результате чего формируется пористая структура покрытия (рис.2, режим 1). При циклическом режиме нанесения формируется более плотная структура Zr-Ti-Cu-N покрытий (рис.2, режим 2).

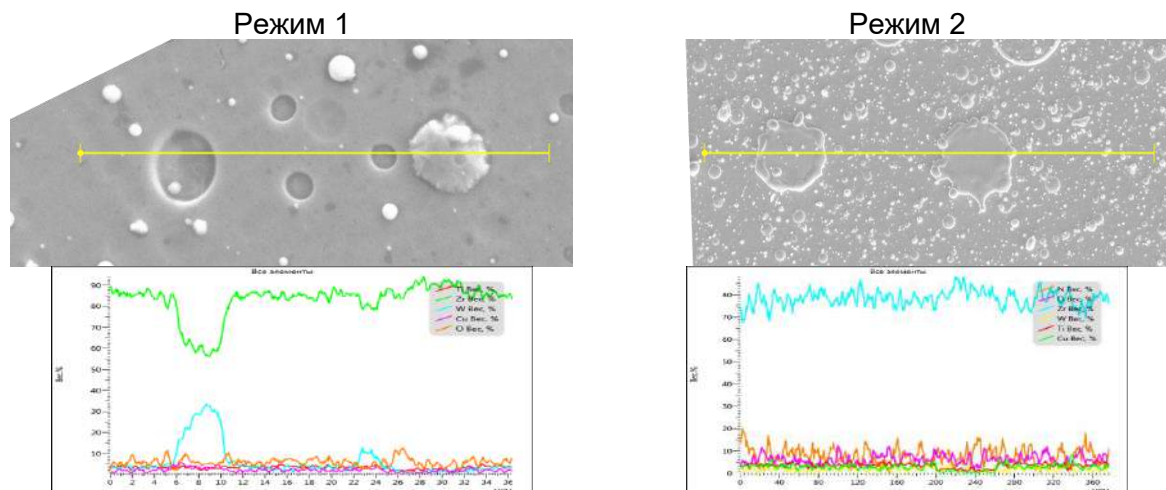


Рисунок 2 – РЭМ-изображения поверхности Zr-Ti-Cu-N покрытий, сформированных в двух режимах нанесения

Заключение

В результате были установлены особенности структурного состояния Zr-Ti-Cu-N покрытий после воздействия ионных потоков в двух режимах нанесения: непрерывный и циклический, осуществляемых с помощью технологии конденсации вещества катода с ионной бомбардировкой при ускоряющем напряжении 2,0 кВ. Метод РСА выявил формирование в покрытиях твёрдого раствора (Zr,Ti) и позволил установить кристаллическую фазу меди после термического отжига. Данные исследования позволяют сделать вывод о локализации меди по межзёрненным границам (Zr,Ti)N мелкокристаллических зёрен. Метод РЭМ позволил выявить повышенную пористость покрытий, сформированных при непрерывном режиме нанесения, за счёт перераспыления поверхности. Таким образом, при циклическом режиме происходит формирование более плотной структуры покрытия.

Список литературы:

1. Н.Н. Коваль, Ю.Ф. Иванов, О.В. Крысина, И.В. Лопатин, В.В. Шугуров. Особенности формирования многокомпонентных нанокристаллических покрытий на основе нитрида титана вакуумно-дуговым плазменно-ассистированным методом // Труды IV международного Крейнделевского семинара "Плазменная эмиссионная электроника", Улан-Удэ: Изд-во БНЦ СО РАН, 2012. - С.150-156.
2. Б.Б. Гуляев, О.Н. Магницкий, А.А. Демидова. Литье из тугоплавких металлов. – М.–Л. Машиностроение, 1964. – 292 с.
3. Поут Дж.М. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, ионными и электронными пучками. М.: Машиностроение, 1987. – 424с.
4. С.Д. Латушкина, И.М. Романов, А.Г. Жижченко, О.И. Посылкина, В.М. Комаровская, О.Ю. Пискунова. Формирование износостойких наноразмерных покрытий Ti/Cu // Трение и износ. – 2016. – Том 37, № 1. – С.36-41.
5. H.S. Myung, H.M. Lee, L.R. Shaginyan, J.G. Han. Microstructure and mechanical properties of Cu doped TiN superhard nanocomposite coatings // Surface and Coating Technology. – 2003. – Vol. 163-164. – P.591-596.

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ В ТИТАНЕ ПОСЛЕ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

Гордиенко А.И., Поболь И.Л., Дробов А.Н.
*Физико-технический институт НАН Беларуси,
 г. Минск, Беларусь, E-mail: drobovandrey@yandex.ru*

Введение

Титан и его сплавы, благодаря уникальному сочетанию свойств, занимают важное место среди материалов в современной технике. Однако высокая химическая активность создает значительные трудности при их получении, обработке и в процессе эксплуатации. Химико-термическая обработка титановых сплавов позволяет повысить износостойкость, жаростойкость, коррозионную стойкость изделий, расширить сферу их применения и увеличить ресурс работы. Используются оксидирование, хромирование, азотирование, нанесение защитных покрытий и другие методы инженерии поверхности [1].

Изделия из титановых сплавов имеют высокий коэффициент трения в парах трения с металлами, особенно в паре титан-титан. Решением этой проблемы может стать насыщение поверхностного слоя титановых изделий азотом. Наиболее перспективным и технологичным методом азотирования является азотирование в плазме аномального тлеющего разряда (ионно-плазменное азотирование, ИПА). Такой метод обеспечивает высокий уровень воспроизводимости результатов, высокую скорость насыщения, возможность управлять структурой диффузионного слоя с учетом условий эксплуатации деталей. Кроме того, ИПА является наиболее экологичным методом химико-термической обработки. Следует отметить, что количество публикаций, посвященных исследованию метода ИПА сплавов титана, ограничено, хотя для поверхностного упрочнения сталей эта технология нашла чрезвычайно широкое применение [2,3].

Однако, при применении титановых сплавов не всегда требуется наличие на поверхности нитридной зоны экстремальновысокой твердости. В некоторых случаях предпочтительнее получать только диффузионный упрочненный слой. Это связано с высокой твердостью нитридного слоя, порядка 1000-1400 HV, который в процессе эксплуатации может скалываться, и осколки нитрида титана, попадая в зону трения, вызывают повышенный износ компонентов и приводят к выходу из строя всей пары трения. Получить диффузионный слой без наличия нитридной зоны на поверхности достаточно сложно. Одним из путей решения этой проблемы является комбинированная обработка, включающая воздействие на азотированный слой электронным лучом [4].

Материалы и методики

Для исследований использованы образцы технически чистого титана марки ВТ1-0. ИПА проводили на установке производства ФТИ НАН Беларуси при 850°C в течение 3 ч.

После азотирования образцы подвергали электронно-лучевому воздействию на установке с энергоблоком ЭЛА-15 с различными значениями тока луча, тока фокусировки (диаметра пятна) и скорости перемещения зоны нагрева (таблица). Микротвердость измеряли с помощью микротвердомера AFFRI. Фотографии микроструктуры образцов получали с помощью микроскопа МИ-1, использован травитель – раствор HNO₃ и HF.

Таблица – Параметры электронно-лучевого воздействия

Номер образца	Ток луча, мА	Диаметр пятна, мм	Скорость перемещения, мм/с
1	35	4	23
2	37	4	23
3	40	4	23
4	35	8	17,5
5	37	8	17,5
6	40	8	17,5

Результаты исследования

На рисунке 1 представлена микроструктура образца из сплава ВТ1-0 после ионного азотирования и график распределения микротвердости по глубине азотированного слоя. На микроструктуре, у поверхности можно наблюдать нитридный слой толщиной 50–60 мкм, с твердостью HV 800-1100. При этом структура основного металла сохраняется достаточно мелкозернистой, т.к. процесс азотирования осуществляется ниже температуры $\alpha \rightarrow \beta$ -перехода.

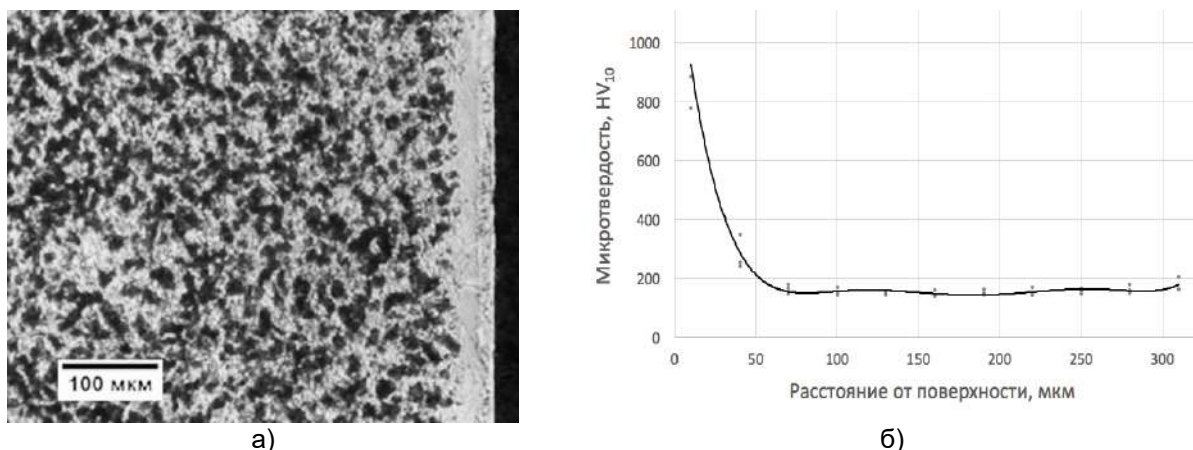


Рисунок 1 – Микроструктура образца из ВТ1-0 после ИПА (а) и распределениемикротвердости по глубине азотированного слоя (б)

На рисунке 2 представлены графики распределения микротвердости в образцах после электронно-лучевого нагрева. Такая обработка азотированной поверхности приводит к удалению нитридного слоя с поверхности, снижению твердости материала до значений, примерно в два раза превышающих твердость основы. С увеличением тока электронного луча твердость азотированного слоя снижается. Уменьшение скорости прохождения луча по поверхности, сопровождающееся увеличенным энерговыделением в образец, приводит к заметному снижению твердости из-за оплавления материала (рис. 2, б). У самой поверхности можно наблюдать провал в микротвердости из-за малой скорости перемещения луча.

Областью дальнейших исследований будет подбор оптимальных параметров электронно-лучевого воздействия, при котором не будет происходить оплавление поверхности с интенсивным ростом зерна (как на рис. 3, а), но в то же время достаточным для распада нитридов титана с сохранением зоны повышенной твердости (как на рис. 3, б).

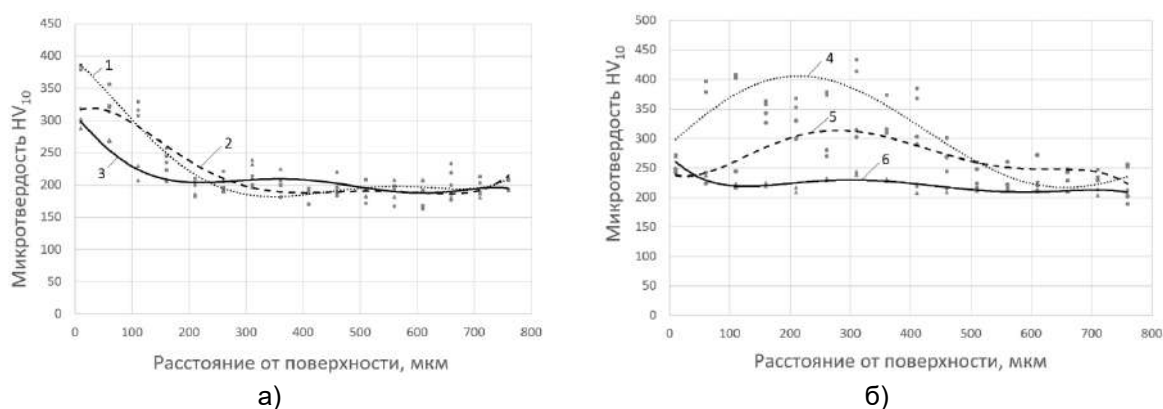


Рисунок 2 – Распределениемикротвердости по глубине азотированного слоя после электронно-лучевой обработки образцов 1, 2, 3 (а) и 4, 5, 6 (б)

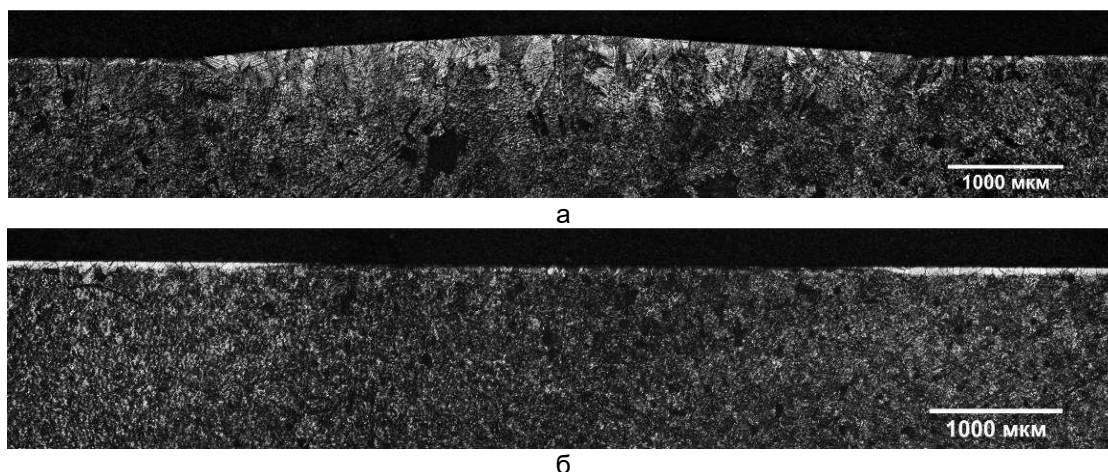


Рисунок 3 – Микроструктура образцов сплава ВТ1-0 после ИПА с оплавленной поверхностью и увеличенным размером зерна (а) и распавшимся нитридом титана, без оплавления поверхности

Выводы

Комбинированная обработка изделий из титановых сплавов, включающая воздействие на предварительно азотированный слой электронным лучом, позволяет сформировать на поверхности диффузионную зону с повышенной твердостью. Электронно-лучевая обработка может приводить к удалению с поверхности азотированного слоя нитрида титана. Снижение твердости материала при этом можно объяснить распадом нитридного слоя, часть высвободившегося азота переходит в кристаллическую решетку титана, образуя твердый раствор внедрения. При неоптимальных условиях обработки большая часть азота из материала испаряется. Образование протяженной модифицированной зоны с повышенной микротвердостью (рисунок 2б, образцы 4, 5) при столь кратковременном воздействии, может быть объяснено тем, что коэффициент диффузии азота в β -состоянии на несколько порядков выше, чем в α -фазе.

Список литературы:

1. Гордиенко А.И., Шипко А.А. Структурные и фазовые превращения в титановых сплавах при быстром нагреве. - Минск: Наука и техника, 1983. — 336 с.
2. Bosyakov M.N., Kozlov A.A., Poboll L. Nitrogen transfer during ion nitriding/ Inżynieria Powierzchni. 2015, №3. P. 3-9.
3. Босяков М.Н., Бондаренко С.В., Бондаренко А.С., Жук Д.В., Поболь И.Л. Новое оборудование ионно-плазменного азотирования / Сварщик (Украина), 2013, №3 (91), с.30-34; Сварщик в России, 2013, №4. С.36-40.
4. Шипко А.А., Поболь И.Л., Урбан И.Г. Упрочнение сталей и сплавов с использованием электронно-лучевого нагрева. - Минск: Навука і тэхніка, 1995. – 280 с.

ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ TiNi СПЛАВА НА ВЕЛИЧИНУ ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКОЙ ЭДС

^{1,2}Рубаник В.В., ¹Лесота А.В., ^{1,2}Рубаник В.В. мл.

¹ГНУ «Институт технической акустики НАН Беларуси»,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: ita@vitebsk.by

²УО «Витебский государственный технологический университет»,
г. Витебск, Беларусь

Термоэлектрические явления возможны как в разнородных материалах (эффекты Пельтье, Зеебека, Томсона), так и в однородных (эффект Бенедикса) [1,2]. Примером возникновения ЭДС в однородных материалах служит наведение термокинетической ЭДС, при перемещении локальной зоны нагрева вдоль проволочного железного образца или вольфрамовой пленки [3], при этом обязательным условием возникновения такого рода ЭДС является реализация фазового превращения в локальной зоне нагрева. Например, в результате инициирования аллотропных фазовых превращений в железе при температуре 700-800 °С. В ряде материалов фазовые превращения могут протекать при значительно более низких температурах, например, в сплавах, обладающих эффектом памяти формы. При реализации термоупругих фазовых превращений инициирование ЭДС возможно как при перемещении участка нагрева по проводнику [4], так и при перемещении локального участка охлаждения [5]. При этом нагрев в локальной зоне проводника инициирует обратный фазовый переход ($T \geq A_k$), а охлаждение – прямой ($T \leq M_k$). Известно также, что термокинетическая ЭДС изменяется при прохождении через деформированный участок [5], изучению этого явления и посвящена данная работа.

Исследования по влиянию пластической деформации на величину термокинетической ЭДС проводили на проволочных образцах Ti-50,8ат.%Ni, диаметром 0,36 мм, предварительно отожжённых при температуре 700 °С в течении двадцати минут и закаленных в воде. Характеристические температуры мартенситных переходов составили: $M_n = -27^\circ\text{C}$, $M_k = -37^\circ\text{C}$, $A_n = -15^\circ\text{C}$ и $A_k = -4^\circ\text{C}$. Проволочный TiNi образец закрепляли на специальной установке, позволяющей перемещать зону охлаждения вдоль образца с заданной скоростью. Охлаждение осуществляли жидким азотом, в результате чего в локальной зоне охлаждения гарантированно инициировали прямой фазовый переход из аустенита в мартенсит ($A \rightarrow M$). Перемещение зоны охлаждения осуществляли последовательно в противоположных направлениях. Места контакта образца с подводщими проводами термоизолировали, сигнал с милливольтметра выводили на персональный компьютер. Перед проведением исследования образец TiNi был локально деформирован изгибом.

В результате исследования установлено, что в месте деформации образца значение термокинетической ЭДС резко возрастает (рис.1). При этом увеличение количества деформированных участков не меняет кинетику процесса.

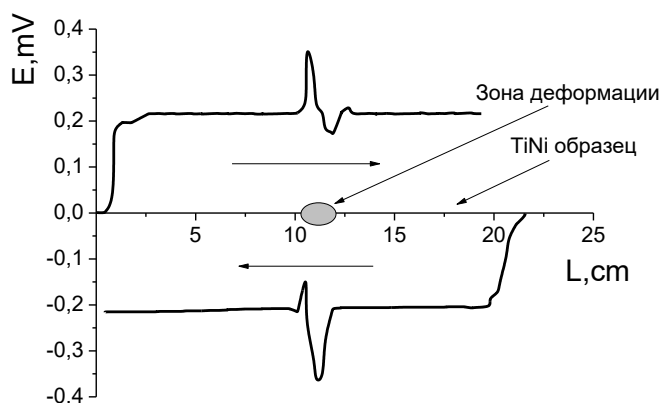


Рисунок 1 – Зависимость величины термокинетической ЭДС от местоположения зоны охлаждения в протяженном TiNi образце содержащем зону деформации. Стрелками указано направление перемещения зоны охлаждения

Для изучения влияния величины деформации на изменения термокинетической ЭДС образцы никелида титана локально деформировали изгибом через различные оправки, таким образом, в месте изгиба, задавая разную по величине деформацию (рис.2).

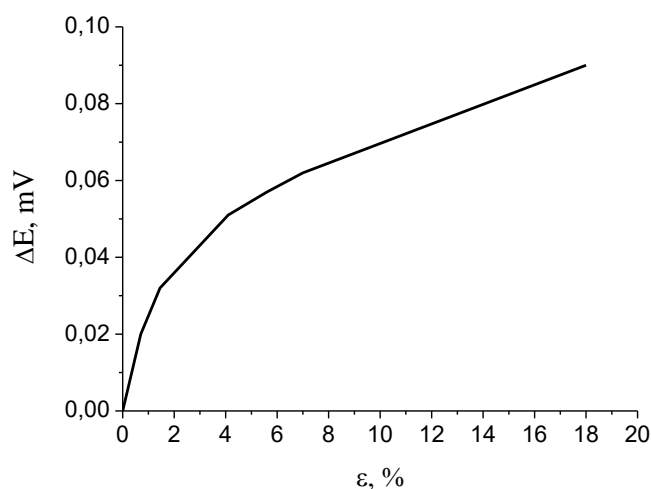


Рисунок 2 – Зависимость величины изменения термокинетической ЭДС от величины пластической деформации изгибом

Можно констатировать, что при увеличении величины пластической деформации проволоочного образца TiNi увеличивается и величина изменения термокинетической ЭДС. Было выдвинуто предположение, что величина термокинетической ЭДС при увеличении заданной деформации будет увеличиваться до определенного значения, после чего она должна стабилизироваться. Для подтверждения данного предположения был проведен эксперимент, в котором проволоочный образец никелида титана локально деформировали изгибом через оправку и разгибали, механическое циклирование повторяли до 20 раз на оправках различного диаметра (рис.3).

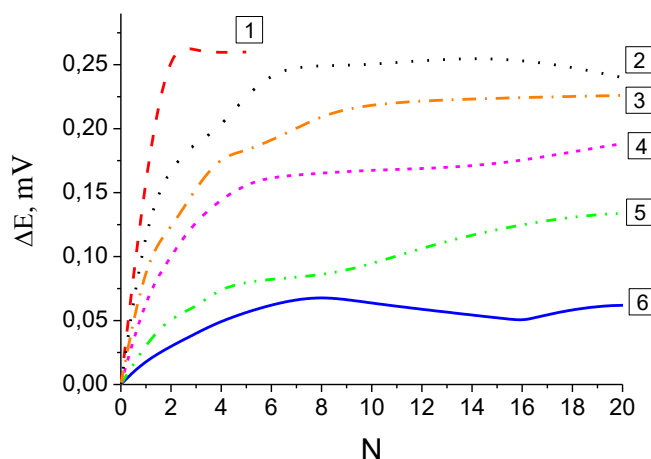


Рисунок 3 – Зависимость изменения величины термокинетической ЭДС от количества циклов при механическом циклировании через оправки диаметром: 1) 1,1 мм (31%); 2) 2,61 мм (13,4%); 3) 3,5 мм (10%); 4) 4,9 мм (7,1%); 5) 6,8 мм (5,1%); 6) 12 мм (2,9%)

Например, для механического циклирования через оправку 12 мм (единичная деформация 2,9%) с увеличением количества циклов значение термокинетической ЭДС увеличивается на 0,05 мВ, после чего изменений значения ЭДС не происходит. При дальнейшем циклировании значение термокинетической ЭДС стабилизируется и остается постоянным. Данная зависимость наблюдается при механическом циклировании проволоочных образцов через оправки различного диаметра, т.е. при различных единичных деформациях. Большие единичные деформации при механоциклировании могут приводить к разрушению металла (кривая 1, рис.3).

Таким образом, при деформации изгибом TiNi образца в аустенитном состоянии величина термокинетической ЭДС при прохождении через деформированный участок зоны охлаждения (A→M) резко возрастает и зависит от величины деформации. При механическом циклировании проволочных TiNi образцов величина изменения термокинетической ЭДС растет до определенного значения, после чего остается постоянной.

Результаты исследований могут найти практическое применение при создании способов и методов контроля однородности протяженных TiNi изделий.

Список литературы:

1. Benedicks, C. Tetziger Stand grundlegenden Keuntrisse der Thermoelektrizität / C. Benedicks // Erg. Exact. Naturwiss. - 1929. - Bd. 8. - P. 26-67.
2. L.I. Anatyshuk, L.P. Bulat, Thermoelectric Phenomena under Large Temperature Gradients, Thermoelectrics Handbook: Macro to Nano-Structured Materials, CRC Press: New York, London, Tokyo, Chapter 3 (2005).
3. Фурмаков Е.Ф. Электрический ток, вызванный движением поверхности раздела фаз в металле // Фундаментальные проблемы естествознания. С.- Пб. 1999. Т.1, вып.21. С.377-378.
4. Rubanik V.V., Rubanik Jr V.V., Petrova-Burkina O.A. Peculiarities of thermoelectric forse behavior in nikelidetitane under uesteady heating // 9th European Symposium on Martensitic Transformations ESOMAT 2012 .S.-Pb.,2012. С.40.
5. Рубаник, В.В. Контроль деформационного состояния протяженных TiNi изделий с помощью термокинетической ЭДС / В.В. Рубаник, В.В. Рубаник мл., А.В. Лесота // Физическое материаловедение: VII Межд. школа элементами научн. школы для молодежи: сб. конкурсных докладов / отв. ред. А.Ю. Виноградов, Д.Л. Мерсон. – Тольятти: изд-во ТГУ, 2016. – с. 273-242.

НАНЕСЕНИЕ Ag-ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ЗАЩИТЫ ПОВЕРХНОСТИ ПРОВОЛОЧНЫХ TiNi СТЕНТОВ

^{1,2}Рубаник В.В., ³Волочко А.Т., ³Марков Г.В., ^{1,2}Рубаник В.В. мл., ¹Багрец Д.А.,
²Милюкина С.Н., ¹Легкоступов С.А.

¹Институт технической акустики НАН Беларуси,
г. Витебск, Беларусь, E-mail: ita@vitebsk.by

²Витебский государственный технологический университет, г. Витебск, Беларусь

³Физико-технический институт НАН Беларуси, г. Минск, Беларусь

Функциональные имплантаты с памятью формы на основе сплавов никелида титана (TiNi) начали активно внедряться в хирургическую практику, начиная с семидесятых годов XX-го столетия [1]. Высокая коррозионная стойкость и биологическая надежность позволили разработать достаточно широкий спектр изделий и устройств медицинского назначения на их основе. Важнейшим из свойств никелида титана, обеспечивших такое широкое применение, является свойство восстанавливать свою первоначальную форму после введения в организм человека и нагревания до температуры тела. Такой эффект – эффект памяти формы – позволил создать уникальные стенты для сердечно-сосудистой хирургии, гастроэнтерологии, урологии и др. отраслей медицины. Стент представляет собой упругую металлическую или пластиковую конструкцию, преимущественно цилиндрической формы, которая помещается в просвет полых органов и обеспечивает расширение участка, суженного патологическим процессом [2-4].

Потенциальный выход ионов входящего в состав TiNi сплава никеля в биологическую среду все еще остается нерешенной проблемой, требующей пристального внимания как медиков, так и материаловедов [5]. Одним из путей решения данной проблемы является нанесение на поверхность стента покрытия в виде тонкой пленки, которая препятствовала бы диффузии никеля, повышая тем самым биосовместимость материала. В качестве покрытий могут выступать как металлические, так и полимерные пленки [6].

В ИТА НАН Беларуси были изготовлены TiNi стенты в виде плетеной конструкции из проволоки марки TN1 диаметром 0,36 мм [7]. В соответствии с сопроводительной документацией изготовителя (ЗАО «Промышленный центр МАТЭК», г. Москва) температура $A_k=18$ °С. Для задания стентам памяти формы и необходимых упруго-силовых характеристик применялся термический отжиг при 550 °С в течение 30 мин, в результате чего были получены изделия цилиндрической формы (рис.1).

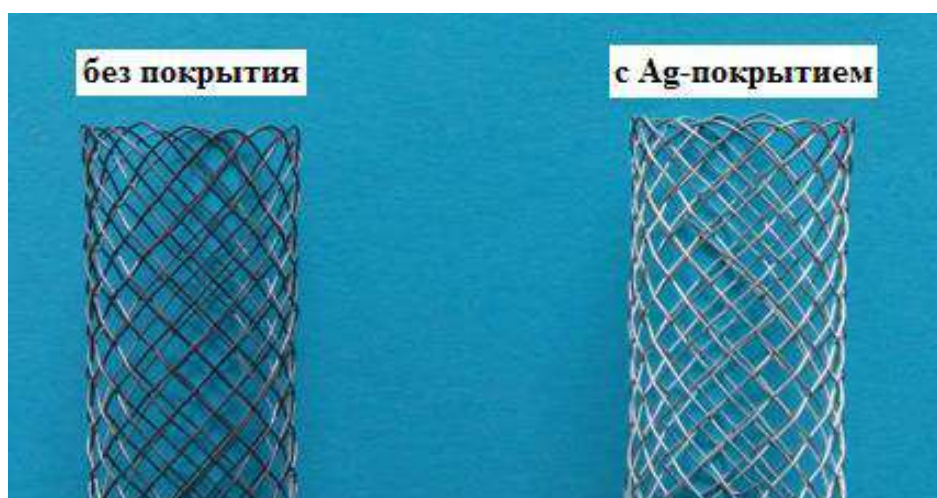


Рисунок 1 – Внешний вид проволочных TiNi стентов до и после нанесения Ag-покрытия

Покрытие из серебра наносилось на поверхность проволочных стентов электроннолучевым методом на установке ВУ–1А (ФТИ НАН Беларуси). Для контроля толщины наносимого покрытия использовался спектрофотометр СФКТ–751В. В

качестве испаряемого материала использовали слиток серебра ГОСТ 28595 – 90 с содержанием 99,99 % Ag.

Нанесение осуществляли следующим образом. В тигель электроннолучевой пушки установки загружался слиток серебра массой ~30 г. В вакуумной камере определялось место, где крепился стент, на который необходимо было нанести покрытие. Предварительно вместо стента закрепляли стекло, у которого часть поверхности закрывали другим стеклом – при нанесении покрытия она оставалась свободной от покрытия. Сформированная таким образом ступенька позволяла определить толщину нанесённого Ag-покрытия. Весь процесс нанесения контролировался по показаниям спектрофотометра, что давало возможность связать эти показания с толщиной наносимого покрытия.

Затем вместо стекла в выбранном месте вакуумной камеры закреплялся стент, на который было необходимо нанести покрытие из серебра. Вакуумная камера откачивалась до давления остаточных газов в ней не более $7 \cdot 10^{-3}$ Па. Включалась электроннолучевая пушка и пучок электронов разогревал серебро до температур порядка 1500–1600 К, серебро испарялось и в виде атомов конденсировалось на поверхности стента. Одновременно весь процесс конденсации контролировался спектрофотометром СФКТ–751В в отраженном от свидетеля свете на длине волны 580 нм, когда отражение достигало максимума. В этом случае толщина нанесенного слоя достигала значений 150–200 нм. Затем нанесение покрытия прекращалось, электроннолучевая пушка выключалась, стент с нанесенным покрытием выдерживался в вакуумной камере 15-20 мин и камера разгерметизировалась. Стент поворачивался на 120° вокруг своей оси, закреплялся и снова проводился весь цикл нанесения Ag-покрытия – и так несколько раз. В результате на всю поверхность стента было нанесено покрытие из чистого серебра толщиной 1-1,5 мкм (см. рис.1).

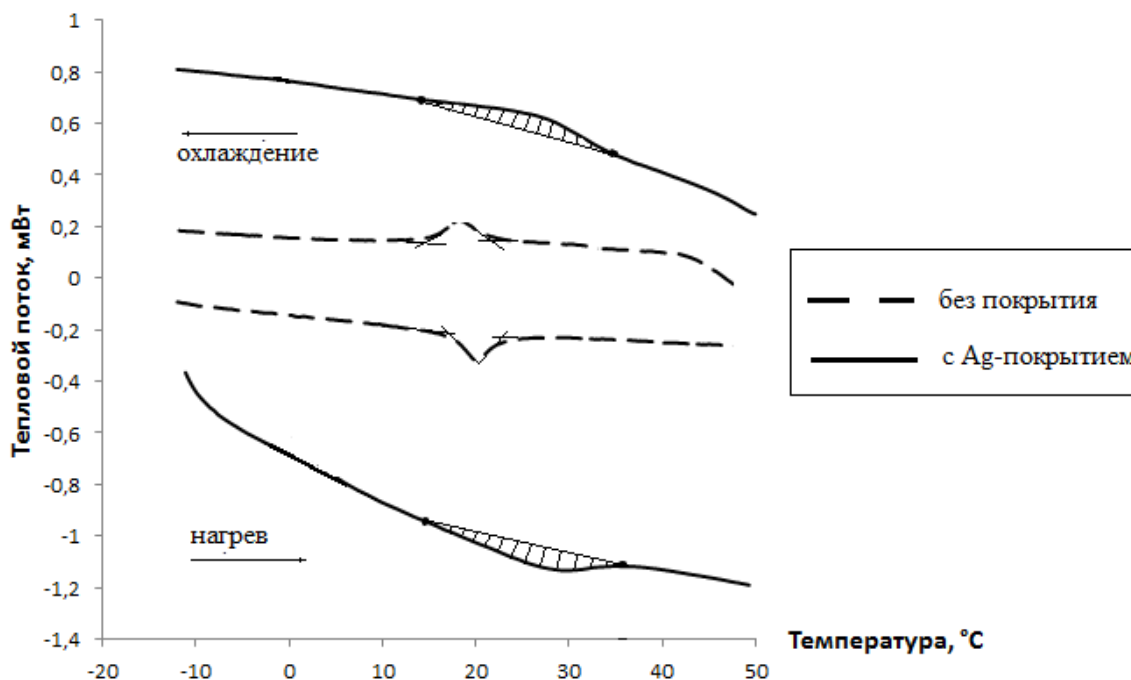


Рисунок 2 – Калориметрические кривые образца TiNi стента до и после осаждения Ag-покрытия

Исследование характеристических температур мартенситных превращений, реализуемых в материале стента (рис. 2), проводили с помощью дифференциально-сканирующего калориметра (ДСК) DSC822е на базе совместной лаборатории «Перспективные материалы и технологии» (ИТА НАН Беларуси и УО «ВГТУ»). Процесс вакуумного нанесения покрытий обуславливает значительные изменения кинетики и температур мартенситных превращений в материале с термоупругими фазовыми переходами [8], что и подтвердили результаты настоящего исследования (табл.1).

Таблица 1 – Характеристические температуры образцов TiNi стентов до и после осаждения покрытия

Режим обработки TiNi стента	Характеристические температуры мартенситных превращений, °С			
	M _н	M _к	A _н	A _к
отжиг при 550 °С, 30 мин	20	16	18	21
нанесение Ag-покрытия	35	11	13	38

В сравнении с исходным TiNi стентом после нанесения покрытия серебра наблюдается значительное уширение пиков прямого и обратного переходов ($\Delta=24-25$ °С) и смещение характеристических температур. При комнатной температуре стент с покрытием находится в двухфазном состоянии. Для заправки в устройство доставки необходимо охладить его ниже температуры M_к, а переход в высокотемпературную аустенитную фазу происходит при ~38 °С, т.е. близко к нормальной температуре человеческого тела. Варьируя температуру нанесения Ag-покрытия и толщину пленки можно достичь оптимальных значений характеристических температур медицинских стентов из никелида титана.

Список литературы:

1. Лохов В. А. Сплавы с памятью формы: применение в медицине. Обзор моделей, описывающих их поведение / В. А. Лохов, Ю. И. Няшин, А. Г. Кучумов // Российский журнал биомеханики. – 2007. – Т. 11, № 3. – С. 9–27.
2. Интервенционная кардиология. Коронарная ангиография и стентирование: руководство / А. П. Савченко, В. Черкавская, Б. А. Руденко; ред. Е. Д. Богданова. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2010. – 448 с.
3. Проблемы инфравезикальных обструкций в урологии и пути их преодоления / С. И. Шкуратов [и др.]. – Томск: ИПФ, 2004. – 126 с.
4. Первый опыт колоректального стентирования / И. Е. Хатьков [и др.] // Эндоскопическая хирургия. – 2009. – № 6. – С. 17–22.
5. Муслов С.А., Шумилина О.А. Медицинский нитинол: друг или враг? Ещё раз о биосовместимости никелида титана // Фундаментальные исследования. – 2007. – № 10. – С. 87-89.
6. Hofman S.H., van Beusekom H.M., Serruys P.W., van der Giessen W.J. Recent developments in coated stents // Curr. Intervent. Cardiol. Rep. – 2001. – Vol.3. – P. 28-36.
7. Денисенко В.Л., Бухтаревич С.П., Рубаник В.В. Первый опыт успешного применения саморасширяющегося никелид-титанового стента белорусского производства в лечении стенозирующего колоректального рака // Хирургия. Восточная Европа. – 2016. – №2 (18). – С. 282-289.
8. Мартенситные превращения и свойства поверхности никелида титана после ионно-плазменного напыления TiN / В.В Рубаник. [и др.] // Материалы, технологии, инструменты. – 2013. – Т.18, №2. – С. 47-51.

АВТОРСКИЙ УКАЗАТЕЛЬ

Фамилия И.О.	Стр.
Аверкин А.И.	128, 137
Алисин В.В.	259
Андреев В.А.	146
Андреева О.А.	122
Ануфрик С.С.	246
Аплевич А.В.	33
Аплеснин С.С.	33
Араслы Д.Г.	36
Асадчая М.В.	288
Асташинская М.В.	304
Асташинский В.М.	57
Ахмедова Т.Ш.	63, 84
Афиногенов Е.А.	33
Багрец Д.А.	282, 313
Бадиян Е.Е.	15, 18
Баев А.Р.	288
Баньковская И.Б.	233
Басов Ю.А.	270
Батурин А.А.	267
Белаш В.А.	246
Белоус Н.Х.	301
Белоусов Н.Н.	119
Беляев С.П.	137, 140, 143, 145, 149
Белугина Н.В.	167
Березнер А.Д.	3
Береснев Э.Н.	184
Бобров В.П.	177
Богатырев Ю.В.	125
Бокова Е.С.	102
Болдырев К.Н.	131
Борик М.А.	259
Бородавченко О.М.	60, 158, 161
Браиловский В.	90, 93, 209
Быченко В.С.	294
Быченко Д.С.	294
Валько Н.Г.	246
Василевич Л.Н.	96
Василевский С.С.	45
Васильев С.В.	246
Варюхин В.Н.	119
Великоднев В.Я.	203, 206
Вечер А.К.	42, 45
Волочко А.Т.	304, 313
Воробей Р.И.	30
Воронков А.В.	149
Ворошилов И.В.	256
Вьюненко Ю.Н.	119
Газизуллина А.Р.	137
Галяс А.И.	33, 36, 45
Галкин С.П.	90
Глазова Д.И.	143

Глазунов А.А.	81
Глезер А.М.	279
Говор Г.А.	42, 45
Говорун Л.В.	96
Головин Ю.И.	78
Гончаров В.С.	45, 116
Гордиенко А.И.	307
Гришков В.Н.	267
Громов В.Е.	237,279
Гузилова Л.И.	105, 128
Гусаров С.В.	304
Гусев О.К.	30
Гурецкий С.А.	273
Давыдова О.В.	187
Данилов В.А.	240
Дашкевич В.Г.	21
Девина Е.А.	102
Дежин В.В.	152, 155
Демиденко О.Ф.	33
Демидова Е.С.	140, 146
Дергачева А.В.	15
Дернович О.П.	273
Джежора А.А.	177
Дородейко В.Г.	282
Дробов А.Н.	307
Дробышевская Н.Е.	187
Дубинский С.М.	48, 90, 209
Ефремовцев Н.Н.	180
Ефремовцев П.Н.	180
Жарин А.Л.	27, 30
Желудкевич А.Л.	116
Живулько А.М.	33
Живулько В.Д.	57, 60, 158, 161
Жигачев А.О.	72
Жукова Ю.С.	48, 99
Захаренко В.В.	288
Зельдович В.И.	143
Землякова Н.В.	291
Иванов А.М.	146
Иванов А.Ю.	246
Иванов Ю.Ф.	279
Ивлева Л.И.	131
Игнатенко О.В.	116
Икбаль М.А.	209
Ильющенко А.Ф.	224
Иржак А.В.	230
Искандарова Д.О.	221
Ияз Ф.М.	48, 93
Казакбиев А.М.	209
Карась С.М.	252
Кардашев Б.К.	105
Касьянов Н.Н.	276
Кашаед Е.А.	224
Кашевич И.Ф.	69

Кецко В.А.	184
Кедров В.В.	193
Кийко В.М.	6, 9
Кисель В.Э.	273
Классен Н.В.	190, 193
Клубович В.В.	190, 243
Кобелев Н.П.	190
Коваленко Г.М.	102
Кожушко В.В.	108
Коржов В.П.	6, 9
Коледов В.В.	230, 276
Колесова И.М.	273
Коловертнов Д.В.	233
Комаров А.И.	221, 264
Комаров Ф.Ф.	51, 54
Комарова В.И.	221, 264
Комиссарова И.А.	237
Коновалов А.Н.	233
Коновалов С.В.	237, 279
Коновалова А.В.	116
Конопацкий А.С.	93, 99
Константинов В.М.	249
Константинов С.В.	51, 54
Копьева М.А.	184
Корбит А.А.	174
Коренков В.В.	72
Кормышев В.Е.	279
Коробкова А.А.	48
Коршунов Ф.П.	125
Косинов Д.А.	237
Кочанов А.Н.	66
Кочерова В.А.	170
Кравцевич А.В.	27
Кривченя Д.А.	33
Крутько Н.П.	233
Крылов А.А.	262
Крымов В.М.	105
Кузьмичева Г.М.	131
Кудактин Р.С.	57
Кудря А.В.	63, 84
Кудряшова А.А.	90, 93
Кулак М.М.	190, 243
Кулебякин А.В.	259
Кулешов Н.В.	273
Курильчик С.В.	273
Кустов А.И.	111
Кустов С.Б.	39
Кучин Д.С.	230, 276
Лавыш Е.О.	252
Лалетин В.М.	218
Лапотко П.Ю.	33
Ларин А.О.	42
Ластовский С.Б.	125
Лега П.В.	230, 276

Легкоступов С.А.	313
Леоненя М.С.	57
Лесота А.В.	227, 310
Линевич А.В.	218
Лотков А.И.	267
Ломонова Е.Е.	259
Лукашевич К.Е.	93
Лукашик О.А.	246
Луцко В.Ф.	270
Любимова Ю.В.	39
Майоров А.Л.	288
Майстренко Л.А.	122
Макаров С.В.	24
Маковецкий Г.И.	33
Макрушина А.Н.	134
Малашенко В.В.	81
Малашенко Т.И.	81
Маликина Т.Д.	252
Малыгин Г.А.	128
Мамедов И.Х.	36
Марков Г.В.	304, 313
Медведь А.В.	170
Мерсон Е.Д.	240
Мерсон Д.Л.	240
Мигель И.А.	111
Милович Ф.О.	259
Милюкина С.Н.	285, 313
Митюк В.И.	36
Мишетьян А.Р.	206
Мозжаров С.Е.	69, 167
Мудрый А.В.	57, 60, 158, 161
Мызина В.А.	259
Мышляев М.М.	190
Наумов Г.Н.	33
Немцев В.Н.	196
Нечаев В.Н.	152, 155
Нго Нгок Ха	84
Николаев В.И.	105, 128, 137
Никонова А.В.	122
Новиков М.Ю.	237
Носов М.А.	81
Овсеенко Л.В.	224
Огородников Д.А.	125
Орда Д.В.	221
Орлов А.П.	230, 276
Пантелеев К.В.	27, 30
Пережогин В.Ю.	63, 84
Печников А.И.	105
Пилько В.В.	51, 54
Пилюгин В.П.	143
Пирожкова Т.С.	72, 75, 78
Плотников В.А.	24, 134
Плужникова Т.Н.	3
Погребняк А.Д.	51, 54

Поболь И.Л.	307
Подденежный Е.Н.	187
Поддубная Н.Н.	218
Покидов А.П.	193
Попова О.С.	270
Прокошкин С.Д.	90, 93, 99, 209, 285
Прохоров Д.В.	6, 9
Пряхин С.С.	227
Рагимов Р.Н.	36
Реснина Н.Н.	137, 140, 143, 146, 149
Ровба И.А.	27
Родаев В.В.	72
Родионов И.С.	267
Родцевич С.П.	301
Рубаник В.В.	140, 256, 270, 282, 285, 301, 310, 313
Рубаник В.В. мл.	140, 282, 285, 301, 310, 313
Рубанникова Ю.А.	279
Рыклина Е.П.	285
Савельева А.Ю.	143
Самарина А.В.	27
Самолетов В.Г.	256
Свистун А.И.	27, 30
Сенкевич К.С.	87
Сергиенко В.П.	108
Сердюк В.М.	96
Серов М.М.	87
Сибирев А.В.	137
Ситкевич М.В.	21
Скаскевич А.А.	170
Сметанко А.Л.	96
Смирнова М.Н.	184
Соколовская Э.А.	63, 84
Солдатов А.В.	128
Сорока С.А.	125
Степаненко В.Н.	196, 294
Столяров В.В.	215
Сулимов М.А.	158, 161
Табачкова Н.Ю.	259, 276
Телущенко Е.А.	196
Тимашов Р.Б.	137
Титова Л.В.	224
Титовицкий И.А.	96
Толстихина А.Л.	167
Тонкопряд А.Г.	15, 18
Труханова Е.Л.	273
Тюрин А.И.	72, 75, 78
Тявловский А.К.	30
Тявловский К.Л.	27
Ульянова Т.М.	224, 233
Умарова О.З.	87
Умрихин А.В.	72
Урбанович В.С.	252
Ушеренко С.М.	212
Ушеренко Ю.С.	212

Федоров В.А.	3
Федотов Д.Ю.	3
Филиппов В.Г.	203
Филиппов Г.А.	206
Филиппов Д.А.	218
Филонов М.Р.	48, 90, 99
Фролова Н.Ю.	143
Халилова А.А.	36
Хина Б.Б.	190, 243
Ходан Е.П.	174
Цатурянц М.С.	90
Царенко Ю.В.	177, 256
Чевская О.Н.	203, 206
Чухловина Т.В.	131
Шабалов И.П.	206
Шарифзянов В.Г.	212
Шевченко А.А.	224
Шеляков А.В.	140, 230, 276
Шереметьев В.А.	90, 93, 209
Шеховцов О.В.	18
Шилин А.Д.	301
Шилина М.В.	301
Шлома Е.Н.	252
Шуринов Р.В.	15, 18
Шуртаков А.К.	200
Шут В.Н.	69, 167
Щербаков В.Г.	249
Яблонский Г.П.	57
Яздани-Черати Дж. Х.	212
Яковлев А.В.	3
Якубовская С.В.	174
Якушев М.В.	158, 161
Янушкевич К.И.	33, 36, 45
Dilmieva E.T.	298
S.V. von Gratowski	12, 164, 298
Kalashnikov V.S.	298
Kamantsev A.P.	298
Koledov V.V.	12, 164, 298
Koshelev A.V.	298
Kuchin D.S.	298
Larchenko V.V.	298
Los A.S.	298
Mashirov A.V.	298
T. H. Le. Ngo	12
Sampath V.	298
Gil Nonato Santos	12
Serduk V.M.	12
Shavrov V.G.	298
Than Zaw Oo	12
Tamee K.	164
Taskaev S.V.	298
Tun Tun Moe	164
Janairo J.I.	164
Yurapin P.	164

СОДЕРЖАНИЕ

Федоров В.А., Яковлев А.В., Плужникова Т.Н., Березнер А.Д., Федотов Д.Ю. ИЗМЕНЕНИЕ МАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СТЕКОЛ ПОД ВЛИЯНИЕМ ВНЕШНИХ ФАКТОРОВ	3
Коржов В.П., Кийко В.М., Прохоров Д.В. СТРУКТУРА И ЖАРОПРОЧНОСТЬ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ ТВЕРДОФАЗНОГО СПОСОБА ПРИГОТОВЛЕНИЯ	6
Коржов В.П., Кийко В.М., Прохоров Д.В. ПРОЧНОСТЬ, ТРЕЩИНОСТОЙКОСТЬ И МОДУЛИ УПРУГОСТИ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ, НИОБИЯ И МОЛИБДЕНА	9
S.V.von Gratowski, Koledov V.V., Serduk V.M., Than Zaw Oo, T. H. Le. Ngo, Gil Nonato Santos NEW TECHNOLOGY FOR FUNDAMENTAL STUDY OF THE PHYSICAL PROPERTIES OF METAL-OXIDE SINGLE NANOWIRES AND NANOPARTICLES USING MICROSCOPY AND NANOTOOLS BASED ON SHAPE MEMORY ALLOYS	12
Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шуринов Р.В., Дергачева А.В. ОСОБЕННОСТИ РЕЛАКСАЦИОННЫХ ПРОЦЕССОВ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФОЛЬГАХ Cu ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОМ ДЕФОРМИРОВАНИИ	15
Бадиян Е.Е., Тонкопряд А.Г., Шеховцов О.В., Шуринов Р.В. ОПТОЭЛЕКТРОННАЯ МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СУБСТРУКТУРНЫХ И ОРИЕНТАЦИОННЫХ ИЗМЕНЕНИЙ, СОПРОВОЖДАЮЩИХ ПЛАСТИЧЕСКУЮ ДЕФОРМАЦИЮ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ	18
Ситкевич М.В., Дашкевич В.Г. ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ТЕРМОДИФфуЗИОННЫХ БОРИДНЫХ СЛОЕВ В УСЛОВИЯХ ТВЧ НАГРЕВА	21
Макаров С.В., Плотников В.А. ДЕФОРМАЦИОННЫЙ СТРУКТУРНЫЙ ПЕРЕХОД И АКУСТИЧЕСКАЯ ЭМИССИЯ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО НАГРУЖЕНИЯ ТЕХНИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЯ	24
Пантелеев К.В., Кравцевич А.В., Ровба И.А., Свистун А.И., Тявловский К.Л., Самарина А.В., Жарин А.Л. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЛИМЕРОВ НА ОСНОВЕ ЗОНДОВОГО КАРТИРОВАНИЯ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКОГО ПОТЕНЦИАЛА	27
Пантелеев К.В., Тявловский А.К., Гусев О.К., Воробей Р.И., Свистун А.И., Жарин А.Л. ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ МАТЕРИАЛОВ ЦИФРОВЫМ ЗОНДОМ КЕЛЬВИНА	30
Аплеснин С.С., Аплевич А.В., Афиногенов Е.А., Галяс А.И., Демиденко О.Ф., Живулько А.М., Кривченя Д.А., Лапотко П.Ю., Маковецкий Г.И., Наумов Г.Н., Янушкевич К.И. КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ХАЛЬКОГЕНИДНЫХ СИСТЕМ, ПЕРСПЕКТИВНЫХ ДЛЯ ПРАКТИЧЕСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ	33
Рагимов Р.Н., Мамедов И.Х., Галяс А.И., Митюк В.И., Янушкевич К.И., Араслы Д.Г., Халилова А.А. УСЛОВИЯ СИНТЕЗА, КРИСТАЛЛИЧЕСКАЯ СТРУКТУРА И МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА ЭВТЕКТИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА GaSb-CrSb	36
Любимова Ю.В., Кустов С.Б. УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ СВОЙСТВА Cu-AU-ZN СПЛАВОВ С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ	39
Говор Г.А., Вечер А.К., Ларин А.О., Янушкевич К.И. КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАГНИТНО-МЯГКИЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ ЖЕЛЕЗА ASC100.29	42

Говор Г.А., Вечер А.К., Галяс А.И., Гончаров В.С., Василевский С.С. КОМПОЗИТНЫЙ МАТЕРИАЛ ДЛЯ МАГНИТНЫХ ХОЛОДИЛЬНИКОВ НА ОСНОВЕ СПЛАВА $Mn_{0.89}Cr_{0.11}NiGe$	45
Коробкова А.А., Жукова Ю.С., Дубинский С.М., Ияз Ф.М., Филонов М.Р. ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ЦИКЛИЧЕСКОЙ НАГРУЗКИ НА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ СВЕРХУПРУГОГО СПЛАВА $Ti-22Nb-6Zr$ В МОДЕЛЬНОМ ФИЗИОЛОГИЧЕСКОМ РАСТВОРЕ	48
Константинов С.В., Комаров Ф.Ф., Погребняк А.Д., Пилько В.В. ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОФЛЮЕНСНОГО ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ $(TiHfZrVNb)N$	51
Константинов С.В., Комаров Ф.Ф., Погребняк А.Д., Пилько В.В. МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ ПОКРЫТИЙ $(TiHfZrVNb)N$	54
Мудрый А.В., Бородавченко О.М., Живулько В.Д., Асташинский В.М., Кудактин Р.С., Леоненя М.С., Яблонский Г.П. СТРУКТУРНЫЕ И ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ, МОДИФИЦИРОВАННОГО КОМПРЕССИОННЫМ ПЛАЗМЕННЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ	57
Живулько В.Д., Мудрый А.В., Бородавченко О.М. СТРУКТУРНЫЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТОНКИХ ПЛЁНОК СОЕДИНЕНИЯ InN	60
Ахмедова Т.Ш., Пережогин В.Ю., Соколовская Э.А., Кудря А.В. НЕОДНОРОДНЫЕ СТРУКТУРЫ В ИЗНОСОСТОЙКИХ ПОКРЫТИЯХ НА ОСНОВЕ ТВЁРДЫХ СПЛАВОВ И ИХ РАЗРУШЕНИЕ	63
Кочанов А.Н. ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПРИРОДНЫХ ГЕТЕРОГЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ ДИНАМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ	66
Шут В.Н., Мозжаров С.Е., Кашевич И.Ф. ИССЛЕДОВАНИЕ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ И ПРОЦЕССОВ ПОЛЯРИЗАЦИИ КРИСТАЛЛОВ ТГС С ПЛАВНЫМ ГРАДИЕНТОМ КОНЦЕНТРАЦИИ ПРИМЕСИ L-А- АЛАНИНА	69
Тюрин А.И., Жигачев А.О., Умрихин А.В., Родаев В.В., Коренков В.В., Пирожкова Т.С. НОВАЯ НАНОСТРУКТУРИРОВАННАЯ КЕРАМИКА ИЗ БАДДЕЛЕИТА С УЛУЧШЕННЫМИ МЕХАНИЧЕСКИМИ СВОЙСТВАМИ ДЛЯ БИОМЕДИЦИНСКИХ ПРИМЕНЕНИЙ	72
Тюрин А.И., Пирожкова Т.С. ИССЛЕДОВАНИЕ РАЗМЕРНЫХ ЭФФЕКТОВ В КОЭФФИЦИЕНТЕ ТРЕНИЯ ТВЕРДЫХ ТЕЛ В МИКРО- И НАНОШКАЛЕ	75
Головин Ю.И., Тюрин А.И., Пирожкова Т.С. РАЗМЕРНЫЕ ЭФФЕКТЫ В ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВАХ И МИКРОМЕХАНИЗМЫ ЛОКАЛЬНОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ ПРИ НАНО- И МИКРОИНДЕНТИРОВАНИИ	78
Малашенко В.В., Малашенко Т.И., Глазунов А.А., Носов М.А. ВЫСОКОСКОРОСТНАЯ ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВОВ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ЛАЗЕРНЫХ ИМПУЛЬСОВ ВЫСОКОЙ МОЩНОСТИ	81
Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Нго Нгок Ха, Соколовская Э.А., Кудря А.В. ОБ УЧЕТЕ ПРИРОДЫ ОБЪЕКТА ПРИ ВЫБОРЕ АЛГОРИТМОВ ОБРАБОТКИ ИЗОБРАЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ	84
Сенкевич К.С., Серов М.М., Умарова О.З. ПОЛУЧЕНИЕ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ti_2AlNb	87
Кудряшова А.А., Шереметьев В.А., Цатурянц М.С., Дубинский С.М., Галкин С.П., Прокошкин С.Д., Филонов М.Р., Браиловский В. ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИ ОБРАБОТАННОГО СПЛАВА $Ti-18Zr-14Nb$ (В АТ.%) МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ	90

Шереметьев В.А., Кудряшова А.А., Лукашевич К.Е., Ияз Ф.М., Конопацкий А.С., Браиловский В., Прокошкин С.Д. СТАБИЛЬНОСТЬ СТРУКТУРЫ И СВЕРХУПРУГОГО ПОВЕДЕНИЯ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Ti-Zr и Ti-Nb С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ	93
Василевич Л.Н., Говорун Л.В., Сметанко А.Л., Сердюк В.М., Титовицкий И.А. КОНТРОЛЬ И УПРАВЛЕНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИМИ ПАРАМЕТРАМИ КАЧЕСТВА БУМАЖНЫХ МАТЕРИАЛОВ В ПРОЦЕССЕ ПРОИЗВОДСТВА	96
Конопацкий А.С., Жукова Ю.С., Филонов М.Р., Прокошкин С.Д. ВЛИЯНИЕ ТАНТАЛА НА СОДЕРЖАНИЕ ω -ФАЗЫ В СВЕРХУПРУГИХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ	99
Бокова Е.С., Девина Е.А., Коваленко Г.М. КОМПОЗИЦИОННЫЕ РАДИОПОГЛОЩАЮЩИЕ ВОЛОКНИСТО-ПЛЕНОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ	102
Гузилова Л.И., Кардашев Б.К., Печников А.И., Крымов В.М., Николаев В.И. УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЁВ GaN/Al ₂ O ₃	105
Кожушко В.В., Сергиенко В.П. ИЗМЕРЕНИЕ МОДУЛЕЙ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИТОВ ЛАЗЕРНЫМ УЛЬТРАЗВУКОМ	108
Кустов А.И., Мигель И.А. ВЫЯВЛЕНИЕ И ХАРАКТЕРИЗАЦИЯ ДЕФЕКТОВ В МАТЕРИАЛАХ КОНДЕНСИРОВАННОГО СОСТОЯНИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ АКУСТИЧЕСКИХ ВОЛН	111
Желудкевич А.Л., Игнатенко О.В., Гончаров В.С., Коновалова А.В. СИНТЕЗ ПРИ ВОЗДЕЙСТВИИ ВЫСОКИХ ДАВЛЕНИЙ И ТЕМПЕРАТУР СОЕДИНЕНИЯ CuBS ₂	116
Белюсов Н.Н., Варюхин В.Н., Вьюненко Ю.Н. ОСОБЕННОСТИ IN SITU ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В АППАРАТАХ БРИДЖМЕНА	119
Андреева О.А., Майстренко Л.А., Никонова А.В. ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ОБРАБОТКИ КОЖИ	122
Коршунов Ф.П., Огородников Д.А., Сорока С.А., Богатырев Ю.В., Ластовский С.Б. ВЛИЯНИЕ ГАММА-ИЗЛУЧЕНИЯ НА ПАРАМЕТРЫ N-КАНАЛЬНЫХ МОП-ТРАНЗИСТОРОВ С КНИ-СТРУКТУРОЙ	125
Аверкин А.И., Солдатов А.В., Тимашев Р.Б., Гузилова Л.И., Малыгин Г.А., Николаев В.И. ДИАГРАММЫ СЖАТИЯ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ И ПОСЛЕДУЮЩЕЕ ВОССТАНОВЛЕНИЕ ДЕФОРМАЦИИ ПАМЯТИ ФОРМЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ Ni-Fe-Ga-Co	128
Ивлева Л.И., Чухловина Т.В., Кузьмичева Г.М., Болдырев К.Н. ОПТИЧЕСКОЕ ПОГЛОЩЕНИЕ И ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ МОДИФИЦИРОВАННЫХ КРИСТАЛЛОВ Bi ₄ Ge ₃ O ₁₂	131
Макрушина А.Н., Плотников В.А. ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ТОНКИХ ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК Cu\Sn	134
Беляев С.П., Николаев В.И., Реснина Н.Н., Тимашов Р.Б., Сибирев А.В., Аверкин А.И., Газизуллина А.Р. ОСОБЕННОСТИ ЭФФЕКТОВ ПЛАСТИЧНОСТИ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ПАМЯТИ ФОРМЫ В [001] МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА Ni-Fe-Ga	137
Беляев С.П., Рубаник В.В., Реснина Н.Н., Рубаник В.В. мл., Шеляков А.В., Демидова Е.С., Непомнящая В.В. ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ВИБРАЦИЙ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА АМОРФНОГО СПЛАВА TiHfNiCu	140
Глазова Д.И., Беляев С.П., Зельдович В.И., Реснина Н.Н., Пилюгин В.П., Фролова Н.Ю., Савельева А.Ю. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО СПЛАВА TiNi С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ	143

Реснина Н.Н., Беляев С.П., Демидова Е.С., Иванов А.М., Андреев В.А. КИНЕТИКА ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО ПЕРЕХОДА В СПЛАВЕ TiNi	146
Реснина Н.Н., Беляев С.П., Воронков А.В. ВЛИЯНИЕ СОСТАВА НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА ПОРИСТЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ TiNi	149
Дежин В.В., Нечаев В.Н. ФУНКЦИЯ ЛИНЕЙНОГО ОТКЛИКА ВИНТОВОЙ ДИСЛОКАЦИИ ВБЛИЗИ ТОЧКИ СТРУКТУРНОГО ФАЗОВОГО ПЕРЕХОДА	152
Дежин В.В., Нечаев В.Н. ФУНКЦИЯ ЛИНЕЙНОГО ОТКЛИКА ВИНТОВОЙ ДИСЛОКАЦИИ В СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКЕ	155
Бородавченко О.М., Мудрый А.В., Живулько В.Д., Якушев М.В., Сулимов М.А. ОБРАЗОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ СТРУКТУРЫ В ТОНКИХ ПЛЁНКАХ ПРЯМОЗОННЫХ ПОЛУПРОВОДНИКОВ Cu(In,Ga)Se ₂ , ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ ВОДОРОДА	158
Живулько В.Д., Бородавченко О.М., Мудрый А.В., Якушев М.В., Сулимов М.А. СТРУКТУРНЫЕ И ОПТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПРЯМОЗОННОГО СОЕДИНЕНИЯ Cu ₂ ZnSnSe ₄	161
S.V.Von Gratowski, Koledov V.V., Serduk V. M., Yurapin P., Tun Tun Moe, Janairo J.I., Tamee K. NEW PRINCIPLES OF NANOMANIPULATION AND NANOASSEMBLING OF INDIVIDUAL NANOOBJECTS FOR FUNDAMENTAL RESEARCH	164
Толстихина А.Л., Белугина Н.В., Шут В.Н., Мозжаров С.Е., Кашевич И.Ф. ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ДОМЕННОЙ СТРУКТУРЫ НА ГРАНИЦЕ СЛОЕВ КРИСТАЛЛОВ ТГС, ЛЕГИРОВАННЫХ ХРОМОМ	167
Кочерова В.А., Скаскевич А.А., Медведь А.В. РЕСУРСОБЕРЕГАЮЩИЕ ПЛАСТИЧНЫЕ СМАЗКИ ДЛЯ ТЯЖЕЛОНАГРУЖЕННЫХ УЗЛОВ ТРЕНИЯ КАРДАННЫХ ПЕРЕДАЧ	170
Якубовская С.В., Корбит А.А., Ходан Е.П. ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ КАРБИД БОРА–ОКСИД-ПОЛИМЕРНОЕ СВЯЗУЮЩЕЕ	174
Царенко Ю.В., Бобров В.П., Джежора А.А. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССЫ ТОПЛИВА В РЕЗЕРВУАРЕ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЕМКОСТНОГО МЕТОДА	177
Ефремовцев Н.Н., Жаворонко С.Н., Ефремовцев П.Н. ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ЭНЕРГОНАСЫЩЕННЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ ИХ ИСПЫТАНИЙ И ПРОИЗВОДСТВА В ГОРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ	180
Кецко В.А., Смирнова М.Н., Копьева М.А., Береснев Э.Н. МАТЕРИАЛЫ И ПЛЕНОЧНЫЕ СТРУКТУРЫ ДЛЯ МАГНИТОЭЛЕКТРОННЫХ УСТРОЙСТВ	184
Давыдова О.В., Дробышевская Н.Е., Подденежный Е.Н. СИНТЕЗ УЛЬТРАДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ИТТРИЙ-АЛЮМИНИЕВОГО ГРАНАТА, АКТИВИРОВАННОГО ИОНАМИ ЦЕРИЯ В ДВУХСТАДИЙНОМ ПРОЦЕССЕ, С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДЛЯ ГОРЕНИЯ СМЕСИ ТИОКАРБАМИДА И ГМТА	187
Классен Н.В., Кобелев Н.П., Мышляев М.М., Клубович В.В., Кулак М.М., Хина Б.Б. ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ МЕТАЛЛОВ, ДЕФОРМИРУЕМЫХ ОБКАТКОЙ ШАРИКОМ	190
Классен Н.В., Покидов А.П., Кедров В.В. ФОРМИРОВАНИЕ УЛУЧШЕННЫХ СЦИНТИЛЛЯЦИОННЫХ КОМПОЗИТОВ С ПОМОЩЬЮ ЦЕНТРИФУГИ	193
Немцев В.Н., Степаненко В.Н., Телущенко Е.А. ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ МИКРОЭЛЕКТРОНИКИ	196
Шуртаков А.К. ИССЛЕДОВАНИЕ СЛУЖЕБНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 15654 И ЕГО СОЕДИНЕНИЙ В КОНСТРУКЦИЯХ КУЗОВОВ ЖЕЛЕЗНОДОРОЖНЫХ ВАГОНОВ	200

Шабалов И.П., Филиппов В.Г., Великоднев В.Я., Чевская О.Н. ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТПУСКА НА СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ И СОПРОТИВЛЕНИЕ РАЗРУШЕНИЮ СВЕРХНИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЕЙ	203
Мишетьян А.Р., Великоднев В.Я., Шабалов И.П., Филиппов Г.А., Чевская О.Н. ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ НА СОПРОТИВЛЕНИЕ МИКРОДЕФОРМАЦИИ И ХЛАДОСТОЙКОСТЬ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ ТРУБНЫХ СТАЛЕЙ	206
Казакбиев А.М., Шереметьев В.А., Икбаль М.А., Дубинский С.М., Браиловский В., Прокошкин С.Д. ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОНИЦАЕМЫХ ПЕНОМАТЕРИАЛОВ ИЗ СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВОВ Ti-Nb-Zr МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ	209
Яздани-Черати Дж. Х., Шарифзянов В.Г., Ушеренко Ю.С., Ушеренко С.М. ДИНАМИЧЕСКОЕ ЛЕГИРОВАНИЕ СТАЛИ ПОРОШКОВЫМИ СГУСТКАМИ	212
Столяров В.В. ВЛИЯНИЕ КОМБИНАЦИИ ПРОКАТКИ С ИМПУЛЬСНЫМ ТОКОМ И УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$	215
Лалетин В.М., Поддубная Н.Н., Линевич А.В., Филиппов Д.А. ДАТЧИК ЧАСТОТЫ ВРАЩЕНИЯ НА ОСНОВЕ МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ЭФФЕКТА	218
Комаров А.И., Комарова В.И., Искадарова Д.О., Орда Д.В. ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОРШНЕВОГО СПЛАВА АК12М2МГН, КОМПЛЕКСНОМОДИФИЦИРОВАННОГО УНТ И МЕДЬЮ	221
Ильющенко А.Ф., Шевченко А.А., Ульянова Т.М., Овсеенко Л.В., Кашаев Е.А., Титова Л.В. ВЛИЯНИЕ НАНОСТРУКТУРНЫХ НАПОЛНИТЕЛЕЙ НА ДЕФОРМАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОМПОЗИЦИОННОЙ ОКСИДНОЙ КЕРАМИКИ	224
Пряхин С.С., Лесота А.В. МОДЕЛЬНЫЕ ФУНКЦИИ ТЕПЛОСОДЕРЖАНИЯ ДЛЯ НИТИНОЛА	227
Иржак А.В., Коледов В.В., Кучин Д.С., Лега П.В., Орлов А.П., Шеляков А.В. БЫСТРОДЕЙСТВУЮЩИЙ КОМПОЗИТНЫЙ НАНОАКТЮАТОР НА ОСНОВЕ СПЛАВА С ЭПФ Ti_2NiCu	230
Баньковская И.Б., Коновалов А.Н., Ульянова Т.М., Крутько Н.П., Коловертнов Д.В. ВЛИЯНИЕ АКТИВНЫХ МОДИФИКАТОРОВ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СТЕКЛОКЕРАМИЧЕСКОГО ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ КОМПОЗИЦИИ $Si-B_4C-ZrV_2$	233
Новиков М.Ю., Косинов Д.А., Комиссарова И.А., Коновалов С.В., Громов В.Е. АНАЛИЗ ВЛИЯНИЯ ИМПУЛЬСНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ТОКА НА СТРУКТУРУ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПРИ УСТАЛОСТИ	237
Мерсон Д.Л., Мерсон Е.Д., Данилов В.А. УНИКАЛЬНЫЕ ВОЗМОЖНОСТИ КОНФОКАЛЬНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ РЕШЕНИЯ ЗАДАЧ ФИЗИЧЕСКОГО МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ	240
Клубович В.В., Кулак М.М., Хина Б.Б. ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКА НА СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ БОРИДОВ ТИТАНА В СВС ПРОЦЕССЕ	243
Ануфрик С.С., Валько Н.Г., Лукашик О.А., Иванов А.Ю., Васильев С.В., Белаш В.А. МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ЗАЩИТНЫХ СПЛАВОВ ЦИНКА ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ	246
Константинов В.М., Щербаков В.Г. ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ДИФфуЗИОННОГО БОРИРОВАНИЯ НА МАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ	249

Урбанович В.С., Маликина Т.Д., Лавыш Е.О., Карась С.М., Шлома Е.Н. ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СМЕННЫХ НЕПЕРЕТАЧИВАЕМЫХ ПЛАСТИН С НАПАЙНЫМИ РЕЖУЩИМИ ЭЛЕМЕНТАМИ ИЗ СВЕРХТВЕРДОЙ НИТРИДНОЙ КЕРАМИКИ	252
Рубаник В.В., Царенко Ю.В., Рубаник В.В.мл., Ворошилов И.В., Самолетов В.Г. ДЕФОРМАЦИЯ СПЛАВОВ С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ С ВОЗДЕЙСТВИЕМ УЛЬТРАЗВУКА И ИМПУЛЬСНОГО ТОКА	256
Кулебякин А.В., Алисин В.В., Борик М.А., Ломонова Е.Е., Милович Ф.О., Мызина В.А., Табачкова Н.Ю. ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КРИСТАЛЛОВ НА ОСНОВЕ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ	259
Крылов А.А. ВЛИЯНИЕ ДОПИРУЮЩИХ АНИОНОВ НА ЭЛЕКТРОМЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛИАНИЛИНА	262
Комаров А.И., Комарова В.И. ВЛИЯНИЕ УГЛЕРОДНЫХ НАНОЧАСТИЦ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ОКСИДОКЕРАМИЧЕСКИХ ПОКРЫТИЙ НА СИЛУМИНАХ С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ КРЕМНИЯ	264
Батурин А.А., Лотков А.И., Гришков В.Н., Родионов И.С. ВЛИЯНИЕ ВЫЛЁЖИВАНИЯ НАВОДОРОЖЕННЫХ ОБРАЗЦОВ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ДВОЙНЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА	267
Рубаник В.В., Луцко В.Ф., Басов Ю.А., Попова О.С. ПЕРЕНОСНОЙ АППАРАТ ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ ПОЛИМЕРОВ	270
Гурецкий С.А, Колесова И.М., Труханова Е.Л., Курильчик С.В., Дернович О.П., Кисель В.Э., Кулешов Н.В. РОСТ И СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ СЛОЕВ $\text{Er:KGd}_x\text{Yb}_y\text{Y}_{(1-x-y)}(\text{WO}_4)_2$ ДЛЯ ЛАЗЕРНЫХ ПРИМЕНЕНИЙ	273
Иржак А.В., Коледов В.В., Касьянов Н.Н., Кучин Д.С., Лега П.В., Орлов А.П., Табачкова Н.Ю., Шеляков А.В. МАРТЕНСИТНЫЙ ТЕРМОУПРУГИЙ ПЕРЕХОД В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ И ТОЛЩИНЫ	276
Кормышев В.Е., Иванов Ю.Ф., Громов В.Е., Коновалов С.В., Глезер А.М., Рубаникова Ю.А. СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ И СВОЙСТВА ИЗНОСОСТОЙКИХ НАПЛАВОК НА КОНСТРУКЦИОННУЮ СТАЛЬ	279
Рубаник В.В., Рубаник В.В. мл., Багрец Д.А., Дородейко В.Г. ПОЛУЧЕНИЕ БАРЬЕРНЫХ TiN ПОКРЫТИЙ НА ИЗДЕЛИЯХ МЕДИЦИНСКОГО НАЗНАЧЕНИЯ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА	282
Рубаник В.В., Прокошкин С.Д., Рубаник В.В. мл., Милюкина С.Н., Рыклина Е.П. ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА TiNi С РАЗЛИЧНОЙ МИКРОСТРУКТУРОЙ	285
Баев А.Р., Майоров А.Л., Захаренко В.В., Асадчая М.В. ОСОБЕННОСТИ РАССЕЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВЫХ ВОЛН ОТ КУСОЧНО-НЕОДНОРОДНОЙ ГРАНИЦЫ	288
Землякова Н.В. НЕОДНОРОДНОСТЬ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГОРЯЧЕКАТАННОЙ МЕДИ М1 ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОЙ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ	291
Быченко В.С., Степаненко В.Н., Быченко Д.С. МАТЕРИАЛ ДЛЯ СНИЖЕНИЯ РАДИОЛОКАЦИОННОЙ ЗАМЕТНОСТИ ЛЕТАТЕЛЬНЫХ АППАРАТОВ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ СТРУКТУР	294

<p>Koledov V.V., Kamantsev A.P., Kalashnikov V.S., Koshelev A.V., Dilmieva E.T., Los A.S., Mashirov A.V., Kuchin D.S., Larchenko V.V., Taskaev S.V., Sampath V., S.V. vonGratowski, Shavrov V.G. IRON-CONTAINING SUPERELASTIC ALLOYS FOR SUPERSTABLE AND EARTHQUAKE-RESISTANT STRUTURAL DESIGN</p>	298
<p>Рубаник В.В., Шилин А.Д., Белоус Н.Х., Родцевич С.П., Рубаник В.В. мл., Шилина М.В. ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ШУНГИТА НА СВОЙСТВА МЕЛКОЗЕРНИСТЫХ ПЛАСТИФИЦИРОВАННЫХ ПОРТЛАНДЦЕМЕНТНЫХ БЕТОНОВ</p>	301
<p>Волочко А.Т., Гусаров С.В., Марков Г.В., Асташинская М.В. ИССЛЕДОВАНИЕ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ Zr-Ti-Cu-N ПУТЁМ ВОЗДЕЙСТВИЯ НА НИХ ИОННЫХ ПОТОКОВ</p>	304
<p>Гордиенко А.И., Поболь И.Л., Дробов А.Н. ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И РАСПРЕДЕЛЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ В ТИТАНЕ ПОСЛЕ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ</p>	307
<p>Рубаник В.В., Лесота А.В., Рубаник В.В. мл. ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ TiNi СПЛАВА НА ВЕЛИЧИНУ ТЕРМОКИНЕТИЧЕСКОЙ ЭДС</p>	310
<p>Рубаник В.В., Волочко А.Т., Марков Г.В., Рубаник В.В. мл., Багрец Д.А., Милюкина С.Н., Легкоступов С.А. НАНЕСЕНИЕ Ag-ПОКРЫТИЙ ДЛЯ ЗАЩИТЫ ПОВЕРХНОСТИ ПРОВОЛОЧНЫХ TiNi СТЕНТОВ</p>	313

Научное издание

Международный симпозиум
«ПЕРСПЕКТИВНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ»

Сборник материалов

22 – 26мая 2017 года
Витебск, Беларусь

Под редакцией члена-корреспондента НАН Беларуси В.В. Рубаника

Оформление и компьютерная верстка Баган А.В.



ОБОРУДОВАНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОПРЕССОВКИ РЕЗИНОТЕХНИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ

Легкая промышленность

ПРЕДНАЗНАЧЕНО ДЛЯ:

утонения и предохранения от распускания (расслоения)
среза обувной резишки после ее нарезки.



ПРЕИМУЩЕСТВА:



- повышение производительности процесса опрессовки в 2-3 раза;
- снижение энергозатрат в 8-10 раз;
- исключение прилипания материала к поверхности инструмента;
- равномерное оплавление по периметру и толщине обувной резишки;
- экологическая безопасность

УСТАНОВКА ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ТИСНЕНИЯ



ПРЕДНАЗНАЧЕНА ДЛЯ:

ультразвукового тиснения по коже, тканым и нетканым материалам: искусственная кожа, текстильные ткани, содержащие не менее 50% синтетических волокон, и другим термопластичным полимерным материалам.



ПРЕИМУЩЕСТВА:

- оперативность;
- не требуется предварительного разогрева клише;
- запуск и остановка ультразвукового пресса в любое время;
- экономия электроэнергии до 90% по сравнению с обычными установками

Брендирование сувенирной продукции:

ежедневники, еженедельники,
телефонные книги, визитницы,
портмоне и другие изделия из кожи и кожзама.
Тиснение узоров, логотипов,
аббревиатур на элементах одежды, обуви.

НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Людникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь
Тел./факс: +375-212-55-39-53
Эл. почта: info@itanas.by, ita@vitebsk.by, сайт: <http://www.itanas.by>



**Национальная академия наук
Беларуси**



Институт технической акустики НАН Беларуси

ПЕРЕНОСНОЙ АППАРАТ ДЛЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ СВАРКИ ПОЛИМЕРОВ

Машиностроение
Агропромышленный комплекс
Легкая промышленность



ПРЕДНАЗНАЧЕН ДЛЯ:

- ультразвуковой сварки деталей из полимеров, в том числе крупногабаритных;
- сварки деталей, расположенных в труднодоступных местах;
- заклепывания и точечной спайки;
- спайки полимерной ленты в конвейерных системах

ПРЕИМУЩЕСТВА:

- высокая скорость сварки;
- легкость и транспортабельность аппарата;
- экологическая безопасность

УЛЬТРАЗВУКОВОЙ АППАРАТ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ЖИДКИХ СРЕД

НАЗНАЧЕНИЕ:

- диспергирование;
- эмульгирование;
- растворение;
- гомогенизация;
- пропитка

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ:

Фармацевтика
Косметическое производство
Пищевая промышленность
Винодельческое производство
Химическая промышленность



УЛЬТРАЗВУКОВАЯ РЕЗКА

НАЗНАЧЕНИЕ:

- резка полотна автомобильных шин,
полимерных и других материалов



НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Людникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь
Тел./факс: +375-212-55-39-53
Эл. почта: info@itanas.by, ita@vitebsk.by, сайт: <http://www.itanas.by>



Национальная академия наук
Беларуси



Институт технической акустики НАН Беларуси

СТАНОК ДОВОДКИ ВОЛОК

Кабельное и метизное производство

Станок предназначен для алмазно-абразивной доводки волок из сверхтвердых материалов: природный и синтетический алмаз, твердые сплавы.



Доводка производится притиром – проволокой или жгутом с подачей в зону обработки абразивной суспензии.

Широкий диапазон обрабатываемых диаметров от 0,05 мм до 8,0 мм достигается путем использования сменных механизмов зажима и натяжения притира.

Станок может быть укомплектован реле времени типа ВС-33, 0,2-60 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И ТЕХНОЛОГИЯ РЕМОНТА ЛАЗЕРНЫХ ДАЛЬНОМЕРОВ

Авиаремонтные предприятия

Назначение: герметичная установка (замена) активного элемента и лампы накачки в лазерные дальномеры.

ПРЕИМУЩЕСТВА:

- процесс полностью автоматизирован;
- время запрессовки – 30 мин



НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Лядникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь
Тел./факс: +375-212-55-39-53
Эл. почта: info@itanas.by, ita@vitebsk.by, сайт: <http://www.itanas.by>



**Национальная академия наук
Беларуси**



Институт технической акустики НАН Беларуси

АВТОМАТИЗИРОВАННАЯ СИСТЕМА УЧЕТА ДВИЖЕНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СЧЕТЧИКОВ (АСУДЭС)

Топливо-энергетический комплекс

АСУДЭС предназначена для учета счетчиков и ведения документооборота по современным стандартам. Обеспечивает высокую достоверность данных и сведение «человеческого фактора» к минимуму, повышает производительность труда, создает информационную базу для использования технологии штрих-кодирования в автоматизации прочих сфер деятельности предприятия.

ОБЕСПЕЧИВАЕТ:

- распознавание технологически значимой информации в производственном цикле прибора учета;
- создание и распознавание штрих-кодовой информации;
- отображение производственного движения счетчика в базе данных;
- отображение и печать отчетной и сопроводительной документации в производственном цикле прибора учета



Система может быть легко адаптирована для контроля за приборами учета в таких отраслях экономики, как жилищно-коммунальное хозяйство, транспорт и др.

Автоматизированное рабочее место работника цеха, осуществляющего съем показаний приборов учета с помощью системы «Техническое зрение».

КОМПЛЕКС ДЛЯ КОММЕРЧЕСКОГО УЧЕТА НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВЕРТИКАЛЬНЫХ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ РЕЗЕРВУАРАХ

Химическая и нефтегазовая промышленность

ОБЕСПЕЧИВАЕТ:

- непрерывный контроль массы мазута в резервуаре;
- определение расхода мазута при сжигании или отпуске;
- измерение температуры мазута;
- определение массы «мертвого остатка» мазута;
- определение уровня;



- длительное хранение и математическую обработку результатов измерения (ведения статистического учета);
- сигнализацию по уставкам;
- передачу данных на ПЭВМ и на сервер данных SQL;
- коммутацию силовых цепей по внутренним и внешним командам

НАШИ КОНТАКТЫ

пр-т Генерала Лядникова, 13, 210023, г. Витебск, Республика Беларусь
Тел./факс: +375-212-55-39-53
Эл. почта: info@itanas.by, ita@vitebsk.by, сайт: http://www.itanas.by