# Тезисы лекций и устных докладов

#### В.М.ЧЕРНОВ

AO «ВНИИНМ», НИЯУ МИФИ, Москва, Россия, E-mail: VMChernov@bochvar.ru

# МАЛОАКТИВИРУЕМЫЕ КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ – СОСТАВЫ, СТРУКТУРА, СВОЙСТВА «ДОВ ПРОЦЕССЕ-ПОСЛЕ» ВЫСОКОДОЗНОГО ОБЛУЧЕНИЯ В ЯДЕРНЫХ (БЫСТРЫХ) И ТЕРМОЯДЕРНЫХ РЕАКТОРАХ.

Конструкционные материалы (КМ) определяют режимы, длительности и эффективности топливных кампаний (ТК) и ядерного топливного цикла (ЯТЦ) быстрых (БР) и термоядерных (ТЯР) реакторов. Для созданных БР-ІІІ (Открытый ЯТЦ: БН-600, БН-800) и проектируемых демонстрационных ТЯР (ДЕМО-ТЯР) определены требования для ТК (длительности до 3 годов) и КМ-ІІІ (работоспособность до 100 сна, жаропрочность до 700 С). Для БР-IV (Замкнутый ЯТЦ: БРЕСТ-ОД-300, БН-1200, БР-1200) и ТЯР определены требования для ТК (длительности 5+ годов) и КМ-IV (работоспособность 200+ сна, жаропрочность 700+ С). В перспективе должен быть создан Полный Замкнутый ЯТЦ (ПЗЯТЦ: переработка и использование облучённых топлива и КМ). Конструкции БР и ТЯР определяют требования на прочность и длительные свойства (допустимые деформации) КМ-III-IV (для БР-ІІІ: распухание ≤ 15%, деформация ≤5%). Созданные для БР-ІІІ (планируемые для БР-IV) КМ-III (ауст. и фер.-мар. Cr-Ni стали) являются сильно-длительно радиоактивными и не полностью удовлетворяют требованиям БР-III, являющихся предельными для сталей.

Малоактивируемые КМ (МАКМ) перспективны для БР-IV (ЗЯТЦ) и безальтернативны для ТЯР и БР-IV (ПЗЯТЦ). Радиационная (ядерная) эволюция составов, структур и свойств КМ различна в БР и ТЯР (различия  $(n-\gamma)$ -спектров).

Структуры и свойства (МА)КМ при низких и высоких температурах формируются различными механизмами. Факторы упрочнения при низких температурах могут быть факторами разупрочнения при высоких температурах. Исходная термо-механическая обработка (МА)КМ (структурно-фазовая модификация, повышение прочности) не является фактором, повышающим жаропрочность. Управляющими параметрами формирования структур и свойств КМ являются композиционные составы, межатомные взаимодействия (упругие модули), твёрдорастворные концентрации элементов, размеры и плотность фазовых частиц, внутренние напряжения, температура плавления. Формирование состояния хладноломкости КМ определяют соотношения критических напряжений деформационного двойникования, сдвига и разрыва (возможность управления уровнем хладноломкости).

Структуры и свойства разномасштабных образцов (микро-макро) различны. Для конструкций требуется знание структур и свойств материалов (макро-уровень, синергетика, макро-модели), но не всё можно определитьобъяснить на микро-уровне (микро-образцах-структурах-дефектах-моделях). Для таких макро-целей (создание KM-IV) необходимы дополнительные макро-структурные методы (нейтронные, синхротронные, релаксационные).

Состояния, структуры и свойства (MA)КМ-III-IV в условиях «до-после» (квазиравновесные термодинамические состояния) и «в процессе» (динамические неравновесные открытые системы) реакторного облучения существенно различны. Возникающие в (MA)КМ-III-IV «в процессе» (n-γ)-облучения изменения межатомных взаимодействий (ионизация атомов, изменение электронной плотности), дальнодействующие динамические упругие поля от радиационных дефектов («образование-гибель», радиационная «тряска») изменяют состояние структур и свойства (разупрочнение, релаксация) КМ. Управляющими параметрами формирования радиационных структур и свойств КМ являются композиционные составы, энергетика (подвижность) дефектов, температура, напряжения (внутренние), спектральность и интенсивность (n-y)-облучения. Возникающая в КМ (хладноломких «до-после» облучения) «в процессе» облучения радиационная ползучесть (при отсутствии тепловой ползучести) подавляет формирование низкотемпературного радиационного охрупчивания (нет хладноломкости). В значительной мере радиационное формирование структуры (дислокационные петли, дислокации, поры, распухание) определяется значениями энергии дефекта упаковки (ЭДУ) КМ. При малых ЭДУ зарождаются вакансионные комплексы и преимущественно формируется радиационная пористость. При больших ЭДУ зарождаются радиационные дислокационные петли и преимущественно формируется радиационная дислокационная структура (дислокационная сетка, нет распухания).

Радиационные (ядерные) изменения составов, структур, концентраций и типов дефектов, и, как следствие, формирование свойств (МА)КМ в начальных (<100 сна) и высокодозных (>100 сна) периодах реакторного облучения различны. В начальных (инкубационных) периодах облучения (<100 сна) происходит перестройка (деградация) исходных и динамическое (кинетическое) формирование новых специфических радиационных дефектов, структур и свойств (МА)КМ в зависимости от условий (n- $\gamma$ )-облучения (интенсивность, доза, температура). К концу инкубационных периодов формируются (на фоне деградирующих исходных) новые специфические высокодозные дефекты и структуры, в значительной мере упорядочные и мало зависящие от исходных дефектов и микроструктур и определяющие эволюцию высокодозных свойств (МА)КМ до предельных (критических) значений (длительностей ТК).

Рассмотрены составы, структуры, свойства (ядерно-физические, механические, охрупчивание, хладноломкость, распухание) созданных и разрабатываемых МАКМ-III-IV (фер.-март. и ауст. стали, сплавы ванадия) и механизмы (модели) их изменений (формирования) в условиях «до-в процессе-после» облучения в БР-III-IV, ДЕМО-ТЯР и ТЯР. Созданные МАКМ-III типа фер.-март. стали ЭК-181 (Fe-12Cr-2W-V-Та), сплава V-4Ti-4Cr и ауст. Cr-Mn стали (Fe-15Cr-20Mn-C) удовлетворяют требованиям БР-III и ДЕМО-ТЯР. Для БР-IV и ТЯР требуются (МА)КМ-IV нового поколения с более высокими свойствами, чем (МА)КМ-III, и созданными на основе будущего знания механизмов формирования высокодозных динамических структур и свойств (высокодозного материаловедения, >100 сна) и различий условий облучения в БР-IV и ТЯР. Использование сталей как (МА)КМ-IV проблематично (высокая степень риска). Перспективными МАКМ-IV для БР-IV и ТЯР являются многокомпонентные малоактивируемые сплавы тугоплавких металлов (V-Ti-Cr, V-Cr-Ta-Zr, др.).

#### В.М. ТРОЯНОВ, Р.Ш. АСХАДУЛЛИН

AO «ГНЦ РФ – ФЭИ», г. Обнинск Калужской обл., Россия E-mail: vmtroyanov@ippe.ru

# ОБЕСПЕЧЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ В ТЯЖЁЛЫХ ЖИДКОМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ТЕПЛОНОСИТЕЛЯХ (СВИНЕЦ, СВИНЕЦ-ВИСМУТ) С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УСТРОЙСТВ УПРАВЛЯЕМОЙ ПОДПИТКИ ТЖМТ РАСТВОРЁННЫМ КИСЛОРОДОМ

Тяжелые жидкометаллические теплоносители (свинец, свинец-висмут) (ТЖМТ) оказывают коррозионно-активное воздействие на конструкционные материалы реакторных установок (РУ) и исследовательских стендов и могут применяться в циркуляционных неизотермических контурах из сталей только при наличии на поверхностях последних защитных оксидных покрытий. Покрытия же эти формируются и присутствуют на сталях только при строго заданных диапазонах значений концентраций растворенного в расплавах кислорода. При меньших или больших концентрациях защитные покрытия разрушаются соответственно вследствие диссоциации или чрезмерного увеличения их толщины и рыхлости. Положение осложняется еще тем, что однократно сформированное защитное покрытие не может предотвратить коррозионноэрозионное разрушение сталей в течение всего срока эксплуатации РУ, так как для герметичных неизотермических циркуляционных контуров с ТЖМТ характерно естественное раскисление теплоносителя (самопроизвольное снижение содержания растворенного в нем кислорода) вплоть до достижения состояния, при котором начинается диссоциация защитных покрытий и развитие коррозионно-эрозионных процессов разрушения сталей. Данное явление обусловлено диффузией основных компонентов конструкционных сталей, главным образом железа, из матрицы стали на внешнюю поверхность покрытия и далее в объем теплоносителя. Диффундирующие компоненты обладают большим сродством к кислороду, чем теплоноситель. Поэтому они взаимодействуют с растворенным кислородом, образуя твердые оксиды. При этом содержание кислорода в ТЖМТ уменьшается (т.е. реализуется процесс раскисления теплоносителя). Темп и глубина раскисления тяжелого жидкометаллического теплоносителя определяются температурным режимом контура, составом и величиной поверхностей используемых конструкционных сталей и т.д.

Для поддержания содержания растворенного кислорода в ТЖМТ на уровне, обеспечивающем формирование на сталях контура защитных оксидных покрытий и их сохранение при эксплуатации, необходимы непре-

рывный контроль содержания кислорода, растворенного в тяжелом жидкометаллическом теплоносителе, и регулируемая подпитка ТЖМТ растворенным кислородом.

В связи с изложенным выше явилось весьма актуальным экспериментально-расчетное обоснование возможности регулирования содержания (ТДА) примеси растворенного кислорода в свинцовом и свинцово-висмутовом теплоносителях реакторных установок нового поколения, российских и зарубежных исследовательских стендов (установок) методом и средствами управляемого растворения твердофазного оксида свинца (массообменными аппаратами). Указанная разработка АО «ГНЦ РФ – ФЭИ» позволяет более эффективно решать основные задачи технологии тяжелого теплоносителя:

- 1) обеспечение чистоты теплоносителя и поверхностей его циркуляционного контура для поддержания проектных теплогидравлических характеристик установки при длительных ресурсах работы;
- 2) предотвращение коррозии и эрозии конструкционных материалов при длительных ресурсах работы установки.

### <u>П. Н. ИВАНОВ<sup>1</sup></u>, Б. А. ТАРАСОВ<sup>1</sup>, М. С. ТАРАСОВА<sup>2</sup>

<sup>1</sup> АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. А. А. Бочвара», г. Москва, Россия <sup>2</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва. Россия

E-mail: PeNiIvanov@bochvar.ru

### ИНТЕНСИФИКАЦИЯ ПРОЦЕССА СПЕКАНИЯ СНУП ТОПЛИВА ПУТЕМ ВВЕДЕНИЯ МИКРОЛЕГИРУЮЩЕЙ ДОБАВКИ

Смешанное нитридное уран-плутониевое (СНУП) топливо перспективно для быстрых реакторов, однако характеризуется более высокой температурой спекания и пониженной ползучестью, что повышает нагрузку на печное оборудование и риск повреждений оболочек при эксплуатации, а также делает крайне проблематичной задачу получения высокоплотных образцов СНУП-топлива (более 13 г/см<sup>3</sup>).

Для уменьшения температуры спекания, увеличения ползучести и повышения плотности СНУП-топлива предлагается вводить оксидные легкоплавкие микролегирующие добавки в состав шихты перед гомогенизацией в аппарате вихревого слоя (ABC) в количестве 0,5% по массе.

Добавка переводит спекание в жидкофазный режим; при 1750—1850 °C формируется межзерновая жидкая фаза, образование которой, в свою очередь, ведет к ускорению диффузионных и массобменных процессов в таблетках, что в конечном итоге приводит к интенсификации спекания и увеличению высокотемпературной ползучести топлива из-за эффекта «скольжения» зерен под нагрузкой.

В АО «ВНИИНМ» были получены таблетки с оксидными микролегирующими добавками в рамках работ по экспериментальной сборке ОС-5 с жидкометаллическим теплоносителем, для которой изготовлены образцы СНУП-топлива с плотностью 13,3–13,6 г/см³ (92–95% от теоретической).

При испытаниях высокотемпературной ползучести при одинаковых нагрузке и температуре ползучесть микролегированных образцов выросла в среднем на порядок, что свидетельствует о возникновении эффектов на границах зерен, уменьшающих механическую жесткость таблеток.

Полученные результаты микролегирования таблеток в дальнейшем могут существенно сократить издержки на производство нитридного топлива.

### <u>В.В. ЛИХАНСКИЙ 1,2</u>, Н.Н. ЕЛКИН 1, В.Г. ЗБОРОВСКИЙ 1,2, К.Е. УЛЫБЫШЕВ 1,2

<sup>1</sup> НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия <sup>2</sup>Физический институт имени П.Н. Лебедева РАН, Троицкое обособленное подразделение, Троицк, Москва, Россия E-mail: Likhanskiy\_VV@nrcki.ru

### РАЗВИТИЕ ФИЗИЧЕСКОЙ ИНТЕГРАЛЬНОЙ МОДЕЛИ ДЛЯ ОПИСАНИЯ ЭВОЛЮЦИИ ПОРИСТОСТИ В ОКСИДНОМ ЯДЕРНОМ ТОПЛИВЕ ПРИ РЕАКТОРНОМ ОБЛУЧЕНИИ

Механические и теплофизические характеристики ядерного топлива в зависимости от температуры во многом определяют условия безопасной эксплуатации энергетического реактора [1]. Наряду с микроструктурными параметрами поликристаллического топлива на основе диоксида урана важную роль играют характеристики пористости топлива и выход газовых продуктов деления (ГПД) из топлива под оболочку топливных элементов. В работе рассмотрены процессы, определяющие эволюцию параметров пузырьковых структур в диоксидном урановом топливе при условиях эксплуатации в легководных ядерных реакторах. Развитые модели описывают стадии зарождения внутризеренных и межзеренных пузырьков, эволюцию их размеров и концентрацию с ростом выгорания топлива. При моделировании учитываются процессы термической и радиационно-стимулированной диффузии, процессы взаимодействия осколков деления ядер тяжелых элементов с газонаполненными пузырьками. Учитываются эффекты формирования мелкоразмерных нано-пузырьков в каскадах смещений («шпорах»), создаваемых осколками делений и вторично выбитыми атомами кристаллической решетки, а также разбиение нано-пузырьков заряженными частицами с высокой энергией. На основе статистического подхода, использующего метод Монте-Карло, рассмотрен механизм коагуляции нанопузырьков с формированием достаточно крупных внутризеренных и межзеренных пузырьков. Применение теории радиационного выбивания атомов ГПД из пузырьков позволило описать процессы роста пузырьков и их коалесценцию, приводящую к формированию пузырьков микронного размера. Развитая модель описывает зависимости параметров внутризеренных и межзеренных пузырьковых структур от концентрации растворенных атомов ГПД в кристаллах топлива, размера топливных зерен, температуры топлива, удельной частоты деления и от величины сжимающих механических напряжений. Выполнена верификация моделей на опубликованных экспериментальных данных [2]. Создаваемый расчетный модуль позволит обосновывать условия безопасной эксплуатации твэлов легководных реакторов типа BBЭР и PWR при его включении в расчетный код РТОП-СХ [3].

С.В. Павлов, Параметры и характеристики ядерного топлива водо-водяных энергетических реакторов после эксплуатации, ДИТИ – 2025.

D. Baron // Workshop on HBS modelling, Karlsruhe, 2004.

T. Aliev, et al. // Proceedings of the 12-th Int. Conf. "WWER Fuel: Performance, Modeling and Experimental Support", 2017, Bulgaria, 381-386.

### М.И. ПЕТРОВ, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ, Р.А. ИЛЬЯСОВ, В.А. ФЕСЕНКО

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: MIPetrov@mephi.ru

### СТРУКТУРА И СВОЙСТВА НАВОДОРОЖЕННЫХ ТРУБ ИЗ ОТЕЧЕСТВЕННЫХ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ И ИХ ВЛИЯ-НИЕ НА ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ

Перспектива длительного сухого хранения отработанного ядерного топлива и тенденция к увеличению его выгорания предъявляют повышенные требования к стойкости труб из циркониевых сплавов к водородной деградации. Ключевую роль играют морфология и ориентация гидридной фазы, а также текстура α-Zr, в совокупности определяющие переход к хрупкому поведению и повышающие риск разрушения [1]. Целью работы является установление закономерностей эволюции структуры труб из отечественных Zr-сплавов при насыщении водородом и выявление влияния ориентации гидридов на пластичность наводороженного циркониевого сплава и характер его разрушения.

В работе показано, что увеличение содержания водорода до  $\sim$ 600–700 wppm сопровождается монотонным ростом доли радиально ориентированных гидридов [2]. Это может быть связано с развитием радиальных сжимающих напряжений при формировании первичных тангенциально ориентированных гидридов. Одновременно фиксируется изменение кристаллографической текстуры  $\alpha$ -Zr: в сплаве  $\Rightarrow$ 110 базисные нормали переориентируются из окружного и осевого направлений в радиальное, тогда как для  $\Rightarrow$ 635  $\Rightarrow$ 4фект выражен значительно слабее. Сопутствующее снижение параметра  $\alpha$ 7 с ростом содержания водорода свидетельствует об активизации двойникования с частичной релаксацией локальных напряжений в матрице сплава  $\Rightarrow$ 110.

Текстурный анализ  $\alpha$ -Zr матрицы и  $\delta$ -гидридной фазы по данным синхротронной дифракции подтверждает выполнение между ними ориентационного соотношения  $(0001)_{\alpha} \parallel \{111\}_{\delta}$ . Наличие в Э110 частично осевой компоненты  $\langle 112 \rangle$   $\delta$ -текстуры объясняется эволюцией текстуры  $\alpha$ -матрицы за счёт двойникования по системам  $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$  и  $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2 \rangle$ , ориентирующего базисные нормали в направлении радиальных сжимающих напряжений.

Разработана методика количественной оценки фрактографических снимков поверхностей разрушения колец, растянутых в окружном направлении [3]. Разработаны свёрточный нейронные сети для решения двух видов задач: регрессии для определения доли хрупкой компоненты излома и сегментации для нахождения хрупких компонентов на снимке. Точность

обученных нейросетей составила 98,2 % и 96,4 % соответственно. Доля хрупкой составляющей (фасетки скола/квазискола, зоны образования вторичных трещин), оцениваемая с использованием свёрточной нейронной сети, показывает устойчивую корреляцию с ориентацией гидридов: области малых  $F_n$  (доля радиально ориентированных гидридов) соответствуют вязкому поведению, высокие  $F_n$  — хрупкому. Выделена пороговая область  $F_n \approx 0.20$ —0.35, в которой наблюдается резкий переход от вязкого характера разрушения к хрупкому. Разработанная методика позволяет однозначно определить характер разрушения для подавляющего большинства образцов по доле хрупкой компоненты на поверхности излома: 0—0.3 — вязкое разрушение, 0.3—0.7 — смешанное, 0.7—1 — хрупкое. Предложенная методика автоматизации оценки характера разрушения снижает субъективность фрактографического анализа и повышает чувствительность к микроструктурным изменениям, связанным с ориентацией гидридов.

При проведении работ были использованы ресурсы высокопроизводительного вычислительного центра НИЯУ МИФИ.

Исследования рентгеновской дифракции выполнены с использованием уникальной научной установки «Курчатовский источник синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов» НИЦ «Курчатовский институт».

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 24-79-10289, https://rscf.ru/project/24-79-10289/)

- 1. Plyasov A.A. et al. // Physics of Atomic Nuclei, 2022, Vol. 85, No. 11, pp. 10–17
- 2. Isaenkova M.G. et al. // Non-ferrous Metals. 2023. No. 1. pp. 41–48
- 3. Petrov M.I. et al. // Letters on Materials. 2025, v.15, Issue 1, pp. 49-54

# <u>Т.Н. АЛИЕВ<sup>1,2</sup>, В.Г. ЗБОРОВСКИЙ<sup>1,2</sup>, В.В. ЛИХАНСКИЙ<sup>1,2</sup>, Н.Н. ЕЛКИН<sup>1</sup>, О.О. ЗАБУСОВ<sup>1</sup>, Р.А. КУРСКИЙ<sup>1</sup>, А.В. РОЖКОВ<sup>1</sup></u>

<sup>1</sup> НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия <sup>2</sup>Физический институт имени П.Н. Лебедева РАН, Троицкое обособленное подразделение, Троицк, Москва, Россия E-mail: Aliev TN@nrcki.ru

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ОРИЕНТАЦИИ И СВЯЗНОСТИ РАДИАЛЬНЫХ ГИДРИДОВ С ПОМОЩЬЮ МОДУЛЯ «ГИДРАД-2»

Задача обоснования механических свойств оболочек твэлов возникает на всех этапах обращения с ядерным топливом и, в частности, на этапе операций сухого хранения ОЯТ. Известно, что охлаждение ниже точки преципитации гидридов, сопровождающееся достаточно высокими растягивающими окружными напряжениями в оболочке твэла, приводит к радиальнопродольной ориентации выпадающих гидридов. Средняя длина гидрида увеличивается с понижением скорости охлаждения. Длинный радиальный гидрид или несколько расположенных достаточно близко гидридов служат путем распространения хрупкой трещины в механических испытаниях оболочек. Нахождение длинного кластера из близко расположенных радиальных гидридов в области пластической деформации образца является ситуацией, требующей статистической оценки, исходя из размера и напряженно-деформированного состояния в данной области образца, ориентации гидридов, их концентрации и их средней длины. Установлен критерий для оценки расстояния близости гидридов, при котором их можно рассматривать в качестве единого кластера. Этот критерий определяется условием переноса разрушения с одного разрушенного гидрида на другой в испытаниях на разрыв.

В докладе представлены расчетно-теоретические модели «ГИДРАД-2», используемые для определения доли водорода в радиальных гидридах, концентрации радиальных гидридов, оценки их связности с учетом истории нагружения и охлаждения образца в ходе выпадения гидрида и с учетом схемы нагружения в последующих механических испытаниях. Также в докладе приведены результаты верификации моделей на экспериментальных данных, полученных в НИЦ «Курчатовский институт» и на зарубежных ланных.

# М.И. АЛЫМОВ, В.В. ЗАКОРЖЕВСКИЙ, Ф.Ф. ГАЛИЕВ, Н.П. ЧЕРЕЗОВ, Т.В. БАРИНОВА, Е.И. ВОЛЧЕНКО

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук, Черноголовка, Россия e-mail: <a href="mailto:alymov@ism.ac.ru">alymov@ism.ac.ru</a>

### САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ ПОРОШКОВ И МАТЕРИАЛОВ С НИЗКИМ СОДЕРЖАНИЕМ ПРИМЕСЕЙ

Порошковая металлургия является одной из наиболее стабильно развивающихся областей техники. Постоянно увеличивается номенклатура и объем производства изделий, получаемых из порошков. Возникают новые области применения, в частности интенсивное развитие в последние годы получили аддитивные технологии. Потребности производства в порошках постоянно возрастают. Чрезвычайно важной задачей является контроль и повышение качества производимых промышленностью порошков, включая появляющиеся в больших количествах на новых производствах. На свойства порошков и материалов, полученных из них, значительное влияние оказывает содержание примесей (кислород, азот, углерод, водород и т. д.). Примеси в порошках находятся в виде атомов внедрения и замещения в кристаллической решетке материала частиц, химических соединений, в приповерхностном слое. На поверхности частиц порошка формируется слой, например, оксидный, и именно поверхность может являться основным фактором загрязнения порошка примесями. Появление такого слоя вызвано взаимодействием частиц с окружающей средой после синтеза. Этот слой одновременно несет и защитные функции, препятствующие дальнейшему окислению. Содержание примесей в порошках зависит от технологии производства, определяемой методом синтеза порошков, и от природы материала частицы (металл, керамика), от метода хранения произведенных порошков. Толщина оксидного слоя на поверхности частиц порошка AlN после выдержи на воздухе в течение суток составляет 5-10 нм. При длительном взаимодействии толщина оксидного слоя может значительно вырасти.

Важными факторами, влияющими на количество примесей в порошках, являются гранулометрический состав и толщина защитной пленки на поверхности частиц. Процессы прессования и спекания чрезвычайно чувствительны к качеству используемого порошка.

Содержание примесей в порошках из-за развитой поверхности, как правило, гораздо выше, чем в объёмном материале в виде слитка. Например, растворимость кислорода в твердом вольфраме ничтожно мала, а раство-

римость кислорода в альфа-железе не превышает 0,1 ат.%. В больших слитках содержание примесей может быть значительно ниже, чем в порошках. Например, содержание примесей кислорода в слитках сплавов вольфрама составляет  $1\cdot 10^{-4}$  мас.%, а углерода -  $1\cdot 10^{-5}$  мас.%.

Содержание примесей внедрения в малых частицах значительно выше, чем в больших частицах. С уменьшением размера частиц вольфрама от 10 до 1 мкм минимальное содержание кислорода в частицах увеличивается от 0.001 до 0.01 мас.%.

В настоящее время стоит актуальная практическая задача разработки технологий синтеза дисперсных порошков с низким содержанием примесей.

На базе института ИСМАН разработана технология получения порошков нитрида алюминия с низким содержанием примесей с разными характеристиками по дисперсности. Получены образцы с концентрацией кислородной примеси в интервале от 0,2 до 2,9 масс. %.

Выполнен сравнительный анализ экспериментальных данных с теоретической зависимостью концентрации кислорода от размера частиц в порошках нитрида алюминия, синтезированных методом СВС. Следует отметить, что теоретическая модель учитывает кислород исключительно в составе поверхностного оксидного слоя, в то время как в реальных образцах часть кислорода присутствует в объеме частицы в виде твердого раствора.

Установлена зависимость концентрации кислорода от дисперсности порошков. Наблюдается выраженная обратная корреляция: с ростом среднего размера частиц исходной шихты массовая доля кислорода в форме оксида алюминия снижается. Экспериментальные данные в целом согласуются с теоретическими расчетами, однако для ряда образцов нитрида алюминия была выявлена ограниченная применимость модели. Основной причиной расхождений является агломерация частиц, приводящая к искажению данных при анализе дисперсного состава, поскольку измерению подлежат не первичные частицы, а их конгломераты.

Исследовано влияние газифицирующихся добавок на содержание кислорода при синтезе порошков нитрида алюминия. Использование газифицирующихся добавок в шихте приводит к последовательному снижению содержания кислорода в продукте синтеза.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 25-19-00530, https://rscf.ru/project/25-19-00530/

### А.В. ФИЛИППОВА, С.А. ЕВЛАШИН

Сколковский институт науки и технологий, г. Москва, Россия E-mail: s.evalshin@skoltech.ru

### 3D-ПЕЧАТЬ МЕДНЫХ СПЛАВОВ

Медь, как материал обладающий высокой теплопроводность (400 Вт/(м·К)), является отличным выбором для теплообменных элементов и систем. Использование аддитивного производства (АМ) для изготовления таких систем, позволило бы повысить эффективность за счёт снижения размеров и количество использования материала. Однако медь сталкивается с рядом проблем при АМ с инфракрасным лазером (ИК-лазером), которые используются в большинстве принтеров. Низкая абсорбция меди к ИК-излучению приводит к нестабильности ванны расплава, повреждению оборудования, кипению, отслоению [1]. Алюминиевая бронза как альтернатива чистой меди обладает лучшей абсорбцией ИК-спектра, и обладает лучшей теплопроводностью, чем другие материалами, используемыми в АМ (сталь, титан).

В данной работе исследовалась алюминиевая бронза (БрАЖ-9,5-1). Оптимизированные параметры для изготовления алюминиевой бронзы следующие: образцы были получены при пяти плотностях энергии (ED) — 125, 313, 563, 750 и 938 Дж/мм³ — путем изменения мощности лазера (120, 150, 90, 120 и 150 Вт) и скорости сканирования (600, 300, 100, 100 и 100 мм/с).

Полученная пористость находится в диапазоне 5%. Микроструктура демонстрирует лишь незначительные изменения при варьировании плотности энергии (ED) и в основном состоит из хаотично ориентированных пластинчатых зерен  $\alpha$ -фазы с небольшой предпочтительной текстурой <111>. В образцах, изготовленных при самой низкой ED = 125 Дж/мм³, присутствует небольшая доля  $\beta$ -фазы. Метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) позволил глубже изучить структуру (рис.1): наблюдаются богатые медью ламели, разделённые межслойными прослойками, обогащёнными алюминием, которые идентифицированы как тетрагональная фаза типа  $Al_2Cu$  — ранее обычно не описываемая в алюминиевой бронзе. Кроме того, на границах ламелей и межслойных прослоек обнаружены наночастицы, богатые железом, с гексагональной структурой типа  $Cu_3Fe$ .

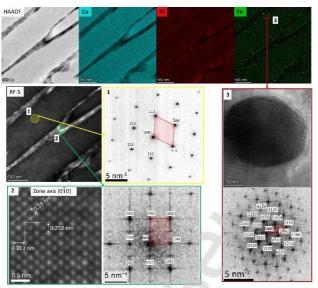


Рисунок 1 — Детальная ПЭМ-характеризация образца 313: изображения STEM-HAADF-EDS, демонстрирующие типичную микроструктуру; картина SAED, полученная от ламелей, богатых медью; изображения HRTEM с соответствующими БПФ, сделанные из слоя между богатфми медью ламелями и из богатой железом частицы.

Результаты рентгеноструктурного анализа показали уменьшение β-фазы в структуре и плотности дислокаций, измеренные с помощью ЕБСД и рентгеновской дифракции соответственно, с увеличением ED.

Измерения теплопроводности показывают положительную корреляцию между ED и теплопроводностью. Несмотря на высокую пористость, полученная теплопроводность сопоставима с теплопроводностью материала, изготовленного стандартной технологией.

Твёрдость напечатанных образцов также хорошо согласуется с литым аналогом, при этом различия малы, что характеризуется высоким модулем Вейбулла. Величина и вариации электрических, тепловых и механических свойств обусловлены изменениями плотности дефектов в образцах и количества β-фазы. Полученные механические свойства превышают показатели литого материала и близки к бронзе NI-Al.

1. Colopi, M.; Demir, A.G.; Caprio, L.; Previtali, B. Limits and Solutions in Processing Pure Cu via Selective Laser Melting Using a High-Power Single-Mode Fiber Laser. Int J Adv Manuf Technol 2019, 104, 2473–2486, doi:10.1007/s00170-019-04015-3.

### <u>Р.В. СУНДЕЕВ<sup>1,2,3</sup>,</u> А.В. ШАЛИМОВА<sup>1</sup>, С.О. РОГАЧЕВ<sup>3</sup>, А.В. IIIЕЛЯКОВ<sup>4</sup>

- <sup>1</sup> Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии имени И.П. Бардина, г. Москва, Россия
- <sup>2</sup> Институт электрофизики и электроэнергетики РАН), г. Санкт-Петербург, Россия
  - <sup>3</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, Россия
  - <sup>4</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: sundeev55@yandex.ru

### ДЕФОРМАЦИОННО-ИНДУЦИРОВАННЫЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ ПРИ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЯХ

В настоящее время активно продолжаются систематические исследования структурных закономерностей, присущих металлическим материалам в процессе больших пластических деформаций. В частности, много интересных и важных результатов было получено при кручении образцов под высоким квазигидростатическим давлением (КВД) в камере Бриджмена. К наиболее значимым среди них следует отнести надежно установленное в экспериментах явление фазового перехода некоторых кристаллических твердых растворов и интерметаллидов в аморфное состояние и, наоборот, превращение первоначально аморфного состояния сплавов в кристаллическое состояние под действием КВД.

В работе были рассмотрены особенностей деформационной кристаллизации аморфных сплавов  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ ,  $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$ ,  $Fe_{54}Ni_{29}B_{17}$ ,  $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$ ,  $Fe_{72}Cr_{10}B_{18}$ ,  $Fe_{48}Co_{19}Cr_{15}B_{18}$ ,  $Co_{68}Fe_{5}Cr_{4}Si_{11}B_{12}$ ,  $Fe_{75}Si_{8}B_{17}$ ,  $Fe_{65}Cr_{15}Zr_{2}B_{16}C_{2}$  и деформационной аморфизации закристаллизованных аморфных сплавов  $Ni_{50}Ti_{30}Hf_{20}$ ,  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ ,  $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$  и  $Fe_{78}B_{8.5}Si_{9}P_{4.5}$  в ходе деформации в наковальнях Бриджмена. Все образцы деформировали методом КВД: квазигидростатическое давление 6 ГПа, число оборотов подвижной наковальни (n) изменяли от 1/4 до 9 при постоянной скорости вращения 1 об/мин. Обнаружено, что склонность к деформационной аморфизации кристаллических сплавов и соответствующих кристаллических фаз при КВД можно описать, рассматривая три фактора влияния: механический, термодинамический и концентрационный.

Методами рентгеноструктурного анализа, просвечивающей электронной микроскопии и EXAFS спектроскопии подробно исследованы стадии аморфизации кристаллического сплава  ${\rm Ti}_{50}{\rm Ni}_{25}{\rm Cu}_{25}$  в ходе КВД. Оказалось, что аморфная фаза зарождалась на границах кристаллических фрагментов. При продолжении деформации сетка утолщалась и трансформировалась в массивную деформационно-индуцированную аморфную фазу, которая

охватывала практически, весь объем материала. Показано, что возникающая в ходе КВД кристаллического сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  аморфная фаза имеет различную локальную атомную структуру в зависимости от величины деформации.

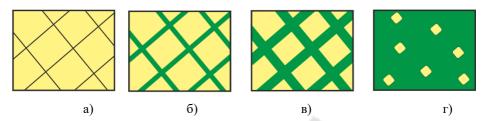


Рисунок 1 — Схема структурных превращений при переходе «кристалл — аморфное состояние» при КВД: а) фрагментация структуры б) образование аморфных границ (прослоек) в) увеличение площади аморфных границ (прослоек) г) аморфно-кристаллическое состояние/

Изучение магнитно-мягких аморфных сплавов является одним из важных направлений в физике конденсированного состояния. Как правило, аморфные магнитно-мягкие сплавы на основе ферромагнитных компонентов имеют более высокие магнитные характеристики, чем кристаллические аналоги и являются более прочными при комнатных температурах. В работе изучены структурные изменения аморфных магнитно-мягких сплавов на основе железа:  $Fe_{50}Ni_{33}B_{17}$ ,  $Fe_{54}Ni_{29}B_{17}$ ,  $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$  и  $Fe_{75}Si_8B_{17}$  в ходе кручения под высоким давлением (КВД) при 77К и 293К. Для решения поставленных задач в работе использовали комплекс структурных методов исследования: EXAFS-спектроскопия в синхротронном излучении, рентгеновская дифракция, просвечивающая электронная микроскопия и дифференциальная сканирующая калориметрия. EXAFS-спектры выше *K*-краев поглощения Ni и Fe измерялись на экспериментальной станции «Структурное материаловедение» Курчатовского источника синхротронного излучения Сибирь-2. Магнитные свойства сплавов измеряли с помощью вибрационного магнитометра при комнатной температуре. Установлено влияние режимов КВД на характер локального атомного окружения атомов железа и никеля. Выявлена корреляция между значениями удельной намагниченности насыщения и параметрами локальной атомной структуры. Показано, что аморфное состояние после КВД характеризуется существенным изменением намагниченности насыщения и коэрцитивной силы по сравнению со значениями этих параметров в исходном состоянии.

Исследование выполнено при поддержке гранта РНФ (N 25-22-00132).

#### С.Н. ЖЕВНЕНКО

Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, Россия E-mail: zhevnenko@misis.ru

### ФОРМИРОВАНИЕ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР ТИПА КЕРМЕТ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОМ РАСПАДЕ МАХ-ФАЗ В ПРОЦЕССЕ КАПИЛЛЯРНОГО, РЕАКТИВНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ С РАПЛАВОМ МЕДИ

Были исследованы процессы взаимодействия расплавов, содержащих медь, с различными МАХ фазами. Алюминий играет ключевую роль в структуре и свойствах так называемых А-содержащих МАХ-фаз (где А = алюминий), к которым относятся изученные Ti2AlN, V2AlC, Cr2AlC. Если представить МАХ-фазу как слоистую структуру, то алюминий является "прослойкой", которая связывает жесткие и тугоплавкие карбидные или нитридные слои. В результате прямых экспериментов выяснилось, что алюминий активно выходит из МАХ-фаз в расплавы, содержащие медь, при температурах выше 1100°C. Этот процесс сопровождается образованием субмикронного карбидного каркаса (в случае карбидных МАХ-фаз) или частиц нитридов в случае нитридной МАХ-фазы. Продукты распада (карбиды, нитриды, алюминий) пропитываются расплавами, которые обогащаются алюминием в процессе пропитки. При этом, исходные фазы могут быть плотными (не пористыми) – свободный, пропитываемый объем формируется в результате значительного снижения объема продуктов распада в сравнении с объемом исходных МАХ-фаз. Методом изучения кинетики взаимодействия расплавов с МАХ-фазой являлось прямое наблюдение и измерение изменения контактного угла, скорости изменения диаметра пятна контакта при переносе капли расплава на поверхность, изменения объема расплава на поверхности при впитывании. Измерения проводили с помощью высокоскоростной видео- (до 10000 к/с) и термовизионной (1000 к/с) съемки при температурах в интервале 1000 – 1300 °C [1]. Термовизионная съемка позволила выявить тип тепловых эффектов, сопровождаемых распад или растворение MAX-фаз. Оказалось, что «выход» алюминия из слоистых структур МАХ-фаз сопровождается существенным эндотермическим тепловым эффектом, растворение Cr<sub>2</sub>AlC в расплавах на основе алюминия происходит с выделением тепла. Фазовые и химические изменения после высокотемпературного взаимодействия исследовали методом сканирующей электронной микроскопии на поперечном шлифе. МАХ-фазы получали методами прямого синтеза из элементов и методами самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.

Работа выполнена при поддержке грантом РНФ 23-19-00657

<sup>1.</sup> С. Н. Жевненко, М. В. Горшенков // Физика металлов и металловедение. – 2024. – Т. 125, № 2. – С. 172-182.

# А.Ф. ИЛЬЮЩЕНКО $^1$ , Э.Г. БАТЫРБЕКОВ $^2$ , В.В. БАКЛАНОВ $^2$ , Б.Ж. ЧЕКТЫБАЕВ $^2$ , А.Ж. МИНИЯЗОВ $^2$ , ЛЕЦКО $^1$ , Ю.А, ХОДЫКО $^1$ , О.О. КУЗНЕЧИК $^1$

<sup>1</sup>Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа г. Минск, Беларусь

E-mail: pmi.nil26@gmail.com

<sup>2</sup>Филиал «Институт атомной энергии» Национальный ядерный центр Республики Казахстан, г. Курчатов, Республика Казахстан

### ПРОБЛЕМЫ РАЗВИТИЯ ЭНЕРГЕТИКИ, ЗНАЧЕНИЕ КА-ЗАХСТАНСКОГО МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКОГО ТОКАМАКА И ПЕРСПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДОВ ПОРОШ-КОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ В ПРОЦЕССАХ ПОЛУЧЕНИЯ МА-ТЕРИАЛОВ ЗАЩИТЫ ОБРАЩЁННЫХ К ПЛАЗМЕ СТЕНОК ТЕРМОЯДЕРНОГО РЕАКТОРА

Сообщается о существововании мировой проблемы генерации энергии в больших объемах для нужд существующего и складывающегося мирового народного хозяйства, включающего в себя здравоохранение и бытовое обслуживание населения планеты, заставляет искать и осваивать новые энергетические источники, к числу которых относится и управляемый термоядерный синтез. Вместе с этим подчёркивается следующее:

- 1) Одной из ключевых проблем создания термоядерного реактора является выбор перспективных материалов, которые могут использоваться в качестве защиты обращённых к плазме стенок этого утсройства. Для привлечения к решению этой проблемы заинтересованных научно-исследовательских и научно-практических центров стран, входящих в СНГ, решением экономического совета этой организации в 2020 году введена в действие Программа научных исследований на казахстанском материаловедческом токамаке (КТМ). Начиная с 2020 года КТМ является единственным в мире действующим мегаамперным токамаком, который предназначен для испытания в условиях штатной и аварийной (режим срыва плазмы) работы материалов и технологий, предназначенных для применения на термоядерных реакторах с аспектным соотношением A = 2. Благодаря этому на КТМ можно испытывать материалы под тепловой нагрузкой до 20 МВт/м², что соответствует параметрам тепловых нагрузок создаваемого в рамках ITER экспериментального образца термоядерного реактора.
- 2) Проектные возможности КТМ позволяют решать множество различных задач как плазмофизического, так и инженерно-технического характера. К их числу, например, относятся:
- исследования процессов формирования плазменного шнура внутри тороидальной камеры токамака и выхода его на номинальные параметры, а

также воздействия облучения заряженными частицами и плазмы на распыление и тепловую эрозию поверхности, накопление газовых примесей и изменение механических свойств перспективных материалов защиты обращённых к плазме стенок термоядерного реактора;

- отработка методической базы для исследований взаимодействия плазмы токамака с материалами на имитационном стенде с плазменно-пучковой установкой;
- подготовка комплекса физических диагностик и методик для определения параметров плазмы токамака КТМ;
- проведение испытаний и отработка режимов работы макета литиевого дивертора на основе капиллярно-пористой системы; изучению взаимодействия изотопов водорода с литием при реакторном облучении;
- изучение закономерностей захвата изотопов водорода материалами первой стенки термоядерного реактора;
- проведение экспериментальных и теоретических исследований эффектов воздействия плазмы, ионов водорода и гелия на приповерхностные и объемные слои материалов КТМ.
- 3) Наиболее широко используемыми в настоящее время материалами и покрытиями защиты обращённых к плазме стенок токамаков являются бериллий, графит и вольфрам, а дивертора, в основном, только вольфрам. Широкое использование именно этих материалов в этом же качестве в создаваемых термоядерных реакторах обусловлено стремлением к снижению влияния резонансных явлений, связанных с радиационным торможением, которое приводит к значительному охлаждению высокотемпературной плазмы. Наименьшее охлаждение высокотемпературной плазмы из-за радиационного торможения вызывают атомы более лёгких химических элементов, имеющие малое зарядовое число. По этой причине, а также по совокупности физико-механических свойств, в качестве одного из основных материалов защиты первой стенки термоядерного реактора продолжает использоваться бериллий.
- 4) Одним из наиболее перспективных для использования в качестве материала и покрытия защиты первой стенки и дивертора термоядерного реактора материалов является литий, атомы которого имеют наименьшее из рассмотренных выше зарядовое число  $Z_{\rm Li}$ = 3. Однако из-за низкой температуры плавления ( $T_{Li}$  = 180,5 °C), он, как правило, используется в качестве хладагента, циркулирующего в капиллярно-пористой системе.
- 5) В рамках Программы научных исследований на казахстанском материаловедческом токамаке Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа (Минск, Беларусь) совместно с филиалом «Институт атомной энергии» Национального ядерного центра Республики Казахстан (Курчатов, Республика Казахстан) изучают возможность [1] использования таких методов порошковой металлургии, как механоактивация и механоле-

гирование, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, прессование, включая горячее газостатическое, и спекание, включая электроимпульсное, в процессах получения из порошковых композиций на основе бора, вольфрама и титана перспективных материалов защиты обращённых к плазме стенок термоядерного реактора. К их числу, например, могут быть отнесены порошковые материалы, получаемые из диборида титана или его карбидо-диборидной композиции, а также бериллиды тугоплавких металлов.

6) В рамках проводимых исследований также разрабатывается метод проектирования составов таких материалов с учётом возможной динамики перемещения атома из узла кристаллической решётки за пределы объема спонтанной рекомбинации образующехся вакансией, описываемой уравнением [3–5]:

$$m\frac{d^2r}{dt^2} = -m\xi \frac{dr}{dt} + F_r(r) \cdot \Theta\left(F_r(r) - \frac{2U_m}{a}\right) , \qquad (1)$$

где m – масса атома; r – перемещение; t – время;  $\xi$  – коэффициент внутрикристаллического трения;  $F_r$  – сила кулоновского типа;  $\Theta$  –функция Хевисайда;  $U_m$  – потенциальная энергия кулоновского взаимодействия; a- размер кристаллической решётки.

Причём:

$$F_r(r) = -\frac{dU(r)}{dr} , \qquad (2)$$

$$F_{r}(r) = -\frac{dU(r)}{dr} , \qquad (2)$$

$$U(r) = -\frac{1}{4\pi\varepsilon\varepsilon_{0}} \cdot \frac{|q_{i} \cdot q_{v}|}{r} - \frac{B|\Delta V_{i} \cdot \Delta V_{v}|}{r^{3}} \cdot \Theta(r-a) , \qquad (3)$$

где  $\varepsilon$ ,  $\varepsilon_0$  – диэлектрическая проницаемость материала и вакуума;  $q_i$  и  $q_v$  – электрические заряды атома и кристаллической решётки; B – модуль всестороннего сжатия;  $\Delta V_i$  и  $\Delta V_v$  – объем упругой дилатации междоузельного атома и его вакансии.

- 1. Ильющенко А.Ф. Перспективы использования порошковых материалов на основе вольфрама и титана для изготовления защиты первой стенки и дивертора термоядерного реактора / А.Ф. Ильющенко [и др.] // Порошковая металлургия : респ. сборник, 2023. – Вып. 46. – С. 23–41.
- 2. Углов В.В. Упругие свойства наноструктурированных материалов и их радиационная стойкость / В.В. Углов // Вес. Нац. акад. навук Беларусі. Сер. фіз.-мат. навук. -2018. - T. 54. - No 4. - C. 480-487.
- 3. Квасов Н.Т. Физические основы радиационной стойкости материалов / Н.Т. Квасов, В.В. Углов, И.Л. Дорошевич // Доклады БГУИР, 2015. – № 8(94). – С. 5–10.
- 4. Ахиезер А.И. Введение в теоретическую радиационную физику металлов и сплавов / А.И. Ахиезер, Л.Н. Давыдов. – Киев: Hayкова думка, 1985. – 144 c.

## <u>В. В. КАШИРЦЕВ</u> $^{1}$ , А. В. ПОЗДНЯКОВ $^{2}$ , А. С. ПОЛИТИКО $^{1}$ , А. С. БЫКАНОВ $^{1,\,2}$

<sup>1</sup>АО "Композит", г. Королев, Россия
<sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет
"МИСИС", г. Москва, Россия
E-mail: info@kompozit-mv.ru

### ВЛИЯНИЕ ЧИСТОТЫ ШИХТОВОГО АЛЮМИНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СПЛАВА АМГ4, КОМПЛЕКСНО ЛЕГИРОВАННОГО ПЕРЕХОДНЫМИ МЕТАЛЛАМИ

Сплавы системы Al-Mg сочетают в себе хорошую деформируемость, относительно высокую прочность, хорошую коррозионную стойкость. Их основным недостатком является низкий предел текучести: в отожженном состоянии он составляет 140-170 МПа в сплавах с 5-6 % Mg. В последние годы активно разрабатываются и уже используются в промышленности сплавы системы Al-Mg-Sc-Zr. Sc и Zr существенно повышают предел текучести за счет образования упрочняющих дисперсоидовAl<sub>3</sub>Me. Помимо пары Sc и Zr, прочностные характеристики магналиев можно повысить путем комплексного легирования переходными металлами. Такие металлы, как Mn, Cr, La могут стать эффективными модификаторами структуры в дополнение к скандию и цирконию. Fe и Si являются неотъемлемыми примесями в алюминиевых сплавах. В связи с этим определение влияния примесей на структуру и свойства сплава является важным этапом при разработке и внедрении новых и модификации существующих сплавов.

Приведено сравнение механических свойств и микроструктуры слитков сплава системы Al-Mg, дополнительно легированного переходными металлами (ПМ) (Таблица 1).

Таблица 1 – Химический состав выплавленных слитков (мас. %)

	Mg	Mn	Sc	Cr	Zr	La	Si	Fe
A99	4,04	0,94	0,30	0,20	0,17	1	0,03	0,05
A7	3,75	0,93	0,31	0,20	0,17	-	0,07	0,10

Слитки выплавлены с использованием алюминия марки A99 и A7. Разливка произведена на установке полунепрерывного литья в медный водоохлаждаемый кристаллизатор скольжения диаметром 95 мм, скорость охлаждения составляла  $\sim 5\cdot 101$  К/с. Исследования проводили в литом и термообработанном состояниях.

Значения твердости для обоих сплавов совпадают в перделах погрешности (таблица 2). Термообработка приводит к росту значений НВ за счет распада пересыщенного твердого раствора.

Термическая обработка приводит к росту предела текучести на ~100

МПа, а предела прочности на ~50 МПа. Уменьшение различия между  $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_{B}$  свидетельствует об упрочнении когерентными частицами.

Таблица 2 - Механические свойства слитков в различных состояниях

Состояние	Шихта	HBW2,5/62,5	σ <sub>в</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> МПа	δ, %
Литое	A99	$77 \pm 3$	294±11	158±3	16±3
литое	A7	$78 \pm 3$	294±10	147±6	23,5±0,6
375°С-1 ч	A99	$111 \pm 3$	356±4	247±5	14,4±0,2
3/3 C-1 4	A7	$110 \pm 2$	366±8	257±5	$15,2\pm1,0$

Растворимость железа в алюминии крайне мала (менее 0,01%). При наличии Mn в сплаве, Fe почти полностью растворяется в алюминий-марганцевом интерметаллиде, тем самым увеличивая его объемную долю. Кремний выделяется в фазе  $Mg_2Si$ , уменьшая долю магния в твердом растворе.

Примеси железа и кремния в количестве до 0.1 мас. % не оказывают существенного воздействия на механические свойства. Значения пределов текучести для сплавов из алюминия A7 и A99 отличаются в пределах погрешности. Различие относительного удлинения может быть связано с различной морфологией магний-кремниевых частиц.

### Ю.Ю. ПОНКРАТОВА, <u>К.О. БАЗАЛЕЕВА</u>, С.А. КУНАВИН, Д.Н. ХМЕЛЕНИН, К.А. НИКОЛАЕВ

Российский университет дружбы народов, Москва, Россия e-mail: ponkratova\_yuyu@pfur.ru

# ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ОБРАЗЦОВ СПЛАВА AL-CE-FE-NI-ZR

Получены образцы сплава Al-Ce-Fe-Ni-Zr при P=350 Bt, v=700 ... 1900 мм/с без трещин с пористостью менее 0,69 %.

Микроструктура образцов состоит из полуэлептических ванн расплава с ярко выраженной границей. Через ванны расплава проходят зерна, вытянутые в направлении теплоотвода и имеющие преимущественную ориентировку <111> параллельно оси построения. Микроструктура образцов на границе ванн расплава состоит из ячеек, внутри которых твердый раствор алюминия с интерметаллидом Al-Ni (предположительно, Al<sub>3</sub>Ni). На границе ячеек присутствуют выделения интерметаллидов Al<sub>4</sub>Ce и Al<sub>9</sub>FeNi. В верхней части ванны расплава структура более мелкодисперсная, интерметаллиды имеют глобулярную морфологию. Методом рентгеноструктурного анализа обнаружен интерметаллид Al<sub>3</sub>Zr (куб.). Образование первичных кристаллов алюминия подавлено из-за высоких скоростей охлаждения.

Образцы, полученные при различных режимах печати, имеют одинаковый фазовый состав и текстуру. Методом РЭМ выявить различия в микроструктуре не удалось. Методом ПЭМ показано, что при увеличении плотности энергии лазер P/V наблюдается уменьшение количества интерметаллидов Al<sub>4</sub>Ce и Al<sub>9</sub>FeNi в верхней части ванны расплава.

Методом рентгеноструктурного анализа установлено, что увеличение плотности энергии P/V приводит к увеличению паарметра решетки твердого раствора и уменьшению ширины рентгеновской линии A1 < 422 >.

При увеличении плотности лазера наблюдается увеличение  $\sigma_{\rm B}$  с 370 до 475 МПа, а также падение пластичности  $\delta$  с 23 до 10 %. Вероятно, это связано с уменьшением содержания легирующих элементов (Ni и Fe) в твердом растворе.

Методом  $sin^2\psi$  в образцах были измерены термические напряжения. Максимальные напряжения 250 МПа наблюдаются в образцах при наибольшем P/V. Вероятно, при наращивании верхних слоев нижние подвергаются дополнительному нагреву. При наибольшем P/V термическое воздействие меньше, поэтому напряжения не успевают сняться.

Измерение микротвердости образцов после отжига при 100, 200, ..., 600 °C показало, что образцы обладают разной термической стабильность. При максимальном P/V падение микротвердости начинается при 300 °C. Образец, полученный при промежуточном значении P/V имел постоянное значение микротвердости до 400 °C. Все образцы после отжига при 600 °C в течение 1 ч имели одинаковые значения микротвердости и фазовый состав.

### <u>А.А. ФАДЕЕВ,</u> А.В. САМОХИН, Н.В. АЛЕКСЕЕВ, М.А. СИНАЙСКИЙ, Д.Е. КИРПИЧЕВ, А.А. ДОРОФЕЕВ

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), г. Москва, Россия

E-mail: fadeev@imet.ac.ru

# ПЛАЗМЕННАЯ РЕГЕНЕРАЦИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ПОСЛЕ ИХ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В ТЕХНОЛОГИЯХ АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОЛСТВА

Вторичное использование порошков в аддитивных технологиях (АТ) производства металлических деталей является ключевым фактором, определяющим их экономическую целесообразность в условиях промышленного применения [1]. На установке плазменной сфероидизации и регенерации порошковых материалов, разработанной в Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН [2, 3], проведены экспериментальные исследования процессов регенерации металлических порошков после многократного использования в АТ. Актуальность данной работы обусловлена необходимостью восстановления морфологии и технологических свойств порошков, подвергшихся деградации в результате многократного использования в аддитивных технологиях. Полученные результаты направлены на повышение эффективности повторного применения порошков, снижение себестоимости аддитивного производства и обеспечение стабильности качества изготавливаемых изделий.

В качестве объектов исследования использовались порошки сплавов на основе Fe, Ni, Co, W, Mo и Re c размером частиц в пределах 10-150 мкм, включая промышленные марки IN-718, IN-625, ПС-X15H5Д4Б, ПС-ХКМ, ВЛК-1 и ВЖ-159. Сфероидизация и регенерация порошковых материалов осуществляется за счёт интенсивного нагрева частиц, вводимых транспортирующим газом в плазменный поток. В процессе их плавления частицы приобретают сферическую форму под действием сил поверхностного натяжения. Одновременно может происходить регенерация материала, включающая не только изменение морфологии частиц, но и рафинирование по содержанию газовых примесей ( $O_2$ ,  $N_2$ ).

В результате экспериментальных исследований определено влияние параметров плазменного процесса (мощность плазмотрона, удельная энтальпия плазменного потока, расход обрабатываемого материала) на морфологию частиц, производительность процесса. Плазменная регенерация позволила полностью восстановить морфологические характеристики частиц, а также улучшить их текучесть, увеличить значения насыпной плотности. В зависимости от параметров процесса, дисперсности и элементного состава обрабатываемого порошка при использовании водородсодержащей терми-

ческой плазмы наблюдалось значительное снижение содержания в продукте кислорода (более чем в 6 раз) и азота (более чем в 10 раз). Полученные результаты подтверждают эффективность предложенного метода для восстановления эксплуатационных свойств металлических порошков для использования в АТ.

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема № 075-00319-25-00).

- 1. Vojislav Petrovic, Rubén Niñerola. Powder recyclability in electron beam melting for aeronautical use. Aircraft Engineering and Aerospace Technology: An International Journal, 2015, 87, 2, p. 147 155.
- 2. Патент РФ № RU2756327C1. Самохин А.В., Фадеев А.А., Кирпичев Д.Е., Алексеев Н.В., Берестенко В.И., Асташов А.Г., Завертяев И.Д. Плазменная установка для сфероидизации металлических порошков в потоке термической плазмы. Год публикации: 2021. Номер заявки: 2020134059. Дата регистрации: 16.10.2020. Дата публикации: 29.09.2021.
- 3. Патент РФ № RU2779558C1. Самохин А.В., Алексеев Н.В., Фадеев А.А., Завертяев И.Д., Кирпичев Д.Е., Синайский М.А. Способ регенерации в термической плазме отработанных металлических порошков аддитивных технологий. Год публикации: 2022. Номер заявки: 2021135511. Дата регистрации: 03.12.2021. Дата публикации: 09.09.2022.

### Е.С. ЕРМИЛОВА, <u>И.Р. ОВСЯНКИН</u>, А.А. ГАВРИКОВ, В.Н. ПЕТРОВСКИЙ, П.С. ДЖУМАЕВ, В.И. ПОЛЬСКИЙ

НИЯУ «МИФИ», город Москва, Россия E-mail: <u>iovsyankin72@gmail.com</u>

### ФОРМИРОВАНИЕ ПОКРЫТИЙ НА ТОНКОСТЕННЫХ ТРУБКАХ МЕТОДОМ ВЫСОКОСКОРОСТНОЙ ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКИ

Изучение новых технологий нанесения покрытий для защиты от износа и коррозии деталей сложной геометрии приобретает все более важное место в промышленности не только с экономической, но и с экологической точки зрения. К таким разработкам относится термическое напыление, особенно высокоскоростные кислородно-топливное (High-velocity oxygen-fuel - HVOF) термическое напыление и лазерное осаждение материалов (Laser material deposition - LMD). С помощью термического напыления HVOF можно наносить покрытия из широкого спектра материалов, которые отличаются высокой износостойкостью при относительно низких инвестиционных затратах. Тем не менее, покрытия с термическим напылением технологически ограничены в отношении адгезионной прочности из-за плохого механического сцепления между покрытием и подложкой. Кроме того, покрытия, нанесенные термическим напылением, как правило, трудно поддаются ремонту и часто имеют уровень пористости в диапазоне 1-2%. С помощью технологии LMD можно получать высококачественные покрытия без пор и трещин из широкого спектра материалов с использованием металлургического соединения и низкого разбавления. Однако типичная толщина покрытия (>500 мкм) обычно слишком велика для защиты от износа и коррозии, а достижимая скорость обработки поверхности слишком мала для нанесения покрытия на крупные детали.

В данном докладе рассмотрен новый подход к нанесению защитных покрытий на тонкостенные оболочечные трубки с использованием высокоскоростной лазерной наплавки с применением порошка 1350-00 на основе никеля с расходом до 180 г/мин и скоростью нанесения до 29 м/мин. Высокоскоростное лазерное осаждение материалов, известное под немецкой аббревиатурой (EHLA - Extreme high-speed laser material deposition), представляет собой новый вариант лазерного осаждения материалов (LMD - Laser material deposition). Управление процессом в этом варианте отличается от управления процессом в LMD, где порошок плавится при контакте с ванной расплава. В процессе EHLA лазерный луч расплавляет порошок над поверхностью подложки для подачи расплавленных частиц в ванну расплава. При заданном распределении интенсивности в лазерном луче нагрев частиц порошка на пути прохождения луча в значительной степени зависит

от трехмерного распределения плотности частиц порошка (PDD - Particle density distribution) и относительного положения каустики потока порошка внутри лазерного луча. Ключевыми факторами, влияющими на нагрев частиц порошка на пути прохождения луча над ванной расплава, являются траектории частиц порошка, скорость частиц, фракция частиц и относительное положение каустики струи порошка относительно каустика лазерного луча. Удельная теплоемкость порошка, плотность, коэффициент поглощения и другие теплофизические и оптические свойства также оказывают влияние.

Методом высокоскоростной лазерной наплавки нанесено покрытие порошком сплава никеля 1350-00 на тонкостенные трубки из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т. Наплавку выполнялась с помощью непрерывного излучения иттербиевого волоконного по средствам роботизированного комплекса с манипулятором. Определена геометрия газопорошковой струи для сопла фирмы "Fraunhofer". Определено влияние мощности лазерного излучения и количество подаваемого порошка на структуру получаемых покрытий. Проведены металлографические исследования полученных образцов. Показано, что при выполнении лазерной наплавки на оптимальных режимах формируется практически беспористое покрытие с минимальным проплавлением материала основы. По данным рентгеноспектрального микроанализа химический состав наплавленного покрытия практически не отличается от химического состава используемого порошка. Толщина наплавленного слоя в зависимости от режимов наплавки регулируется в пределах (100-300) мкм за один проход. Линия сплавления одинакова по строению, что показывает высокую однородность тепловложения при наплавке. Размер зоны термического влияния в материале подложки в зависимости от режимов наплавки изменяется в пределах (50-200) мкм.

Представлены также результаты исследований особенностей нанесения покрытий порошком хрома ПХ-1 методом высокоскоростной лазерной наплавки на тонкостенные трубки из циркониевого сплава Э110. Наплавка выполнялась с помощью непрерывного излучения иттербиевого волоконного лазера мощностью до 10 кВт на роботизированном комплексе. Определено влияние мощности лазерного излучения и количество подаваемого порошка на структуру получаемых покрытий. Проведены металлографические исследования полученных образцов. Показано, что при выполнении лазерной наплавки на оптимальных режимах формируется практически беспористое покрытие с минимальным проплавлением материала основы, обеспечивающим металлургическое сплавление.

#### В.В. СТОЛЯРОВ

Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия E-mail: vlstol@mail.ru

## ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ МЕЛКОЗЕРНИСТОЙ БРОНЗЫ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ

Алюминиевая бронза БрАЖНМц 9-4-4-1 широко применяется в морском судовом машиностроении для изготовления элементов корабельной арматуры с повышенными требованиями к прочности (в том числе при ударных нагрузках) и износостойкости. Одним из методов упрочнения может быть объемное структурное измельчение бронзы методами интенсивной пластической деформации [1,2]. Например, в [3] было установлено кратное повышение прочности хромоциркониевой бронзы после динамического канального углового прессования (ДКУП). Важным является сохранение высоких прочностных и пластических свойств материалов при ударном нагружении. Цель исследования — оценить влияние повышенных скоростей деформации на механические свойства и деформационное поведение алюминиевой бронзы, подвергнутой РКУП.

Выполненные исследования показали, что РКУП бронзы при 850-700 °C, угле пересечения каналов  $120^\circ$  по маршруту B<sub>c</sub> [4] привело к уменьшению среднего размера зерен на порядок, с 20 до 2 мкм (рис.1) и, как следствие, к повышению предела текучести (на 15-30%), снижению относительного удлинения (на 25-45~%) при приблизительно равных скоростях деформации.

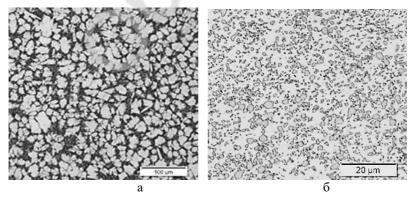
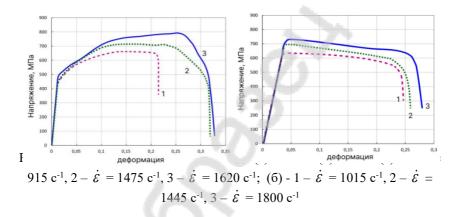


Рисунок 1 - Микроструктура бронзы в поперечном сечении: а — исходное; 6 - после РКУП

Повышение скорости деформации в исследуемом интервале для крупнозернистого и микрозернистого состояний способствовало заметному изменению и прочности, и пластичности. Кроме того, наблюдалось заметное уменьшение модуля упругости (угла наклона кривых) в РКУП состоянии по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием. Снижение модуля упругости может быть связано с неравновесностью границ зерен и изменением фазового состава на их границах.

Важной особенностью кривых нагружения было деформационное поведение сплава в обоих состояниях, которое характеризовалось деформационным упрочнением в крупнозернистом состоянии и деформационным разупрочнением в микрозернистом состоянии (рис. 2).



В работе [4] авторы попытались объяснить такое различие повышением плотности дислокаций в крупнозернистом состоянии и снижением плотности дислокаций за счет их аннигиляции в микрозернистом состоянии. Дополнительным механизмом разупрочнения может быть потеря устойчивости кристаллической решетки у концентраторов напряжений.

<sup>1.</sup> Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. Получение, структура и свойства, М.: ИКЦ "Академкнига", 2007. 398с.

<sup>2.</sup> Маркушев М.В. // Письма о материалах. 2011. Т. 1, №1. С. 36 – 42.

<sup>3.</sup>Зельдович В.И., Добаткин С.В., Фролова Н.Ю и др. // Физика металлов и металловедение. 2016. Т. 117. № 1. С. 79 - 87.

<sup>4.</sup> Савенков Г.Г., Смаковский М.С., Столяров В.В., и др. // Металловедение и термическая обработка. 2024. № 12. С. 42-49.

# П.Б. БАСКОВ $^1$ , С.А. БОНДАРЕНКО $^1$ , Я.В. ГЛАЗЮК $^1$ , Р.В. КУРЖОНКОВ $^1$ , С.А. МЕЛЬНИКОВ $^2$ , И.М. МУШИН $^1$ , А.И. ПОЧИТАЕВ $^1$ , А.С. ХУДИН $^1$ , Б.Д. ЧЕРНЫШЕВ $^2$

<sup>1</sup>AO «НИКИЭТ», Москва, Российская федерация E-mail: baskov\_pb@nikiet.ru <sup>2</sup>AO «Гиредмет», Москва, Российская федерация E-mail: SeAlMelnikov@rosatom.ru

### ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МЕХАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ СТАЛЕЙ С ПСЕВДОСПЛАВАМИ НА ОСНОВЕ ВОЛЬФРАМА

Исследования направлены на разработку новых конструкционных материалов газоразрядных датчиков давления паров металла теплоносителя, с целью повышения ресурсных характеристик систем контроля электрофизических параметров генераторов термоэмиссионных энергетических установок. В качестве теплоносителя рассматриваются щелочные металлы такие как цезий, натрий, калий.

Принцип работы газоразрядного датчика основан на методе определения зависимости напряжения пробоя от давления паров, описанного законом Пашена. Традиционно в качестве электродов газоразрядных приборов применяются тугоплавкие металлы и их сплавы [1].

При разработке конструкционных материалов датчика необходимо учитывать экстремальные условия эксплуатации: высокая температура; агрессивная среда рабочего пространства датчика; условия плазмы межэлектродного пространства. При этом материалы электродов датчика должны обладать следующими физико-химическими свойствами: коррозионной стойкостью; устойчивостью к электроискровой эрозии; близкими коэффициентами теплового расширения соединяемых корпусных деталей.

Проведены исследования механического соединения псевдосплавов на основе вольфрама с высоколегированными сталями и прецизионными сплавами. В нашей работе рассматривалась технология механического соединения дуговой сваркой неплавящимся электродом в атмосфере инертного газа.

В качестве материала электродов датчика предложены псевдосплавы с содержанием металлического вольфрама не менее  $90,0~\%_{\text{масс}}$ . и не более  $10,0~\%_{\text{масс}}$ . легирующих элементов с более низкой по сравнению с вольфрамом температурой плавления. Исследованы следующие комбинации сплавов:

W-Ni-Fe, W-Ni-Cu, W- нержавеющая сталь. Выбор сплавов обусловлено сопротивляемостью материалов воздействию паров цезия при температуре

эксплуатации датчика до 873 К. Электроды получены методом порошковой металлургии с последующим твердофазным спеканием.

Предложен метод механического соединения электродов с корпусными стальными элементами датчика. На поверхность электродов наплавлялась нержавеющая сталь с последующей механической обработкой наплава, и дальнейшей сваркой к корпусу на основе сплава типа «ковара» (29НК).

При испытаниях на коррозионную стойкость механические соединения корпусных деталей устанавливались в герметичную полость с последующем нагревом до температуры эксплуатации датчика в парах цезия.

Установлено, что данный метод позволяет получить герметичное (подтверждено соответствие II классу герметичности согласно ГОСТ Р 50.05.01 – 2018), коррозионностойкое соединение псевдосплава на основе вольфрама с прецизионным сплавом.

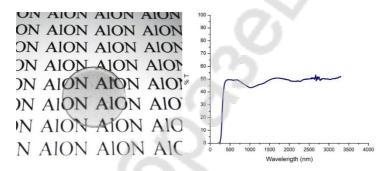
1. Газоразрядные приборы URL: https://bigenc.ru/c/gazorazriadnye-pribory-1a2c22 (дата обращения 2025-04-02)

### <u>АКОПДЖАНЯН Т.Г.<sup>1</sup></u>, АБЗАЛОВ Д.И.<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук, г. Черноголовка, Россия E-mail: tigj@yandex.ru

### СИНТЕЗ ПОРОШКОВ МЕТОДОМ СВС И СПЕКАНИЕ ОП-ТИЧЕСКИ ПРОЗРАЧНЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Разработан способ получения однофазных порошков оксинитрида алюминия (AlON), алюмомагниевой шпинели (MgAl2O4). Способ заключается в синтезе порошков в режиме фильтрационного горения в среде инертного или реагирующего газов.



Синтез порошков оксинитрида алюминия проводился в среде газообразного азота различного давления (1-60 МПа). Проведены исследования возможности регулирования микроструктуры оксинитрида алюминия с целью получения мелкодисперсных порошков. Установлена важность дисперсности алюминия в формировании микроструктуры AlON. Высокие значения начального давления азота позволяют увеличить содержание азота в AlON, и, в то же время, увеличивают скорость теплоотвода, что положительно сказывается на размере частиц (чем выше скорость остывания, тем меньше размер частиц). Использование в качестве исходных реагентов смеси алюминия разных марок позволяет получить бимодальное распределение частиц.

Синтез порошков алюмомагниевой шпинели проводился в среде аргона или воздуха при начальном избыточном давлении от 0 до 8 МПа. Проведено исследование влияния состава реагирующих смесей, а именно использование алюминия и магния, давления газовой среды и ее состава на фазовый состав и микроструктуру продуктов горения.

Изучены параметры горения, такие как скорость и температура. Установлено что температура и скорость горения не зависят от состава газовой среды

(аргон или сж. воздух). Однако, при низком избыточном давлении газа кислород, выделяемый окислителем, не успевает в должной мере взаимодействовать с магнием или алюминием, что приводит к невозможности протекания реакции в стационарном режиме. Повышение начального давления газа выше 0,5 МПа позволяет подавить газовыделение, в мере, достаточной для протекания процесса в стационарном режиме. Установлено, что с увеличением начального давления газа, растет и температура и скорость горения.

Изучение зависимости фазового состава продуктов горения смесей как с магнием так и с алюминием от начального давления газа (как аргона так и сж. воздуха) показало, что независимо от использования сжатого воздуха или аргона в качества газовой среды продуктом горения является 100 % алюмомагниевая шпинель.

Однако, обнаружено, что у образцов, полученных в воздушной среде, параметр решетки несколько больше, чем у образцов, полученных в среде аргона. Это объясняется повышенным количеством оксида магния в твердом растворе. Используемый нами окислитель разлагается с образованием хлорида магния. В случае использования аргона в качестве газовой среды весь выделившийся при разложении окислителя кислород поглощается магнием или алюминием, но в воздушной среде при повышенных температурах часть хлорида магния окисляется кислородом из воздуха, что и приводит к повышению количества оксида магния в твердом растворе.

Изучены процессы свободного спекания полученных порошков оксинитрида алюминия и алюмомагниевой шпинели. Проведены процессы спекания при различной температуре. Использование различных спекающих добавок (Y2O3, LiF, CaCO3, Y2O3\*MgO\*La2O3) оказывает различное влияние на рост зерна полученных материалов.

Проведены исследования механических свойств полученных материалов. Получена оптически прозрачная керамика со светопропусканием до 52%.

Работа выполнена в рамках научного проекта РНФ № 24-79-00289 «Исследование процессов синтеза керамических материалов в системах AlN-Al2O3 и Al2O3-MgO в волне горения и получение керамики на их основе»

### <u>А.В. ЩЕРБАКОВ</u>, В.А. ЩЕРБАКОВ, О.Д. БОЯРЧЕНКО, Г.Р. НИГМАТУЛЛИНА

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова (ИСМАН), Черноголовка, Россия E-mail: ismandrew@ism.ac.ru

## СИНТЕЗ ЭВТЕКТИЧЕСКОГО КОМПОЗИТА ТІВ<sub>2</sub>-ТІС В УСЛОВИЯХ ДЖОУЛЕВА НАГРЕВА ПОД ДАВЛЕНИЕМ

Тугоплавкие бориды и карбиды переходных металлов признаны в качестве перспективных конструкционных материалов из-за их исключительной твердости и стабильности при высоких температурах. Композиты с керамической матрицей в системе  $TiB_2$ —TiC имеют вязкость разрушения и износостойкость значительно выше по сравнению с монолитной керамикой. Это связано с тем, что диборид титана и карбид титана не образуют твердых растворов, а их слабое межфазное взаимодействие приводит к распространению трещины вдоль границ раздела. В различных исследованиях сообщалось о фазовой стабильности композитов  $TiB_2$ —TiC в широком диапазоне составов, что очень важно с точки зрения свойств, обработки и эксплуатационных характеристик.

Актуальной задачей является разработка эффективных методов синтеза тугоплавких неорганических материалов с повышенными механическими свойствами. Целью данной работы являлось определение условий синтеза эвтектического композита TiB<sub>2</sub>–TiC методами электротеплового взрыва (ЭТВ) и инертного джоулева нагрева под давлением. В первом случае использовали порошковую смесь титана, бора и углерода, а во втором случае – диборид титана и карбид титана. Достоинством джоулева нагрева по сравнению с распространенным искровым плазменным спеканием является отсутствие ограничения скорости нагрева кондуктивной теплопередачей от стенок графитовой пресс-формы.

Электротепловым взрывом под давлением 100 МПа были синтезированы композиты с составами:  $70\mathrm{TiB}_2$ – $30\mathrm{TiC}$ ,  $40\mathrm{TiB}_2$ – $60\mathrm{TiC}$ ,  $20\mathrm{TiB}_2$ – $80\mathrm{TiC}$ , где числами указаны мольные проценты. Тепла, выделившегося при протекании экзотермической реакции, было недостаточно для плавления продукта и образования эвтектики. Микроструктура композитов содержала равноосные зерна диборида титана размером 10 мкм, равномерно распределенные в матрице из карбида титана.

Для изучения закономерностей формирования эвтектической морфологии синтез проводили в условиях джоулева нагрева порошковой смеси диборида титана и карбида титана состава  $40 \text{TiB}_2 - 60 \text{TiC}$  под давлением с регистрацией электрических параметров процесса. Нагрев происходил до плавления компонентов, при котором нарушалась целостность образца, и

разрывался электрический контакт. Внешнее давление 100 МПа через пуансон обеспечивало консолидацию образца и возобновление джоулева нагрева. На зависимостях электрического тока от времени присутствовали характерные изменения, связанные с размыканием и замыканием электрической цепи. Длительность переходного состояния определялась временем существования расплава и скоростью консолидации.

В экспериментах задавали две скорости движения пуансона: 10 и 1 мм/с. При большей скорости разрывы цепи были единичными. Время выдержки при температуре близкой к плавлению составило 10 секунд. Синтезированный композит характеризуется развитой пластинчатой морфологией с толщиной зерен диборида титана менее 1 мкм. При меньшей скорости разрывы и восстановления контакта были частыми, а время существования расплава достигло 30 с. В процессе кристаллизации образовавшейся эвтектики сформировалась сетчатая структура. Из-за разных скоростей кристаллизации фаз врастающие в расплав пластины TiB2 соединялись между собой и разделяли фазу TiC. Эвтектическая структура композита 40TiB2—60TiC состояла из стержневых зерен карбида титана диаметром 2 мкм в виде одиночных кристаллов, упорядоченных в матрице диборида титана.

Проведен рентгеноструктурный анализ шлифованных композитов 40TiB<sub>2</sub>-60TiC с равноосной, пластинчатой и стержневой морфологиями. Распределение интенсивности пиков на дифрактограмме равноосного композита соответствовало порошковому материалу, указывая на отсутствие выраженной кристаллографической текстуры. В отличие от этого, пластинчатые и особенно стержневые композитные структуры демонстрировали текстуру, проявляющуюся в увеличенной интенсивности первого пика карбида титана, соответствующего плоскости {111}. Это обусловлено ориентацией стержней TiC, приводящей к армирующему эффекту и повышению прочности композита. Самосборка микроструктуры в процессе затвердевания расплавленных керамических материалов может использоваться для технологии высокоэффективных композиционных материалов.

#### <u>М.А. САМОЙЛОВА</u>, Е.И. ЛУКИН, И.О. БАННЫХ

Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова РАН, Москва, Россия E-mail: r sm@inbox.ru

#### ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОРРОЗИОННОСТОЙ-КОЙ МАРТЕНСИТНО-АУСТЕНИТНОЙ КРИОГЕННОЙ СТАЛИ

Развитие ракетной, аэрокосмической и топливно-энергетической отраслей связано с решением задач по созданию новых материалов, обладающих повышенной прочностью, пластичностью и вязкостью при низких температурах ( $T \le -196$  °C).

По литературным данным для повышения надежности и долговечности конструкций низкотемпературной техники и высоконагруженных деталей требуется высокопрочная ( $\sigma_{0,2} \ge 650$  МПа) экономнолегированная коррозионностойкая сталь с повышенной ударной вязкостью (КСU-  $^{196}$  °C  $\ge$ 1,2МДж/м²) при криогенных температурах. Применяемые в настоящее время коррозионностойкие стали в полной мере не отвечают указанным требованиям.

Одним из перспективных направлений решения проблемы повышения ударной вязкости (КСU- $^{196^{\circ}\text{C}} \ge 1,2$ МДж/м²) при сохранении высокой прочности ( $\sigma_{0,2} \ge 650$  МПа) является полная или частичная замена углерода на азот в сталях.

В данной работе исследованы структура и механические свойства коррозионностойкой мартенситно-аустенитной криогенной стали 05X16AH5Ф со сверхравновесным содержанием азота (0,28% масс.) после закалки от различных температур, а также обработки холодом.

Фазовый состав, твердость и размер зерна исследуемой стали зависят от температуры закалки. Повышение температуры закалки от 800 до 1150 °C приводит к снижению твёрдости стали  $05X16AH5\Phi$ , при этом средний размер зерна аустенита увеличивается от 25 до 130 мкм. Значительный рост среднего размера зерна происходит после нагрева выше 1050 °C.

По результатам рентгеноструктурных исследований видно, что снижение твёрдости с повышением температуры закалки от 800 до 1150 °C обусловлено изменением фазового состава исследуемой стали — увеличением количества аустенита и уменьшением количества мартенсита соответственно. После закалки от 800 °C фазовый состав исследуемой стали — 44% мартенсита и 56% аустенита, после закалки от 1150 °C фазовый состав исследуемой стали — 40% мартенсита и 60% аустенита. Изменение фазового состава стали 05X16AH5Ф обусловлено растворением нитридов (Cr<sub>2</sub>N, VN)

и переходом азота и углерода в  $\alpha$ - и  $\gamma$ -твердый раствор, что подтверждается исследованиями параметров кристаллических решеток мартенсита и аустенита. Увеличение параметров кристаллических решеток мартенсита и аустенита с повышением температуры закалки от 900 до 1100 °C связано с растворением нитридов хрома (Cr<sub>2</sub>N) и нитридов ванадия (VN). Увеличение температуры закалки выше 1100 °C не приводит к изменению параметров кристаллических решеток фаз, что связано с полным растворением частиц нитридов.

Обработка холодом при -196 °С в течение 1 часа закаленных образцов приводит к увеличению твёрдости и прочности стали  $05X16AH5\Phi$ , что связано с увеличением количества мартенсита, однако снижает пластичность и ударную вязкость, вследствие уменьшения количества аустенита.

#### Выводы:

- 1. С повышением температуры закалки от 800 до 1150 °C в стали 05X16AH5Ф происходит увеличение количества аустенита с  $\sim$  53 % до 60% и уменьшение количества мартенсита с 67 до 60 %, что связано с растворением частиц нитридов хрома и ванадия (Cr<sub>2</sub>N и VN) и обогащением  $\gamma$ -твердого раствора сильными аустенитообразующими элементами азотом и углеродом. Увеличение среднего размера зерна аустенита при температурах выше 1050 °C связано с растворением частиц нитридов.
- 2. С повышением температуры закалки от 800 до 1150 °С происходит снижение прочности (HRC,  $\sigma_B$ ,  $\sigma_{0,2}$ ) стали 05X16AH5 $\Phi$ , что связано с увеличением количества аустенита и уменьшения количества мартенсита, при этом возрастают пластичность и ударная вязкость в том числе и при отрицательных температурах.
- 3. Лучшее сочетание высокой прочности ( $\sigma_B$ =1385 МПа,  $\sigma_{0.2}$ =714 МПа), пластичности ( $\delta$ =27,5%,  $\psi$ =41,3%) и ударной вязкости (КСU<sup>+20°C</sup>=2,58 МДж/м², КСU<sup>-196°C</sup>=1,63 МДж/м²) достигается у стали 05X16AH5Ф после закалки от 950 °C с охлаждением в воде в сочетании с обработкой холодом при -196 °C и обусловлено формированием мелкозернистой ( $d_{cp}\sim$ 25 мкм) структуры азотистого мартенсита ( $\sim$ 48%), аустенита ( $\sim$ 52%) и небольшого количества дисперсных частиц нитридов (<1%).

#### Ю.А. РЕУТЁНОК1, Т.Л. ТАЛАКО2

<sup>1</sup>Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа, г. Минск, Беларусь

<sup>2</sup>Национальная академия наук Беларуси, Отделение физикотехнических наук, г. Минск, Беларусь E-mail: yuriyreutsionak@gmail.com

#### ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННОГО МАСВС-ПОРОШКА НА ОСНОВЕ ДИБОРИДА И КАРБИДА ТИТАНА

В большинстве производственных отраслей, связанных с транспортным машиностроением, энергетикой, химическими технологиями и др., большой интерес вызывают композиционные материалы с тугоплавкими включениями. Их структура представляет собой матрицу или связку из металла или сплава, в которой равномерно распределены частицы упрочняющей фазы, в качестве которой представлены термодинамически стабильные соединения с высоким значением модуля сдвига – оксиды, карбиды, нитриды, бориды, интерметаллиды [1]. К категории таких композитов можно отнести порошковые материалы с тугоплавкими включениями на основе карбидов и диборидов титана. Одним из перспективных способов получения композитов с одновременным карбидным и боридным упрочнением является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) с использованием в качестве компонента реакционной смеси карбида бора [2]. Для некоторых практических задач представляют интерес композиции, содержащие дополнительные легирующие элементы, где в условиях нагрева возможно протекание нескольких реакций одновременно. Сопутствующие процессы тепло- и массопереноса реагентов и продуктов реакций существенно влияют на кинетику протекающих процессов. Это усложняет прогнозирование состава и управление процессом формирования желаемого структурно-фазового состояния, от которого зависят планируемые функциональные свойства.

Целью настоящей работы является исследование возможности получения мелкозернистого композиционного порошка в системе  $Ti-B_4C$ -Fe-Mo с равномерным распределением упрочняющих фаз.

С использованием специализированной программы ИСМАН-ТЕРМО для СВС-процессов проведено термодинамическое моделирование для оценки фазового состава продуктов синтеза в реакционной системе [3].

Установлено, что в системе Ti-B<sub>4</sub>C-Fe-Mo, кроме реакции взаимодействия титана с карбидом бора, характеризующейся высоким тепловым эффектом, возможно также протекание реакций с участием железа и молибдена, приводящих к образованию соответствующих боридов и карбидов в широком диапазоне соотношений концентраций компонентов.

На основании проведенных расчетов получены экспериментальные образцы композиционных порошков на основе диборида и карбида титана с использованием метода СВС и дополнительной механической обработки в высоконагруженном оборудовании (планетарная мельница). По данным рентгенофазового анализа синтезированный в системе  $\text{Ti-B}_4\text{C-Fe-Mo}$  композиционный порошок содержит помимо диборида титана, карбида титана и твердого раствора на основе  $\alpha$ -железа дополнительные фазы боридов железа и молибдена ( $\text{Fe}_2\text{B}$  и  $\text{MoB}_2$ ).

Синтезированный композиционный порошок имеет мелкозернистую структуру с равномерным распределением упрочняющих включений. Микротвердость синтезированного композиционного порошка находится в диапазоне 1530–1910 HV. Трещин и выкрашиваний в процессе индентирования не наблюдается.

- 1. Гращенков, Д.В. Высокотемпературные металломатричные композиционные материалы, армированные частицами и волокнами тугоплавких соединений / Д.В. Гращенков, И.Ю. Ефимочкин, А.Н. Большакова // Авиационные материалы и технологии -2017. -№ 5. -C. 318-328.
- 2. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез в механически активированных смесях карбида бора с титаном / М. А. Корчагин [и др.] // Физика горения и взрыва -2017. -т. 53, № 6. С. 58-66.
- 3. Shiryaev, A. Thermodynamics of SHS processes: An advanced approach / A. Shiryaev // International Journal of SHS. 1995. Vol. 4, No. 4. P. 351–362.

#### <u>Н.Е. ФЕДЯНИН</u><sup>1</sup>, А.Н. СУЧКОВ<sup>1</sup>, Е.А. БАЗДНИКИНА<sup>1</sup>, К.А. ПО-ПОВА<sup>1</sup>, Б.С. ВОЛОСКОВ<sup>2</sup>, А.В. АБРАМОВ<sup>1</sup>, А.А. БАЖЕНОВ<sup>1</sup>, И.Р. ОВСЯНКИН<sup>1</sup>, Ф.В. ФУНТОВ<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Сколковский институт науки и технологий, г. Москва, Россия E-mail: fnomsk.work@yandex.ru

#### ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ZR, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ И ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ

В рамках работы проведены исследования структурно-фазового состояния (СФС) объемных аморфных металлических сплавов на основе циркония  $Zr_{40}Ti_{14}Cu_{13}Ni_{10}Be_{23}$  (AC-1) и  $Zr_{59,3}Cu_{28,8}Al_{10,4}Nb_{1,5}$  (AC-2), полученных методами искрового плазменного спекания (ИПС) и прямого лазерного выращивания (DMD – Direct Metal Deposition) с различными наборами технологических параметров. DMD-образцы были изготовлены при одинаковой скорости сканирования (v=720 мм/с) с двумя различными значениями мощности лазерного луча (150 Вт и 200 Вт) и двумя различными стратегиями сканирования (z-образное сканирование и сканирование с перескоком). ИПС-образцы были изготовлены при постоянном давлении (P=50 МПа) и времени выдержки (t=15 мин) с различными температурами спекания ( $T_c = 325-400\,^{\circ}$ С для АС-1;  $400-450\,^{\circ}$ С для АС-2). Результаты рентгенофазового анализа (РФА) DMD- и ИПС-образцов показаны на рисунке 1, а результаты растровой электронной микроскопии (РЭМ) на рисунке 2.

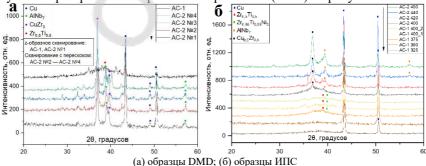
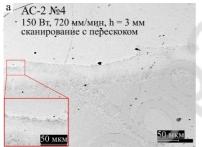


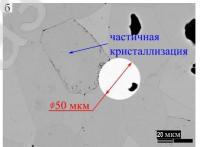
Рисунок 1 – Рентгенофазовый анализ образцов и сплавов AC-1 и AC-2, изготовленных методами DMD и ИПС

На рентгенограмме образца, рисунок 1а, изготовленного из сплава AC-1 методом DMD (P=200 Bt, Z-образная траектория, высота образца h=10 мм)

наблюдается диффузное гало, при этом обнаружены пики, соответствующие интерметаллиду  $Zr_{0,5}Ti_{0,5}$ . Для сплава AC-2 (P=150 Вт, сканирование с перескоком, h=3 мм) на рентгенограмме обнаружены пики интерметаллидных фаз  $CuZr_3$  и  $AlNb_7$ . Пики меди на рентгенограмме обусловлены использованием заливки для полировки. Наличие пиков интерметллидов на рентгенограмме обусловлено локальным перегревом наплавленного слоя по треку лазера, что отображено на рисунке 2a.

На рентгенограмме образца, рисунок 16, изготовленного из сплава AC-1 методом ИПС ( $T_c = 400\,^{\circ}\text{C}$ ) обнаруживается диффузное гало, указывающее на аморфность материала, с небольшими пиками  $Zr_{0.5}Ti_{0.5}$  и  $Zr_{0.95}Ti_{0.05}Ni_3$  и. В случае сплава AC-2 ( $T_c = 420\,^{\circ}\text{C}$ ) на рентгенограмме видно диффузное гало с низкими пиками  $Cu_{0.5}Zr_{0.5}$  и AlNb<sub>7</sub>. Пики меди на рентгенограмме обусловлены использованием медной заливки. Проявление пиков интерметаллидов указывает на частичную кристаллизацию перегретых выше температуры стеклования в процессе ИПС спеченных порошковых частиц, а также на наличие полностью кристаллических частиц размером в несколько десятков микрометров в изначальной порошковой засыпке, рисунок 26.





(а) рост кристаллов на пересечении треков у образца AC-2 (DMD); (б) рост кристаллов внутри аморфной частицы и кристаллическая частица у образца AC-1 (ИПС)

Рисунок 2 – микрофотографии структуры образцов, полученных методами DMD и ИПС

По результатам анализа СФС можно сделать вывод, что рассмотренные структуры представляют из себя аморфную матрицу с кристаллическими включениями, что обусловлено локальным перегревом аморфных частиц как в процессе ИПС, так и в процессе DMD. Снижение удельного тепловложения не позволяет избавиться от кристаллизации. Дальнейшим этапом работы станет анализ СФС образцов, изготовленных методом селективного лазерного плавления как перспективной альтернативы ИПС и DMD.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 25-79-10314

#### О.П. ПИНХАСОВ1

<sup>1</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, Россия E-mail: PinhasovOP@sinara-group.com

# ВОССТАНОВЛЕНИЕ ГЕОМЕТРИИ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ СВОЙСТВ ПОДШИПНИКОВОГО ЩИТА ТЯГОВОГО ЭЛЕКТРОДВИГАТЕЛЯ МЕТОДОМ ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВАНИЯ

Интенсивная эксплуатация тяговых электродвигателей (ТЭД) приводит к износу посадочных и уплотнительных поверхностей тонкостенных подшипниковых щитов из литой стали 25Л. Традиционная дуговая наплавка сопровождается высоким тепловложением и риском деформаций, что ограничивает ремонтопригодность. В работе показано применение прямого лазерного выращивания (ПЛВ) как управляемого способа модифицирования поверхностного слоя для восстановления геометрии и заданных свойств зоны ремонта при минимальных термодеформациях [1].

Целью исследования являлось обоснование режимов ПЛВ и выбора порошковых материалов, обеспечивающих бездефектную наплавку с гарантированным припуском 2–3 мм под мехобработку и требуемыми механическими свойствами. Объектом являлся подшипниковый щит ТЭД 810-й серии; рассматривались порошки 20X13, 08Г2С и 12X18Н10Т (фракция 40–200 мкм).

По итогам работы получена бездефектная наплавка и восстановление геометрии щита с гарантированным припуском 2–3 мм под мехобработку: для порошка 20X13 при P=2600 Вт и v=25 мм/с твердость наплавки возрастала примерно в 2.5 раза относительно основы 25Л при сохранении обрабатываемости; для  $08\Gamma 2C$  при P=2500 Вт и v=25 мм/с средняя твердость составляла около 280 HV с локальными пиками до 350–355 HV в зоне сплавления без признаков охрупчивания; для 12X18H10T при P=2400 Вт и v=25 мм/с дефекты не наблюдались, тогда как при мощностях ниже 2000 Вт фиксировались цепочки несплавлений. Карты отклонений подтвердили обеспеченный припуск и показали необходимость локального увеличения объёма наплавки на участках с выработкой более 4 мм.

1. Вильданов А.М. Исследование особенностей формирования макродефектов объемной лазерной наплавки, и разработка метода получения бездефектных наплавленных слоев: диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук: 2.5.8 / Вильданов Артур Маратович. — Санкт-Петербург, 2022. — 69-70 с.

#### С.Н. ГАЛЫШЕВ

Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН, Черноголовка, Россия E-mail: galyshew@ya.ru

#### ВЛИЯНИЕ ГРАНИЦЫ РАЗДЕЛА МЕЖДУ МАТРИЦЕЙ И ВОЛОКНОМ НА ПРОЧНОСТЬ УГЛЕАЛЮМИНИЕВОГО КОМПОЗИТА И СПОСОБЫ УПРАВЛЕНИЯ ГРАНИПЕЙ

Прочность волокнистых композитов во многом зависит от сдвиговой прочности границы между матрицей и волокном. Особое значение этот параметр имеет в композитах с металлической матрицей [1-3].

Так в обзоре [1] автор выводит уточненное правило смеси для расчёта прочности волокнистых композитов со «слабыми» границами в направлении армирования. В работе уточняется величина прочности волокна внутри композита в соответствии с предпосылкой о том, что в процессе разрушения происходит глобальное распределение нагрузки между всеми необорванными волокнами. На основании этого и экспериментальных данных о по меньшей мере восемнадцати различных композитах автор показывает, что с уменьшением сдвиговой прочности границы происходит уменьшение прочности композита.

В обзорах [2] на примере восьми типов композитов с металлической и керамической матрицами, а также в обзоре [3] на примере композита с алюминиевой матрицей, армированной оксидным волокном показано, что «слабая» граница между матрицей и волокном приводит к торможению распространения магистральной трещины в плоскости перпендикулярной армированию, в результате чего прочность композита оказывается существенно выше, чем при «сильной» границе.

Таким образом, с одной стороны, согласно [1], уменьшение сдвиговой сокращает прочность композита, а с другой, согласно [2, 3], наоборот. Качественная модель, которая учитывает оба эти фактора описана в работе [4]. Согласно этой модели, наибольшая прочность композита достигается при критической величине сдвиговой прочности между матрицей и волокном. При этом, в случае если сдвиговая прочность границы меньше критического значения, прочность композита определяется в соответствии с уточненным правилом смеси [1]. В противном случае прочность определяется критическим напряжением распространения трещины.

В докладе представлена оценка зависимости прочности композита от сдвиговой прочностью границы на основе экспериментальных данных, уточненного правила смеси, в соответствии с распределением Вейбулла, и оценки критического напряжения распространения трещины, в соответствии с концепцией Гриффитса-Орована-Ирвина. Рассмотрены способы управления сдвиговой прочностью границы.

Работа выполнена при поддержке РНФ №22-79-10064-П

- 1. W.A. Curtin, // Composites. 1993. № 24(2). C. 98-102
- 2. A. G. Evans. // Materials Science and Engineering: A.1991.№143. C. 63–76
- 3. H. E. Deve et al.// The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society. 1995. №47(7). C. 33–37
- 4. S. Galyshev et al. // Metals. 2021. №11(12). C. 2057(1-11)

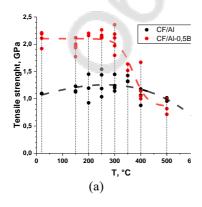
#### Б.И. АТАНОВ<sup>1</sup>

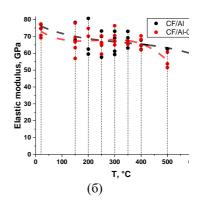
<sup>1</sup> Институт физики твердого тела им. Ю.А. Осипьяна РАН, Черноголовка, Россия E-mail: but305@mail.ru

#### ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ СВОЙСТВА УГЛЕАЛЮМИ-НИЕВОГО КОМПОЗИТА

Проведены объемные серии испытаний на изгиб композитов с матрицами из чистого алюминия и из алюминия с добавкой 0.5ат.% висмута, непрерывно армированными углеродными волокнами, в диапазоне температур от 20°С до 600°С. Проанализированы особенности кривых сила-прогиб и напряжение-деформация, установлена высокая прочность композитов и ее стабильность при температурах вплоть до 300°С. Методами оптической и сканирующей электронной микроскопий исследованы внешние формы разрушения и поверхности разрушения. Построены графики зависимости от температуры модуля упругости, предела прочности, деформации при разрушении и работы разрушения (рис.1), проведено сравнение свойств и форм разрушения двух материалов с разными матрицами.

Почти все базовые механические характеристики у композитов с матрицей из алюминия с добавкой 0.5 ат.% висмута в два раза выше (предел прочности, работа разрушения и деформация при разрушении) в диапазоне температур от 20 до 300 °С. При дальнейшем увеличении температуры испытаний наблюдалось снижение базовых механических характеристик, однако прочность композитов оставалась на уровне 1 ГПа.





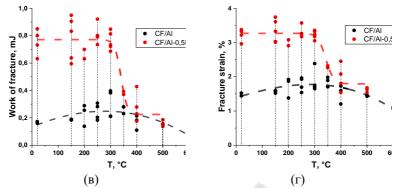


Рисунок 1 — Предел прочности (а), модуль упругости (б), работа разрушения (в) и деформация при разрушении (г) композитов с матрицей из чистого алюминия (черные точки) и с матрицей из сплава Al-0,5Bi ат.% (красные точки), полученных при трёхточечном изгибе.

Работа выполнена при поддержке гранта РНФ 22-79-10064-П.

# <u>В.Н. САНИН<sup>1</sup></u>, Д.М. ИКОРНИКОВ<sup>1</sup>, А.О. СИВАКОВА<sup>1</sup>, С.Б. БАБКИН<sup>1,2</sup>, И.Д. ПЕТУХОВ<sup>2</sup>, С.Т. МИЛЕЙКО<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup> Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова РАН (ИСМАН). г. Черноголовка, Московская обл. Россия.

> <sup>2</sup>-Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипьяна РАН (ИФТТ РАН), г.. Черноголовка, Московская обл. Россия. E-mail: svn@ism.ac.ru

#### ПОИСК И АПРОБАЦИЯ НОВЫХ КОМПОЗИТОВ ДЛЯ УЛЬТРАВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ПРИМЕНЕНИЯ НА ОСНОВЕ СПЛАВОВ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ-ОКСИД-НОЕ ВОЛОКНО

Рабочая температура лопаток турбины — это ключевой параметр, определяющий КПД двигателя турбинного типа. Рост рабочих температур — это главная цель разработки новых высокотемпературных материалов.

Основными представителями современных конструкционных, высокотемпературных материалов (КВМ) являются сплавы на основе Ni. По мере развития технологий их изготовления и охлаждения (направленная кристаллизация, полые лопатки) прирост рабочих температур составил 250-350 °C. Однако в настоящее время максимальная рабочая температура таких сплавов не превышает 1100-1150 °C (0,8 от  $T_{\rm пл}$ ) [1], что является физическим пределом для таких сплавов.

В последние годы было продемонстрировано, что одним из наиболее перспективных направлений развития КВМ является разработка новых композиций на основе многокомпонентных сплавов, получивших название высокоэнтропийные сплавы (ВЭС). ВЭС разрабатываемые для высокотемпературной эксплуатации получили название - refractory high-entropy alloys (RHEAs) так как формируются преимущественно на основе тугоплавких элементов (таких как Nb, Ta, Mo, W, Ti, Zr, Re, Cr, V и Hf) [2,3]. Вследствие высокой температуры плавления составляющих элементов, такие ВЭС проявляют высокие прочностные характеристики при повышенных температурах. Так выявлено, что в RHEAs NbMoTaW и VNbMoTaW предел текучести остается на уровне 405 МПа и 477 МПа при температуре 1600 °С [2]. Этот результат явно демонстрирует большой потенциал практического применения ВЭС для работы в высокотемпературной области перспективных установок газотурбинного типа.

Основными недостатками первых RHEAs, являлись высокая плотность и низкая окислительная стойкость [2]. Поэтому впоследствии, с целью ни-

велировать эти недостатки, в состав RHEAs начали вводить (заменять) белее легкие и доступные элементы - Cr, Ti, Zr, Co, Mn и Al [3]. Введение таких элементов, потенциально позволяет решать многие задачи (повышение удельной прочности, повышение окислительной (коррозионной) стойкости, устойчивости к термическому удару и др.) однако одновременно создает множество трудноразрешимых технологических проблем их получения [4].

Настройка баланса характеристик — это очень трудная технологическая задача и не всегда достижимая. Например, упрочнение и соответственно повышение жаропрочности сплавов достигается формированием в объёме сплава тугоплавких дисперсионных выделений (инметаллов илицидных/интерметалидных/карбидных). Следует отметить, что повышение жаропрочности и трещиностойкости достигаются взаимно противоречащими путями и возникают трудноразрешимые проблемы, связанные с конфликтом прочность — трещиностойкость [5].

Вариантом решения конфликта прочность – трещиностойкость может быть сочетание в объёме волокон упрочняющей фазы, распределенных в металлические матрицы [6].

В рамках данной работы впервые были получен новый класс композитов с металлической матрицей оксидное-волокно/ВЭС на основе тугоплавких металлов для последующего ультравысокотемпературного применения.

В рамках настоящей работы преследовалось решение 2х основных задач:

- (1) Исследовать возможность получения литых ВЭС на основе тугоплавких металлов Mo-Nb-Ta и Nb-Ta-Hf легированных металлами (Cr, V, Zr, Hf, Ti, Dy), методами СВС-металлургии из оксидного сырья.
- (2) Исследовать совместимость оксидного волокна и высокоэнтропийной матрицы из синтезированных сплавов и технических решений для получения нового класса высокотемпературных композитов в сочетании оксидное волокно/высокоэтропийные сплавы способных к длительной эксплуатации, в условиях воздействия высокой температуры (1200 °C и более) и механических нагрузок.

Синтез ВЭС проводился с использованием СВС-систем термитного типа, содержащих порошкообразные оксиды целевых элементов. Процесс горения составов проводился на центробежной СВС-установке, в реакционной форме открытого типа при атмосферном давлении. Визуальный анализ слитков ВЭС показал, что все образцы синтезированных сплавов имели литой вид. Анализ элементного состава, показал, что все целевые элементы присутствуют в составе синтезированных ВЭС, а их отклонение от расчетных концентраций не превышает 1-2 масс. %.

В рамках первого этапа разработки композитов оксидное волокно/ВЭС матрица, были проведены исследования по совместимости потенциальных

компонентов композитов. Волокна были сформированы из эвтектического состава  $Al_2O_3$ - $Al_5Y_3O_{12}$  произведённые методом внутренней кристаллизации. Поиск оптимальных режимов спекания потребовал тщательной проработки технологии получения композитов, приведшее в итоге к необходимости разработки многостадийной технологической схемы, основы которой были разработаны. В частности, для композита, с матрицей MoNbTaCrV, технологический режим, состоящий из горячего прессования при  $1500^{\circ}$ С и последующего спекания при  $1750^{\circ}$ С представляется на данном этапе наиболее оптимальным.

В презентации будут представлены первые результаты по отработке технологической схемы формирования композитов ВЭС/оксидное волокно ( $Al_2O_3$ - $Al_5Y_3O_{12}$ ). Результаты первых испытаний нового класса композитов оксидное волокно/ВЭС матрица в условиях воздействия высокой температуры (1300 °C) и механических нагрузок показали перспективность полученных материалов.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-13-00065, https://rscf.ru/project/24-13-00065/

- 1. А.В. Логунов, Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин, Рыбинск, 2017.
- 2. Senkov O.N., Wilks G.B., Scott J.M., Miracle D.B. Mechanical properties of Nb25Mo25Ta25W25 and V20Nb20Mo20Ta20W20 refractory high entropy alloys // Intermetallics. 2011. Vol. 19. P. 698–706.
- 3. W. Xiong, A.X.Y. Guo, S. Zhan, C.-T. Liu, S.C. Cao, Refractory high-entropy alloys: a focused review of preparation methods and properties, J. Mater. Sci. Technol. 142 (2023) 196–215.
- 4. Nene S.S., Sinha S., Yadav D.K., Dutta A., Metallurgical aspects of high entropy alloys. Journal of Alloys and Compounds 1005 (2024) 175849.
- R.O. Ritchie, The conflicts between strength and toughness, Nature Materials, 10 (2011) 817-822
- 5. Mileiko ST, Chumichev VA, Mullite-zirconiafibre/molybdenum-matrix composites: Strength and damage tolerance, Composites Part A, 2018, 112,365-370.

#### В.П. ФИЛИППОВА

Федеральное государственное унитарное предприятие «Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина»

E-mail: varia.filippova@yandex.ru

#### ДИФРАКЦИОННОЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЕ МЕТОДА СПЕКТРОСКОПИИ ПОТЕРЬ ЭНЕРГИИ ЭЛЕКТРОНОВ (EELFS)

В дифракционных структурных методах исследованиях анализируемое вещество играет роль дифракционной решетки, на которой происходит интерференция первичного и непрерывно рассеянного электромагнитного излучения. Дифракционные методы различаются по виду первичного излучения: рентгеновские лучи, поток электронов или нейтронов. Природа рассеяния рентгеновских квантов, нейтронов и электронов не одинакова: рентгеновское излучение рассеивается электронами атомов, входящими в состав вещества; нейтроны рассеиваются атомными ядрами; а электроны — электрическим полем ядер и электронных оболочек атомов. Кинетическая энергия кванта связана с его длиной волны, [1]. Выбор дифракционного метода зависит от исследуемого объекта [2].

В отличие от классических дифракционных методов, в спектроскопии потери энергии фото- или Оже-электронов, источником анализируемого сигнала являются сами атомы исследуемого материала. Это связано с физикой возникновения фотоэлектронов, которые формируются при бомбардировке твердого тела ускоренными электронами или рентгеновским излучением [3]. При облучении исследуемой поверхности потоком первичных электронов с энергиями в несколько кэВ наблюдается эмиссия фото- и Оже-электронов, которая фиксируется на электронном спектре наряду с потоком упруго рассеянных первичных электронов, что отражается на электронном спектре в виде протяженной тонкой структуры вблизи линий фото-, Оже-электронов (со стороны низких энергий). Суть метода EELFS (как аналога EXAFS-спектроскопии) и основные детали эксперимента — изложены в [4].

Предлагаемый новый (по сравнению с [4]) теоретический подход для определения параметров наноразмерных кристаллических структур по спектрам потерь энергии фото- и Оже-электронов основан на дифракционном представлении и моделировании функций плотности радиального распределения атомов с учетом размерности атомных структур, исходя из геометрических построений поверхности пересечения объемных, поверхностных и линейных объектов со сферой, как показано на рисунке 1, — подроб-

нее описано в [5]. На примере фаз аллотропного углерода, используя характеристики элементов из [6], в [5] показано, что предложенная методика позволяет оценить толщину и размерность исследуемого объекта, а также глубину выхода анализируемого сигнала с точностью до одного диаметра атома.

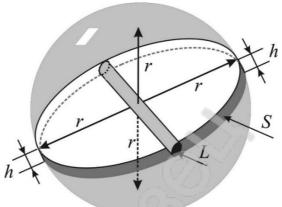


Рисунок 1. — Схема координационной сферы, иллюстрирующая зависимость плотности атомов N(r) от координационного числа  $N_r$  и радиуса r:  $N(r) \sim N_r/4\pi r^2$  для трехмерных (объемных) структур;  $N(r) \sim N_r/2\pi rh$  для двумерных (эпитаксиальных) структур ( $S=2\pi rh$ );  $N(r) \sim N_r/L$  для одномерных структур (L — площадь поперечного сечения одномерной, линейной, структуры).

- 1. Киттель Ч. Введение в физику твердого тела, М.: Наука, 1978, 792 с.
- 2. Кузнецов М.В. Современные методы исследования поверхности твердых тел: фотоэлектронная спектроскопия и дифракция, СТМ-микроскопия, Екатеринбург: Институт химии твердого тела УрО РАН, 2010, 43 с.
- 3. Дж. Маан, В. Спайсер, А. Либш, Г. Эртль, Г. Вертхайм, Т. Галлон, Х. Хэгструм, Г. Вернер. Электронная и ионная спектроскопия твердых тел. (под ред. Л. Фирманса, Дж.Вэнника, В. Декейсера; перевод: В.И.Раховского) М.: Мир, 1981 г., 467 с.
- 4. Wainstein D.L., Kovalev A.I. Fine determination of interatomic distances on surface using extended energy-loss fine structure (EELFS) data: peculiarities of the technique. // Surface and Interface Analysis. 2002. V.34. P. 230-233
- 5. Филиппова В.П., Глезер А.М., Перлович Ю.А., Крымская О.А. Изучение объемных, поверхностных и одномерных структур аллотропного углерода по дифракционным спектрам потерь энергии Оже-электронов // Известия РАН. Серия Физическая, 2018, т.82, № 9, с. 1263-1273.

DOI: 10.1134/S0367676518090077

6. Эмсли Дж. Элементы. М.: Мир, 1993. 256 стр.

# С.В. РОГОЖКИН $^{1,2}$ , А. А. НИКИТИН $^{2,1}$ , ХОМИЧ $^{2,1}$ , А.В. КЛАУЗ $^{1,2}$ , А.А. БОГАЧЕВ $^{2,1}$ , Н.А. ИСКАНДАРОВ $^{2,1}$ , Т.В. КУЛЕВОЙ $^2$ , П.А.ФЕДИН $^2$

 $^{1}$ Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

<sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия SVRogozhkin@mephi.ru; Sergey.Rogozhkin@itep.ru

### СОВРЕМЕННЫЕ ПОДХОДЫ К УСКОРЕННЫМ ИСПЫТАНИЯМ РЕАКТОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ПУЧКАХ ИОНОВ

Для создания перспективных ядерных энергетических установок (ЯЭУ) требуются материалы, выдерживающие дозы до 200 смещений на атом (сна) и выше, причем в широком интервале температур не менее 350-700 °С. Сдерживающим фактором разработки новых радиационно-стойких материалов является необходимость проведения длительных сеансов облучения для достижения предельных нагрузок. В результате аттестация новых материалов занимает сейчас не менее 10 лет и разработка качественно новых решений трудно реализуема. В то же время предлагается ряд новых конструкционных материалов для активных зон перспективных ЯЭУ и предварительный анализ радиационной стойкости разрабатываемых материалов достаточно сложно реализовать в рамках традиционного подхода. Реальным выходом из этой ситуации является проведение облучения при повышенных скоростях набора дозы радиационных повреждений и коррекция полученных результатов с учетом этого ускорения (эффекта флакса) для оценки радиационной стойкости в условиях эксплуатации.

В настоящей работе представлено описание комплекса имитационных экспериментов на пучках тяжелых ионов линейного ускорителя ТИПр, который позволяет ускорять тяжелые ионы с отношением массы к заряду более 60 до энергий 101 кэВ/нуклон. Для облучения обычно используют ионы химических элементов, являющихся основными в облучаемом материале. Возможно использование ионов других металлов: Fe, V, Ni, Cr, Co, Mo, Ta, Al, Cu и др. Образцы сталей, обычно облучаются пучком ионов железа  $Fe^{2+}$  с энергией 5.6 МэВ. Облучение образцов на ускорителе ТИПр может проводиться в диапазоне температур от комнатной до 700 °C. Для проведения расчетов профилей повреждений и количества внедренных ионов используется программа SRIM с выбором соответствующих параметров.

Исследования микроструктуры облученных ионами образцов обычно проводятся методами ПЭМ, в ряде случаев методами ПЭМ высокого разрешения или просвечивающей растровой электронной микроскопии на микроскопе Titan 80-300 TEM/STEM (Thermo Fisher Scientific) с ускоряющим напряжением 300 кВ. Качественный и количественный химический

анализ образцов проводится методами рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии с помощью Si(Li) детектора (EDAX).

При анализе эффектов радиационного распухания ПЭМ исследование позволяет идентифицировать радиационно-индуцированные поры. Базовым также является анализ структурно-фазового состояния материала, в основном, его стабильности. Для количественного анализа кластеров структурных дефектов, таких как дислокационные петли, используются изображения, полученные в светлопольном режиме с зерен, ориентированных по выбранному направлению.

Для исследования локальных перестроек химического состава облученных материалов используются атомно-зондовые томографы с лазерным испарением ПАЗЛ-3D и АТЛАЗ. В имитационных экспериментах АЗТ позволяет анализировать перераспределение химических элементов в облученном материале, выявлять образование наноразмерных скоплений химических элементов, декорирование дефектов структуры, обогащение, либо обеднение межфазных границ, границ зерен.

При исследовании облученных ионами образцов, ПЭМ ламели и АЗТ образцы-иглы изготавливаются из облученных образцов методом ФИП на растровом электронно-ионном микроскопе HELIOS NanoLab 600, FEI.

Применение представленного в настоящей работе тяжелоионного облучения апробировалось при анализе радиационной стойкости ряда материалов, таких как Eurofer 97, ЭК-181, ЧС-139 и ЭП-823, титановых сплавов, сплавов вольфрама. Обширные исследования проведены по анализу радиационной стойкости российских и зарубежных дисперсно-упрочненных оксидами сталей.

#### <u>Д.А. СОКОЛОВСКИЙ,</u> Г.П. КОБЫЛЯНСКИЙ, С.Г. ЕРЕМИН, Е.В. ЧЕРТОПЯТОВ, А.А. КАРСАКОВ

AO «ГНЦ НИИАР», г. Димитровград, Россия E-mail: sokdmitrii95@mail.ru

#### РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ ОБЛУЧЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ

В настоящее время основным видом механических испытаний облученных элементов тепловыделяющих сборок (ТВС), таких как оболочки твэлов, направляющие каналы и центральные трубы, является испытание на растяжение кольцевых образцов. Кольцевые образцы позволяют получить большой массив данных по механическим свойствам материалов при минимальной сложности подготовки.

Особенностью испытаний на растяжение кольцевого образца является разгибание его рабочей части в начале испытания. Деформация внутреннего слоя кольца, оцененная с помощью измерений расстояний между метками на рабочей части до и после разгибания кольца, может составлять до 7%. Таким образом, образец может разрушиться хрупко, даже имея запас пластичности.

Эксперимент, проведенный на различных образцах из одного материала, также показал, что кольцевые образцы могут завышать предел текучести относительно стандартных образцов из-за деформационного упрочнения рабочей части в процессе разгибания. Для устранения влияния изгибных деформаций могут использоваться другие типы кольцевых образцов (например, с выделенной рабочей частью), оснастки или расположения образца на опорах [1-3].

Несмотря на то, что испытание кольцевых образцов является наиболее удобным и распространенным методом оценки свойств облученных труб, результаты таких испытаний зависят от состояния материала и могут приводить к искажению результатов. Для получения более объективных результатов по механическим свойствам материалов оболочек твэлов и направляющих каналов ТВС были разработаны и внедрены методы механических испытаний: одноосное растяжение сегментных образцов, испытание трубчатых и кольцевых образцов сжатием внутреннего наполнителя, четырёхточечный изгиб трубчатых образцов [4, 5].

Сравнительные испытания различных образцов из одного материала показали, что использование дополнительных методов позволяет снизить консервативность результатов испытаний кольцевых образцов, а также получить характеристики материала для условий, приближенных к условиям эксплуатации и дальнейшего обращения с ТВС.

Устойчивость направляющих каналов (НК) ТВС к поперечным нагрузкам непосредственно влияет на безопасность и надежность работы реакторной установки. Оценку этой характеристики проводили на трубчатых фрагментах НК с помощью разработанного метода испытаний на четырехточечный изгиб. В результате испытаний определяли максимальный прогиб и номинальные напряжения в наиболее напряженной части образца.

При испытании фрагментов НК на четырехточечный изгиб все образцы независимо от высотной координаты не разрушились, а максимальный полный прогиб достигал 14 мм. Основным ограничением проведенных испытаний стала максимально возможная нагрузка, регистрируемая испытательной машиной, а также конструкция оснастки. Полученные результаты испытаний при комнатной температуре образцов, вырезанных из НК на участках с различными координатами, на четырёхточечный изгиб выполнены впервые, и эти данные расширяют знания о механических свойствах НК в разных условиях нагружения.

- 1 Hao Jiang, Jy-An John Wang. Methodology for mechanical property testing on fuel cladding using an expanded plug wedge test  $\!\!/\!\!/$  Journal of Nuclear Materials, 2014, V. 446, p. 27–37.
- 2 М.В. Леонтьева-Смирнова, Б.А. Калин, Е.М. Морозов и др. Методические особенности испытаний на растяжение кольцевых образцов // Физика и химия обработки материалов, 2019, № 6, с. 62-71.
- 3 В.Н. Фоменко, Б.З. Марголин, А.А. Сорокин и др. Метод определения механических свойств и трещиностойкости материалов оболочек твэлов на базе испытаний кольцевых образцов // В сб.: Тезисы докладов XII Международной конференции по реакторному материаловедению АО "ГНЦ НИИАР", г. Казань, 2024, с. 62-63.
- 4 Д.В. Харьков. Разработка метода механических испытаний трубчатых образцов внутренним давлением пластичного заполнителя // В сб.: Научный годовой отчет АО "ГНЦ НИИАР" (отчет об основных исследовательских работах, выполненных в 2018 г.). Димитровград: АО «ГНЦ НИИАР», 2019. С. 94-97.
- 5 Г.П. Кобылянский, А.О. Мазаев, С.Г. Еремин и др. Микроструктура и механические свойства направляющих каналов, отработавших в составе тепловыделяющей сборки ТВС-2М в реакторе ВВЭР-1000 в течение двух топливных кампаний // Сборник трудов АО «ГНЦ НИИАР», 2023, с. 11-24.

## <u>В.П. ТЮТИН</u>, О.А. КРЫМСКАЯ, М.Г. ИСАЕНКОВА, А.Д.Ю., О.Р. БОЛДЫРЕВА

НИЯУ МИФИ, Москва, Россия E-mail: vp.tyutin@gmail.com

#### МОДЕЛИРОВАНИЕ ТЕКСТУРЫ ПРОКАТКИ МОЛИБДЕНОВОГО СПЛАВА С УЧЕТОМ ДИНАМИЧЕСКОЙ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ

Молибден и его сплавы являются незаменимыми конструкционными материалами в высокотехнологичных отраслях, включая аэрокосмическую, ядерную и электронную промышленность, благодаря их уникальному сочетанию жаропрочности, высокому модулю упругости и низкому коэффициенту теплового расширения. Ключевым методом производства полуфабрикатов, таких как листы, является прокатка с последующей штамповкой для изготовления конечных изделий. Основной научно-технической проблемой в процессе прокатки является формирование в материале острой кристаллографической текстуры, что приводит к значительной анизотропии механических свойств в плоскости листа. Это является причиной образования фестонов и приводит к браку, снижению качества изделий и нерациональному расходу дорогостоящего материала.

В данной работе сопоставлены функции распределения зерен по ориентациям (ФРО), полученные экспериментально для прокатанных листовых образцов из сплава ЦМ-2A (Мо -0.15% Zr -0.3% Ti) и рассчитанные в свободно распространяемом программном обеспечении МТЕХ. Разработка модели расчета ФРО для молибденовых сплавов позволит снизить затраты на отработку технологического процесса получения изотропного листа. Такая модель позволит целенаправленно управлять кристаллографической текстурой листа для снижения его анизотропии.

В результате анализа полученных экспериментальных данных установлено, что на стадии горячей прокатки сплава формируется текстура, не устойчивая к напряженному состоянию при последующей холодной прокатке. На стадии же холодной прокатки до степени деформации 97% формируется острая текстура {001}<110>, которая определяет образование фестонов после штамповки. Разработана и реализована компьютерная модель в среде МТЕХ [1] для прогнозирования эволюции текстуры прокатки с использованием теории Тейлора [2]. Результаты моделирования холодной прокатки согласуются с литературными данными и результатом холодной прокатки промышленных образцов. Сравнение экспериментальной и рассчитанной ФРО на последнем этапе промышленной холодной прокатки показало ошибку моделирования 17 %, что свидетельствует о корректности разработанной модели деформации.

Показано, что холодная прокатка под углом 45 градусов к исходному направлению прокатки или аналогичная перекрестная прокатка позволяет существенно снизить анизотропию свойств в плоскости листа. Для всех схем холодной прокатки молибдена получено качественное и количественное совпадение результатов моделирования с экспериментом (ошибка от 9,9% до 25%).

Подтверждена высокая точность разработанной модели для описания текстурообразования при холодной прокатке сплава ЦМ2А по сложным деформационным схемам. Это позволяет использовать модель в качестве эффективного инструмента для дальнейшей оптимизации технологических режимов прокатки с целью получения листа с более изотропной структурой и снижению брака при штамповке.

Обнаружено, что для успешного моделирования горячей деформации молибденовых листов недостаточно изменения соотношения критических сдвиговых напряжений между системами скольжения по плоскостям {110}, {112} и {123}, а необходим учет динамической рекристаллизации.

Исследования выполнены в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», проект СП-1

- 1. Bachmann F. // Solid State Phenomena. 2010. V. 160. P. 63-68.
- 2. Taylor G.I. Plastic strain in metals // J. Inst. Met. 1938. Vol. 62. P. 307–324/

#### Е.А. КУЛЕШОВА<sup>1,2</sup>, Е.Д. МАЛИНОВСКИЙ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», г. Москва. Россия

 $^2$ Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия

E-mail: zhenYa.malinovskiY.2001@mail.ru

# МЕТОД РАСЧЕТНО-ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ЗЕРНОГРАНИЧНОГО СЕГРЕГИРОВАНИЯ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ ДОСТОВЕРНОСТИ ПРОГНОЗНОЙ ОЦЕНКИ ЭКСПЛУАТАЦИОННОГО РЕСУРСА СТАЛЕЙ КОРПУСОВ РЕАКТОРОВ ВВЭР

В рамках развития атомной энергетики в России возникла проблема продления срока службы одного из энергетических реакторов ВВЭР-440 Іго поколения на срок не менее чем 10 лет. На текущий момент реакторы ВВЭР-440 уже были подвержены двум восстановительным отжигам, обеспечившим им срок службы 60 лет. Дополнительное продление срока службы на 10 и более лет за счёт проведения 3-го отжига требуется для обеспечения эксплуатации на срок введения в эксплуатацию замещающих мощностей в форме реакторов ВВЭР средней мощности.

Продление срока службы корпусов реакторов (КР) заключается в возврате радиационного охрупчивания корпусных сталей методом термического воздействия. В общем случае радиационное охрупчивание протекает по двум механизмам: упрочняющему и неупрочняющему. Упрочняющий механизм связан с ростом предела текучести за счёт образования радиационно-индуцированных и радиационно-стимулированных элементов структуры (дислокационных петель, преципитатов). Неупрочняющий (характерный для ОЦК металлов) - с уменьшением критического напряжения хрупкого разрушения вследствие снижения когезивной прочности границ зерен за счёт образования зернограничной сегрегации (преимущественно Р), радиационно-ускоренной в процессе эксплуатации.

Значительно большую степень охрупчивания на первых этапах демонстрировал металл сварного шва (МШ) вследствие меньшей чистоты по примесям меди и фосфора относительно основного металла (ОМ). В связи с этим режим отжига был разработан для МШ ВВЭР-440 (475°С/150 ч) и был направлен на снятие радиационного упрочнения после облучения. Из-за наличия на границах первичных аустенитных зерен МШ выделений избыточного феррита, значительно повышающих устойчивость шва к зернограничному охрупчиванию, МШ на первых стадиях облучения длительное время демонстрировал радиационное охрупчивание исключительно по

упрочняющему механизму. Однако при выборе режима отжига не было учтено, что для МШ, как ОЦК металла, всё равно характерно развитие явления обратимой отпускной хрупкости (накопление зернограничной сегрегации), наиболее ярко проявляющегося в интервале температурной выдержки (400-500) °С. В связи с этим на протяжении практически всего срока эксплуатации стали КР подвергались непрерывному охрупчиванию по неупрочняющему механизму, дополнительно ускоренному за счёт воздействия температуры отжига. К концу третьего цикла облучение-отжиг становится возможным как недопустимое ухудшение свойств ОМ, склонного к охрупчиванию по неупрочняющему механизму в большей мере, чем МШ, так и в МШ может быть обнаружено образование значимого уровня сегрегации Р.

Для определения темпа зернограничного охрупчивания сталей корпуса ВВЭР-440 при эксплуатации свыше 60 лет было проведено расчетно-экспериментальное моделирование процесса зернограничного сегрегирования фосфора в ОМ и МШ. При построении кинетической кривой использовалась модель, разработанная в НИЦ «Курчатовский институт» для ВВЭР-1000 [1], и модернизированная в рамках данной работы с учетом особенностей ВВЭР-440. Для подтверждения расчётной зависимости для МШ проведены исследования методом Оже-спектроскопии состояния после 45 лет эксплуатации КР. В сочетании с литературными данными [2,3] это подтвердило справедливость модели.

По результатам расчетно-экспериментального моделирования можно сделать вывод о значительном снижении темпа накопления зернограничной сегрегации фосфора вследствие двух эффектов: обеднения тела зерна по фосфору и приближения его зернограничной концентрации к равновесному значению, после достижения которого зернограничная сегрегация не протекает. Таким образом, по результатам расчетно-экспериментального моделирования можно сделать оптимистичный прогноз о возможности продления срока службы ВВЭР-440 свыше 60 лет на 10 и более лет за счёт проведения третьего восстановительного отжига.

- 1. Bokshtein B.S. et al. // Defect and Diffusion Forum. 2017. Vol. 375. -P. 125-133.
- 2. Kuleshova E.A. et al. // Journal of Nuclear Materials. 2020. Vol. 540. 13 p.
- 3. Kuleshova E.A. // Journal of Nuclear Materials. 2018. Vol. 501. P. 261-274.

#### Э.Б. ЗАВОЙЧИНСКАЯ, Г.Е. ЛАВРИКОВ

Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия

E-mail: elen@velesgroup.com, george.lavrikov@yandex.ru

### МАТЕМАТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПИСАНИЯ РАЗВИТИЯ ПРОЦЕССА УСТАЛОСТНОГО РАЗРУШЕНИЯ ПО МАС-ШТАБНО-СТРУКТУРНЫМ УРОВНЯМ МИКРОТВЕРДОСТИ ПРИ НЕРЕГУЛЯРНЫХ НАГРУЖЕНИЯХ

Усталостное разрушение элементов конструкций под действием различных нерегулярных эксплуатационных нагружений является одним из наиболее опасных и трудно прогнозируемых разрушений инженерных систем. Анализ экспериментальных данных и физических механизмов развития усталостного разрушения указывает на то, что разрушение надо рассматривать как стохастический многоуровневый процесс, включающий последовательное прохождение различных масштабно-структурных уровней с различными механизмами развития хрупкого и вязкого разрушений, а также изменения структуры материала. Существующие континуальные теории поврежденности не рассматривают такой подход. В данной работе для одночастотных нагружений, состоящих из конечного числа блоков разных постоянных компонент, амплитуд и чисел циклов, записываются система рекуррентных определяющих соотношений для вероятности разрушения на каждом уровне с использованием интегрального оператора Гильберта-Шмидта и уравнения кривых усталости по уровням дефектности и по макроразрушению [1, 2]. Проведенный анализ в работе [3] позволяет провести соответствие между предельными состояниями дефектов каждого уровня и определенными значениями микротвердости по Виккерсу. Представляются результаты исследования при симметричном нагружении, состоящем из двух и трех блоков с разными амплитудами и числами циклов, для 0.25% углеродистой стали и алюминиевого сплава 2024-Т42 по предложенной модели.

Опытные данные для алюминиевого сплава [3] при регулярном нагружении хорошо описываются моделью. Проведен анализ серии двухблочных экспериментов с разными амплитудами и числами циклами нагружения. Получено, что при меньшей второй амплитуде и разных числах циклов кривая усталости по макроразрушению практически совпадает с кривой усталости при регулярном нагружении по максимальной амплитуде нагружения, что хорошо описывается моделью. Если вторая амплитуда больше, то максимальное напряжение выше, чем при регулярном нагружении, в

среднем на 10%, а долговечность в среднем отличается в 3 раза. При анализе доли относительных долговечностей сплава при регулярном и нерегулярном нагружении с меньшей второй амплитудой получено, что основным является развитие макродефектов, в среднем 70% от общей долговечности, на микро- и мезодефекты приходится 10% и 20% соответственно. При нерегулярном нагружении с большей второй амплитудой основным является развитие микродефектов, в среднем около 70% от общей долговечности, долговечность по мезодефектам составляется 30%.

Полученная по модели кривая усталости по макроразрушению для стали при регулярном нагружении хорошо описывается известными опытными данными [4]. При четырех двухблочных режимах: 1/3 долговечности – нагружение с амплитудой, равной пределу выносливости, два режима – с возрастающими на 10% и 20% амплитудами соответственно, и два режима - с убывающими на 10% и 20% амплитудами соответственно, действующими 2/3 долговечности, построены кривые усталости по уровням дефектности и по макроразрушению. Расчеты для обратных тестов показали, что долговечность зависит от последовательности приложения нагрузки с одинаковыми максимальными значениями амплитуд: в случае с убывающими амплитудами долговечность меньше в среднем до 6 раз, а максимальное напряжение меньше в среднем до 10% при одинаковой долговечности по сравнению с возрастающими амплитудами. Опытные данные для четырех трехблочных режимов с разным уровнем амплитуд также хорошо описываются моделью. При анализе доли относительной долговечности стали во всех случаях нагружения получено, что основным является развитие мезодефектов размера зерна в среднем 90% от общей долговечности, а доля по развитию дефектов внутри зерна – 10%.

- 1. Завойчинская Э.Б., Раутиан Н.А., Лавриков Г.Е. Математическое моделирование масштабно-структурного разрушения при программных циклических нагружениях металлов и сплавов // Дифференциальные уравнения. 2025. Т. 61. № 5. С. 640-658. DOI: 10.31857/S0374064125050064
- 2. Завойчинская Э.Б. Общие закономерности и критерии разрушения твердых тел на разных масштабно-структурных уровнях при длительном нагружении (обобщающая статья) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2022. Т. 88. № 7. С. 48-62. DOI: 10.26896/1028-6861-2022-88-7-48-62
- 3. Pavlou D.G. A phenomenological fatigue damage accumulation rule based on hardness increasing, for the 2024-T42 aluminum // Engineering Structures. 2002. V. 24. № 11. P. 1363-1368. DOI: 10.1016/S0141-0296(02)00055-X
- 4. Kawada Y., Sekido Y., Saski S. Some experiments on the fatigue life under double and triple stresses // Bulletin of the JSME. 1960. V. 3. № 10. P. 275-281. DOI: 10.1299/jsme1958.3.275

#### К.В. ОЖМЕГОВ, <u>Я.Е. ЕНИНА,</u> А.А. КАБАНОВ, А.С. ЗАВОДЧИКОВ

AO «ВНИИНМ», г. Москва, Россия E-mail: kvozhmegov@bochvar.ru, yeenina@bochvar.ru

# ПЛАСТОМЕТРИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ КРУЧЕНИЯ ДЛЯ ОБОСНОВАНИЯ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИЗДЕЛИЙ

Незначительное изменение примесного состава циркониевых сплавов может влиять на их напряжение течения, особенно при динамических нагрузках. Наблюдается это в том числе при обосновании деформационноскоростных режимов холодной пильгерной прокатки труб для оболочек твэлов.

Пластометрические испытания позволяют определить реологическое поведение материалов применительно к условиям процессов их термомеханической обработки.

При пластометрических испытаниях на растяжение особенно значимо проявляет себя эффект локализации пластической деформации в процессе перехода от равномерного течения металла к сосредоточенной деформации в зоне зарождающейся на образце шейки. На стадии сосредоточенной деформации, а затем и локализованной деформации, схема одноосного растяжения трансформируется в более сложные напряженно-деформируемые состояния, изменяющиеся во времени. При этом среднее нормальное напряжение растяжение в образце может заметно отличаться от величины сопротивления деформации. Поэтому при испытаниях на растяжение равномерное удлинение  $\delta_{\text{равн}}$  редко достигает 30-40% даже в условиях горячей деформации. Для малопластичных материалов эта величина не превышает 10-15%; ещё меньше она для большинства металлов в условиях холодной деформации.

Испытания на кручение при пластометрических исследованиях позволяют получать кривые течения в области значительных деформаций (є до 3). Преимуществом данного метода является также то, что при испытаниях создаются более надёжные условия получения постоянной скорости деформации, наилучшим образом моделируются многоступенчатые законы деформирования. С точки зрения схемы напряжённо-деформированного состояния металла метод испытаний на кручение позволяет моделировать процессы обработки металлов давлением.

Вместе с тем, у метода испытания на кручение есть особенности при выборе геометрии образцов и режимов нагружения, которые могут влиять

на неоднородность распределения деформации, скорости деформации и напряжений по сечению испытываемого образца.

Поэтому целью работы ставилось проведение анализа напряженно-деформированного состояния при пластометрических испытаниях методом кручения цилиндрических и трубчатых образцов с различным радиусом и длиной рабочей части из циркониевого сплава при различных режимах нагружения: статичное нагружение, ступенчатое нагружение, циклическое нагружение по плоской траектории деформирования в виде квадрата с растяжением и сжатием.

Для этого была разработана численная модель процесса кручения, проведены численные эксперименты и испытания на металле. Модель верифицирована с использованием реальных данных с испытательной установки.

По результатам работы даны рекомендации по геометрии образцов и режимам в зависимости от задачи испытаний.

#### С.А. БОБУЁК<sup>1</sup>, А.П. СУРЖИКОВ<sup>1</sup>, Е.Н. ЛЫСЕНКО<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск, Россия E-mail: bobuyok@tpu.ru

#### ПРИМЕНЕНИЕ СИНХРОННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ДЛЯ КОНТРОЛЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА СЛОЖНОЗАМЕЩЁН-НЫХ ФЕРРИМАГНЕТИКОВ

Бариевые гексаферриты (БГФ) со структурой магнетоплюмбита имеют химическую формулу  $BaFe_{12}O_{19}$  и являются одними из наиболее распространённых магнитотвёрдых ферримагнетиков. Для изменения функциональных свойств  $B\Gamma\Phi$  в них часто вводятся легирующие добавки. Известно, что свойства материалов в первую очередь определяются их фазовым составом. В связи с этим при использовании добавок необходимо установить, встраиваются ли ионы замещающих элементов в структуру феррита или с ними образуются вторичные фазы.

В данной работе были исследованы простые и сложно-замещенные бариевые ферриты со структурой магнетомплюбита. Цель работы заключалась в проведении контроля фазового состава данных материалов с помощью рентгеновской дифрактометрии и синхронного термического анализа, который представляет собой комбинацию термогравиметрии (ТГ) и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Ферритовые образцы состава  $BaFe_{12}O_{19}$  (F-0),  $BaFe_{11.8}Al_{0.2}O_{19}$  (F-A),  $BaZn_{0.2}Zr_{0.2}Fe_{11.6}O_{19}$  (F-ZZ) и  $BaZn_{0.2}Zr_{0.2}Al_{0.2}Fe_{11.4}O_{19}$  (F-AZZ) были получены по керамической технологии из оксидно-карбонатных шихт. Для проведения рентгенофазового анализа использовался порошковый рентгеновский дифрактометр ARLX'tra. Напряжение на рентгеновской трубке с медным анодом составляло 30 кB, сила тока — 25 мA. Сканирование проводилось в диапазоне углов 20 от 15° до 95° с шагом 0,02°. Обработка дифрактограмм проведена в программной среде PowderCell 2.4. Выполнен полнопрофильный анализ по методу Ритвельда, величины микронапряжений и размеров областей когерентного рассеяния определены из построения Вильямсона-Холла.

Синхронный термический анализатор Netzsch STA 449C Jupiter использовался для проведения ТГ и ДСК-измерений параметров магнитных фазовых превращений. Магнитное поле напряжённостью  $\sim$ 5 Э внутри измерительной ячейки создавалось двумя постоянными магнитами, установленными с внешней стороны печи термического анализатора. Измерения в корундовых тиглях производились в воздушной атмосфере от комнатной температуры до  $800^{\circ}$ C при скорости нагрева  $50^{\circ}$ C/мин.

Анализ данных рентгеновской дифрактометрии показал, что все полученные образцы принадлежат к типу гексаферритов с кристаллической

структурой магнетоплюмбита. Расчет структурных параметров выявил изменения в объеме кристаллической решетки в зависимости от состава образцов, которые хорошо коррелируют с размерами замещающих ионов. В частности, в случае образца F-ZZ, где ионный радиус цинка  $(Zn^{2+})$  и циркония  $(Zr^{4+})$  значительно превышает радиус железа  $(Fe^{3+})$ , наблюдалось увеличение объема кристаллической решетки с 697,6243 (образец F-0) до 699,9106 Å $^3$ . Подобные искажения в кристаллической решетке, ослабляют обменное взаимодействие и снижают температуру Кюри, что было обнаружено при проведении синхронного термического анализа в постоянном магнитном поле.

В ходе синхронного термического анализа смеси порошков F-0 – F-AZZ были выявлены два пика на ДТГ-кривой с координатами 381°С и 443°С, которые близки к соответствующим координатам, полученным для данных порошков по отдельности (382°С и 444°С). Это указывает на успешное разделение фаз в смеси и подчеркивает значимость использования синхронного термического анализа при исследовании многокомпонентных магнитных систем. Подробнее с результатами работы можно ознакомиться в [1].

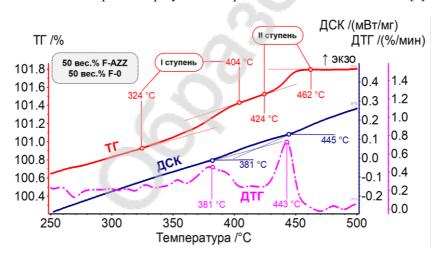


Рисунок 1 — Термограммы порошковой смеси F-0 — F-AZZ в области магнитного фазового перехода «ферримагнетик  $\rightarrow$  парамагнетик».

Исследование было поддержано программой развития ТПУ «Приоритет—2030».

1. Bobuyok S.A., et al. // Russian Physics Journal. – 2025. – Vol. 68, pp. 452–460.

## <u>О.А. САДОВСКИЙ,</u> В.П. ТЮТИН, О.А. КРЫМСКАЯ, М.Г. ИСАЕНКОВА

*НИЯУ МИФИ, Москва, Россия* E-mail: oasadovskiy@gmail.com

#### РАЗВИТИЕ МОДЕЛИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ α-Ті С УЧЕТОМ ДВОЙНИКОВАНИЯ В ПРОГРАММНОМ ОБЕСПЕЧЕНИИ DAMASK

Титановые сплавы широко используются в аэрокосмической и судостроительной отраслях благодаря уникальному сочетанию механических и коррозионных свойств. Основными технологическими операциями изготовления металлических изделий являются холодная пластическая деформация и термообработка. Большинство титановых сплавов состоят из α- и В-фаз, анизотропия которых определяется кристаллографической текстурой α -фазы, характеризующейся гексагональной плотноупакованной структурой. Для формирования заданных свойств изделия необходимо располагать информацией о закономерностях формирования текстуры в процессе прокатки  $\alpha$ -фазы. Перспективным методом изучения эволюции текстуры в процессе деформации является компьютерное моделирование, основанное на методе конечных элементов (МКЭ), например, с использованием программного пакета с открытым исходным кодом DAMASK [1]. Это программное обеспечение позволяет изучать эволюцию структуры и текстуры многофазных сплавов. Однако, в нем отсутствует возможность анализа переориентации зерна в результате активизации двойникования [2], преобладающего на начальных этапах пластической деформации α-зерен и обеспечивающего их существенную переориентацию (от 34 до 85°) [3].

В работе проведено математическое описание переориентации зерен в результате двойникования по различным системам с учетом фактора Шмида. Данный подход реализован в виде программного кода в среде MatLab и адаптирован для МКЭ с применением языка Python. Разработанный алгоритм позволил корректно смоделировать эволюцию кристаллографической текстуры на начальном этапе холодной прокатки однофазного αтитанового сплава.

Исследования выполнены в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», проект СП-1

- 1. Roters F. et al. //Computational Materials Science. 2019. T. 158. C. 420-478.
- 2. Isaenkova M.G. et al. // Tsvetnye Metally, 2020, Vol. 2020, No. 3 p. 86-91.
- 3. Isaenkova M.G. et al. // Tsvetnye Metally, 2020, Vol. 2020, No. 4 p. 58-70.

# В. С. КАЛАШНИКОВ $^{1,2}$ , М. А. ОРЛОВ $^{1}$ , С.В. ПУТЫРСКИЙ $^{3}$ , С. Н. ПАРШИН $^{2}$ , М. Г. ФЕДИН $^{1,3}$ , А. А. КАРАБУТОВ $^{4}$ , В.В. КОЛЕДОВ $^{2}$ , А.В. ШЕЛЯКОВ $^{5}$ , А.И. ПЛОХИХ $^{3}$ , И.А. ПОЛИКАРПОВА $^{1}$ , А.В. НЕСОЛЕНОВ $^{2}$

<sup>1</sup> Общество с ограниченной ответственностью «КИНЕТИК», г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, г. Москва, Россия

<sup>3</sup> Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, г. Москва, Россия

<sup>4</sup>Институт общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук, г. Москва, Россия

<sup>5</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия

E-mail: Kalashnikov.vladimir.88@yandex.ru

# АНАЛИЗ ПРОЦЕССОВ РАСПРОСТРАНЕНИЯ УПРУГИХ ВОЛН, ГЕНЕРИРУЕМЫХ ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ В КОМ-ПОЗИТНЫХ И МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

Представлены результаты исследований методами оптоакустики (лазерного ультразвука) различных материалов, таких как сплавы с эффектом памяти формы системы NiTiCu, слоистые металлические материалы из титановых сплавов и полимерные композиты. В качестве исследовательского оборудования использовался лазерно-ультразвуковой дефектоскоп (®Keenetica "LUS-01" / "UDL-2M") с рабочей полосой частот до 25 МГц и диаметром ультразвукового пучка 5 мм.

Исследование структуры полимерных композитных материалов (ПКМ) представляет собой сложную техническую задачу по причине того, что слои препрега хоть и укладываются в разном направлении, однако сами по себе имеют близкую по значению плотность и модуль упругости и крайне тонкую (единицы микрометров) границу между слоями. Решение этой задачи на сегодняшний день успешно реализовано с помощью методов оптоакустики. На сегодняшний день имеется возможность выявлять слои толщиной от 60 мкм. На рисунке 1а показан результат сканирования образцов в виде пластинок из ПКМ и восстановленная структура композита после сканирования.

Для сплавов с эффектом памяти формы системы NiTiCu показано, что при изменении концентрации меди от 0 до 37 % модули упругости при фазовых переходах варьировались от 2,8 до 5,5 ГПа, что превышает разницу в  $\sim$ 2 ГПа, наблюдаемую при обычных испытаниях на растяжение. Расхождения между модулями упругости, рассчитанными по результатам опто-

акустических исследований, и испытаниями на изгиб (EA) позволяют предположить, что в исходной аустенитной фазе после превращения существуют внутренние растягивающие напряжения, снижающие рабочее (пороговое) напряжение ниже предела текучести. На рисунке 1 б показаны зависимости скорости распространения продольных ультразвуковых волн от температуры для образцов с содержанием меди от 0 до 37 %.

В титановых слоистых материалах, состоящих из чередующихся слоёв  $\alpha$ -сплава и псевдо- $\beta$  сплава, в результате термической обработки (старения) происходит диффузионное превращение (распад  $\beta$ -фазы с выделением пластин  $\alpha$ -фазы), объёмный эффект которого приводит к появлению внутренних напряжений. Так, по результатам проведенных измерений (рисунок 1 в) среднего значения скорости распространения продольных ультразвуковых волн в многослойном материале установлено, что наибольшая скорость распространения волны соответствует образцам, подвергнутым старению с длительной выдержкой, обеспечивающей наиболее полный распад. Наименьшая скорость распространения волны соответствует образцам в горячекатанном состоянии, когда не происходит распада  $\beta$ -фазы в слоях псевдо- $\beta$  сплава, что соответствует минимальному уровню напряжений в материале.

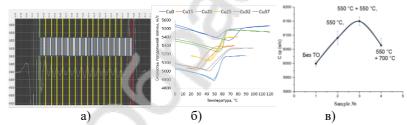


Рисунок 1-a) Трек пробега ультразвуковой волны по толщине образца ПКМ и восстановленная послойная структура образца; б) зависимость скорости ультразвуковой волны от температуры в образах сплавов с ЭПФ системы NiTiCu; в) зависимость скорости ультразвуковой волны от степени отжига слоистых титановых образцов.

Таким образом, показаны возможности приборов регистрировать как фазовые превращения в материалах, так и выявлять их структуру. Высокая чувствительность самого метода позволяет проводить уникальные исследования, оперируя определённой физической величиной, характерной или для исследуемого материала, или для отдельных компонентов его структуры (фаз, дефектов), т.е. скоростью упругой лазерно-ультразвуковой волны.

# Тезисы стендовых докладов

# Секция 1. Перспективные технологии получения материалов для эксплуатации в экстремальных условиях:

1.1. формирование заданного структурно-фазового состояния в нанокристаллических и аморфных материалах, многокомпонентных сплавах, материалах с особыми физическими свойствами и др.

#### <u>Д.И. АБЗАЛОВ<sup>1</sup></u>, Т.Г. АКОПДЖАНЯН<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова, Черноголовка, Россия E-mail: abzalovdanil99@yandex.ru

#### САМОРАСПРОСТРАНЯЮЩИЙСЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ СИНТЕЗ MgAION С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ КСЮ4: МАКРОКИНЕТИКА И СВОЙСТВА.

Поликристаллическая керамика является перспективной альтернативой традиционным оптически прозрачным материалам. Её уникальные свойства, включающие высокую степень прозрачности в ультрафиолетовом, видимом и инфракрасном диапазонах спектра в сочетании с превосходными механическими характеристиками, открывают новые возможности применения в тех областях, где традиционные материалы демонстрируют недостаточную эффективность. Особенно это касается оптической техники, производства инфракрасных окон и лазерной аппаратуры.

В последние годы особое внимание исследователей привлекает керамика на основе оксинитрида магния-алюминия (MgAlON). Данный материал представляет собой сложное соединение, формирующееся в тройной системе AlN-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO. Уникальные свойства керамики MgAlON определяются её широким спектральным диапазоном прозрачности, охватывающим область от 0,22 до 6,24 микрометров. Помимо этого, материал демонстрирует выдающиеся термомеханические характеристики, что делает его особенно привлекательным для применения в высокотехнологичных областях.

Начальной стадией производства керамики является синтез порошкового материала. Согласно литературным данным, для получения порошка MgAlON в основном применяют такие методы, как твердофазный синтез, карботермическое восстановление оксида алюминия, а также алюмотермическое восстановление. Однако использование таких методов связано с некоторыми сложностями: большие времена выдержки при высоких температурах, которые приводят к значительным энергозатратам.

В данной работе рассматривается метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в качестве альтернативы традиционным методам синтеза MgAlON. Данный метод обладает такими преимуществами, как малые времена синтеза и небольшие энергозатраты.

Работа нацелена на изучение горения смесей  $Al-Al_2O_3$ - $KClO_4$ -MgO в среде азота с начальным давлением 5  $M\Pi a$ , получение порошков оксинитрида магния алюминия с различным соотношением  $AlON/MgAl_2O_4$ . Уста-

новлены зависимости скорости и температуры горения от количества алюминия в смесях: температура горения варьировалась в пределах 1650-1970 °C, скорость горения изменялась в пределах 1-5 мм/с. Изучено отдельное влияние реакции азотирования и реакции окисления алюминия на закономерности процесса горения. Установлено, что окисление алюминия оказывает больший эффект на температуру и скорость горения, что позволяет предположить о его ведущей роли при синтезе оксинитрида магния алюминия. Термодинамические расчеты позволили установить, что реакция азотирования лимитирована подводом газа в зону реакции. Сравнение полученных результатов с результатами, полученными при горении смесей с перхлоратом магния, позволило установить, что продукты разложения перхлоратов, в частности их количество, а так же связанная вода, оказывают значительное влияние на температуру и скорость горения, лимитируя скорость подвода реагирующего газа в зону реакции как плавлением, так и при испарении, образуя избыточное давление в порах образца. Из синтезированных однофазных порошковых материалов оксинитрида магния алюминия трех составов, с 25, 50 и 75 масс. % содержанием алюмомагниевой шпинели были получены методом свободного спекания при температуре 1930 °C в течение 10 часов компактные керамические материалы.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ в рамках научного проекта № 24-79-00289.

### <u>А.А. БАЖЕНОВ</u>, В.С. ЧЕРНЯКОВА, А.В. ТЕНИШЕВ, Д.П. ШОРНИКОВ, В.В. МИХАЛЬЧИК

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия E-mail: baa9mpehi@yandex.ru

# ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ НАГРЕВА И ГАЗОВОЙ СРЕДЫ НА ПРОЦЕСС РАЗЛОЖЕНИЯ СТЕАРАТА АЛЮМИНИЯ

При промышленном производстве изделий методом порошковой металлургии в исходный порошок всегда добавляют органические связующие для повышения текучести и прессуемости. В случае изготовления таблеток ядерного топлива при подготовке порошков может использоваться поливиниловый спирт, стеариновая кислота, стеарат цинка или стеарат алюминия. На данный момент чаще всего используют именно последнее соединение, но в открытом доступе отсутствуют исследования, посвященные оценке влияния различных параметров нагревания на процесс удаления связующего из порошков на основе UO2. В данной работе рассмотрено влияние скорости нагрева, кислородного потенциала газовой среды, состава и геометрии таблеток на процесс удаления стеарата алюминия.

В качестве исходного сырья для получения таблеток использовали порошок UO2, полученный методом сухой конверсии. Исходное соотношение O/U порошка равнялось 2,059. В качестве органической связки использовали стеарат алюминия, содержание которого составило 1,7-2,0 мас.%. Смешивание порошков со связкой проводили в трёхосевом смесителе в течение 60 минут. Нагрев образцов проводился в установке синхронного термического анализа Netzsch STA 409 CD с квадрупольным массспектрометром Aeolos QMS 403C. Скорость нагрева варьировалась от 2 до 8 °С/мин, высокотемпературная выдержка от 1450 до 1600 °С, а её длительность состав-ляла не более 8 часов. При анализе влияния кислородного потенциала сре-ды на процесс удаления стеарата алюминия использовались газовые среды состава Ar/8%H2, CO2, CO2/5%H2, CO2/10%H2, Ar.

По данным термогравиметрических экспериментов дана оценка изменения отношения О/М образцов в процессе нагрева во всех рассматриваемых атмосферах. В случае Ar, CO2/5%H2 и CO2/10%H2 отношение О/М почти не изменяется в процессе эксперимента, в случае Ar/8%H2 отношение О/М в конце эксперимента составляет 2,002. При использовании атмосферы СО2 наблюдается непрерывное окисление диоксида урана при нагреве вплоть до температуры 1450 °С, при которой наблюдается максимальное отклонение от стехиометрии, составляющее 2,168, при дальнейшем повышении температуры происходит восстановление до состава

UO2,16. Также повышение кислородного потенциала газовой среды приводит к росту плотности и среднего размера зерна образцов.

Процесс уменьшения массы образца во время экспериментов с постоянной скоростью нагрева можно условно разбить на три стадии в диапазонах температур от 150 до 220 °C, 220-500 °C, 500-800 °C. По результатам измерений квадрупольного масс-спектрометра повышение концентрации Н2О, СО2, СО в смеси газов происходит на первой стадии, что соответствует удалению различных органических загрязнений и влаги с поверхности порошинок. На второй стадии повышается концентрация тяжелых фрагментов с отношением массы к заряду 48-51 и 69-76: происходит разложение и удаление части связующего. На третьей стадии продолжается удаление связующего из центральной части компакта.

Установлено, что скорость нагрева и состав газовой среды незначительно влияют на температуры начала и конца процесса удаления связующего. Следовательно, температура является единственным параметром, определяющим кинетику данного процесса. Таким образом, при температурах ниже 800 °C нагрев образцов на основе диоксида урана можно производить со скоростью 10 °C/мин. Удаление связующего, в свою очередь, не оказывает значительного влияния на процесс спекания, поскольку промежуточная стадия спекания начинается при температуре на 300 °C выше температуры окончания удаления связующего из образца.

#### И.И. БУЛАТОВ, Н.П. ЧЕРЕЗОВ

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук E-mail: stanok.3000.str@yandex.ru

#### ЗАВИСИМОСТЬ ТЕМПЕРАТУРЫ ГОРЕНИЯ ОТ ДАВЛЕНИЯ ВОДОРОДА В ПРОЦЕССЕ СВС-ГИДРИРОВАНИЯ ТИТАНО-ВОЙ ГУБКИ

Для получения порошков титана методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (CBC) перспективным является совмещение процессов CBC-гидрирования и термического дегидрирования, поскольку синтез гидрида титана протекает без внешних энергозатрат, только за счет собственного тепла экзотермической реакции  $\mathrm{Ti} + \mathrm{H_2} \rightarrow \mathrm{TiH_2} + Q$ . В данной работе были проведены исследования зависимости температуры горения от давления водорода в процессе CBC-гидрирования титановой губки для того, чтобы установить оптимальный режим гидрирования.

Методология исследования заключалась в использовании программы «Тhermo» для расчета адиабатической температуры реакции (при постоянном объеме  $2,5\,$  л) и расчета выхода гидрида титана в зависимости от варьируемого мольного соотношения титан-водород.

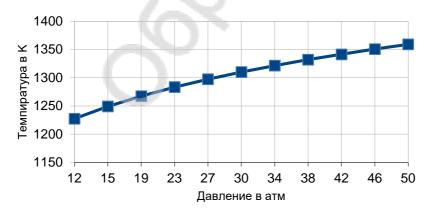


Рисунок 1 — Зависимость между давлением  $H_2$  и адиабатической Температурой горения.

#### Гидрирования титана (доля реакции)

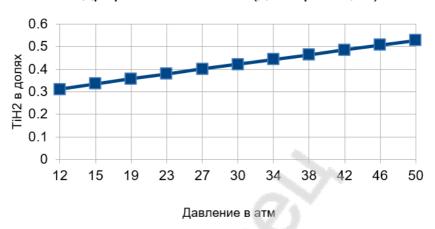


Рисунок 2 — Зависимость между полученной долей TiH<sub>2</sub> и повышением начального давления водорода

В результате проведенных расчетов были построены зависимости между начальным давлением водорода и температурой (Рисунок 1), и долей полученного TiH<sub>2</sub> (Рисунок 2). Исходя из расчетов, было установлено, что при повышении давления H<sub>2</sub>, у нас повышается как температура, так и доля содержания гидрида титана (TiH<sub>2</sub>). При мольном соотношении титан-водород 1:0,6 и постоянном объёме 2,5 л были достигнуты адиабатическая температура 1227 К и массовая доля гидрида титана 0,31. Отсутствие 100 % выхода гидрида титана даже при 50 атм указывает на недостаточное количество водорода для полного превращение титана в гидрид. В связи с этим для обеспечения достаточного количества водорода без повышения давления свыше 50 атм рекомендуется его непрерывная подача в процессе синтеза.

#### Е.И. ВОЛЧЕНКО, Т.В. БАРИНОВА, М.И. АЛЫМОВ

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения РАН, Черноголовка, Россия

E-mail: volchenko\_ei@ism.ac.ru

#### ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ СТАБИЛЬНОСТИ ПО-РОШКОВ НИТРИДОВ ЖЕЛЕЗА, ПОЛУЧЕННЫХ В УСЛО-ВИЯХ ТЕРМИЧЕСКОГО СОПРЯЖЕНИЯ ПРОЦЕССОВ СВС

Нитриды железа рассматриваются как новое поколение магнитных материалов, имеющих широкий спектр физических свойств, что определяет множество потенциальных технических применений. Они проявляют универсальные магнитные, электрические, механические, коррозионностойкие и трибологические свойства. Известно, что нитриды железа термически нестабильны и диссоциируют при нагреве на Fe и  $N_2$  [1]. Важным вопросом является стойкость нитридов железа при повышенных температурах, когда могут протекать процессы фазового превращения или их распад.

Целью работы являлось исследование термической стабильности порошков азотированного железа, полученных при термическом сопряжении процессов самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС).

В работе использовали порошки азотированного железа, имеющие структуру «ядро-оболочка», где ядро — железо, а оболочка представлена композицией наноразмерных кристаллов  $Fe_3C$ ,  $\epsilon$ - $Fe_3N_x$  (x=0,91–1,15) и  $\gamma$  —  $Fe_4N$ , которые получали из карбонильного железа марки P-100- $\Phi$ 2 в смеси с 15 и 30 мас. % мочевины [2]. Исследуемые порошки подвергались отжигу на воздухе в муфельной печи при температурах 623 и 673 К. Нагрев производился со скоростью 5 К в минуту с выдержкой в течение 30 минут при заданной температуре и последующим охлаждением на воздухе. После отжига порошки измельчались для исследования фазового и химического состава. Фазовый состав порошков, использованых для отжига, представлен в табл. 1.

Табл. 1. Фазовый состав порошков, предназначеннымх для отжига.

No	Количество	Фазовый состав, мас. %			
	(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CO, мас. %	α-Fe	$Fe_3N_x$	Fe <sub>4</sub> N	Fe <sub>3</sub> C
1	0	100	_	_	-
2	15	29,1	56,4	2,6	11,9
3	30	37,1	53,4	_	9,5

Фазовый состав исходного железа после отжига представлен в табл. 2, из которой следует, что при температуре 623 К окисляется до 50 мас. % железа, а повышение температуры до 673 К приводит к окислению 67 мас. % железа. Основной фазой исходного железа после отжига является  $Fe_3O_4$ . Порошки азотированного железа начинают окисляться при температуре 623 К, где доля оксидов составляет до 6,5 мас. %. Повышение температуры отжига до 673 К приводит к окислению до 70 мас. %. Основными фазами являются  $Fe_3O_4$  и  $Fe_2O_3$ .

При отжиге азотированных порошков наблюдается рост параметров ячейки и значения «х» в  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>N<sub>x</sub> (x=0,97–1,34). Это возможно за счет замещения азота углеродом, который появляется при разложении Fe<sub>3</sub>C, и образования карбонитрида Fe<sub>3</sub>N<sub>1-x</sub> C<sub>x</sub>. [3].

Табл. 2. Фазовый состав порошков в отожженном состоянии

	Количество	Фазовый состав, мас. %						
No	(NH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> CO, % /Т отжига, K	α-Fe	$Fe_3N_x$	Fe <sub>4</sub> N	Fe <sub>3</sub> C	Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
1	0/623	42,7	_	6,5	_	48,6	2,2	
1	0/673	30,5	-	2,8	_	64,4	2,3	
2	15/623	26,5	47,7	4,9	14,4	3,2	3,3	
2	15/673	3,2	21,2	4,0	3,1	49,7	18,8	
3	30/623	43,1	47,8		3,6	2,4	3,2	
3	30/673	2,9	13,7	4,1	5,0	42,1	32,2	

<sup>1.</sup> Kardonina, N. I., Yurovskikh, A. S., & Kolpakov, A. S. (2011). Transformations in the Fe – N system. Met. Sci. Heat Treat., 52(9), 457–467. <a href="https://doi.org/10.1007/s11041-010-9301-v">https://doi.org/10.1007/s11041-010-9301-v</a>

<sup>2.</sup> Barinova, T. V, Volchenko, E. I., Nigmatullina, G. R., & Alymov, M. I. (2025). Direct Nitriding of Iron Powder by means of Chemical Oven Technique. Int. J. Self-Propag. High-Temp Synth., 34(2), 89–94. https://doi.org/10.3103/S1061386225700037

<sup>3.</sup> Woehrle, T., Leineweber, A., & Mittemeijer, E. J. (2013). Multicomponent interstitial diffusion in and thermodynamic characteristics of the interstitial solid solution  $\epsilon$ -Fe<sub>3</sub>(N,C)<sub>1+x</sub>: Nitriding and nitrocarburizing of pure  $\alpha$ -Iron. Metallurgical and Materials Transactions Metall. Mater. Trans. A, 44(6), 2548–2562. https://doi.org/10.1007/S11661-013-1640-Z/TABLES/9

 $A.Д. \Gamma Y CEB^1$ , Д.В. ПЕРМЯКОВА $^1$ , Г.В. МАРКОВА $^1$  Тульский государственный университет, г. Тула, Россия E-mail: dkines07@gmail.com

#### КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ИЗМЕНЕНИЯ ГОМОГЕННОСТИ В-ТВЕРДОГО РАСТВОРА ПРИ СИНТЕЗЕ СПЛАВА ТІ-18ZR-15NB

Сплавы системы Ti-Nb-Zr имеют большой потенциал для использования в медицинской сфере, в том числе и для биоимплантантов благодаря своим уникальным свойствам. Однако, для данной области применения сплавы должны соответствовать определенным структурным критериям, в числе которых - формирование однофазной структуры гомогенного βтвердого раствора на основе титана. Равномерность распределения основных химических элементов (Ti,Zr,Nb) в сплаве имеет принципиальное значение для обеспечения функциональных свойств [1].

На данный момент оценка неоднородности распределения элементов проводится либо качественно - картированием, либо полуколичественно путем сравнения со шкалами. Количественных методов оценки неоднородности в литературе описано немного и, как правило, в каждом из них используются разные статистические характеристики рассеяния (дисперсия, коэффициент вариации, размах и т.д.).

В данной работе в качестве статистической характеристики предлагается использовать структурную энтропию для количественной оценки изменения гомогенности порошка сплава Ti-18Zr-15Nb при гидридно-кальциевом синтезе по различным режимам.

Температура синтеза составляла 1200 °C, а продолжительность изменяли от 0 до 10 часов. После каждого режима на электронном сканирующем микроскопе JSM-7600F (JEOL, Япония), оснащенном приставкой для микрорентгеноспектрального анализа (EDX, Oxford Instruments) получали не менее 20 EDX-спектров элементного состава по основным элементам (Ti,Zr,Nb). Количественный анализ неоднородности проводили при помощи интегрально-вероятностного метода структурной энтропии:

$$\Delta S_{\text{crp}} = -R \int_0^\infty f(x_i) \ln(f(x_i)) dx_i,$$

где  $x_i$  — величина i-го измерения локального значения химического состава исследуемого элемента,  $f(x_i)$  — функция распределения плотности вероятности; R – универсальная газовая постоянная, 8,314 Дж/моль.

Критерий количественной оценки неоднородности химического состава  $\Delta S_{\rm crp} \to min$ , т.е. чем более однородно распределение элементов в сплаве, тем меньше структурная энтропия.

Результаты расчета энтропии (рисунок 1,a) показывают, что с повышением продолжительности синтеза структурная энтропия уменьшается по всем компонентам сплава.

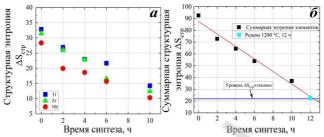


Рисунок 1 — Изменение структурной энтропии порошка сплава Ti-18Zr-15Nb в зависимости от продолжительности синтеза (*a*) и суммарная энтропия сплава при температуре 1200 °C (*б*)

В качестве «эталонного» приняли литой образец, полученный 5-кратным переплавом и последующей ротационной ковкой, для которого методами картирования в [2] было показано равномерное распределение элементов в β-твердом растворе.

Аппроксимацией зависимости суммарной структурной энтропии по всем компонентам от продолжительности синтеза при 1200 °C было спрогнозировано время синтеза, при котором уровень энтропии должен соответствовать «эталонному» значению – 12 ч. После реализации такого режима, рассчитанное значение структурной энтропии полностью соответствовало «эталонному» (рисунок  $1,\delta$ ).

Таким образом, была показана возможность количественной оценки гомогенности сплава Ti-18Zr-15Nb после синтеза при помощи метода структурной энтропии

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда (грант № 25-29- 20055, https://rscf.ru/project/25-29-20055/) и Комитета Тульской области по науке и инноватике.

- 1. Б.Б. Страумал, А.С. Горнакова, А.Р. Кильмаметов, Е. Рабкин, Н.Ю. Анисимов, М.В. Киселевский. Сплавы для медицинских применений на основе  $\beta$ -титана // Известия вузов. Цветная металлургия, 2020. №6. С.52-64.
- 2. Алимов И.А. Разработка технологии получения компактных заготовок низкомодульного сплава Ti-18Zr-15Nb методами порошковой металлургии: дис. ... канд. тех. наук. Тула: ТулГУ. 2025.  $105\ c$ .

#### <u>А.С. ДИКОВ</u>, А.С. ЛАРИОНОВ, Л.А. ДИКОВА, Е.А. МАКСИМКИН

Республиканское государственное предприятие на праве хозяйственного ведения «Институт ядерной физики» Агенства Республики Казахстан по атомной энергии, г. Алматы, Казахстан E-mail: dikov@inp.kz

# СТАБИЛЬНОСТЬ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА ИНТЕРМЕТАЛЛИЧЕСКОГО СОЕДИНЕНИЯ БЕРИЛЛИЯ И ТИТАНА – ТІВе12 ПРИ НЕЙТРОННОМ ОБЛУЧЕНИИ

Интерметаллические соединения бериллия и титана (TiBe12) часто рассматриваются в качестве альтернативного материала для нейтронных умножителей в конструкциях термоядерных бланкетов. По сравнению с металлическим бериллием, ТіВе12 имеет более высокую рабочую температуру, устойчив к окислению, меньше накапливает тритий и совместим с нержавеющими сталями [1]. В настоящее время на Ульбинском металлургическом заводе в Казахстане освоена и внедрена технология производства в промышленных масштабах блоков ТіВе12, пригодных для использования в термоядерных установках [2]. Уникальность этого материала заключается в его однофазной структуре - ТіВе12. Целью работы является исследование радиационной стойкости титан-бериллида ТіВе12, промышленного производства Ульбинского металлургического завода. Нейтронное облучение образцов титан-бериллида проводилось на реакторе ВВР-К Института ядерной физики Республики Казахстан до флюенсов 4 и 5·10<sup>20</sup> см<sup>-</sup>  $^{2}$ , при плотности потока быстрых нейтронов 2,4· $10^{13}$  см- $^{2}$ ·с- $^{1}$  [3]. Облучение проводилось в атмосфере аргона при температуре ~80 °C.

Показано, что нейтронное облучение приводит к накоплению радиогенных газов с массой, соответствующей молекулам HT/He и T2. Температурный диапазон газовыделения HT/He и T2 из облученного TiBe12 составляет 650–950 °C (900–1100 K). Пик газовыделения приходится на 800 °C (1100 K). В аналогичном температурном диапазоне на дилатограммах наблюдается снижение ТКЛР облученных образцов. Снижение ТКЛР продолжается до температуры, близкой к пику газовыделения. Дальнейшее повышение температуры приводит к восстановлению значений ТКЛР.

На дифрактограммах облученных нейтронами образцов бериллида титана зафиксировано снижение интенсивности рефлексов кристаллографических плоскостей (рисунок 1).

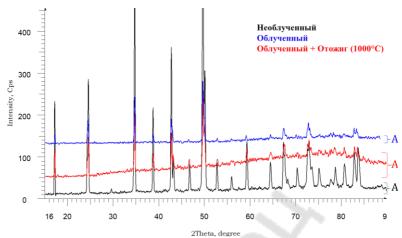


Рисунок 1 — Рентгеновские дифрактограммы TiBe12, облученного нейтронами ло  $4\cdot10^{20}$  см<sup>-2</sup>

С увеличением повреждающей дозы рефлексы «вторичных» кристаллографических плоскостей полностью исчезают. Послерадиационный отжиг приводит к восстановлению интенсивности рефлексов. Однофазная структура TiBe12 сохраняется при нейтронном облучении.

Исследование финансировалось Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан, грант № BR24993119.

- 1. C. K. Dorn, W. J. Haws, E. E. and Vidal A review of physical and mechanical properties of titanium beryllides with specific modern application of TiBe12 // Fusion Eng. Des., V. 84, (2009), PP. 319-322, https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2008.11.009.
- 2. Gaisin R., Frants Y., Kolmakov M., et.al., Beryllium intermetallics: Industrial experience on development and manufacture // Nucl. Mater. Energy, V. 35 (2023), P. 101444 https://doi.org/10.1016/j.nme.2023.101444.
- 3. Shaimerdenov A., Sairanbayev D., Kulsartov T., et.al. Irradiation experiments of titanium beryllide samples in the WWR-K reactor // Annals of Nuclear Energy V.19415 (2023) art. no. 110120 DOI: https://doi.org/10.1016/j.anucene.2023.110120.

# С.М. ИРМАГАМБЕТОВА, Б.А. ТАРАСОВ, М.С. ТАРАСОВА, П.С. ДЖУМАЕВ, Э.М. ГЛАГОВСКИЙ, И.И. КОНОВАЛОВ, С.Н. НИКИТИН

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», E-mail: irmagambetova97@mail.ru

#### РАЗРАБОТКА ЖАРОПРОЧНЫХ СТАЛЕЙ ФЕРРИТНОГО КЛАССА, ЛЕГИРОВАННЫХ SI И AL

В настоящее время стали на базе системы Fe-Cr-Al рассматриваются в качестве перспективных материалов для оболочек твэло из-за присущей им коррозионной стойкости, стойкости к коррозионному растрескиванию под напряжением и высокотемпературному окислению, а также высокой радиационной стойкости. Жаропрочные ДУО модификации ферритных сталей системы Fe-Cr-Al являются кандидатными материалами для оболочек твэлов перспективных реакторов со свинцовым и свинцово-висмутовым теплоносителями, а также водо-водяных реакторов с водой со сверхкритическим давлением [1-2].

Изучено влияние термической обработки на механические свойства труб из сплава на основе Fe-Cr-Al, а также изучен процесс эволюции микроструктуры и механических свойств труб после термического старения при температурах 450, 550, 650 и 700 °C до 5000 ч. Старение при температуре 450 °C в течение 5000 ч образцов труб в полностью рекристаллизованном состоянии приводит к выделению мелких преципитатов на дислокациях и малоугловых границах. Увеличение температуры старения до температуры 550 °C приводит к тому, что вторичные фазы преимущественно выделяются уже на высокоугловых границах. Дальнейшее увеличение температуры старения до 650 °C приводит к тому, что преципитаты обособленно не выделяются, происходит некоторое подрастание фаз Лавеса. По результатам СЭМ каких-либо изменений структуры образцов труб в частично- и полностью рекристаллизованном состоянии после старения в течение 5000 ч при 550, 650 и 700 °C не отмечается, что говорит о достаточной стабильности мезоструктуры.

Проведенные механические испытания состаренных образцов, вырезанных из труб из низкохромистой алюминий содержащей стали показывают отсутствие значимого охрупчивания или снижения механических свойств материала труб в частично- или полностью рекристаллизованном состоянии. Наибольшее снижение пластичности наблюдается при температуре 550 °C. Упрочнение, вызванное старением при температуре 450 °C не вызывает значительного снижения пластичности.

Определены кратковременные механические свойства дисперсно-упрочненной низкохромистой алюминий содержащей стали при температурах 20 - 750 °C. Предел текучести и прочности для ДУО стали несколько выше, чем у матричной стали. Равномерно удлинение снижается с 13 до 3 % в исследуемом интервале температур. Относительное удлинение ДУО модификации низкохромистой алюминий содержащей стали незначительно ниже, чем у матричной.

Проведены испытания по определению скорости ползучести и длительной прочности низкохромистой алюминий содержащей стали в интервалах температур 450 750 °C и напряжений 18 400 МПа. В результате анализа полученных данных

установлены зависимости скорости ползучести в исследованном интервале температур и напряжений, а также времени до разрушения от приложенного напряжения и температуры. Полученные данные позволяют проводить расчеты работоспособности оболочечных труб из низкохромистой алюминий-содержащей стали по критерию длительной прочности.

Приведенный комплекс данных показывает возможность и перспективность разработки низкохромистых алюминий-содержащих сталей для оболочек твэлов перспективных реакторов как водо-водяных, так и с ТЖМТ.

1. Wang P. et al. Effect of radiation damage and water radiolysis on corrosion of FeCrAl alloys in hydrogenated water // J. Nucl. Mater. Elsevier B.V. 2020. Vol. 533.

2.Kögler R. et al. Nanocavity formation and hardness increase by dual ion beam irradiation of oxide dispersion strengthened FeCrAl alloy // J. Nucl. Mater. 2012. Vol. 427, № 1–3. P. 133–139.

## <u>Н.Р. ИШБАЕВ</u>, Н.С. ПОПОВ, А.Н. СУЧКОВ, В.О. КИРИЛЛОВА, П.С. ДЖУМАЕВ

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

Е

# КОРРОЗИОННАЯ СТОЙКОСТЬ В ЛИТИИ КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ КАПИЛЛЯРНО-ПОРИСТОЙ СТРУКТУРЫ ИЗ ВОЛЬФРАМА

Неизбежное распыление материа да дивертора и первой стенки загрязняет плазму элементами с высоким 2, что приводит к её охлаждению [1]. Для преодоления этой проблемы используются разнообразные методики, в том числе жидкометаллические системы. Жидкий металл, например, литий в контакте с плазмой создаёт пограничный барьерный слой плазмы, уменьшающий тепловую нагрузку на конструкцию. Контактирующие с плазмой элементы в виде капиллярно-пористой вольфрамовой сетки (КПС), наполненной литием, выдерживают срывы плазмы, а также способны работать длительное время в условиях высоких тепловых нагрузок [2]. Однако на данный момент КПС крепятся напрямую к стальной основе с помощью зажимов, без прямого контакта с теплоотводящей системой каналов охлаждения.

Наиболее простым вариантом является интеграция КПС со стальной основой в один материал на основе вольфрамовой КПС. Композитный материал из вольфрама со стальной матрицей будет иметь повышенную теплопроводность по сравнению с чистой сталью, а также такой материал можно будет сваривать или паять с другими элементами конструкции.

Метод инфильтрации с быстрым охлаждением позволяет получить структуру с минимальным взаимодействием матрицы и волокна. Благодаря капиллярным силам, возникающим в КПС на основе вольфрамовой сетки, происходит заполнение расплавом стали.

В данной работе исследована коррозионная стойкость композита на основе вольфрама с металлической матрицей в среде жидкого лития при температуре, имитирующей работу токомака. В качестве материала матрицы рассмотрены стали X13, 316LN и никелевый сплав Ni34Fe. Обнаружено, что при выдержке в среде жидкого лития при 500 °C в течение 40 часов, основные коррозионные процессы протекают в объёме исходного материала матрицы – сталей X13, 316LN и никелевого сплава Ni34Fe. В случае сталей X13 и 316LN на поверхности образуется слой продуктов коррозии толщиной до 10 мкм, а поверхность материала не подвергается значительной коррозии. В процессе коррозии в литии в объёме сплава Ni34Fe происходит локальное обеднение поверхностного слоя материала по никелю. График распределения элементов по сечению для сплава Ni34Fe представлен на Рисунке 1.

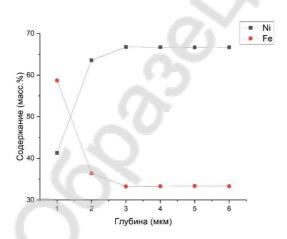


Рисунок 1. Распределение химических элементов в поперечном сечении в сплаве Ni34Fe после коррозии в литии

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 24-23-00111, https://rscf.ru/project/24-23-00111/

<sup>1.</sup> Guseva M.I. et al. Sputtering of beryllium, tungsten, tungsten oxide and mixed W–C layers by deuterium ions in the near-threshold energy range  $/\!/$  J. Nucl. Mater. 1999. Vol. 266–269. P. 222–227.

<sup>2.</sup> Yang Q. et al. Development of the flowing liquid lithium limiter for EAST tokamak # Fusion Eng. Des. 2017. Vol. 124. P. 179–182.

#### M.A. КЕРУЧЕНКО $^{1}$ , П.А. КРОХИЧЕВА $^{2}$ , В.С. КОМЛЕВ $^{2}$

<sup>1</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Российская Федерация

<sup>2</sup> Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, г. Москва, Российская Федерация E-mail: margoshakeru@gmail.com

# МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ БЕТА-ТРИКАЛЬЦИЙ ФОСФАТА, СОДЕРЖАЩИЕ КАТИОНЫ СТРОНЦИЯ И ЭРБИЯ ДЛЯ РЕКОНСТРУКТИВНОЙ ХИРУРГИИ

В последнее время все актуальнее становится разработка материалов, способных заместить костную ткань. В настоящий момент многообразие остеопластастических материалов представлено алло и аутотрансплантатами, ксеноимплантами, а также кальций-фосфатной керамикой. Последние имеют ряд преимуществ, таких как биосовместимость, биоактивность, отсутствие потребности в заборе ткани у пациента (как у аутотрансплантатов), устранение риска инфекции и иммунных реакций (как у аллотрансплантатов). Катионы стронция напрямую влияют на остеокондуктивность, ускоряют процесс резорбции и способствуют росту новой костной ткани [2],[3]. Дополнительное введение катионов эрбия позволяет обеспечить возможность воздействия излучения в около инфракрасной области благодаря наличию биологического окна прозрачности тканей человека [1], что дает возможность использовать данный материал для замещения поражённой раковыми клетками костной ткани и локального воздействия на труднодоступные для удаления метастазы методом фототермии.

Керамические порошки, содержащие стронций (10 ат.%) и эрбий в широком интервале концентраций (0,5, 1, 3 ат.%) получали методом осаждения из водных растворов солей. Треть полученных порошков состаривались в течение 21 суток при температуре 40°С для повышения степени закристаллизованности порошка. Материал был охарактеризован с помощью рентгенофазового анализа. Изучены спектры фотолюминесценции. Определена площадь удельной поверхности. Получены высоконаполненные полимерные/керамические суспензии для 3D-печати методом цифровой обработки света (Digital light processing, DLP), позволяющие изготавливать изделия заданной индивидуальной формы, что перспективно для развития персонифицированной медицины.

Исследование выполнено при поддержке Российского Научного Фонда, грант № 23-63-10056

- [1] C. Hazra et al. // Adv. Optical Mater. 2020, 8, 2001178.
- [2] Wan B. et al. // Front Bioeng Biotechnol. 2020;8:591467.
- [3] Tovani C.B. et al. // ACS Appl Mater Interfaces. 2020;12(39):43422–34.

# <u>Д.Е.КИРПИЧЕВ</u>, А.В.САМОХИН, М.А.СИНАЙСКИЙ, А.Г.АСТАШОВ, АЛЕКСЕЕВ Н.В., ФИСУНОВ Д.В., ЛИТВИНОВА И.С.

*ИМЕТ РАН, Москва, Россия* E-mail: dkirpichev@imet.ac.ru

# СИНТЕЗ НАНОПОРОШКА БОРА ИЗ ТРИХЛОРИДА БОРА В ВОДОРОДНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ПЛАЗМЕ ЭЛЕКТРОДУГОВОГО РАЗРЯДА ПОСТОЯННОГО ТОКА

Полиморфность бора обуславливает широкий диапазон свойств и областей его применения, от бытовых задач, в виде соединений в составе чистящих средств, до использования в качестве поглотителей медленных нейтронов в конструкции ядерных реакторов.

Получаемый промышленным способом на основе металлотермии и электролиза дисперсный бор содержит большое количество примесных элементов и, как правило, аморфен. Для получения более чистого бора порошок проходит дополнительные стадии очистки, либо применяют другие способы, такие как разложение боранов либо восстановление галогенидов бора. Чистота получаемых порошков достигает 100 %, но производительность остается низкой.

Целью настоящей работы было исследование процесса плазмохимического синтеза нанопорошка бора из трихлорида бора. Хлоридное сырье позволяет проводить синтез в газовой фазе за счет более низкой температуры кипения, чем у соответствующих элементов, также является более чистым от примесных соединений. Применение водородной термической плазмы позволяет обеспечить избыток необходимого для проведения реакции водорода, и обеспечить быстрый нагрев реагентов до необходимой для протекания реакции температуры.

Было исследовано влияние на свойства получаемого нанопорошка (удельная поверхность, фазовый и химический состав), на выход продукта и производительность процесса таких параметров, как энтальпия и состав плазменной струи, мольный избыток водорода, расход сырья.

В результате проведённого термодинамического расчета установлены температурный диапазон, минимальный мольный избыток водорода и значение энергии, которую необходимо сообщить системе за счет энтальпии плазменной струи для достижения равновесного состояния, в котором обеспечивается максимальный выход конденсированного бора. Полученные данные использовались как отправные точки при проведении экспериментов.

Экспериментальная установка состояла из плазмохимического реактора с электродуговым плазмотроном постоянного тока номинальной мощностью 25 кВт, фильтра и системой утилизации и очистки отходящих газов.

Трихлорид бора в виде газа поступал с заданным расходом в область смешения с плазменной водородной струёй в объёме реактора, где происходила реакция восстановления с образованием частиц конденсированного бора. Преимущественно порошок собирался на водоохлаждаемых стенках ректора, оставшаяся часть задерживалось на рукавном фильтре, куда газодисперсный поток поступал из реактора. После фильтра газ пропускался через скруббер с щелочным раствором, для улавливания образующегося в процессе HCl, разбавлялся воздухом до взрывобезопасной концентрации водорода и сбрасывался в атмосферу. Теплонагруженные узлы установки охлаждались водой и калориметрировались. Целевой порошок собирался со стенок реактора и подвергался комплексному анализу, включая определение удельной поверхности методом БЭТ на приборе Tristar 3000, фазового состава методом РФА, морфологии и содержания примесей средствами электронной микроскопии и энергодисперсионного анализа.

В рамках проводимой работы были получены нанопорошки бора со смешанной аморфной и кристаллической структурой (рис.1). Удельная поверхность полученных образцов возрастала с 28 до 94 м²/г при уменьшении содержания трихлорида бора в суммарном потоке вводимого в плазмохимический реактор газа с 0.05 до 0.01 моль/моль. Содержание хлора в получаемом порошке составляло менее 0.1 % при удельной поверхности 28 – 32 м²/г. Нанопорошок бора с большей удельной поверхностью 71 – 94 м²/г содержал от 1.0 до 1.5 % хлора.

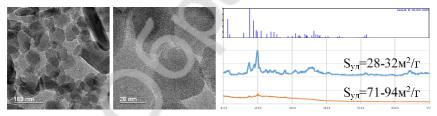


Рисунок 1 — Фотография ПЭМ и рентгенограммы полученных нанопорошков бора

Основными примесями были кислород (0,24 %), что связано со сбором порошка на воздухе, и медь, присутствие которой обусловлено процессами при включении плазмотрона за счет высоковольтного разряда. Содержание остальных примесей, вместе с хлором, не превышало 0,08%.

Достигнутая производительность процесса в экспериментах составила 97 г/ч при расходе  $G(BCl_3)=1.1$  кг/ч. При увеличении производительности за счет расхода сырья необходимо соблюдать мольное соотношение водорода  $H/Cl \ge 20$  моль/моль для обеспечения максимального выхода.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-19-00112-П

## А. С. КОНСТАНТИНОВ, <u>А.Е. КУЛИКОВА</u>, А.П. ЧИЖИКОВ, А.Д. БАЖИНА

Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН) г. Черноголовка, Россия

E-mail: coolbird@ism.ac.ru

## МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ МАХ-ФАЗЫ Τi<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> С ДОБАВЛЕНИЕМ ZrC

МАХ-фазы являются перспективными материалами, которые нашли применение в различных областях, таких как атомная энергетика, топливные элементы, абразивные материалы и др. Особенность данных материалов состоит в том, что они совмещают в себе свойства металлов и керамики, отмечается и их устойчивость к перепадам температур, и высокая коррозионная стойкость при повышенных температурах [1].

Методом свободного СВС-сжатия [2] были получены образцы композита Ti₃SiC₂-20%ZrC. Один из образцов был отожжен в вакууме при температуре 1300 °C в течение 3 ч. Был проведен рентгенофазовый анализ и исследованы механические свойства образцов до и после отжига.

Согласно дифрактограммам, полученным на дифрактометре ДРОН-401, в образце после СВС и до отжига превалирует карбидная фаза из циркония и титана, также присутствует MAX-фаза  $Ti_3SiC_2$ . После отжига в вакууме доля карбидных фаз значительно снижается и основной фазой становится  $Ti_3SiC_2$ . Такое изменение соотношения фаз можно связать с тем, что при температуре  $1300~^{\circ}$ С  $Ti_3SiC_2$  является равновесной фазой и отжиг приближает фазовый состав к равновесному [3].

Следующим этапом были исследованы механические характеристики образцов с помощью nanoScan 4D, индентор погружался в образец с усилием 0,5 H, глубина отпечатка в среднем составила около 1,6 мкм. Следует отметить, что после отжига показатели твердости и модуль Юнга снизились, для отожженного образца твердость в среднем составила 10 ГПа, в то время как для не отожженного образца — 13 ГПа. Такое явление можно связать с уменьшением более твердой карбидной фазы. Модуль Юнга также имеет более низкие значения для отожженного образца — порядка 270 ГПа в сравнении с 335 ГПа для не отожженного образца.

Исследования выполнены при поддержке РНФ грант № 25-19-00648.

- 1. Alam M.S. et al. // RSC Advances. 2024. Vol. 14, № 37.
- 2. Прокопец А.Д.и др. // Неорганические материалы. 2021. Т. 57, № 9.
- 3. Perevislov S.N., et al. // Materials Chemistry and Physics. 2021. Vol. 267.

## A.O. ЛЕМБИКОВ<sup>1</sup>, С.М. ПИСАРЕВ<sup>1</sup>, Е.А. ПОНОМАРЕВА<sup>1</sup>, Н.С. ОГОРОДНИКОВ<sup>1</sup>, И.Ю. БУРАВЛЕВ<sup>1</sup>, А.Н. ДРАНЬКОВ<sup>1</sup>

Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Россия E-mail: lembikov.ao@dvfu.ru

# РАЗРАБОТКА КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ЖЕЛЕЗА, АРМИРОВАННЫХ СРЕДНЕЭНТРОПИЙНОЙ КЕРАМИКОЙ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В КАЧЕТСВЕ ВЫСОКОЭФФЕКТИВНОГО РЕЖУЩЕГО ИНСТРУМЕНТА

Высоколегированные инструментальные стали имеют высокое содержание углерода, вследствие чего демонстрируют ограниченную износостойкость из-за углеродного обеднения поверхности в процессе эксплуатации. Это обуславливает необходимость разработки низкоуглеродистых металлических композиционных материалов с сопоставимыми или улучшенными механическими свойствами. Одним из перспективных направлений является создание композитов на основе железа, армированных сверхтвёрдыми керамическими фазами.

В данной работе представлен инновационный метод получения композитов Fe–x(W,Ti,Ta,Cr)C (x = 0,2; 0,5 и 1,0 ат. %) с использованием высоко-энергетической механической активации и последующего электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС), сопровождаемого закалкой на воздухе. Упрочняющей фазой служил эквимолярный порошок среднеэнтропийной керамики (СЭК) (W,Ti,Ta,Cr)C, отличающийся высокой твёрдостью. Параметры SPS-процесса составляли: температура спекания —  $1000\,^{\circ}$ C, давление —  $50\,$ МПа, время выдержки —  $5\,$  минут.

В ходе исследования была проведена оценка влияния концентрации СЭК-фазы на физико-механические свойства железных композитов. Характеризация образцов включала анализ механических характеристик, фазового состава методом рентгенофазового анализа (РФА) и микроструктуры при помощи сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) в сочетании с электродисперсионной микроскопии (ЭДС). Установлено, что в процессе спекания атомы керамики диффундируют в кристаллическую решётку железа. Повышение содержания керамической фазы приводит к росту твёрдости композиционного материала, достигающей максимального значения порядка ~900 HV (рисунок 1).

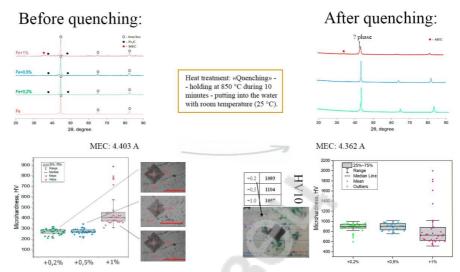


Рисунок 1 – Прочностные и структурные характеристики полученных композитов.

Разработанные материалы обладают превосходными механическими свойствами и могут рассматриваться в качестве перспективных материалов для изготовления режущего инструмента, применяемого в металлообработке и бурении. Полученные результаты подчёркивают высокий потенциал систем СЭК в создании современных композиционных материалов с заданными эксплуатационными характеристиками.

Работа выполнена при поддержке государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект №

#### В.И. АНТИПОВ, А.Г. КОЛМАКОВ, <u>Ю.Э. МУХИНА</u>, Е.Е. БАРАНОВ

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия E-mail: mukhina.j.e.imet@yandex.ru

#### ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ КОМПОЗИТА, АРМИРОВАННОГО ПОЛЫМИ МЕДНЫМИ СФЕРАМИ, ПРИ ИСПЫТАНИИ НА ИЗГИБ

В работе исследовали на изгиб композиционный материал на основе алюминия АК7 (пенометалл), получаемый путем заливки при температуре 800 °C полых медных сфер диаметром 2 - 7 мм. Статические испытания проводились на универсальной испытательной машине INSTRON 3382 (Instron Corp., США). Обработка результатов испытаний при определении характеристик механических свойств проводились в соответствии с ГОСТ 1497-84 с помощью программного обеспечения INSTRON Bluehill 2.0. На каждую экспериментальную точку испытывалось по 3 - 5 образцов.

Для нагружения плоских образцов использовали специальное устройство, позволяющее преобразовать растягивающие усилия в сжимающие. Одновременно с нагружением образца производили автоматическую запись диаграммы нагружения. Для однотаврового образца использовали стандартный механизм для нагружения с установкой образца на нижнюю платформу.

Применение сфер с увеличенным размером при изготовлении экспериментальных образцов с 2 до 7 мм приводит к облегчению испытуемого образца на 10, 23 и 30 %, соответственно, по отношению к образцу, полученному без использования металлизированных сфер. При этом плотность материала на основе матрицы из силуминового сплава изготовленного гравитационным литьем, определяемая методом гидростатического взвешивания в дистиллированной воде на установке Hildebrand Electronic Densimeter H - 300S, находится на уровне 1,73 г/см<sup>3</sup>, а классического 2,7 г/см<sup>3</sup>.

При исследовании микроструктуры образцов с помощью двухлучевого электронного сканирующего микроскопа SMA Versa 3D FEG установлено, что в металле переходной зоны отсутствуют дефекты в виде трещин, микропор нет, структура переходной зоны с четко выраженной границей. Это свидетельствует о небольшом проплавлении и малом перемешивании металлов при заливке формы алюминиевым сплавом. Заполнение алюминиевым сплавом медных сфер в форме происходит полностью на 100 %.

Испытания на изгиб показали, что первые трещины появляются в образце с размерами сфер в 6 - 7 мм при нагрузке в 40 - 45 МПа при стопроцентном заполнении сферами. При использовании сфер в 2-3 мм нагрузка достигает максимальных значений 50 - 55 МПа, что говорит о перспективе применения сфер с малыми размерами, хотя нагрузки до 70 - 75 МПа, как в образце без сфер, не достигает. При этом установлено изменении свойств получаемого армированного композита алюминий — медные сферы в зависимости от объемной доли армирования.

Для проверки прочности и надежности образцов при испытании на излом, приводящего к разрушению и расчленению, выявлена схожесть с испытанием плоского образца на изгиб. Значение прочности на излом в среднем выше на 20 - 30 %, чем в плоском образце и это объясняется большими размерами испытуемого образца. При равнозначных параметрах можно утверждать, что тавровый образец имеет меньшую нагрузку, которая связана с наличием у него концентратора напряжения в виде угла.

При использовании разного количества наполнения сферами в процентном отношении от общего объема таврового образца максимальная прочность уменьшается, с увеличением количества полых сфер, минимальное значение соответствует образцу с 100 % заполнением сфер.

Установлено, что применение сфер пенополистирола, покрытых медным слоем, для последующего формирования высокопористой ячеистой структуры в алюминиевой матрице, приводит к облегчению изделия до 30 % от общей массы.

Использование сфер с малыми размерами (2-3 мм) в образцах алюминия, армированного полыми медными сферами, полученных литьем, перспективно для получения тонкостенных изделий с минимальной потерей прочности, что важно для полученного пенометалла, способного пошлощать шум, теплоту и энергию удара [1-2].

- 1. Ramamurty U., Paul A. Variability in mechanical properties of a metal foam. Acta Materialia, 2004, № 52. pp. 869 876.
- 2. Rabiei A., Garcia-Avila M. Effect of various parameters on properties of composite steel foams under variety of loading rates. Materials Science and Engineering, 2012, A 564. pp. 539 547.
- 3. Schüler P., Fischer S.F., Bührig-Polaczek A., Fleck C. Deformation and failure behaviour of open cell Al foams under quasistatic and impact loading. Materials Science and Engineering, 2013, A 587, P. 250 261.

#### В.И. АНТИПОВ, А.Г. КОЛМАКОВ, <u>Ю.Э. МУХИНА,</u> Е.Е. БАРАНОВ

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия E-mail: mukhina.j.e.imet@yandex.ru

#### ИССЛЕДОВАНИЕ КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЕВОЙ МАТРИЦЫ С ЯЧЕИСТОЙ СТРУКТУРОЙ

Современное машиностроение требует использование материалов с особыми свойствами. Большой интерес предстваляют пористые материалы, получаемые металлургическими методами. Перспективным методом в этом направлении является метод пропитки расплавом. Пористый литой алюминий — высокотехнологичный материал, который обладает комплексом эффективных свойств: низкая масса, способность значительно поглощать шум, теплоту, энергию удара и др. [1].

Ячеистая стуктура, образованная из твердой составляющей металла и пор, представляет собой пенометалл. Пенометаллы легко подвергаются механической обработке, допускают многократную регенерацию, обладают высокой тепло- и электропроводностью, и могут стать основными материалами в машиностроении.

Исследуемый пенометалл получали путем заливки алюминия технической чистоты в специальную форму.

Для уменьшения угла смачивания и более качественного заполнения формы с готовыми медными сферами алюминиевую матрицу легировали боридами титана, молибдена и хрома.

Критерием оценки качественного заполнения формы являлось отсутствие недолива, когда часть формы оказывется не заполнена металлом изза его недостаточной жидкотекучасти.

Определение жидкотекучести проводили с помощью метода спиральной пробы по ГОСТ 16438-70. Мерой определения жидкотекучести была длина пути потока металлла до остановки в миллиметрах залитого полностьб в поперечном сечении спирального измерительного клапана.

Исследовали образцы из алюминия с различным содержанием кремния (2-8%) и боридов (0.4-1.4%). Структуру и элементный состав композита изучали с помощью двухлучевого сканирующего электронного микроскопа SMA Versa 3D FEG.

Дефекты в виде горячих и холодных трещин и микропоры не обнаружены в переходной зоне и в матрице. Медные сферы заполнены алюминиевым расплвом на  $100\,\%$ .

Установлено, алюминиевая матрица имеет мелкозернистую структуру из-за введения боридов, бориды размером 80-98 мкм равномерно распределены по объему.

Обнаружено, что введение боридов (до 1 %) уменьшает краевой угол смачивания, что приводит к повышению жидкотекучести алюминиевого расплава на 30 %. Увеличение содержания боридов более 1% не приводит изменению жидкотекучести.

Вблизи условной линии сплавления наблюдается уменьшение концентрации боридов, что, вероятно, связано низкой температурой заливки алюминиевого сплава (700 °C) и отсутствием взаимодействия боридов с медью.

Условния линия сплавления между сферами и матрицей близка к прямолинейной, что свидетельствует о небольшом проплавлении и малом перешивании при заливке в форму. Граничная с условной линией сплавления переходная зона с переменным переходным химическим составом имеет небольшую протяженность (50 – 90 мкм). В этой зоне не обнаружены интерметаллиды и другие кристаллизационные прослоек, которые могут влиять на прочность всего изделия. В переходной зоне отсутствуют бориды.

Добавка кремния в алюминиевый сплав приводит к изменению переходной зоны от ярко выраженной границы до размытой.

Испытания композита на сжатие, проведенное на разрывной машине РМ-50 при настройке на нагрузку 10 кН, продемонстрировало типичное поведение упругопластического пенометалла при сжатии. Существует начальная линейная упругая область, которая сопровождается увеличением нагрузки при относительно малой деформации. При деформации 0,2 % начинается текучесть пенометалла до 50 % деформации из-за разрушения полых сфер. При дальнейшей деформации идет увеличение нагрузки с последующим разрушением материала. Таким образом, использование такого композита приводит к замедлению его разрушения при нагрузках в отличие от обычного материала.

Таким образом, введение в расплав алюминия до 7 % кремния и добавка боридов (до 1 %) позволило повысить качество пропитки и оптимальный по структуре композиционный материал.

1. Rabiei A., Garcia-Avila M. Effect of various parameters on properties of composite steel foams under variety of loading rates. Materials Science and Engineering, 2012, A 564. pp. 539 - 547.

#### В.И. АНТИПОВ, А.Г. КОЛМАКОВ, Ю.Э. МУХИНА

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва, Россия E-mail: mukhina.j.e.imet@yandex.ru

## ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ Р6М5 ПОСЛЕ РАДИАЛЬНО-СДВИГОВОЙ ПРОКАТКИ

Карбидная неоднородность или карбидная ликвация, которая оценивается в баллах шкалы ГОСТ 19265-73, определяет количество, размер и характер распределения частиц первичных карбидов ледебуритной эвтектики в объеме металла горячекованных и горячекатаных сортовых заготовок быстрорежущих сталей. Карбидная неоднородность оказывает существенное влияние на весь комплекс физико-механических свойств режущего инструмента.

Балл карбидной неоднородности в горячедеформированных заготовках быстрорежущих сталей зависит от химического состава стали и, в первую очередь, содержания в ней углерода и вольфрама; размеров исходного слитка и особенностей его кристаллизации; режима нагрева слитков под ковку; способа горячей пластической деформации.

Применение радиально-сдвиговой прокатки (РСП) позволяет резко снизить карбидную неоднородность в поверхностном слое сортовых заготовок быстрорежущих сталей Р6М5 и 130Р12М3Ф3К10-Ш (ЭП-682-Ш) [1]. Так на расстоянии 1/5 радиуса от поверхности прутков диаметром до 65 мм карбидная неоднородность не превышала 1 балла по шкале ГОСТ 19265-73. При этом наряду с существенным измельчением карбидов ледебуритной эвтектики, наблюдается их более равномерное распределение в объеме металла по сравнению с продольной прокаткой. Слабо выраженное строчечное расположение карбидных частиц, имеющее место при продольной прокатке в случае РСП полностью отсутствует. Кроме того, в результате РСП изменяется морфология самих частиц, приобретающих округлую форму, при которой нет острых углов.

Микроструктуру шлифов изучали с помощью прямого оптического микроскопа OLYMPUS.

На основе анализа микрофотографий шлифов образцов, вырезанных из прутков стали Р6М5, подвергнутых продольной прокатке (ПП) и РСП, построены графики распределения карбидных частиц по размерам после ПП и РСП. Поскольку кривые распределения имеют ярко выраженный ассиметричный характер, то для сопоставления размеров частиц определяли

следующие два параметра: наибольший поперечный размер частиц, соответствующий максимальному значению относительных количеств (частот) их в металле после РСП и максимальное значение размеров частиц в каждом распределении В результате размер частиц, соответствующий максимумам относительных частот составил для ПП 7,5 и 3,0 мкм для РСП. Максимальный размер частиц первичных карбидов составил 51,0 мкм после ПП и 22,0 мкм в металле, прошедшем РСП. Заслуживает внимания различие формы карбидных частиц, а именно степень их вытянутости, оцениваемая как отношение длины частицы к её ширине.

Измерения показали, что степень вытянутости карбидных частиц в стали Р6М5 после ПП существенно выше, чем для карбидов в металле после РСП, то есть, вытянутость частиц первичных карбидов в металле после ПП, равная 7,2 мкм, значительно превышает этот показатель у металла, подвергнутого РСП — 3,7 мкм. Следует отметить, что большие по длине частицы первичных карбидов ледебуритной эвтектики в процессе горячей пластической деформации часто дробятся и ломаются с образованием "остроугольных" карбидов. При этом образующиеся трещины часто остаются незаполненными металлом. Такие дефекты резко снижают прочность металла на изгиб, что приводит к выкрашиванию режущих кромок инструмента. По этой причине ГОСТ 19265-73 требует отсутствия скоплений угловатых карбидов в шлифованных прутках быстрорежущих сталей.

РСП быстрорежущей стали марки Р6М5 позволяет полностью устранить строчечное расположение частиц первичных карбидов ледебуритной эвтектики в отличие стали, полученной обычной ПП.

При одинаковом балле карбидной неоднородности (1 балл по шкале ГОСТ 19265-73) основная масса карбидных частиц в структуре металла после РСП в 2,5 раза меньше по размеру по сравнению с частицами в металле, подвергнутому  $\Pi\Pi$ .

Образование в структуре металла карбидных частиц овальной формы после РСП существенно повышает работоспособность режущего инструмента из стали Р6М5, поскольку вытянутые частицы, образующиеся в металле после ПП, способствует возникновению остроугольных карбидов, что негативным образом сказывается на работоспособности режущего инструмента.

1. Галкин С.П., Доронин И.В., Антощенков А.Е., Лукина Ю.А., Романова Е.Н. Использование радиально-сдвиговойпрокатки для получения в сталях ледебуритного класса структуры естественных дисперсно-упрочненных композиционных материалов. Технология металлов. 2007. № 4, с. 6-10

#### Ю.А. НЕКЛЯ, Ю.З. ВАСИЛЬЕВА, А.Е. БЛАГИНИН

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск, Россия
Е-mail: yan26@tpu.ru

#### СИНТЕЗ ДИБОРИДА НИОБИЯ ЭЛЕКТРОДУГОВЫМ НАГРЕ-ВОМ В ОТКРЫТОЙ ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ

В последние годы керамика на основе боридов переходных металлов представляет большой интерес, ввиду своих исключительных свойств. В данной работе рассмотрен материал на основе диборида ниобия (NbB<sub>2</sub>), поскольку он обладает рядом интересных свойств, таких как термодинамическая стабильность, коррозионная инертность, а также электропроводность [1-2]. Синтез борида ниобия разнообразен и включает в себя как химические, так и физические процессы. Перспективным методом считается электродуговой метод в среде атмосферного воздуха, поскольку не требуется вакуумное оборудование. Целью исследования является получение порошкового материала диборида ниобия безвакуумным электродуговым методом.

Экспериментальные исследования проводились при силе тока источника питания 200 А и длительности поддержания дуги 40 с. Исходные порошки бора и ниобия подвергались гомогенизации с использованием шаровой мельницы Retsch PM 100 в течение 30 мин при частоте 400 об/мин.

Для анализа фазового состава получаемого образца NbB<sub>2</sub> проводили рентгеновскую дифрактометрию с использованием дифрактометра XRD-7000S. Согласно рентгенофазовому анализу в образце идентифицируется кристаллическая фаза, соответствующая фазе борида ниобия с гексагональной решеткой (№ 00-035-0742, PDF4+).

В рамках проведенного исследования впервые получен порошок диборида ниобия безвакуумным электродуговым методом и исследован его фазовый состав. По результатам рентгеновской дифрактометрии примесные фазы не обнаружены, дифракционные максимумы принадлежат фазе NbB<sub>2</sub>.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 25-19-00390, https://rscf.ru/project/25-19-00390/.

- 1. Yao T., Wang Y., Li H., Lian J., Zhang J., Gou H. A universal trend of structural, mechanical and electronic properties in transition metal (M= V, Nb, and Ta) borides: First-principle calculations Computational materials science. 2012. Vol. 65. P. 302-308.
- 2. Carenco S., Portehault D., Boissiere C., Mezailles N., Sanchez C. Nanoscaled metal borides and phosphides: recent developments and perspectives Chemical reviews.  $2013.-Vol.\ 113,\ N\!\!\!\!$ .  $10.-P.\ 7981-8065.$

#### Д.В. ПЕРМЯКОВА<sup>1</sup>, Г.В. МАРКОВА<sup>1</sup>, А.Д. ГУСЕВ<sup>1</sup>,

<sup>1</sup> Тульский государственный университет, г. Тула, Россия E-mail: darya.per@gmail.com

#### ВЛИЯНИЕ ПОРИСТОСТИ НА УПРУГИЕ И НЕУПРУГИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Ті-18Zr-15Nb

Перспективными материалами для изготовления имплантатов, обладающих высоким уровнем биомеханической совместимости, по сравнению с традиционными материалами, являются сплавы системы Ti-Zr-Nb. Пористые структуры позволяют дополнительно улучшать остеоинтеграцию за счет формирования разветвленного внутреннего порового пространства. Для получения образцов с контролируемым уровнем пористости подходят методы порошковой металлургии, в частности, хорошо себя зарекомендовавший гидридно-кальциевый синтез.

Целью настоящего исследования является определение влияния пористости на упругие и неупругие эффекты в сплаве Ti-18Zr-15Nb.

Материалом исследования являются порошковые сплавы Ti-18Zr-15Nb, полученные методом спекания гидридно-кальциевых порошков. Варьируя температурно-временные параметры спекания получили образцы с различной пористостью от 2 до 54%, определенной гидростатическим взвешиванием. Упругие и неупругие характеристики сплава определяли на проволочных образцах квадратного сечения 2\*2 мм и длиной 50-55 мм методом механической спектроскопии на установке РКМ-ТПИ в режиме свободнозатухающих крутильных колебаний в герцевом диапазоне частот в диапазоне температур от -150°C до +600°C. Скорость нагрева и охлаждения составляла 3-5°C/мин, амплитуда деформации образцов  $\gamma=1,15*10^{-4}$ . Получены температурные зависимости внутреннего трения (T3BT) и квадрата резонансной частоты ( $T3f^2$ ), величина которой пропорциональна модулю сдвига.

В результате анализа полученных ТЗВТ и ТЗ $f^2$  были установлены неупругие и упругие эффекты, на которые пористость оказывает влияние.

В высокопористых образцах (П=51 и 54%) в интервале температур от 75 до +75°С обнаружен широкий максимум ВТ высотой  $150*10^{-4}$ , сопровождаемый перегибом на  $T3f^2$ . Высота и положение пика стабильны при двукратном термоциклировании в интервале от -150 °С до +100 °С, однако он полностью исчезает после нагрева до +600 °С. Широкий максимум ВТ разделен на 2 парциальных пика. Перестроение  $T3f^2$  в координатах  $(df^2)/T-T$  показало, что температуры перегибов на  $T3f^2$  соответствуют температурам максимумов выделенных максимумов. Высказано предположение, что пик обусловлен рассеянием энергии на поверхности пор, что подтверждается максимальным диапазоном значений форм-фактора в высокопористых образцах.

В интервале температур 300-400°С в низкопористых образцах (менее 22% П) наблюдается аномальное поведение на  $T3f^2$  в виде экстремального повышения  $f^2$  и последующего снижения по мере повышения температуры. Аномалия обнаруживается только при нагреве и не наблюдается при охлаждении. Увеличение пористости приводит к исчезновению аномалии.

Фоновые значения внутреннего трения также реагируют на изменение пористости. Низкотемпературный фон обнаруживает слабую зависимость, в то время, как высокотемпературный фон ВТ при температуре 550°С заметно возрастает с увеличением уровня пористости по линейному закону. Предположено, что рост фона может быть связан как с общим повышением уровня рассеяния энергии, так и с релаксацией на границах раздела.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда (грант № 25-29- 20055, https://rscf.ru/project/25-29-20055/) и Комитета Тульской области по науке и инноватике

## $\underline{\text{С.М.}}$ ПИСАРЕВ<sup>1</sup>, А.О. ЛЕМБИКОВ<sup>1</sup>, Е.А. ПОНОМАРЕВА<sup>1</sup>, Н.С. ОГОРОДНИКОВ<sup>1</sup>, И.Ю. БУРАВЛЕВ<sup>1</sup>, А.Н. ДРАНЬКОВ<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Россия E-mail: pisarev.smi@dvfu.ru

#### МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ТИТАНОВОЙ МАТРИЦЫ, АРМИРОВАННЫЙ СРЕДНЕЭНТРОПИЙНОЙ КЕРАМИКОЙ (W-Ti-Ta)C<sub>3</sub>, ПОЛУЧЕННЫЙ С ПОМОЩЬЮ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Недавние достижения в области материаловедения привлекли внимание к материалам, с повышенным значением энтропии, как к перспективному классу функциональных материалов. Их отличают уникальные сочетания свойств, включая исключительную твёрдость, повышенную механическую прочность и высокую коррозионную стойкость. Эти характеристики обусловлены особыми эффектами конфигурационной энтропии и механизмами стабилизации фаз, что делает такие материалы особенно привлекательными для эксплуатации в условиях высоких инженерных нагрузок.

В настоящем исследовании представлена инновационная технология получения композиционных материалов на основе титановой матрицы, армированных среднеэнтропийной керамикой (СЭК) на основе карбидов (W-Ti-Ta)C<sub>3</sub>. Методика включает высокоэнергетическую механическую активацию (ВЭМА) для эффективной подготовки порошков, а также контролируемое электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) с варьированием температуры в диапазоне от 600 до 1000 °С, прикладываемым давлением 50 МПа и временем выдержки 5 минут. Концентрация СЭК-фазы систематически изменялась и составляла 0,1, 0,2 и 0,5 ат. %, что позволило исследовать взаимосвязь между составом и свойствами полученных материалов.

Материалы охарактеризованы методами рентгенофазового анализа (РФА) и растровой электронной микроскопии (РЭМ) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (ЭДС) позволила выявить ряд ключевых результатов (рисунок 1).

В процессе ЭИПС была зафиксирована успешная диффузия компонентов МЕС-фазы в титановой матрице. При низких концентрациях МЕС-добавки способствовали эффективной стабилизации β-фазы титана. Наиболее значимым достижением стало существенное улучшение свойств композитов: достигнута твёрдость до 400 HV, а также продемонстрированы высокая коррозионная стойкость и ударная вязкость (рисунок 2).

Полученные результаты подтверждают эффективность комплексного подхода, сочетающего ВЭМА и ЭИПС, для армирования металлической матрицы при помощи энтропийно-стабилизированных керамик. Данная методология представляет собой перспективное направление в разработке конструкционных материалов нового поколения с заданными свойствами. Дальнейшие исследования следует сосредоточить на расширении области

составов энтропийно-стабилизированных добавок и оптимизации параметров обработки с целью достижения дополнительных улучшений эксплуатационных характеристик для применения в критически важных инженерных задачах.

Работа выполнена при поддержке государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект № FZNS-2024-0014).

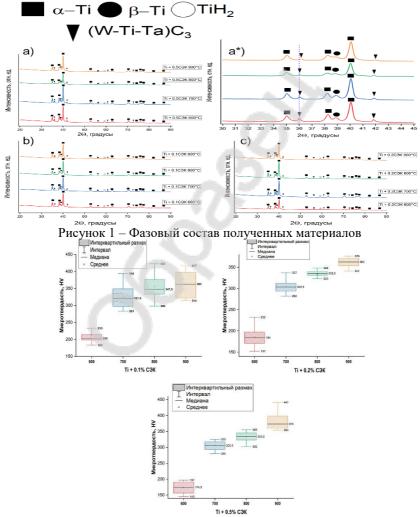


Рисунок 2 – Распределение микротвердости по Виккерсу

#### В.В. МИХАЛЬЧИК, М.Г. ИСАЕНКОВА, <u>М.А. ПОЛОУС</u>, А.А. БАЖЕНОВ, А.В. ТЕНИШЕВ, Д.П. ШОРНИКОВ,

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Российская Федерация E-mail: vladimir\_mephi@mail.ru

#### ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНАЯ СКАНИРУЮЩАЯ КАЛОРИМЕТРИЯ РАСТВОРЕНИЯ И ОБРАЗОВАНИЯ ГИДРИДОВ В ЦИРКОНИЕВЫХ ЯЧЕЙКАХ ДИСТАНЦИОНИРУЮЩИХ РЕШЕТОК

Циркониевые сплавы являются ключевыми материалами для активной зоны ядерных реакторов. Они нашли широкое применение для изготовления оболочек твэлов и дистанционирующих решеток (ДР) тепловыделяющих сборок, что в первую очередь обусловлено уникальным сочетанием их характеристик. Однако в жестких условиях эксплуатации внутри реактора данные сплавы подвержены процессу гидрирования, которое ведет к образованию хрупких гидридных фаз. Накопление гидридов, в свою очередь, является причиной таких опасных явлений, как замедленное гидридное растрескивание, что в конечном счете приводит к снижению эксплуатационного ресурса конструкций и ставит под вопрос безопасность эксплуатации. Следует отметить, что большинство проводимых на сегодняшний день исследований сфокусировано на проблеме накопления водорода именно в оболочках твэлов. Вместе с тем, не менее важным и актуальным является детальное рассмотрение данного процесса в материале дистанционирующих решеток, что и составляет цель настоящего исследования. Этот вопрос приобретает особую значимость, если учесть критически важную роль ДР: они обеспечивают механическую целостность всей сборки, жестко фиксируя твэлы на строго определенном расстоянии друг от друга, тем самым предотвращая их опасное смещение и контакт, и гарантируя равномерное охлаждение.

Важно подчеркнуть, что дистанционирующие решетки в процессе своего изготовления подвергаются интенсивной холодной деформации, что приводит к возникновению в них внутренних напряжений. Для их снятия, как и для оболочечных труб, применяется отжиг. Однако характер и степень деформации, а соответственно и структура материала, отличаются. Возникающая неоднородная текстура и остаточные деформации могут служить мощными концентраторами напряжений. Более того, именно эти структурные особенности способствуют преимущественной радиальной ориентации пластинчатых гидридов относительно поверхности, что крити-

чески повышает склонность материала к зарождению и развитию замедленного гидридного растрескивания, создавая серьезные риски для долговременной надежности.

Одним из наиболее информативных и широко применяемых методов исследования фазовых превращений, связанных с гидридами, является дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Именно этот метод и был выбран в качестве основного в данной работе. Методика исследования включала проведение серий последовательных ДСК-измерений для предварительно гидрированных образцов ДР, при этом использовались образцы до и после предварительного рекристаллизационного отжига, направленного на снятие внутренних напряжений. Измерения проводились в циклическом режиме с варьированием скоростей нагрева и охлаждения, что позволяет исследовать кинетические характеристики процесса.

Анализируя полученные кривые ДСК, возможно определить ключевые температурные точки: температуру начала растворения гидридов (TSSD) и температуру их образования (TSSP). С физической точки зрения, растворение гидридов в матрице сплава является эндотермическим процессом, сопровождающимся поглощением тепла, в то время как образование – процесс экзотермический, с выделением тепла. На кривых ДСК эти процессы фиксируются как характерные пики: эндотермический при нагреве и экзотермический при охлаждении. Указанные температуры определялись как средние значения из серии трех последовательных пиков нагрева и охлаждения соответственно.

Для сравнительного анализа использовались образцы в двух состояниях: после штатного технологического отжига и в деформированном состоянии без отжига, что позволило оценить влияние деформированной структуры на процессы гидрирования. Сравнительный анализ ДСК-кривых для отожженных и неотожженных образцов показал наличие существенных различий, что указывает на разную склонность образцов к гидрированию. Наблюдаемые различия свидетельствуют о значительном влиянии внутренних напряжений и плотности дефектов кристаллической решетки, вызванных холодной деформацией, на термодинамику и кинетику процессов гидрирования.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (соглашение от 31.07.2024 №24-79-10289)

#### М.В. ПОЛЯКОВ $^{1,2}$ , А.С. РОГАЧЕВ $^{1}$

<sup>1</sup>Институт структурной макрокинетики и материаловедения имени А.Г. Мержанова РАН, Черноголовка, Россия <sup>2</sup>Институт нанотехнологий микроэлектроники РАН, Москва, Россия E-mail: <a href="maxsimpolykovv@gmail.com">maxsimpolykovv@gmail.com</a>

# КОНТРОЛЬ ТКС И ТЕРМОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ CoCrFeNiTi, ОСАЖДАЕМЫХ С ПОМОЩЬЮ МАГНЕТРОНА ПОСТОЯННОГО ТОКА

Разработка тонкопленочных материалов с точно настраиваемыми электрическими и термоэлектрическими свойствами жизненно необходима для создания датчиков нового поколения, микронагревательных элементов и устройств для сбора энергии. Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) предлагают уникальный путь к объединению нескольких функциональных элементов в одной фазе, что позволяет повысить стабильность и производительность в экстремальных температурных условиях.

Тонкие пленки высокоэнтропийного сплава (ВЭС) CoCrFeNiTi были нанесены на подложки Si/SiO<sub>2</sub> методом магнетронного распыления постоянного тока для исследования влияния параметров осаждения на морфологию, состав, электросопротивление, температурный коэффициент сопротивления (ТКС) и термоэлектрические характеристики. Пленки толщиной от 110 до 873 нм были получены при изменении мощности (100-1000 Вт) и времени осаждения (180-720 с). Структурный анализ с помощью рентгеновской дифракции и просвечивающей электронной микроскопии выявил преимущественно аморфные микроструктуры при высоких мощностях и коротких временах, а картирование элементного состава показало отклонения от целевой стехиометрии в зависимости от мощности. Электрические измерения продемонстрировали перестраиваемые значения ТСР от -1114  $\pm$  30 до 120  $\pm$  11 ppm/°C и удельного сопротивления от 122 до 7950  $\mu\Omega$ ·см, при этом оптимальное состояние дало  $TCR = 2.7 \pm 0.8 \text{ ppm}/^{\circ}C$  и  $\rho = 316$ μΩ·см. Термоэлектрическая оценка показала максимальный коэффициент мощности  $\sim 0.015$  мВт/(м·°С²) при 200 °С и линейную зависимость от -196до 200 °C. Эти результаты позволили создать технологическую карту, связывающую параметры напыления со свойствами пленок, тем самым поддерживая масштабируемое производство микрорезисторов и термоэлектрических компонентов на основе ВЭС.

1. Polyakov M.V., Rogachev A.S., Kovalev, D.Yu. Vadchenko S.G., Moskovskikh D.O., Kiryukhantsev-Korneev F. V. Volkova L.S., Orlov A.P. Thin high-entropy CoCrFeNiTix alloy films for resistive elements of microelectronics. Surface Engineering and Applied Electrochemistry, 2025, 61(3), 374–376. https://doi.org/10.3103/S1068375525700322

## <u>Е.А. ПОНОМАРЕВА</u><sup>1</sup>, А.О. ЛЕМБИКОВ<sup>1</sup>, С.М. ПИСАРЕВ<sup>1</sup>, Н.С. ОГОРОДНИКОВ<sup>1</sup>, И.Ю. БУРАВЛЕВ<sup>1</sup>, А.Н. ДРАНЬКОВ<sup>1</sup>

Дальневосточный Федеральный Университет, г. Владивосток, Россия E-mail: ponomareva.ean@dvfu.ru

# КОМПОЗИТНЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЕВОЙ МАТРИЦЫ, УПРОЧНЕННЫЙ ПРИ ПОМОЩИ СРЕДНЕЭНТРОПИЙНОЙ КЕРАМИКИ (W,Ti,Ta)C<sub>3</sub>

Разработка новых композиционных материалов на основе металлических матриц, армированных керамическими фазами, остаётся актуальной задачей материаловедения, особенно для применения в условиях экстремальных температур и высоких механических нагрузок. Никель обладает высокой термической стабильностью и коррозионной стойкостью, однако его прочностные характеристики требуют дальнейшего повышения. Одним из перспективных направлений является использование среднеэнтропийных керамик (СЭК), которые сочетают высокую твёрдость, термическую стабильность и возможность тонкой регуляции состава для оптимизации свойств композиционного материала.

В настоящей работе предложено упрочнение никелевой матрицы за счёт введения СЭК состава (W,Ti,Ta)C<sub>3</sub>. СЭК синтезировалась методом электроимпульсного плазменного спекания (ЭИПС) при температуре 1900 °С с последующим измельчением в порошок. Полученный порошок гомогенезировался с порошком никеля методом механической активации в различных массовых концентрациях, после чего консолидировались также методом ЭИПС.

Характеристики и структура исследовались методами рентгенофазового анализа (РФА) с уточнением параметров кристаллической решётки по методу Ритвельда, а также с помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) в сочетании с энергодисперсионной спектроскопией (ЭДС) (рисунок 1).

Введение керамики в никель способствовало формированию равномерно распределённых упрочняющих частиц и измельчению зёрен матрицы, что препятствовало их росту при спекании. Данные РФА подтвердили сохранение основной фазы никеля и наличие керамических включений, а по картам распределения выявили содержание элементов как внутри зёрен, так и по межзеренным границам.

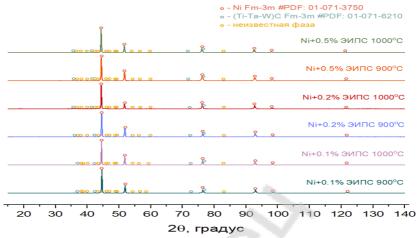


Рисунок 1 – Фазовый состав полученных композитов

Разработанные композиционные материалы демонстрируют повышенные эксплуатационные характеристики и представляют интерес для использования в качестве жаропрочных и износостойких материалов, что подчёркивает потенциал использования СЭК в создании нового поколения металлических материалов (рисунок 2).

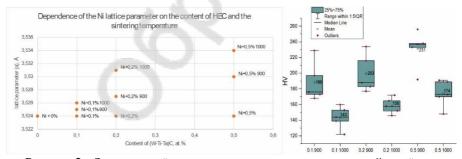


Рисунок 2 — Значения твёрдости и параметры кристаллической решётки в зависимости от концентрации введённой среднеэнтропийной керамики.

Работа выполнена при поддержке государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект № F

 $\bar{z}$ 

<u>ک</u>

N

S

## <u>А.А. ФЕДОРОВ</u>, В.В. МИХАЛЬЧИК, А.В. ТЕНИШЕВ, Д.П. ШОРНИКОВ, М.А. КЕРУЧЕНКО

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: Vladimir\_mephi@mail.ru

### ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ПЬЕЗОКЕРАМИКИ НА СВОЙСТВА ПОЛИМЕРНОГО КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ ПОЛИВИНИ-ЛИДЕНФТОРИДА

Современные многофункциональные материалы играют ключевую роль в развитии новых технологий в областях электроники, медицины, энергетики и аэрокосмической промышленности. Одним из перспективных направлений является создание полимерных композитов с пьезоэлектрическими свойствами, которые сочетают в себе гибкость и технологичность полимеров с высокой пьезоактивностью керамических наполнителей.

Целью работы является определение состава композита на основе поливинилиденфторида ( $\Pi B Д \Phi$ ) с оптимальными пьезоэлектрическими и механическими свойствами при максимально технологически простой методике изготовления пьезоэлектрических плёнок.

Проведён сравнительный анализ свойств композитов с цирконат-титанат свинцом (ЦТС) и титанатом бария (ВаТіО<sub>3</sub>), а также разработана простая технология их производства. Исследованы механические свойства при одноосном растяжении, измерен пьезоэлектрический коэффициент методом падающего грузка и вибростенда, проведена дифференциальная сканирующая калориметрия, рентгенографический анализ и растровая электронная микроскопия.

Показано, что поляризация эффективна для композитов с ЦТС, но не влияет на плёнки с ВаТіОЗ из-за пористой структуры. Обнаружено, что в процессе поляризации возможно возникновение электрического пробоя, что делает её неэффективной в случае легирования титанатом бария. Предложена и реализована конструкция установки для измерения пьезоэлектрического коэффициента, позволяющая оценить стабильность электрического отклика при циклической нагрузке.

Наилучшим составом композита является ПВДФ с добавлением 10 мас.% ЦТС. Композит обладает высоким пьезоэлетрическим откликом с пьезокоэффициетом d33 = 8,6 мкм/В (в 3,5 раза выше чистого полимера) с незначительными ухудшениями механических свойств.

#### А.В. ЛИТВИНОВ, Н.Н. САМОТАЕВ, <u>М.О. ЭТРЕКОВА</u>, К.Ю. ОБЛОВ, Г.А. ИВАНОВ, М.Г. ИСАЕНКОВА, В.А. ФЕСЕНКО

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» г. Москва, Россия
E-mail: AVLitvinov@mephi.ru

## ПОЛУЧЕНИЕ ЭПИТАКСИАЛЬНЫХ ПЛЕНОК Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> МЕТОДОМ ИМПУЛЬСНОГО ЛАЗЕРНОГО ОСАЖДЕНИЯ ДЛЯ ГАЗОАНАЛИТИЧЕСКИХ ПРИМЕНЕНИЙ

Поиск альтернативных карбиду бора соединений для использования в качестве поглотителя в стержнях системы управления и защиты для перспективных реакторов на быстрых нейтронах является актуальной задачей. В работе [1] с этой целью исследована стойкость гидридов металлов при их длительной выдержке под действием высоких температур посредством контроля МДП-сенсорами концентрации водорода, выделяющегося в процессе разложения анализируемых образцов. Для изготовления таких газовых сенсоров, способных работать при высоких температурах, перспективным является полупроводник Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (оксид галлия), имеющий долговременно стабильные характеристики в экстремальных условиях [2].

Существуют различные подходы к выращиванию тонких пленок  $Ga_2O_3$ : осаждение методом радиочастотного магнетронного распыления, импульсное лазерное осаждение (PLD), атомно-слоевое осаждение (ALD), химическое осаждение из паровой фазы (MOCVD) и т.д. [3]. Однако свойства и качество получаемых пленок  $Ga_2O_3$  сильно зависят от условий роста, типа подложки, послеростовых отжигов и др., поэтому часто результаты исследований оказываются противоречивыми. Преимуществами PLD являются снижение температуры эпитаксии за счет возможности резкого увеличения энергии испаренных частиц и выращивание сплошных пленок толщиной, начиная с единиц нанометров, с сохранением стехиометрического состава.

В настоящей работе исследованы способы и механизмы получения чистых и легированных эпитаксиальных пленок оксида галлия на монокристаллических подложках таких, как кремний, карбид кремния, арсенид галлия, сапфир и кварц методом PLD — лазерной абляции мишеней на основе  $Ga_2O_3$  в вакууме. Выполнены исследования фазового состава и структурного состояния полученных тонких пленок. На рис. 1 представлен пример дифрактограммы исследованных образцов оксида галлия с добавлением  $SnO_2$  на подложке из кварца и сапфира. Запись дифракционных спектров была выполнена на дифрактометре ДРОН-3М (российского производства) с использованием графитового монохроматора и излучения  $Cu\ K_\alpha$ . Для идентификации фаз использовалось программное обеспечение BrukerAXS DIFFRAC.EVA v. 4.2 и международная база данных ICDD PDF-2. Индексы Миллера для отражающих плоскостей от разных фаз обозначены разным цветом.

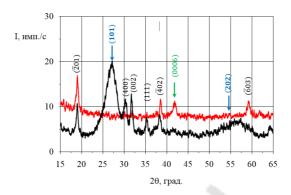


Рисунок 1 — Дифрактограммы покрытий  $Ga_2O_3 + SnO_2$ , нанесенных на монокристаллическую пластину кварца  $SiO_2$  с ориентацией поверхности параллельно кристаллографической плоскости (101) (черная линия) и монокристаллический сапфир  $Al_2O_3$  с ориентацией поверхности параллельно кристаллографической плоскости (0001) (красная линия). Черные цифры в круглых скобках — индексы Миллера отражающих плоскостей фазы  $\beta$ - $Ga_2O_3$ , синие —  $SiO_2$  и зеленые —  $Al_2O_3$ .

С использованием полученных высокотемпературных МДП структур Pd- $Ga_2O_3$ -SiC и Pt- $Ga_2O_3$ -SiC изготовлены и протестированы образцы емкостных датчиков водорода с рабочей температурой  $170\,^{\circ}C$ . Показано, что для образцов с Pd-электродом сдвиг вольт-фарадной характеристики под действием  $100\,^{\circ}$  ррт  $H_2$  в среде воздуха составляет не менее  $400\,^{\circ}$  мВ, а в среде аргона  $-600\,^{\circ}$  мВ. Рост чувствительности при смене газа-носителя, вероятно, обусловлен отсутствием конкуренции водорода с кислородом на поверхности Pd и, как следствие, более эффективной диффузией атомов H вглубь катализатора с образованием  $PdH_x$ . Образцы с Pt-электродом закономерно проявляют меньшую чувствительность. Таким образом, разработка технологии МДП на гетероструктурах с широкозонным полупроводником расширяет возможности инженерии газовых сенсоров.

Работа поддержана грантом РНФ № 24-79-10278 от 31.07.2024 г.

- 1. Ivanov G.A. et al. // Sensors. 2025. 25(12), 3771.
- 2. Калыгина В.М. и др. //  $\Phi$ ТП. 2022. 56. 928.
- 3. Ilhom S. et al. // ACS Appl. Mater. Interfaces. 2021. 13, 7, 8538–8551.

1.2. Консолидация порошков и 3Dтехнологии синтеза новых материалов

#### <u>Б.И. ВОРОНКОВ<sup>1</sup></u>, Е.В. ШОРНИКОВА<sup>1</sup>, А.Г. ЖОЛНИН<sup>2</sup>

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия

Государственный университет по землеустройству, г. Москва, Россия

E m

## ПОЛУЧЕНИЕ ПРОЗРАЧНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Прозрачные керамические материалы представляют повышенный интерес в связи с уникальным сочетанием физико-механических и теплофизических свойств. Одним из наиболее доступных материалов является оксид алюминия, обладающий высокими механическими и оптическими свойствами. Внедрению прозрачной керамики на основе оксида алюминия препятствует достаточно сложная технология получения изделий, которая основана на выращивание монокриста лов. Альтернативой получения является искровое плазменное спекание (ИПС) поликристаллического Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, позволяющее получить более прочный материал в короткие сроки. Однако отмечается большой разброс в данных, связанных с различными режимами спекания для разных порошков, что в дает полной картины понимания процесса получения прозрачной керамики.

В ходе работы проведено искровое плазменное спекание порошков оксида алюминия со средним размером частиц 0,3, 0,75 и 2 мкм. Температурный режим спекания варьировался в диапазоне 1000-1300 °C, давление от 50 до 80 МПа, скорость нагрева 8- $10\theta$  °C/мин и время выдержки 5-50 мин, а также исследованы одно- и многоступенчатые режимы спекания.

Установлено, что повышение давления до  $80~\rm M\Pi a$  является критическим фактором для достижения высокой относительной плотности образцов (~99%). Выявлено существенное влияние температуры спекания: рост от  $1000~\rm ^{\circ}C$  до  $1300~\rm ^{\circ}C$  (при  $80~\rm M\Pi a$ ,  $5~\rm muh$ ) увеличивает плотность образцов оксида алюминия с  $\sim\!80~\rm ^{\circ}M$  до  $\sim\!99~\rm ^{\circ}M$ .

Разработан режим ИПС  $1000~^{\circ}\text{C/5}$  мин  $\rightarrow 1150~^{\circ}\text{C/5}$  мин  $\rightarrow 1300~^{\circ}\text{C/50}$  мин, 80~МПа, скорость нагрева  $8~^{\circ}\text{C/мин}$  на участке  $1000-1300~^{\circ}\text{C}$ , позволивший получить образцы с высокой относительной плотностью и прозрачностью в видимой области спектра.

Установлено, что порошки со средними размерами частиц 0,75 и 2 мкм не позволяют получить прозрачную керамику, ограничиваясь полупрозрачностью. Улучшение оптических свойств с уменьшением среднего размера частиц продемонстрировано на рисунке 1.

Для удаления примести углерода, а также для доспекания образцов проведен высокотемпературный отжиг при  $1500~^{\circ}$ C,  $3~^{\circ}$ C, 3

Методами РЭМ и микроренттеноспектрального анализа выявлены особенности микроструктуры (включая формирование пластинчатых зерен) и установлено наличие примесей оксидов циркония и кремния, влияющих на плотность и морфологию зерен.

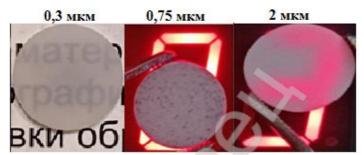


Рисунок 1 –Внешний вид образцов Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, изготовленных из порошков с различными средними размерами частиц

Определены оптимальные параметры ИПС (давление 80 МПа, время выдержки 5 мин при 1300 °C в случае одноступенчатого нагрева, либо же трехступенчатый режим со скоростью нагрева 8 °С/мин на участке 1000-1300 °С), обеспечивающие получение керамики Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> с относительной плотностью > 99 % и прозрачностью для порошка со средним размером частиц 0,3 мкм. Установлено влияние размера частиц исходного порошка и примесей на процесс спекания и конечные свойства: уменьшение среднего размера частиц до 0,3 мкм позволяет получить прозрачность, в то время как порошки со средними размерами частиц 0,75 и 2 мкм позволяют получить лишь непрозрачные и полупрозрачные образцы. Полученные результаты имеют значение для разработки технологий получения функциональной прозрачной керамики.

## $E.\Gamma$ . ГРИГОРЬЕВ<sup>1</sup>, В.Ю. ГОЛЬЦЕВ<sup>2</sup>, А.В. ОСИНЦЕВ<sup>2</sup>, Е.Л. СТРИЖАКОВ<sup>3</sup>, С.В. НЕСКОРОМНЫЙ<sup>3</sup>, А.Н. ЧУМАКОВ<sup>4</sup>, О.О. КУЗНЕЧИК<sup>5</sup>

<sup>1</sup>Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук, Черноголовка, Россия <sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва. Россия

<sup>3</sup>Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону, Россия

<sup>4</sup>Институт физики НАНБ, Минск, Беларусь <sup>5</sup>Институт порошковой металлургии НАНБ, Минск, Беларусь e-mail: eugengrig@mail.ru

#### ЭЛЕКТРОТЕПЛОВЫЕ ПРОЦЕССЫ ПРИ ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВ

Метод высоковольтной консолидации электропроводящих порошковых композиций основан на кратковременном воздействии высоковольтного импульса электрического тока и механического давления на порошковую заготовку. Кратковременность воздействия (менее 1 мс) дает возможность сохранять исходную микроструктуру порошкового материала, но усложняет управление процессом консолидации. Особенностью данного метода является высокая концентрация выделяемой энергии в контактах между частицами порошка. В связи с этим исходное состояние поверхности частиц порошка, их форма и размеры существенно влияют на закономерности процесса высоковольтной консолидации, которые определяются электротепловыми процессами, протекающими на межчастичных контактах и в макрообъеме консолидируемой заготовки. Для контроля электротепловых процессов высоковольтной консолидации разработан измерительный комплекс, который включает в себя систему регистрации высоковольтного импульса тока с помощью пояса Роговского, систему регистрации интенсивности теплового излучения консолидированного материала методом импульсной фотометрии с помощью фотодиодных датчиков [1]. Регистрировали параметры высоковольтного импульсного тока и интенсивность теплового излучения исследуемых материалов при высоковольтном электроимпульсном воздействии.

Обнаружены неустойчивые режимы высоковольтной консолидации, приводящие к формированию неоднородных свойств получаемых образцов или к разрушению исходных порошковых заготовок и технологической прессоснастки. Определяющим технологическим фактором, который приводит к неустойчивым режимам высоковольтной консолидации порошковых материалов, является амплитуда высоковольтного импульса тока.

Определено критическое значение импульса тока, которое зависит как от давления, воздействующего на консолидируемую заготовку, так и электрофизических характеристик порошка. Регистрация температуры консолидируемого образца во время воздействия высоковольтного импульса тока позволяет определять параметры оптимального режима консолидации. Приведены экспериментальные результаты высоковольтной консолидации порошковых материалов: использован порошок карбида гафния, (синтезированный методом СВС, ИСМАН), порошков твердого сплава W-20Co и тяжелых сплавов на основе вольфрама: W-7Ni-3Fe (марка ВНЖ-90), W-3Ni-2Cu (марка ВНМ 3-2). Исследовано влияние параметров импульса тока и давления на плотность, микротвердость, макро- и микроструктуру, механические свойства консолидированных материалов. Определены оптимальные режимы высоковольтной консолидации, обеспечивающие максимальную (до 96%) равномерную плотность исследованных материалов.

Разработанная методика регистрации электротепловых процессов протекающих при высоковольтной консолидации порошковых композиций дает возможность целенаправленно формировать структурно-фазовое состояние консолидированных материалов. Определение механических свойств консолидированных образцов при изгибе тонких дисков на кольцевой опоре и диаметральном сжатии коротких цилиндров позволяет установить оптимальные параметры режимов высоковольтной консолидации композиционных материалов.

1. Grigoryev E., Kuznechik O., Chumakov A., Nikonchuk I., Strizhakov E., Nescoromniy S., Ageev S. High-temperature processes in powder materials at high-voltage electric pulse consolidation. High Temperature Material Processes: An International Quarterly of High-Technology Plasma Processes, Volume 28, Issue 2, 2024, pp. 1-5.

#### А.Ф. ИЛЬЮЩЕНКО, А.И. ЛЕЦКО, Ю.А. ХОДЫКО, Н.М. ПАРНИЦКИЙ, Ю.А. РЕУТЁНОК, Т.А. НИКОЛАЙЧУК, О.О. КУЗНЕЧИК

Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа г. Минск, Беларусь E-mail: pmi.nil26@gmail.com

### МОДЕЛЬНЫЕ И МЕТОДИЧЕСКИЕ ДОПУЩЕНИЯ В ИССЛЕДОВАНИЯХ ПРОЦЕССОВ СЕЛЕКТИВНОГО ЛА-ЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ПРИ 3D-ПЕЧАТИ И КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА ПОЛУЧАЕ-МОЙ НА АДЛИТИВНОМ ПРОИЗВОДСТВЕ ПРОДУКЦИИ

Сообщается о развитию аддитивного производства и, в частности, используемым на нём аддитивным технологиям трёхмерной цифровой печати (3D-печати) селективным лазерным сплавлением (СЛС) порошков металлических сплавов. Подчёркивается, что процессы 3D-печати методом СЛС является родственным по отношению к металлургическим сварочным процессам, поэтому в современных программных средствах подготовки к такой 3D-печати, как правило, используются результаты решения численными методами тепловой задачи движущегося по поверхности твердого тела точечного источника, под которым понимается фокальное пятно лазерного излучения. Однако, при практическом решении такой задачи в настоящее время не учитывается фактическое структурно-фазовое состояние наносимого на платформу 3D-печати порошкового слоя, как сыпучего материала, у которого имеется насыпная плотность (ею порошок обладал, когда находился в бункере подачи), плотность утряски (плотность порошка на платформе 3D-печати), и просвет (ею порошок обладает в обоих случаях). При решении тепловой задачи о подвижном точечном источнике эти все понятия заменяются одним показателем пористости порошкового тела, что ограничивает точность решения такой задачи. Способствовать повышению точности решения этой задачи может виртуальное выделение в сформованном на платформе 3D-печати порошковом слое виртуальной ячейки, состоящей из частиц металлического сплава, для которой применимы такие понятия, как насыпная плотность, плотность утряски и просвет. Исходя из этого, при моделировании режимов СЛС численными методами предлагается использовать следующие допущения:

1) Алгоритм 3D-печати (рис. 1) включает в себя выполнение определённых действий, согласно которым, сначала, платформа подачи 7 выдвигает из бункера порошок 5 на определённую высоту  $\Delta h_1$ , по отношению к столу, на котором перед платформой подачи 7, в своём крайнем положении находится скрепер 4, имеющий роликовые катки.

После окончания выдвижения порошкового слоя, скрепер 4 начинает сдвигать его в направлении платформы 3D-печати 8. Во время этого сдвига, эта платформа с ранее насыпанной частью порошка и полученного из него путём СЛС изделия 6, опускается вниз по отно-шению к столу на определённую глубину  $\Delta h_2$ ,образуя нишу относительно его поверхности.

При пересечении этой ниши скрепером 4, большая часть сдвигаемого порошка 5, попадёт именно туда и уплотнится под воздействие вращающихся катков скрепер, а оставшаяся меньшая — в приёмник, который на типовой схеме (рис. 1) не показан.

После пересечения скрепером 4 платформы 3D-печати 8 он останавливается на короткий промежуток времени (1–2 с), после чего начинает своё движение в исходное состояние. После завершения вторичного прокатывания валками по уже сформованному на платформе 3D-печати 8 порошкового слоя включается лазер 1, а вместе с ним и двухкоординатная угловая система поворота зеркал 2, которая программно отклоняет и проецирует на сформованный порошковый слой с помощью F-Theta-линзы 3 сфокусированное лазерное излучение в начальную точку трека перемещения своего фокального пятная. Движение этого пятна по треку с задаваемой мощностью лазерного излучения обеспечивается с помощь программного управления лазером 1 и двухкоординатной угловой системой поворота зеркал 2.

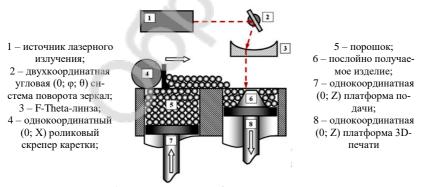
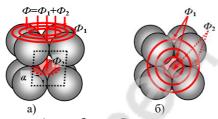


Рисунок 1 – Типовая схема 3D-печати методом СЛС

После завершения движения фокального пятна лазерного излучения по первому треку, происходит программный скачкообразный переход к следующему и такие переходы совершаются до тех пор, пока этими треками не будет заполнена с заданным коэффициентом перекрытия вся площадь программно заданного сечения послойно-получаемого в процессе

3D-печати изделия. Вышеперечисленные действия выполняются до тех пор, пока процесс 3D-печати не будет завершён.

2) Отмечается, что при 3D-печати методом СЛС, как правило, применяются сферические порошки металлических сплавов, у которых частицы имеют округлую, близкую к шарообразной форму, обеспечивающую им хорошую текучесть. Это позволяет схематично (рис. 2) представить элементарную область сплавления порошка в виде двухярусной элементарной ячейки, на которую воздейстует поток лазерного излучения, имеющий размеры фокального пятна.



а) вид с боку; б) вид;

 $\Phi$  – проецируемый фокальным пятном общий поток лазерного излучения:

$$oldsymbol{\Phi} = oldsymbol{\Phi}_1 + oldsymbol{\Phi}_2$$
  $oldsymbol{\Phi}_1$  – верхний ярус;  $oldsymbol{\Phi}_2$  – нижний ярус

Рисунок 3 — Взаимодействие потока лазерного излучения с двухъярусной элементарной порошковой ячейкой

Согласно этому, проецируемый на поверхность элементарной порошковой ячейки поток лазерного излучения  $\Phi$  будет распадаться на два частных потока  $\Phi_1$  и  $\Phi_2$ , из которых первый,  $\Phi_1$ , будет попадать на поверхность частиц верхнего яруса, а второй,  $\Phi_2$ , — на поверхность частиц второго (нижнего) яруса. Согласно зависимости Слихерта, относительные величины двух частных потоков ( $\psi_1 = \Phi_1/\Phi$  и  $\psi_2 = \Phi_2/\Phi$ ) связаны с такими величинами, как просвет ( $\Xi$ ) и угол ( $\alpha$ ) наклона элементарной ячейки, следующим образом:

$$\psi_1 = 1 - \Xi = \frac{\pi}{4 \cdot \sin(\alpha)}$$
  $\psi_2 = \Xi = 1 - \frac{\pi}{4 \cdot \sin(\alpha)}$ , (1)

Отмечается, что при взаимодействии с поверхностью металлических частицы из-за возможного отражения частный поток  $\Phi_1$  будет не полностью поглощаться частицами дисперсной фазы, входящими в состав верхнего яруса. При этом из-за возможных внутренних многократных отражений частный поток  $\Phi_2$ , наоборот, будет практически полностью поглощен частицами дисперсной фазы, входящими в состав верхнего и нижнего ярусов.

#### А.Ф. ИЛЬЮЩЕНКО, А.И. ЛЕЦКО, Ю.А. ХОДЫКО, Н.М. ПАРНИЦКИЙ, Ю.А. РЕУТЁНОК, Т.А. НИКОЛАЙЧУК, О.О. КУЗНЕЧИК

Институт порошковой металлургии имени академика О.В. Романа г. Минск, Беларусь

E-mail: pmi.nil26@gmail.com

#### ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ПРОЦЕС-СОВ В ТЕХНОЛОГИЯХ ПОЛУЧЕНИЯ НА ОСНОВЕ МЕТАЛ-ЛИЧЕСКОЙ МАТРИЦЫ РАСПЫЛЁННЫХ КОМПОЗИТНЫХ ПОРОШКОВ...

#### ДЛЯ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОЙ 3D-ПЕЧАТИ

Сообщается о необходимости получения композитных порошков для металлургической 3D-печати, осуществляемой методами селективного лазерного сплавления и электронно-лучевого проплавления. Отмечается, что такие порошки должны иметь окгруглую, близкую к круглой, форму частиц и узкий фракционный состав, не превышающий 100 мкм. Для получения таих порошков предлагается использовать:

- 1) высокоэнергетические процессы, включающие в себя не только механическое измельчение, но и самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС), механоактивацию и механолегирование, а также электроимпульсное спекание (ЭИС), индукционно-вакуумную плавку и распыление с газовой циклонной фильтрацией, способной выделять порошковые фракции, необходимые для металлургической 3D-печати;
- 2) оборудование для дробления и помола твердых веществ, в качестве которых может использоваться металлический лом на режимах, обеспечивающих металлических порошков тонкой фракции;
- 3) для определения состава реагента исходных веществ стехиометрическое уравнение:

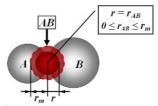
$$\sum_{i=1}^{k} (\xi_{i} \cdot Me_{i}) \to Me_{\xi_{1}} Me_{\xi_{2}} \dots Me_{\xi_{k}} \pm Q = Me_{\xi_{1}} (Me_{\xi_{j}})_{j=2+k}, \quad (1)$$

где  $\xi_i$  – стехиометрические коэффициенты;  $Me_i$  – металлы; Q – выделяемая или поглощаемая теплота, если необходимо получать с помощью СВС ультрадисперсный твердый наполнитель для металлической матрицы, а также

$$c_{m} \cdot \gamma \cdot \frac{\partial T}{\partial t} = \lambda \cdot \frac{\partial^{2} T}{\partial x^{2}} + Q \cdot \Phi \left[ T(x, t) \right], \tag{2}$$

где  $c_m$  – удельная теплоемкость;  $\gamma$  – плотность шихты;  $\lambda$  – коэффициент теплопроводности; T – температура; t – время, c; x – координата оси; Q –

получаемая теплота; Ф – скорость протекания реакции. При расчётах использовать схему формирования реакционной ячейки синтезируемого вещества (рис. 1)



A, B — частицы исходного реагента;

АВ – появляющаяся фаза синтезируемого вещества;  $r, r_m$  – текущий и максимальный радиусы, появляющейся фазы ABРисунок 1 – Схема формирования реакционной ячейки

синтезируемого вещества сферического типа

4) для определения длительности смешивания исходных веществ уравнение:

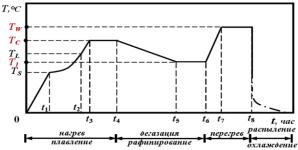
$$\frac{dV_{MC}}{dt} = -k_{CM} \cdot \left[ V_{MF} - V_{MC}(t) \right]; \qquad V_{MC}(t) = V_{MM} \cdot \left[ 1 - \exp(-k_{CM} \cdot t) \right], \tag{3}$$

где

$$k_{CM}$$
 – постоянная скорости смешивания, причем: 
$$k_{CM} = \ln \left[ \frac{1}{1 - \varepsilon_{CM}} \right]; \qquad \varepsilon_{CM} = \frac{V_{MC}(t+1) - V_{MC}(t)}{V_{MF} - V_{M0}}, \qquad (4)$$

где  $\varepsilon_{CM}$  – относительная величина объемного приращения.

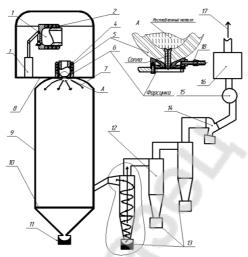
- 5) ЭИС для получения штапиков лигатуры, загружаемой в тигель перед индукционно-вакуумной плавкой и распылением. ЭИС способствует снижению угара и сокращает длительность нагрева лигатуры.
- 6) диаграмму термического нагрева и распыления, приведенную на рис. 2, при осуществлении индукционно-вакуумной плавкя и распыления.



 $T_S$ ,  $T_1$ ,  $T_L$ ,  $T_C$ ,  $T_W$  – температуры солидуса, промежуточная, ликвидуса, предварительного перегрева и распыления, соответственно;  $t_1 - t_8$ , — время прохождения фазовых точек диаграммы

#### Рисунок 2 – Диаграмма термического наргрева

7) Технологическую схему индукцинно-вакуумной плавки и распыления, приведенную на рис. 3.



1 — плавильный тигель; 2 — индуктор плавильного тигля; 3 — гидроцилиндр; 4 — раздаточный тигель; 5 — индуктор раздаточного тигля; 6 — щелевая форсунка; 7 — направление потока частиц порошка; 8 — вакуумная камера; 9 — камера распыления; 10 — сетчатый фильтр; крупный; 11 — бункер для приема крупной фракции порошка; 12 — система циклонной фильтрации; 13 — бункеры для приема разных фракций порошка; 14 — сетчатый фильтр; 15 — компрессор; 16 — система фильтрации мелкой пыли; 17 — направление потока отработанного; очищенного газа; 18 — штуцер

Рисунок 3 — Технологическая схема индукционной вакуумной плавки и распыления с циклонной фильрацией

8) при определении режимов распыления зависимости:

$$v_{\kappa} = 2 \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot \sigma_{\kappa}}{3 \cdot c_{a.c} \cdot \gamma_{\kappa} \cdot d_{cm}} \sqrt{\frac{We}{\pi}}}, \qquad (5)$$

где  $\sigma_{\kappa}$  — поверхностное натяжение жидкого расплава;  $c_{a.c.}$  — коэффициент динамического сопротивления;  $\gamma_{\kappa}$  — плотность расплава;  $d_{cm}$  — диаметр струи расплава; We — число Вебера:

$$We = \frac{v_{\kappa}^2 \gamma_{\kappa} D_{\kappa}}{\sigma_{\kappa}}, \qquad (6)$$

в котором  $D_{\kappa}$ , – диаметр капли распыляемого расплава.

## <u>М.Д. ПИРОЖКОВ, А.А. ЛУКЬЯНОВ,</u> Г.А. ИВАНОВ Д.П. ШОРНИКОВ

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Российская Федерация E-mail: pirozhkovmd@yandex.ru

#### ПОЛУЧЕНИЕ МЕЛКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ОК-СИДА АЛЮМИНИЯ

Размер частиц порошка, используемого для получения керамических изделий, значительно влияет на их конечные свойства, а также на протекание процесса спекания. Использование частиц с малым размером позволяет снизить температуру спекания, уменьшает пористость готового изделия, что положительно сказывается на его механических свойствах [1]. Чаще всего представляют интерес порошки с размером частиц ~300 нм или порошки с полимодальным распределением частиц, в котором доля мелкодисперной фазы (100 нм-2 мкм) составляет не менее 40-50 %.

Подобные порошки с низким содержанием углерода и металлических примесей позволяет получать золь-гель метод. В настоящей работе рассмотрена схема получения порошков  $Al_2O_3$  из гидроксида алюминия.

Для получения золь-гель раствора гидроксида алюминия в раствор нитрата алюминия добавляли этиловый спирт, с последующим выпариванием золя при температуре 80 °C. Термическим разложением геля гидроксида алюминия при температуре 500 °C был получен порошок оксида алюминия [2].

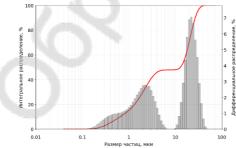


Рисунок 1. Распределение по размерам частиц порошка с наибольшей дисперсностью

В результате была получена серия порошков оксида алюминия со средним размером частиц в диапазоне от 16 до 33 мкм. Характерное распределение частиц по размерам для наиболее дисперсного порошка представлено на рисунке 1. Отмечена возможность получения порошков оксида алюминия с полимодальным распределением частиц, отработаны временные и температурные режимы золь-гель метода.

- 1. Komeya, K. et al. // Journal of Materials Science, 4(12), 1045–1050.
- 2. Mohammed A.A et al. // Chemical Data Collections. 2020. Vol. 29. P. 100531.

#### М. Д. ПРОХОРОВА, М. С. СТАЛЬЦОВ, Е. С. ФОРТУНА

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва. Россия

E,

m

# ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОПЛОТНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ ПРИ ДОБАВЛЕНИИ ОКСИДНЫХ ДФБАВОК

Объемные материалы на основе карбида кремния (SiC) представляют повышенный интерес для использования в режущем инструменте, опорах подшипников, форсунках и подложках [1].

Существенным недостатком SiC является трудность его компактирования, обусловленная его высокими твердостью и температурой плавления. Использование метода искрового плазменного спекания (ИПС), в котором реализовано одновременное воздействие на порошковую засыпку давления и электрического тока, позволяет успешно спекать компакты на основе SiC [2]. Однако и в этом случае для получения изделий с плотностью более 80 % от теоретической (ТП), температура спекания должна достигать 2000 °C, а давление не менее 100 МПа.

Для решения этой проблемы предложено использовать легирование карбида кремния различными добавками, активирующими процесс спекания. В данном эксперименте использовались порошки карбида кремния, а также п

о Первым этапом в работе проводили измельчение порошка карбида кремрия и смешивание карбида кремния с легирующими добавками при 250 об/мин в течение 180 мин в шаровой планетарной мельнице. На втором втапе проводили спекание порошка SiC в установке ИПС при температуре ₹750 °С при удельном давлении 75 МПа. После спекания была измерена илотность образцов геометрическим, гидростатическим и пикнометрическим методами.

В зависимости от типа добавки, были получены различные данные для знавения плотности, показанные на рисунке 1. Из полученных данных видно, бто чистый SiC уплотняется хуже всего, а добавка смеси  $Y_2O_3+Al_2O_3$  в коаичестве 1 мас. % приводит к наилучшему уплотнению.

В 0 К

т а

К И X 123

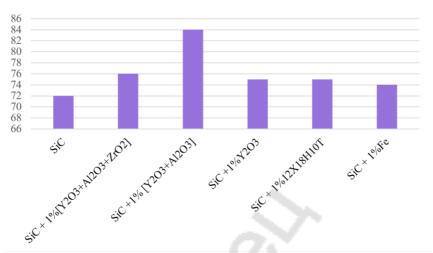


Рисунок 1 – Значение плотности образцов с различными добавками

С целью получения большей плотности было подробно рассмотрено влияние температуры и давления, а также увеличение количества оксидной добавки. Получены экспериментальные данные, что наиболее плотный образец (более 84 % ТП) получается при добавлении  $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$  в количестве 5 мас. % при температуре спекания  $1750^{\circ}$ С и приложенном давлением 80 МПа.

- 1. Андриевский Р. А. Наноструктуры в экстремальных условиях // Успехи физических наук. 2014. Т. 184. №. 10. С. 1017-1032.
- 2. Олевский Е. А. и др. Электроконсолидация порошковых материалов. І. Методы низковольтной и высоковольтной консолидации // Физика и химия обработки материалов. -2013.- N2. -C.53-64

#### А.С. ПУСТОГАЧЕВ, П.С. ДЖУМАЕВ, К. В. ОСОКИН

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», E-mail: aidar20033@gmail.com

## ПОВЫШЕНИЕ ШЕРОХОВАТОСТИ ТИТАНОВЫХ ПОДЛОЖЕК МЕТОДАМИ ХИМИЧЕСКОГО И ИОННОГО ТРАВЛЕНИЯ

Изучение структуры и свойств титана и его покрытий имеет ключевое значение для разработки неиспаряемых геттеров, применяемых в вакуумной технике. Геттерные свойства зависят не только от химического состава, но и от морфологии поверхности: пористые покрытия обладают большей активной площадью и, следовательно, более высокой скоростью захвата газов. Одним из путей увеличения пористости является предварительное повышение шероховатости подложки [1]. Химическое травление титана в кислых или щелочных растворах позволяет формировать микропоры и нанорельеф, ионное травление дополнительно развивает поверхность за счёт бомбардировки высокоэнергетическими частицами [2, 3]. Комбинированные методы химическо-ионного травления обеспечивают получение многоуровневого рельефа, что положительно сказывается на адгезии и геттерных характеристиках наносимых плёнок.

В работе исследовано влияние параметров химического и ионного травления на микроструктуру титановых подложек марки ВТ1-0. Образцы размером 2 × 2 см предварительно очищались в ультразвуковой ванне, затем обрабатывались в щелочном растворе Пиранья (NH<sub>4</sub>OH/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) с различным временем экспозиции от 15 минут до 2 часов. После химического этапа проводилось ионное травление в установке КВК-10 с титановой мишенью в режимах DC и HIPIMS при напряжении смещения –600 В и –800 В соответственно. Для анализа использовалась растровая электронная микроскопия (РЭМ).

Химическое травление уже через 15 минут приводило к заметному росту шероховатости, что подтверждает кинетический характер процесса в щелочной среде. При увеличении времени до двух часов формировались микропоры по границам зёрен и, предположительно, наноструктуры внутри зёрен, что существенно увеличивало удельную поверхность. Ионное травление образцов, прошедших двухчасовое химическое травление, позволяло сохранить полученный рельеф, однако различия между режимами оказались значимыми. РЭМ-изображения образцов после химического и ионного травления представлены на рисунке 1.

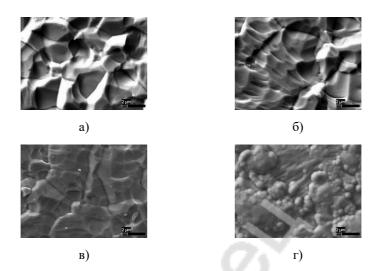


Рисунок 1 — РЭМ-изображения микроструктуры образца после а) химического травления в течение 2 ч, б) ионного травления DC, -600 B, 2 часа, в) ионного травления HIPIMS, -800 B, 1 час, г) покрытия, нанесенного на образец после ионного травления HIPIMS, -800 B, 1 час

В режиме DC наблюдалось частичное осаждение распылённых ионов титана и не происходило формирования выраженной нанопористости. Обработка в режиме HIPIMS, характеризующемся повышенной ионизацией потока, обеспечивала более равномерное развитие рельефа, но также не приводила к образованию глубоких нанопор внутри зёрен. Вероятно, для усиления эффекта требуется использование ионов большего атомного веса или оптимизация параметров разряда.

Проведённые эксперименты показали, что сочетание химического и ионного травления эффективно для получения развитой поверхности титановых подложек, пригодной для последующего нанесения геттерных покрытий. Щелочной раствор Пиранья обеспечивает быстрое формирование нанорельефа, а ионная обработка в режиме HIPIMS позволяет сохранить и частично модифицировать полученную структуру без заметного загрязнения поверхности. Полученные результаты могут быть использованы при разработке тонкоплёночных геттеров и других функциональных покрытий, где требуется высокая пористость и стабильность морфологии.

<sup>1.</sup> Prodromides A. Non-evaporable getter thin film coatings for vacuum applications. Ph.D. Thesis. Caen, 2002.

<sup>2.</sup> Nazarov D.V. et al. // Nanomaterials. 2017. Vol. 7, N 1. Jang T.S. et al. // Biomedical Materials. 2017. Vol. 12, N 2.

## <u>С.О. РОГАЧЕВ</u>, С.В. ЧЕРНЫШИХИН, Е.А. НАУМОВА, Л.В. ФЕДОРЕНКО, Н.Ю. ТАБАЧКОВА, В.Е. БАЖЕНОВ

*HИТУ МИСИС, г. Москва, Россия* E-mail: rogachev.so@misis.ru

# КОНСОЛИДАЦИЯ ВТОРИЧНЫХ ГЕТЕРОГЕННЫХ ПОРОШКОВ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

Рециклинг вторичного алюминиевого сырья является актуальной проблемой [1]. Однако переработка смешанного алюминиевого лома традиционными методами осложняется из-за вхождения в его состав разных химических элементов в сочетаниях, обычно считающихся вредными в алюминиевых сплавах. Учитывая, что значительная доля вторичного металлического сырья имеет вид стружки или порошка, для его переработки рассматриваются методы аддитивных технологий [2].

В данной работе смесь вторичных порошков алюминиевых сплавов, содержащих Mg, Co, Fe, Ce, Si, Zn и Ni с суммарным количеством около 6 мас. %, была консолидирована с помощью технологии селективного лазерного плавления (СЛП). Установлен оптимальный режим печати, обеспечивающий минимальную пористость консолидированного материала. Тем не менее, из-за высоких внутренних напряжений консолидированный материал имеет низкую пластичность. Для снижения внутренних напряжений и восстановления пластичности использован отжиг при температурах от 200 до 400 °C. После отжига достигнуто превосходное сочетание механических свойств: в зависимости от температуры отжига, предел прочности составил от 266 до 324 МПа, а относительное удлинение – от 19 до 22 %. Особенностью консолидированного материала является ультрадисперсная ячеистая микроструктура, с границами ячеек, образованными цепочками наноразмерных частиц алюминидов; таким образом, нивелируется отрицательное влияние сложного и гетерогенного химического состава исходного материала.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РНФ, проект № 19-79-30025, https://rscf.ru/en/project/19-79-30025/

- 1. R. Khanna, Y.V. Konyukhov, M. Ikram-ul-haq, I. Burmistrov, R. Cayumil, V.A. Belov, S.O. Rogachev, D.V. Lebyo, P.S. Mukherjee. An innovative route for valorising iron and aluminium oxide rich industrial wastes: Recovery of multiple metals // Journal of Environmental Management. 295 (2021) 113035.
- 2. V. Yakubov, H. Ostergaard, S. Bhagavath, C. Lun, A. Leung, J. Hughes, E. Yasa, M. Khezri, S.K. Loschke, O. Li, A.M. Paradowska. Recycled aluminium feedstock in metal additive manufacturing: A state of the art review // Heliyon. 10 (2024) e27243.

### <u>Д.Э. САФАРОВА</u>, К.О. БАЗАЛЕЕВА, Ю.Ю. ПОНКРАТОВА, Ю.А. БУДКИНА

Российский университет дружбы народов им. Патриса Лумумбы, г. Москва, Россия
E-mail: safarova\_de@pfur.ru

#### СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ СПЛАВА ВТ23 В ЗА-ВИСИМОСТИ ОТ ПАРАМЕТРОВ ЛАЗЕРНОГО ВЫРАЩИВА-НИЯ

Титановые сплавы находят широкое применение в авиакосмической технике благодаря высокой удельной прочности, коррозионной стойкости и жаропрочности [1]. Однако высокая стоимость и сложность традиционных методов обработки ограничивают их массовое использование [1-2]. Одним из перспективных решений является аддитивное производство, включающее методы селективного лазерного плавления и прямого лазерного выращивания.

Исследования показывают, что при лазерном выращивании формируются специфические микроструктуры: крупные колонные зерна β-фазы у подложки и более равноосные зерна в верхней части слоя [2]. Термические циклы при многослойной наплавке приводят к формированию зон с различной морфологией α- и β-фаз, а также к появлению межслойных полос. Постобработка, включая термическое старение, позволяет оптимизировать структуру, снизить остаточные напряжения и улучшить механические свойства. Вместе с тем, сохраняются проблемы пористости, непроваров и остаточных напряжений, снижающих усталостную прочность изделий [2].

Сплав ВТ23 ( $\alpha$ + $\beta$ ) является одним из универсальных конструкционных материалов для авиационно-космических систем, применяемым в несущих элементах, баках высокого давления и других нагруженных деталях [3]. Он сочетает высокий уровень прочности, вязкости разрушения и технологичности, включая хорошую свариваемость и обрабатываемость давлением. Благодаря наличию пластичной  $\alpha$ "-мартенситной фазы сплав сохраняет удовлетворительные свойства даже без окончательной термообработки, что делает его перспективным для аддитивных технологий [3].

Таким образом, современные исследования подтверждают высокую эффективность аддитивных технологий при изготовлении титановых сплавов, однако влияние режимов лазерного выращивания на структуру и свойства конкретно сплава ВТ23 остается малоизученным.

Несмотря на успешное применение аддитивных технологий к сплавам типа Ti-6Al-4V, вопросы формирования структуры, дефектности и остаточных напряжений при выращивании сплава BT23 изучены недостаточно [1-2]. Неясно, как параметры лазерного выращивания (мощность, скорость наплавки, подача порошка) влияют на фазовый состав, микроструктуру и

комплекс механических свойств ВТ23. Учитывая его широкое применение в ответственных конструкциях, данная проблема требует системного исследования.

Целью работы являлось выявление взаимосвязи между параметрами процесса, фазовым составом и микроструктурой наплавленного металла.

Формирование исследовательских образцов производилось на установке InssTek MX-Grande, с варьированием мощности лазера ( $700 \div 1300$  Вт, шаг 100 Вт) и его скорости ( $600 \div 1000$  мм/мин, шаг 200 мм/мин).

Результаты оптической металлографии показали, что в структуре присутствуют не только характерные для аддитивного производства межслоевые полосы, но и более широкие полосы термического влияния (ПТВ). Эти зоны характеризуются иным оптическим контрастом и присутствуют в перекрытии двух последовательно наплавленных слоев. Термическое воздействие, которое происходит при такой схеме печати, приводит к перекристаллизации, что объясняет различие в травимости структурных составляющих.

Методом рентгенофазового анализа установлено, что полученный материал имеет характерный состав представленный  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазами.

Уровень микротвердости полученного материала незначительно отличается в зависимости от направления выращивания и равен 485±5 HV0.2 в направлении XY и 490±20 HV0.2 в направлении YZ.

Исследования выполнены в рамках проекта НИР № 202514-0-000 Системы грантовой поддержки научных проектов РУДН.

- 1. Dutta B., Froes F.H. The Additive Manufacturing (AM) of Titanium Alloys // Metal Powder Report. -2017.-Vol. 72, N 2. -P. 96–106.
- 2. Liu Z., He B., Lyu T., Zou Y. A Review on Additive Manufacturing of Titanium Alloys for Aerospace Applications: Directed Energy Deposition and Beyond Ti-6Al-4V // JOM. 2021. Vol. 73, № 6. P. 1804–1826.
- 3. Khorev A.I. Development of Structural Titanium Alloys for Components and Sections in Aerospace Technology // Welding International.  $-2010.-Vol.\ 24,\ No.\ 10.-P.\ 790-798.$

#### <u>А.С. СВИРКОВ<sup>1</sup></u>, Е.Н. ЛЫСЕНКО<sup>1</sup>, С.А. АРТИЩЕВ<sup>2</sup>

 $^{1}$   $\Phi \Gamma AOV$  BO "Национальный исследовательский Томский политехнический университет", г. Томск, Россия

 $^2$  ФГАОУ ВО «Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники», г. Томск, Россия

E-mail: svirkov@tpu.ru

### ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА СПЕКАНИЯ LiZn ФЕРРИТОВ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ЭКСТРУЗИОННОЙ 3D ПЕЧАТЬЮ

В настоящее время аддитивные технологии стремительно развиваются и широко применяются для изготовления изделий сложной геометрии из полимеров, композитов и металлов. Научные достижения последних лет в этой отрасли открывает потенциал применения данной технологии для производства керамических материалов, что обеспечит увеличение производительности и эффективности их производства при снижении затрат по сравнению с классической технологией прессования. Некоторые зарубежные исследования уже подтвердили возможность аддитивного получения ферритов на основе NiZn, Br и Sr [1–3].

Цель настоящей работы заключается в исследовании процесса спекания, структуры и свойств литиевых ферритов  ${\rm Li_{0.4}Fe_{2.4}Zn_{0.2}O_4}$ , изготовленных аддитивным методом, основанном на экструзионном нанесении ферритовых образцов со связующим веществом и последующего их спекания в лабораторной печи. В качестве методов исследования использованы рентгенофазовый анализ, дилатометрия, сканирующая электронная микроскопия, энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия, магнитометрия и измерение электропроводности.

Объектом исследования выбран литий-цинковый феррит состава  $\text{Li}_{0.4}\text{Fe}_{2.4}\text{Zn}_{0.2}\text{O}_4$ , применяемый в электронной и энергетической промышленности. Технологическая последовательность изготовления керамики включает: твердофазный синтез ферритового порошка при 900 °C из исходных компонентов ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и ZnO); введение в порошок легирующей добавки ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) в количестве 1 и 2 вес.%; приготовление пасты (феррит/связующее = 80/20 по массе) на шаровой мельнице; экструзионное нанесение ферритовой пасты на подложку на принтере Voltera V-one; термическое спекание при 1100 °C в дилатометре.

Рентгенофазовый анализ образцов проводился с помощью рентгеновского дифрактометра ARLX'TRA. Изменение геометрических размеров при нагреве оценивалось посредством дилатометра Netzsch DIL 402C. Микроструктура полученных образцов анализировалась с использованием сканирующего электронного микроскопа Hitachi TM-3000. Энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия проводилась с применением аналити-

ческого сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA. Измерения магнитных свойств проводились с помощью вибрационного магнитометра VSM Lakeshore 7400 System. Удельное электрическое сопротивление образцов оценивалось из измерений температурных зависимостей тока электрической проводимости с помощью двухзондового метода сопротивления растекания.

Рентгенофазовый анализ подтвердил, что все образцы являются монофазными и соответствуют химической формуле ферритов исследуемых составов. Дилатометрические исследования показали, что использование легкоплавкой добавки  ${\rm Bi}_2{\rm O}_3$  в ферритовом порошке влияет на температуру и скорость интенсивной усадки.

При увеличении концентрации  $Bi_2O_3$  наблюдается снижение пористости и рост плотности. Согласно данным СЭМ, максимальная плотность достигается при содержании 2 вес.%  $Bi_2O_3$  — относительная плотность составляет 85.5%.

Значения удельной намагниченности насыщения, коэрцитивной силы, температуры Кюри, удельного объемного электрического сопротивления близки к литературным данным, ранее полученным для ферритов с аналогичными составами.

Полученные результаты показали перспективность дальнейшего развития аддитивного метода получения ферритовой керамики, основанного на экструзионном нанесении ферритовых заготовок. В результате измерения структурных и электромагнитных характеристик можно утверждать о конкурентоспособности и применимости полученных ферритов в различных областях промышленности.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект №22-19-00183).

- 1. Yang F., Zhang X., Guo Z., Volinsky A.A. 3D gel-printing of Sr ferrite parts, Ceramics International, 44 (2018) 22370-22377, DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.08.364.
- 2. Wei X., Liu Y., Zhao D., Mao X., Jiang W., Ge S.S. Net-shaped barium and strontium ferrites by 3D printing with enhanced magnetic performance from milled powders, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 493 (2020) 165664, DOI: 10.1016/j.jmmm.2019.165664.
- 3. Peng E., Wei E., Herng T.S., Garbe U., Yu D., Ding J. Ferrite-based soft and hard magnetic structures by extrusion free-forming, 43 (2017) 27128-27138, DOI: 10.1039/C7RA03251J.

### <u>М.С. ТАРАСОВА</u>, Б.А. ТАРАСОВ, И.И. КОНОВАЛОВ, Э.М. ГЛАГОВСКИЙ

НИЯУ МИФИ, г. Москва, Россия E-mail: marystarasova@gmail.com

#### СОВРЕМЕННЫЕ АСПЕКТЫ КОМПАКТИРОВАНИЯ НИТ-РИДНОГО ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА

Изготовление таблеточного ядерного топлива является краеугольной задачей замыкания ядерного топливного цикла на базе реактора БРЕСТ-ОД-300. Сложность и громоздкость печей спекания привод к необходимости поиска альтернативных технологий компактирования порошков смешанных нитридов урана и плутония. А имея в виду потенциальную возможность испарения Ат из ядерного топлива на стадии свободного спекания топливных таблеток, поиск альтернативных технологий становится неизбежным. К такой технологии относится высоковольтная электроимпульсная консолидация (ВЭИК), которая является высокоскоростным методом компактирования электропроводных материалов и наиболее подходящей технологией для введения летучих МА (в первую очередь Ат) в плотное ядерное топливо. Метод высоковольтной электроимпульсной консолидации является уникальным с точки зрения скорости процесса спекания тугоплавких электропроводных керамик в широком интервале плотностей до 80-95 % ТП. Высокая скорость (доли секунды) высокотемпературной стадии исключают процессы разложения и испарения исходных материалов. Таблетки после процесса получаются с заданными геометрическими размерами и не требуют доводочного шлифования (отклонение по диаметру не превышает 10 мкм).

В докладе обсуждаются возможности высоковольтного электроимпульсного компактирования различных материалов (металлы, оксиды, нитриды) применительно к плотному ядерному топливу ядерному топливу для замыкания ядерного топливного цикла. Рассматриваются вопросы технологического оснащения данного метода изготовления таблеточного ядерного топлива.

В 2018-2022 годах было разработано лабораторное оборудование для высоковольтного электроимпульсного компактирования (ВЭИК) СНУП топлива, в том числе с МА, что позволило в 2022 году определить оптимальные режимы и изготовить партию таблеток СНУП топлива с содержанием 20 масс. % Рu, 0,5 масс. % Аm, 0,2 масс.% Np, получены таблетки плотсностью до 13,1 г/см<sup>3</sup>. В таблетках, изготовленных методом ВЭИК не наблюдается обеднения по америцию поверхностных слоев таблетки, что подтверждено методом МРСА. На установке ВЭИК-А показана принципиальная возможность автоматизации данного процесса.

## <u>Ф.В. ФУНТОВ</u>, И.Р. ОВСЯНКИН, П.С. ДЖУМАЕВ, В.Н. ПЕТРОВСКИЙ, В.И. ПОЛЬСКИЙ, А.В. ПЛАТОНОВ

Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва,

Россия

E

# ПРИМЕНЕНИЕ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ МОДИФИКАЦИИ ПОКРЫТИЯ NiZnAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, СОЗДАННОГО С ПОМОЩЬЮ ХОЛОДНОГО ГАЗОДИНАМИЧЕСОГО НАПЫЛЕНИЯ НИЗКОГО ДАВЛЕНИЯ

Одним из перспективных направлений в области нанесения покрытий является технология холодного газодинамического напыления низкого давлении (ХГНД). Данный метод не требует специфических условий окружающей среды, характеризуется простотой эксплуатации и оказывает незначительное термическое воздействию на присадочный материал (150-500°С), из-за чего технология демонстрирует высокую степень инвазивности по отношению к защищаемым поверхностям. Введение твердых порошковых компонентов, таких как корунд, существенно улучшает адгезионные характеристики формируемого защитного слоя. Тем не менее, не-

онные характеристики формируемого защитного слоя. Тем не менее, несмотря на очевидные преимущества, данная технология требует оптимизации ряда параметров для повышения ее конкурентоспособности и расширения области применения.

В данной работе было изучено влияние лазерной постобработки на

В даннои работе было изучено влияние лазернои постобработки на свойства поверхностного слоя покрытия NiZnAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, созданного методом холодного газодинамического напыления при низком давлении на подложки из низкоуглеродистой стали Cт3 с использованием установки "ДИ-МЕТ — 404". Перед нанесением покрытий поверхности образцов очищались с помощью системы лазерной очистки "LightCLEAN" от ООО «ВПГ Лазеруан». Далее покрытия обрабатывались импульсным волоконным лазером. Исследования покрытий проводились методами оптической микроскопии и сканирующей электронной микроскопии. Металлографический анализ показал, что напылённые покрытия имеют двухфазную структуру, состоящую из металлической матрицы и выделений фаз с тёмным контрастом, представляющих собой частицы электрокорунда. В некоторых режимах обработки в покрытиях также выявлялись поры. Проведена оценка изменения шероховатости поверхности, микротвёрдости и внутренней структуры поверхностного слоя при применении различных режимов лазерной обработки.

## $E.\Pi.$ ХРЕНОВА $^{1,2}$ , В.Е. МИСНИКОВ $^{2}$ , О.Л. ШУТЬЕВ $^{2}$ , М.А. МЕЛКОМУКОВ

<sup>1</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия E-mail: vetkhrenova2@yandex.ru

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ПРОЦЕССОВ ВАКУУМНО-ДУГОВОГО ОСАЖДЕНИЯ ПОКРЫТИЙ (TI,AL)N НА ИХ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

В современной практике существенное продление ресурса металлообрабатывающего инструмента достигается за счет нанесения износостойких защитных покрытий. Данная технология способствует уменьшению износа путем увеличения поверхностной прочности, уменьшения коэффициента трения, обеспечивает стойкость к коррозионным и температурным воздействиям [1].

В настоящей работе был исследован процесс осаждения монослойных покрытий TiAlN на подложку из твердого сплава (ВК10) методом вакуумно-дугового осаждения, используя опытно-промышленную установку КРЕМЕНЬ-2 с композитным катодом, управляемым движением катодного пятна.

При различных режимах вакуумно-дугового процесса: давления рабочего газа (азота)  $p_{m2}$ , Па, времени напыления  $\tau$ , мин, напряжения смещения  $U_{cm}$ , B, температуре подложки T,  ${}^{\circ}C$  получена серия пленок нитрида алюминия-титана. Измерены физико-механические свойства полученных покрытий, результаты приведены на рисунке 1.

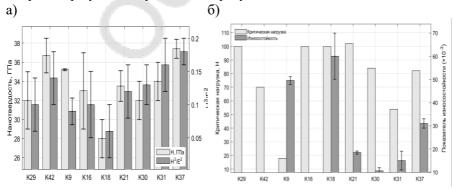


Рисунок 1 — Измеренные физико-механические свойства покрытий: а) нанотвердость и критерий трещиностойкости; б) критическая нагрузка разрушения и показатель износостойкости

На основе полученных данных:

- 1) Увеличение давления реакционного газа от  $6.7\cdot10^{-2}$  до 2.9 Па приводит к существенному улучшению качества поверхности, не приводя при этом к деградации других механических свойств. Увеличение давление азота в камере вплоть до критических параметров работы вакуумной системы не приводят к образованию застехиометрического соединения  $(\text{Ti},\text{Al})_{1-x}N_x$ . Уменьшение количества макрочастиц объясняется увеличением теплопроводности среды в камере по мере возрастания давления газа и соответственно ускоренным охлаждением капель при подлете к подложке, что приводит к их низкой адгезии с поверхностью.
- 2) Понижение температуры нанесения покрытий способствует повышению твердости, снижая в то же время износостойкость. Температура менее 300 °C приводит к замедлению процессов диффузии и роста зерен, что позволяет получить более мелкую структуру с повышением твердости от 32 до 37,4 Гпа при снижении температуры от 450 до 235 °C. Снижение износостойкости при повышении твердости объясняется образованием твердых абразивных частиц при истирании, что ускоряет процесс износа.
- 3) Увеличение напряжения смещения в диапазоне от 30 до 300 В оказывает основное влияние на адгезию покрытия к подложке (увеличивая критическую нагрузку разрушения от 18 до 102 Н) и на его износостойкость (уменьшает показатель износостойкости от 49,5·10<sup>-3</sup> до 18,5·10<sup>-3</sup>), улучшая данные параметры по мере возрастания в исследованном диапазоне. Это вероятно вызвано уплотнением структуры покрытия вследствие бомбардировки его поверхности ионами металла с возрастающей скоростью при увеличении напряжения смещения.
- 4) Повышение толщины позволяет увеличить время до полного истирания, однако приводит к деградации качества поверхности и адгезии, что связано с повышением внутренних напряжений верхних слоев.

Проведенное исследование позволило определить оптимальные параметры работы установки: диапазон давлений 1-5 Па, температура 235-300  $^{\circ}$ С при напряжении смещения 300 В или температура 350  $^{\circ}$ С при напряжении смещения 120 В, время напыления 30-90 мин, ток дугового испарителя 100 А.

1. Верещака А. А. Функциональные покрытия для режущих инструментов // Транспортное машиностроение. 2015. №4 (48).

## 1.3. Модифицирование поверхности материалов

## <u>Е.Н. БЛИНОВА<sup>1</sup>, В.Д. ВОРОНОВ<sup>2</sup>, Э.Д. ИШКИНЯЕВ<sup>2</sup>, М.А. ЛИБМАН<sup>1</sup>, В.Н. ПЕТРОВСКИЙ<sup>2</sup>, А.А. ТОМЧУК<sup>1,4</sup>, Н.А. ШУРЫГИНА<sup>1,3</sup></u>

 $^{1}$ Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И. П. Бардина, г. Москва, Россия

<sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия

<sup>3</sup> PTV МИРЭА, г. Москва, Россия
<sup>4</sup> PXTV им. Д.И. Менделеева, г. Москва, Россия
E-mail: blinova\_en@rambler.ru

# ФОРМИРОВАНИЕ МЕТАСТАБИЛЬНЫХ СТРУКТУРНЫХ СОСТОЯНИЙ В КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВАХ МЕТОДАМИ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ РАЗЛИЧНОЙ ПРИРОДЫ НА ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ

Одной из важнейших задач современного физического материаловедения является создание материалов с новыми или новыми сочетаниями физических или механических свойств. Для решения этой задачи в последнее время весьма эффективно используется способ воздействия мощных энергетических факторов различной природы на фазовые превращения, приводящие в результате такого воздействия к образованию метастабильных структурных состояний, характеризующихся физико-механическими свойствами, кардинально отличающимися от свойств, получаемых в результате равновесных способов обработки. К таким мощным энергетическим факторам, в первую очередь, можно отнести деформационные, такие как мегапластическая деформация (МПД) кручением в камере Бриджмена и термические - воздействие непрерывным лазерным излучением [1, 2]. В настоящей работе приведены результаты исследования влияния указанных внешних факторов на фазовые превращения (прямое и обратное мартенситные превращения) в сплаве системы железо-хром-никель следующего состава: (вес%) Fe-18.35Cr-9.65Ni-0.02C. В результате проведенных экспериментов по влиянию МПД на прямое мартенситное превращение в сплаве указанного состава было установлено, что это превращение протекает по сложному механизму, в результате которого происходит образование двух мартенситных фаз α и ε, отличающихся существенно как по типу кристаллической решетки, так и по величине спонтанной намагниченности. Можно предположить, что прямое мартенситное превращение в этих сплавах в условиях мегапластической деформации идет по механизму  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$ . Применение сверхбыстрого лазерного нагрева в интервале температур 500-600°С к исследованным сплавам предварительно подвергнутых МПД в камере Бриджмена с числом оборотов 0.5-8, касалось обратного мартенситного превращения. В результате такого комплексного воздействия наблюдались процессы обратного мартенситного превращения с последующей рекристаллизацией и образованием субмикрокристаллической  $\gamma$ -фазы с размером зерна от 0.05 до 0.2 мкм. Наблюдались зерна как с высокой плотностью дислокаций, большим количеством дефектов упаковки и двойников, так и зерна свободные от дефектов. Полученная таким методом мелкозернистая, насыщенная дефектами структура, характеризуется существенно более значительными прочностными характеристиками, чем  $\gamma$ -фаза, полученная традиционными способами в результате холодной пластической деформации с последующим нагревом с со скоростью, не превышающей  $100^{0}$ С в мин. Полученные экспериментальные результаты обсуждаются в рамках современных представлений о природе неравновесных состояний в кристаллических сплавах.

- 1. E.N. Blinova, A.M. Glezer, M.A. Libman, E.V. Pimenov. Influence of Severe Plastic Deformations on Martensitic Transformation in Alloys of Fe-Cr-Ni System. Key Engineering Materials. 2022. V. 910. P. 802.
- 2. Е. Н. Блинова, В. Д. Воронов, Э. Д. Ишкиняев, М. А. Либман, В. Н. Петровский, В. И. Пичиенко, А. А. Томчук. Влияние деформационных и термических воздействий на формирование метастабильных структурных состояний в сплаве Fe−18Cr−10Ni. Ядерная физика и инжиниринг, 2024, том 15, № 1, с. 73–79.

## <u>А.С. ГРАФОВА,</u> Л.Н. СОЛОДОВНИКОВ, С.А. ШКОЛИН, Д.А. КРЮКОВ, Д.М. ВЕСЕЛКОВ

<sup>1</sup> Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара, г. Москва, Россия E-mail: a.grafova089@gmail.com

#### ПРОВЕДЕНИЕ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ГРА-ФИТОВЫХ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ, СИЛИЦИ-РОВАННЫХ ПО РАЗЛИЧНЫМ ТЕХНОЛОГИЯМ, С ЦЕЛЬЮ ОЦЕНКИ ВОЗМОЖНОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИЗ НИХ ЛИТЕЙ-НОЙ ОСНАСТКИ ДЛЯ УРАНОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Проведен комплексный анализ трех методов модификации поверхности графитовой оснастки: жидкофазного (с использованием шликера), химического осаждения из газовой фазы (CVD) и парожидкофазного силицирования. Для исследований использовались образцы из графитов марок ГМЗ и УМГ-С1.

Для жидкофазного силицирования готовили шликеры на основе порошка кремния фракции менее 25 мкм. В качестве связующих применяли поливиниловый спирт или силиконовое масло в различных соотношениях. Подложки покрывали шликером в нексколько слоев с промежуточной сушкой. Термобработка проводилась со скоростью нагрева 800 °С/ч [1] и выдержкой 1-2 часа в диапазоне температур 1440 °С – 1550 °С по различным режимам.

Для CVD-покрытий процесс осаждения проводили при температурах  $800~^{\circ}\text{C}-850~^{\circ}\text{C}$  в течение 44 часов в среде метилсилана с аргоном в качестве транспортного газа.

Образцы с поверхностным слоем SiC, полученные по способу парожид-кофазного силицирования, были предоставлены ООО НП $\Phi$  «УМ $\Gamma$ ».

Микроструктурный анализ образцов после жидкофазного силицирования показал, что инфильтрация кремния происходит преимущественно по микропорам и границам зерен [2]. Для графита ГМЗ глубина проникновения достигала 0,5 мм, в то время как для более плотного УМГ-С1 этот показатель был в 2-3 раза ниже. На границе раздела кремний/графит четко наблюдались кристаллы вторичного SiC, создающие диффузионный барьер. Рентгенофазовый анализ показал содержание до 80% SiC, 10% свободного углерода и 10% свободного кремния в поверхностном слое. При увеличении толщины шликерного покрытия на графите ГМЗ фиксировалось растрескивание оснастки из-за термических напряжений при кристаллизации кремния.

CVD-покрытие характеризовалось гладкой поверхностью с каплевидными наростами размером 5-20 мкм. Микропоры на поверхности образцов не закрывались покрытием, однако поверхность каналов между порами имела равномерное покрытие. Толщина CVD-слоя составляла

около 15 микрометров с высокой адгезией к подложке.

Парожидкофазный метод позволил получить равномерное покрытие толщиной около 200 мкм на макетных тиглях и до 3 мм на промышленной оснастке. Рентгенофазовый анализ не выявил присутствия свободного кремния. Микроструктура характеризовалась отсутствием трещин и равномерным распределением карбидной фазы. На поверхности наблюдались характерные кристаллы карбида кремния.

Испытания на жаростойкость в воздушной атмосфере при 1200°С показали, что образцы с жидкофазным покрытием начинали окисляться при 770 °С с соответствующим изменением массы и отслоение покрытия. CVD и парожидкофазные покрытия сохраняли стабильность массы и целостность в этих условиях (рисунок 1).





Рисунок 1 – Вид парожидкофазного покрытия

При испытаниях на взаимодействие с расплавленным ураном металлографический анализ не выявил диффузии кремния в уран. Однако для CVD-покрытия наблюдалось отслоение антипригарного покрытия вследствие низкой шероховатости ( $R_a\approx 0.3\,$  мкм), в то время как парожидкофазное покрытие с шероховатостью  $R_a\approx 4.7\,$  мкм демонстрировало высокую адгезию.

- 1. Бушуев В.М., Лунегов С.Г., Бушуев М.В. Разработка комбинированного метода силицирования крупногабаритных изделий из УУКМ // Вестник ПНИПУ. Аэрокосмическая техника. -2015. N 1 (40). С. 44-63.
- 2. Швецов А.А. Исследование взаимодействия углерода с расплавом кремния в процессе получения силицированного графита: дис. М.: РХТУ, 2019.

## <u>И.В. КОЗЛОВ</u><sup>1</sup>, Б.С. ВОЛОСКОВ<sup>2</sup>, Е.А. БАЗДНИКИНА<sup>1</sup>, А.В. АБРАМОВ<sup>1</sup>, А.Н. СУЧКОВ<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>Сколковский институт науки и технологий, г. Москва, Россия E-mail: IVKozlov@mephi.ru

#### БУДУЩЕЕ ОБЪЁМНЫХ АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ: РАЗРАБАТЫВАЕМАЯ ТЕХНОЛОГИЯ И ПЕР-СПЕКТИВЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ИЗДЕЛИЙ НЕ ИМЕЮЩИХ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ

Объёмные аморфные металлические сплавы (OAMC) или bulk metallic glasses (BMGs), обладают набором уникальных характеристик, включая значительную прочность и твердость, отличную износостойкость и коррозионную стойкость, высокую вязкость разрушения, в том числе при сверхнизких температурах. Основным препятствием для применения аморфных металлических сплавов в производстве конструкционных и функциональных материалов традиционными методами, например, литьем, является ограниченность форм и размеров получаемых изделий. Обычно этот метод позволяет производить ленты, прутки, пластины и т.д. При попытке отлить изделия больших размеров не удается достичь необходимой скорости охлаждения расплава для сохранения аморфного состояния. Поэтому создание объемных аморфных изделий желаемых форм и размеров с использованием данного метода представляет собой сложную задачу. Аддитивное производство (АП) стало одним из многообещающих решений для изготовления ОАМС со сложной геометрией и относительно большими размерами [1]. Результат анализа базы данных Scopus, представленный на рисунке 1, показывает резкий рост количества публикаций в этой тематике за последние годы.

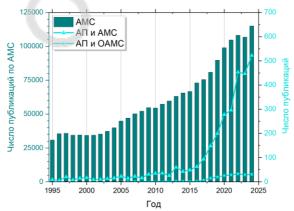


Рисунок 1 – Результаты анализа базы данных Scopus по числу публикаций



Рисунок 2 — Применения ОАМС в различных областях и исследованные образцы: а) — датчик давления безгистерезисный с высокой упругостью; б) — SLM композитная шестерня (отполированная и протравленная); в) — биосовместимый, коррозионностойкий, высокопрочный элемент фиксации повреждений опорно-двигательного аппарата (костей); г) — SLM образцы ОАМС для исследований

Поскольку в процессе селективного лазерного плавления (selective laser melting, SLM), или powder bed fusion – laser beam, PBF-LB) при каждом проходе лазера расплавляются и быстро охлаждаются лишь небольшие объемы материала, скорость охлаждения обычно достаточно высока (более 104 К/с), что значительно превышает критическую скорость охлаждения для аморфизации в большинстве ОАМС-системах (10<sup>2</sup>-10<sup>4</sup> К/с). В 2013 году впервые была продемонстрирована применимость методов АП, а именно метода PBF-LB для производства ОАМС [2] в сплаве на основе железа. Однако быстрый нагрев/охлаждение в процессе PBF-LB обычно создает резкий температурный градиент вокруг ванн расплава и вызывает значительные термические напряжения, что приводит к образованию многочисленных микротрещин в 3D-печатных деталях. Аддитивное производство, помимо прочих преимуществ, позволяет локально контролировать структуру получаемого изделия (аморфная, аморфно-нанокристаллическая или композитная). Такие изделия, способные работать в экстремальных условиях, могут найти применения в различных областях. Из ОАМС с помощью АП уже производят датчики, трущиеся детали, биосовместимые конструкции (рисунок 2а-в).

В настоящий момент разрабатывается технология создания изделий сложной формы с помощью АП. Для печати используется аморфный сферический порошок, полученный путём сфероидизации кристаллического в термической плазме электродугового разряда. Образцы для анализа структурно-фазового состояния и механических испытаний (рисунок 2 г) были изготовлены на принтере Trumpf TruPrint 1000 (Сколтех). В результате были получены образцы с высокой степенью аморфности и высокой прочностью на растяжение (~ 1,6 ГПа) [3].

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда, проект № 25-79-10314, https://rscf.ru/project/25-79-10314/

- 1. Alivu et al., Laser-based additive manufacturing of bulk metallic glasses: recent advances and future perspectives for biomedical applications // Journal of Materials Research and Technology 23 (2023) 2956–2990.
- 2. Pauly et al., Processing metallic glasses by selective laser melting // Materials Today 16 (2013) 37–41.
- 3. Suchkov A.N., et al. Impact of manufacturing method on the properties of bulk amorphous Zr35Ti30Be27.5Cu7.5 alloy // Intermetallics. (2025). Vol. 185. p. 108859.

## K.A. КОЛЕСОВ<sup>1</sup>, А.В. МАШИРОВ<sup>1</sup>, В.В. КОЛЕДОВ<sup>1</sup>, А.П. КАМАНЦЕВ<sup>1</sup>, М.В МАТЮНИНА<sup>2</sup>.

<sup>1</sup> Институт Радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН г. Москва, Россия

# ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ТЕПЛОПЕРЕНОСА В ТЕПЛОВОМ КЛЮЧЕ С МОДИФИЦИРОВАННОЙ ЛАЗЕРНОЙ ИНТЕРФЕРЕНЦИОННОЙ ЛИТОГРАФИЕЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ ДЛЯ МАГНИТНОГО ОХЛАЖДЕНИЯ

Магнитное охлаждение, работающее на основе магнитокалорического эффекта [1] в настоящее время является перспективной областью исследования. Создание твердотельного охлаждения на базе магнитокалорического эффекта является сложной междисциплинарной задачей. Одним из направлений, которое требуется решить, является создание тепловых ключей — устройств для передачи тепла между рабочим телом, обладающим магнитокалорическим эффектом и теплоприемниками [2]. В работе рассматривается механический тепловой ключ с модифицированной поверхностью, полученной методом лазерной интерференционной литографией [3]. В результате на контактных поверхностях теплового механического теплового ключа получились кюветы глубиной около 9 мкм и диаметром вершин 6...8 мкм с перешейками высотой 9 мкм длиной 7...9 мкм (рис. 1).



Рисунок 1 — Оптическое изображение модифицированной поверхности.

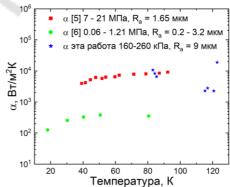


Рисунок 2 — Сравнение контактной термической проводимости *α* (в логарифмической шкале) с литературными данными.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Челябинский государственный университет г. Челябинск, Россия e-mail: – kolesovkka@mail.ru

Для исследования контактной термической проводимости  $\alpha$  использовался метод нестационарного теплового потока [4]. Для этого на исследуемых частях контактной пары размещались датчики температуры, по данным измерения температуры после контакта находилась скорость подъема температуры на противоположных от зоны контактах границах образцов, а также путем экстраполяции значений скорость изменения температуры в контактной зоне. Сравнение с литературными данными (рис. 2) показывает, что в данном эксперименте контактная термическая проводимость а близка по значению с [5], хотя имеет меньшее усилие прижатия в контактной зоне и большее значение шероховатости, а также имеет более высокое значение по сравнению с [6].

Полученные значения имеют большую проводимость контакта по сравнению с литературными данными при меньшей шероховатости, это может обуславливаться тем, что при большей шероховатости во время смятия образуется пятно контакта большее по площади, чем при меньшей шероховатости, что также продемонстрировано в работе [7].

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 25-19-20141, https://rscf.ru/project/25-19-20141/.

- 1. Pecharsky V.K., Gschneidner Jr. K.A., Pecharsky A.O., Tishin A.M. Thermodynamics of the magnetocaloric effect. Physical Review B. – 2001. – Vol. 64, № 144406
- 2. Kitanovski A., Klinar K. Thermal control elements for caloric energy conversion, Renewable and Sustainable Energy Reviews. – 2020. – Vol. 118, № 109571.
- 3. Liu R., Cao L., Liu D., Wang L., Saeed S., Wang Z. Laser interference lithography—a method for the fabrication of controlled periodic structures. – 2023. Vol. – 13, № 12. Попов В.М. Теплообмен в зоне контакта разхемных и неразъемных соединений, М.: «Энергия», 1971, 216 с.
- 4. Kim M.S., Choi Y.S. Measurement of thermal contact resistance at Cu-Cu interface.
- Korean Journal of Superconductivity and Low Temperature. Vol. 15, № 2 5. Mykhaylyk V.B., Burt M., Ursachi C., Wagner A. Thermal contact conductance of demountable in vacuum copper-copper joint between 14 and 100 K. Review of Scientific Instruments. 2012. – Vol. 83. №. 3.
- 6. Siddappa P.G., Tariq A. Experimental estimation of thermal contact conductance across pressed copper-copper contacts at cryogenic-temperatures. Applied Thermal Engineering. - 2023. - Vol. 219.

#### В.Д. НИКОНОВ $^{1,2}$ , С.Н. ГАЛЫШЕВ $^{1}$

<sup>1</sup>Институт физики твёрдого тела им. Ю. А. Осипьяна РАН, Черноголовка, Россия <sup>2</sup>Национальный исследовательский университет «Высшая школа экономики», Москва, Россия E-mail: nikonov@issp.ac.ru

### ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОЕ ОСАЖДЕНИЕ ОКСИДНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

В настоящее время оксидные функциональные покрытия востребованы во многих сферах. К примеру, оксидные покрытия защищают детали от коррозии, влаги, а также увеличивают термоустойчивость, что применяется в газовых турбинах и энергогенераторах, двигателях автомобилей и другом оборудовании, контактирующих с агрессивной средой [1]. В сфере электроники такие покрытия применимы к датчикам газа [2]. В нашем случае покрытия используются для композитов. Например, в композите из алюминиевой матрицы, армированной углеродным волокном это нужно для создания барьерного слоя между волокном и матрицей [3]. Одним из наиболее перспективных методов получения оксидных покрытий является электрохимическое осаждение. Этот метод по сравнению с другими методами осаждения, таких как осаждение из газовой фазы (CVD) и золь-гель, отличается своей быстротой, простотой, предсказуемостью результатов и дешевизной. Кроме того, он позволяет с большой точностью регулировать толщину получаемых покрытий. Однако этот процесс является многостадийным, что привносит свои трудности в работу с ним [4,5].

Основная научная проблема - отсутствие полноценной теоретической модели процесса формирования покрытий. Основными технологическими проблемами являются дефекты покрытий – появление микротрещин и пористости (неизвестно, какие параметры наиболее критично влияют на образование дефектов и как их минимизировать). До сих пор недостаточно изучено влияние состава электролита на свойства покрытий. Решение вышеуказанных проблем позволит разработать более контролируемые методы электрохимического осаждения оксидных покрытий и приблизить их к практическому применению.

В настоящей работе исследовано влияние параметров формирования и сушки на характеристики и свойства оксидных покрытий, полученных электролитическим методом осаждения. Объектами исследования являлись оксидные покрытия на основе лантана. Параметрами формирования и сушки (отжига) являются напряжение, время осаждения, температура отжига и другие. Изучаемыми характеристиками покрытий являются однородность, толщина, состав и прочие.

- 1. Chanyathunyaroj K. et al. //Transactions of the Indian Institute of Metals. 2021. T. 74. P. 2135-2147.
- 2. Yan D. et al. //Electrochimica Acta. 2014. T. 115. P. 297-305
- 3. Averichev O. et al. //Ceramics International. 2024. T. 50. №. 6. P. 9563-9571.\
- 4. Derjaguin B., et al. //Acta Physicochim. URSS. 1941. T. 14. №. 633-52. P. 58.
- 5. Айлер Р. Химия кремнезема: Растворимость, полимеризация, коллоидные и поверхностные свойства, биохимия. М.: Мир, 1982. 416 с.

#### А.А. СВИРИДОВА<sup>1,2</sup>, А.С. ЩЁКИН<sup>2,3</sup>, В.Н. ПЕТРОВСКИЙ<sup>2</sup>,

<sup>1</sup> ООО НПЦ "Лазеры и Аппаратура ТМ", г. Зеленоград, Россия <sup>2</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия <sup>3</sup> ООО "НПП "ТЕТА", г. Москва, Россия

E-mail: lasermail\_saa@mail.ru

#### ОСОБЕННОСТИ МЕТОДА ПРЯМОЙ ЛАЗЕРНОЙ МЕТАЛЛИ-ЗАЦИИ КЕРАМИКИ AIN ИМПУЛЬСНЫМ ЛАЗЕРНЫМ ИЗЛУ-ЧЕНИЕМ

Прямая лазерная металлизация нитрида алюминия характеризуется высокой точностью и управляемостью процесса, позволяет контролировать качество поверхности, степень металлизации и ширину проводящих дорожек, а также обеспечивает лучшую адгезионную прочность металлизированного слоя с подложкой AlN по сравнению с традиционной субтрактивной технологией фотолитографии [1], что способствует уменьшению размеров и оптимизации производства микроэлектроники. Металлизация керамики происходит за счёт реакции разложения в результате термического воздействия лазерного излучения на поверхность нитрида алюминия.

В предшествующей работе [2] было установлено, что сопротивление металлизированного слоя, образованного наносекундным излучением с длиной волны  $\lambda$ =1,064 мкм, уменьшается с ростом длительности импульсов, показано наличие оптимальных значений перекрытия импульсов по направлению сканирования (Ох) и направлению шага (Оу) (рисунок 1). Зависимость сопротивления образованных структур от плотности энергии при использовании объективов с разным фокусным расстоянием также характеризуется оптимальным значением.

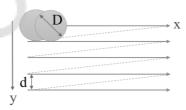


Рисунок 1 – Схема траектории сканирования луча.

В работе было проведено сравнение свойств проводящего слоя, сформированного лазерным излучением с различными длинами волн и длительностями импульсов: наносекундным ( $\lambda$ =1,064; 0,532; 0,355 мкм), фемтосекундным ( $\lambda$ =1,070 мкм) и микросекундным ( $\lambda$ =1,070 мкм). Сравнение осуществлялось при оптимальном перекрытии импульсов, близких значениях

плотности энергии и сопоставимом диаметре сфокусированного лазерного пучка.

Процесс лазерной металлизации керамики AIN определяется плотностью мощности поглощаемого излучения, эффективностью теплоотвода и преобразования поглощенной энергии в тепловую, а также длительностью воздействия излучения. Размер прогретой области керамики, где происходит реакция разложения нитрида алюминия, главным образом определяется глубиной поглощения световой энергии подложкой, глубиной проникновения тепловой волны в материал от вышележащего алюминия, а также локальной температурой образованного на поверхности при превышении температуры 2200 °C металла.

Ультрафиолетовое наносекундное излучение с длиной волны λ=0,355 мкм за счёт большего коэффициента поглощения имеет меньшую глубину поглощения света, чем инфракрасное λ=1,064 мкм и видимое излучение λ=0,532 мкм, что приводит к меньшему размеру и большей температуре прогретого слоя керамики. Это объясняет более плавное изменение проводимости металлизированного слоя, сформированного излучением УФ-диапазона, при варьировании перекрытия импульсов. Видимое излучение, занимая промежуточное положение, также обеспечивает более высокую проводимость при малых перекрытиях, чем ИК-излучение, благодаря поверхностному характеру процесса металлизации. Металлизация микросекундными импульсами (50 мкс) приводит к более низкому значению сопротивления по сравнению с наносекундными из-за большой толщины прогретого слоя, но вызывает интенсивную абляцию керамики с образованием микротрещин и повышенной шероховатости. Обработка фемтосекундными импульсами, напротив, обеспечивает глубину проникновения тепловой волны в материал около 10 нм от поверхности, что приводит к малой толщине проводящего слоя и сопротивлению, по порядку величины соответствующему мегаомам (МОм). Малое количество образующегося алюминия активно окисляется, формируя на поверхности порошок Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Проведенный анализ показал, что оптимальным для металлизации керамики AlN является наносекундное ИК-излучение (λ=1,064 мкм, 200 нс), которое обеспечивает наилучшее сочетание экономической эффективности, качества поверхности и степени металлизации.

<sup>1.</sup> Cheng J., Yang Z., Jiang S., Li F., Liu D. Hybrid laser processes for thick silver coating fabrication on AlN substrate. Ceramics International. – 2023. – Vol. 49., № 8.

<sup>2.</sup> Sviridova A.A., Shchekin A.S., Petrovskiy V.N., Ivanov A.A., Berdnikova M. M. Direct nanosecond laser metallization of AlN ceramics. Laser Physics Letters. -2024. - Vol. 21., N 5.

### <u>Н.Н. СОЛОВЬЕВ</u>, Е.Н. ЛЫСЕНКО, В.А. ВЛАСОВ, А.П. СУРЖИКОВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет «НИ ТПУ», г. Томск, Россия E-mail: nns15@tpu.ru

# ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ, ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ЛИТИЕВЫХ ФЕРРИТОВ, МОДИФИЦИРОВАННЫХ Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> И Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Широкое развитие различных отраслей техники СВЧ требует разработки устройств на ферритах с малыми потерями энергии и сравнительно высокой стабильностью при работе на сверхвысоких частотах. Наиболее широко в таких областях используются магнитомягкие ферриты со структурой шпинели, которые должны иметь температуростабильную композицию заданной микроструктуры с высокой плотностью и должны обладать малыми потерями. Среди всех ферритов со шпинельной структурой особый интерес представляет литиевый феррит состава Li<sub>0.5</sub>Fe<sub>2.5</sub>O<sub>4</sub>, имеющий высокую температуру Кюри и намагниченность насыщения. Однако данный состав феррита имеет ограничения: невысокую магнитную анизотропию, низкую удельную электропроводность, что ограничивает его использование в области высоких частот. Модификация свойств различных ферритов ионами редкоземельных элементов (РЗЭ) является перспективной областью исследований в данном направлении. В работах [1-3] показано, что добавление РЗЭ может улучшить электрические и магнитные свойства ферритов.

Целью данной работы является изучение структуры, электрических и магнитных свойств литиевых ферритов, модифицированных  $Gd_2O_3$  и  $Bi_2O_3$ . С помощью двухстадийной керамической технологии была приготовлена партия образцов с различным содержданием вводимых добавок. Первая стадия включала твердофазный синтез порошков при 900 °C в лабораторной печи с использованием исходных реагентов  $Fe_2O_3$ - $Li_2CO_3$ - $Gd_2O_3$ , вторая — высокотемпературное спекание ферритовых образцов с добавлением  $Bi_2O_3$  при 1100°C с помощью высокочувствительного дилатометра Netzsch Dil 402C.

Рентгенофазовый анализ проводился на дифрактометре ARL X'TRA с использованием программного обеспечения PowderCell 2.4. Идентификация фаз проводилась с использованием базы данных PDF-4+ Международного центра дифракционных данных (ICDD). Микроструктура керамических образцов исследовалась с помощью СЭМ на микроскопе Hitachi TM-3000. Измерение температуры Кюри проводилось методом темогравимет-

рического анализа в магнитном поле. Намагниченность насыщения исследовалась с помощью индукционного магнитометра. Удельное электрическое сопротивление образцов оценивалось с помощью двухзондового метода сопротивления растекания.

Рентгенофазовый анализ показал, что после синтеза образуется композиционный материал, в котором основным компонентом является шпинельная фаза  $\alpha$ –Li<sub>0.5</sub>Fe<sub>2.5</sub>O<sub>4</sub>. При этом, введение Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> приводит к образованию во время синтеза кубической фазы Gd<sub>3</sub>Fe<sub>5</sub>O<sub>12</sub>.

В процессе спекания были получены дилатометрические кривые, которые характеризуют процесс усадки образцов во время высокотемпературного нагрева. Показано, что введение  $Bi_2O_3$  приводит к образованию композиционной керамики с высокой плотностью. При этом во время спекания происходит образование орторомбической фазы  $Bi_2Fe_4O_9$ , которая в основном располагается по границам ферритовых зерен.

Полученный композиционный материал обладает высокой температурой Кюри, равной 630 °C, высокими значениями намагниченности насыщения и удельным электрическим сопротивлением, что делает его перспективным для использования в микроволновой технике.

Таким образом, модификация литиевых ферритов может являться высокоэффективным подходом для создания материалов с улучшенными магнитными и электрическими характеристиками.

Исследования выполнены в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030»

- 1. M. Yosif, M. A.Khan, R.T. Rasool, S. Gulbadan, H. Alhummiany, M. Junaid, Z. Bayhan, Z. Javed, K. Mahmood, A. A. A. Hafez, M. Irfan, M. N. Akhtar, Impact of Gdsubstitution on structural, dielectric, spectroscopic, Raman, and photo luminance properties of Ba0.4Sr0.6Co2Fe16O27 ceramics, Materials Chemistry and Physics 324 (2024) 129701, https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2024.129701.
- 2. Q. Hussain, H. M. Abo-Dief, E. Alzahrani, Z. M. El-Bahy, A.U. Rahman, Sol-gel auto-combustion synthesis of Co0.5Cu0.5Cr0.5GdxFe1.5-xO4 spinel ferrites and their magneto-dielectric properties, Ceramics International 50(2024) 43490-43499, https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.08.200.
- 3. Y. Lu, M. Yousaf, M. N. Akhtar, A. Noor, M. Akbar, M.A.K. Yousaf Shah, S.Yan, F. Wang, Effect of Gd and Co contents on the microstructural, magneto-optical and electrical characteristics of cobalt ferrite (CoFe2O4) nanoparticles, Ceramics International, 48 (2022) 2782-2792, https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.10.067.

# $\underline{\text{C.A. COЛОХИН}^1}$ , А.Е. ШЕПЕЛЕВ<sup>1,3</sup>, И.В. ШИЛОВ<sup>1</sup>, М.Н. ЕРШКОВ<sup>1</sup>, А.А. ЖОКИН<sup>2</sup>, А.Г. ПУТИЛОВ<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Ковровская государственная технологическая академия им. В.А. Дегтярева, г. Ковров, Россия <sup>2</sup>АО «Ковровский электромеханический завод», г. Ковров, Россия <sup>3</sup> ООО «ИЛИОС», г. Радужный, Россия E-mail: solokhins@gmail.com

#### АБЛЯЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ АДДИТИВНО ПРОИЗВЕДЕННОГО МЕТАЛЛА КОМБИНИРОВАННЫМИ ЛАЗЕРНЫМИ ИМПУЛЬ-САМИ

Одной из технологий модификации поверхности твердых тел является лазерная абляция. В работе представлены результаты моделирования процесса лазерной абляции поверхности стальной пластины (рисунок 1), изготовленной методом селективного лазерного плавления.

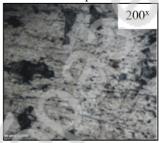


Рисунок 1 - Изображение поверхности аддитивно произведенной стальной пластины (200<sup>x</sup>)

Предварительно выполненный металлографический анализ показал, что в поверхностном слое (глубиной  $\sim \! 100$  мкм) пластины присутствуют сложносообщающиеся поры, средний размер которых составляет от 15 до 150 мкм. Максимальное значение пористости в поверхностном слое пластины составляет 10%.

Для повышения эффективности удаления аддитивно произведенногометаллического материала предложено использовать лазерные импульсы сложной временной формы, представляющие собой комбинацию из длинного импульса высокой энергии и короткого импульса высокой интенсивности.

Тепловые процессы, возникающие при воздействии лазерных импульсов на аддитивно произведенную металлическую пластину, исследовались путем численного решения двумерного уравнения теплопроводности [1], в котором учитывалась зависимость теплопроводности от пористости [2]:

$$\lambda_T(\Phi) = \lambda 1 \times (1 - \Phi)^3$$

где:  $\Phi$  — пористость;  $\lambda 1$  — теплопроводность материала при отсутствии пористости.

При моделировании рассматривался процессы нагрева, плавления, испарения и удаления материала действием давления отдачи паров при воздействии лазерного импульса гауссовой формы и комбинированного импульса с одинаковой энергией и длительностью.

Результаты моделирования показали, что действие на материал комбинированного лазерного импульса интенсифицирует рост давления отдачи паров и снижение капиллярного давления по сравнению с импульсом гауссовой временной формы аналогичной энергии и длительности. Это приводит к увеличнию эффективности удаления материала в режиме выплеска из зоны лазерного воздействия.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РНФ № 25-29-20294).

- 1. QinY., ForsterD.J., WeberR., GrafT., YangS. Numerical study of the dynamics of the hole formation during drilling with combined ms and ns laser pulses. Optics and laser technologies. -2019.-112.
- 2. Montes J.M., Guevas F.G., Cintas J., Ternero F. Porosity effect on the thermal conductivity of sintered powdermaterials. Applied Physics A. 2025. Vol. 131, 149

# В.В. ЛИХАНСКИЙ $^{1,2}$ , Н.Н. ЕЛКИН $^1$ , В.Г. ЗБОРОВСКИЙ $^{1,2}$ , К.Е. УЛЫБЫШЕВ $^{1,2}$

<sup>1</sup> НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия <sup>2</sup>Физический институт имени П.Н. Лебедева РАН, Троицкое обособленное подразделение, Троицк, Москва, Россия E-mail: Ulybyshev\_KE@nrcki.ru

#### МОДЕЛИРОВАНИЕ ЛАЗЕРНОГО УДАРНОГО УПРОЧНЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ИЗ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ

Лазерное ударное упрочнение является одной из перспективных технологий повышения прочности, надежности и износостойкости материалов [1]. Данный метод заключается в воздействии на обрабатываемую поверхность короткими высокоэнергетическими импульсами длительностью в диапазоне 1÷10 нс и максимальной интенсивностью порядка 1-10 ГВт/см<sup>2</sup>. В результате лазерного воздействия происходит испарение поверхностного слоя с образованием плазмы с температурой порядка 105 К и давлением 1÷10 ГПа. Создаваемый плазмой импульс давления генерирует ударную волну в образце, механические напряжения в которой создают остаточные сжимающие напряжения в поверхностном слое и приводят к изменениям микроструктуры в поверхностном слое образца (увеличение плотности дислокаций, уменьшение размера зерна). Указанные изменения, при оптимально подобранных параметрах лазерного импульса, могут приводить к заметному улучшению эксплуатационных характеристик материала. Для моделирования процессов, протекающих при лазерном упрочнении в поликристаллических материалах, создан комплекс расчетных средств, включающий в себя программу для расчета импульса давления на образец на основе одномерных уравнений газовой динамики с учетом ионизации и поглощения излучения [2], а также конечноэлементный механический код для расчета создаваемых ударной волной остаточных напряжений в образце [3]. Проведены расчеты обработки образцов из сплава АМг6, получено достаточно хорошее соответствие результатов расчета остаточных напряжений с экспериментальными данными [4]. Предложена физико-математическая модель увеличения плотности дислокаций в приповерхностном слое обрабатываемого образца [5].

- 1. Попов В.О. и др. // Ритм машиностроения, № 1, 2021, с. 30-33.
- 2. Ulybyshev K.E., et al. //J. Engin. Thermophys. 32, 627–636 (2023).
- 3. Лиханский В.В. и др. / Aviation materials and technologies, 2 (79), 2025, с. 33-47
- 4. Бакулин И.А. и др. //Физика и химия обработки материалов, 2021, № 1, с. 31-39.
- 5. Лиханский В. В. и др. // Фотоника, том 19 №3, 2025, с. 210-222

# <u>А.Е. ШАПОВА<sup>1</sup></u>, В.Н. ПЕТРОВСКИЙ<sup>1</sup>, А.С. ЩЕКИН<sup>1,2</sup>, А.В. ОСИНЦЕВ<sup>1</sup>, А.С. ЗАХАРОВА<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия
<sup>2</sup> ООО НПП ЛАССАРД, г. Москва, Россия
E-mail: nastenka shapova@mail.ru

# УВЕЛИЧЕНИЕ ПРОЧНОСТИ КЛЕЕВОГО СОЕДИНЕНИЯ ТИТАНА С КОМПОЗИТОМ НА ОСНОВЕ УГЛЕВОЛОКНА ПРИ ПОМОЩИ ПОВЕРХНОСТНОЙ НАНОСЕКУНДНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ

В настоящее время существует технологический интерес к разработке методов адгезии композитных материалов и металлов для решения различных конструкционных задач. Улучшение взаимодействия клея с подложкой достигается не только за счет механического сцепления, но и изменения Ван-Дер-Ваальсовых взаимодействий, а также электростатической связи [1]. Лазерная обработка позволяет создавать достаточно развитую микрогеометрию на металле без использования химических реагентов и механического воздействия. Получаемая поверхность может иметь различную, в зависимости от задаваемых параметров излучения, шероховатость и даже химический состав, влияющих в той или иной мере на взаимодействие с адгезивом или жидкостями на обработанной поверхности [2]. В данном исследования для повышения прочности клеевых соединений была выполнена подготовка поверхности металла с помощью наносекундных лазерных импульсов.

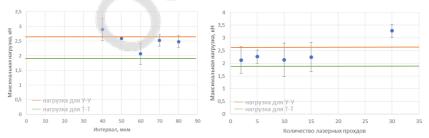


Рисунок 1 — Значения максимальной нагрузки для клеевых соединений с разным интерваломобработки и количеством проходов у соединений титан-углепластик.

Эксперименты включали в себя поверхностное лазерное текстурирование титановых пластин и сравнительный анализ максимальной нагрузки на

разрыв клеевых соединений титан-титан, титан-углепластик и углепластик-углепластик.

Полученные данные показали, что с помощью лазерного наносекундного воздействия возможо увеличить адгезионные способности металла в результате процесса лазерной абляции. На Рисунке 1 видно, что полученные после микробработки значения максимальной нагрузки на разрыв соединений внахлест лежат в пределах погрешности над средним значением для необработанных пластин (Т-У), верхняя же граница обусловлена адгезионными способностями необработанного углепластика (У-У).

Для оценки возможностей адгезионных свойств титана также была проведена серия экспериментов, включающая разрыв клеевых соединений, состоящих из двух одинаково обработанных пластин титана. По сравнению со значениями для необработанных пластин (T-T), удалось увеличить максимальное напряжение на разрыв более чем в 3 раза, с  $6.0\pm1.3$ МПа до  $21.0\pm0.3$  МПа.

Сравнение микрорельефов поверхностей до и после разрыва позволяет сделать вывод о положительном влиянии лазерной модификации поверхности на адгезионные свойства металла. Помимо увеличения максимальной выдерживаемой нагрузки также наблюдалось изменение типа разрыва клеевого соединения с адгезионного по границе пластин титана на адгезионный по границе пластин углеволокна. Таким образом, лазерная обработка металла способствует упрочнению клеевого соединения, однако предел прочности остаётся ограниченным адгезионными способностями необработанного углепластика.

- 1. Paranipe N. et al. Effects of Surface Treatment on Adhesive Performance of Composite-to-Composite and Composite-to-Metal Joints // Processes. Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI), 2024. Vol. 12, № 12.
- 2. Шапова А.Е., Захарова А.С., Петровский В.Н., Щекин А.С. Прямое лазерное текстурирование титана для получения гидрофобной поверхности// Лазеры в науке, технике, медицине: Сборник научных трудов XXXV Международной конференции. Москва, 2025. С. 129-132.

#### А.Х. ЯЗДАНИЧЕРАТИ $^1$ , Ю.С. УШЕРЕНКО $^1$ , Т.В. ПЕТЛИЦ-КА $^2$

<sup>1</sup> Белорусский национальный технический университет, г. Минск, Республика Беларусь

<sup>2</sup> OAO "ИНТЕГРАЛ" - управляющая компания холдинга "ИНТЕГРАЛ", Минск, Республика Беларусь E-mail: osher\_yu@mail.ru

#### КОМБИНИРОВАННАЯ ТЕХНОЛОГИЯ БОРИРОВАНИЯ С ПРИМЕНЕНИЕМ ДИНАМИЧЕСКОГО ЛЕГИРОВАНИЯ

Борирование является одним из наиболее распространённых методов термохимической обработки, позволяющих значительно повысить твёрдость, износостойкость и жаростойкость стали. Однако в ряде случаев применение борирования ограничивается высокой хрупкостью диффузионных слоёв и замедленной кинетикой их роста [1]. Особенно ярко эти проблемы проявляются в случае высокоуглеродистых сталей, где формирующиеся слои отличаются повышенной склонностью к растрескиванию. Одним из эффективных методов активации поверхности и интенсификации последующих диффузионных процессов выступает динамическое легирование в режиме сверхглубокого проникания (СГП). Активация сталей, происходящая под воздействием высокоэнергетического потока порошковых частиц в режиме сверхглубокого проникания, приводит к значительным объемным изменениям структуры обработанного материала [2]. Представляется важным исследование возможности совмещения такой активации и последующей химико-термической обработки.

В качестве модельного материала использовалась инструментальная высокоуглеродистая сталь У8 (0,8% С, ГОСТ 1435). Выбор этого материала обусловлен тем, что при борировании стали данного класса наблюдается замедленный рост диффузионного слоя и повышенная хрупкость боридной зоны, что делает их удобным объектом для оценки влияния предварительной активации. Предварительная обработка проводилась методом динамического легирования в режиме СГП с использованием пушечного ускорителя. Условия обработки: скорость частиц ~1000 м/с, время экспозиции порядка 100 мкс. Состав порошковой композиции включал: 50% SiC (99% чистоты, фракция 63–70 мкм), 35% алюминиевого порошка ПА-4 (98% Al, фракция 15–100 мкм), 15% порошка сплава ПГ10H01 (С 0,6–1,0%; Сг 14–20%; Ni-основа; Si 4,0–4,5%; Fe 3,0–7,0%; В 2,8–4,5%; фракция 40–100 мкм). Борирование выполнялось двумя режимами: высокотемпературным — 900–920 °С в течение 4 ч, низкотемпературным — 640–650 °С в течение 4 ч. Насыщение проводили в порошковой среде.

Исследования показали, что предварительное динамическое легирова-

ние оказывает заметное влияние на процессы формирования диффузионных слоёв при последующем борировании (рис.1). Прежде всего, изменяется морфология слоя: снижается пористость, в особенности субборидного слоя; уменьшается выраженность игольчатой структуры, характерной для традиционного борирования; наблюдается более равномерное распределение фаз.

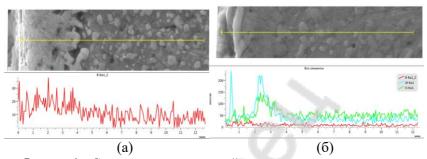


Рисунок 1 — Структура и качественный анализ состава поверхностного слоя стали У8 после низкотемпературного борирования без (а) и с предварительной активацией в режиме СГП (б).

Толщина диффузионного слоя увеличивалась на 20–50% по сравнению с образцами без предварительной обработки. Эффект особенно выражен при высокотемпературном борировании (900–920 °C), где рост слоя сопровождается формированием более плотной и однородной структуры. Кроме того, отмечено увеличение содержания высокобористой фазы FeB. Этот результат указывает на то, что модифицированная зона, сформированная в процессе динамического легирования, способствует интенсификации как диффузионных, так и реакционных стадий насыщения металла бором. Вероятно, этому способствует комбинация факторов: образование дефектов кристаллической решётки при ударном воздействии, локальный перенос и внедрение частиц SiC, Al и борсодержащих компонентов.

- 1. Константинов, В. М. Влияние борирования на размерную точность и хрупкость поверхности прецизионных деталей из нетеплостойких инструментальных сталей / В. М. Константинов, В. Г. Дашкевич, А. В. Ковальчук // Актуальные проблемы в машиностроении. -2017. Том 4, № 4. С. 9-15.
- 2. Y.Usherenko, V.Mironovs, S. Usherenko, V. Lapkovskis, A. Shishkin. Dynamic Alloying of Steels in the Super-Deep Penetration Mode. Materials 2022, 15, 2280.

1.4 Создание неразъемных соединений

## <u>A.B. AБРАМОВ<sup>1</sup></u>, С.М. ТЕРЕХОВА<sup>1</sup>, А.А. ИВАННИКОВ<sup>1</sup>, О.Н. СЕВРЮКОВ<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», E-mail: avabramov@mephi.ru

#### ОПТИМИЗАЦИЯ ГЕОМЕТРИИ ТОРЦЕВЫХ МЕТАЛЛОКЕ-РАМИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ 29HK/BK100 МЕТОДОМ КО-НЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНОГО АНАЛИЗА В ПК ANSYS

Неразъёмные соединения металлов и керамики сочетают в себе уникальные свойства данных типов материалов. Техническая керамика на основе оксидов алюминия обладает повышенной коррозионной стойкостью, электроизоляционными характеристиками и механической прочностью при повышенных температурах. Для формирования надежного соединения подбираются металлические сплавы, обладающие согласованными с керамикой коэффициентами термического расширения (КТР), с целью минимизации остаточных температурных напряжений в области соединения. Подходящим для формирования таких соединений является сплав 29НК, обладающий высокими пределами прочности и текучести, согласующимся с многими керамическими материалами коэффициентом температурного расширения, повышенной пластичностью. Сочетание преимуществ керамических и металлических материалов играет важную роль при применении их соединений в узлах вакуумной техники, микроэлектроники, биомедицины [1,2].

Существует множество подходов к формированию металлокерамических соединений, включающие в себя механические и физико-химические методы. Наиболее надежным при работе изделия в агрессивных средах, циклических механических и термических нагрузках является метод высокотемпературной пайки [2]. В связи с тем, что КТР керамики и металла отличаются, процесс охлаждения шва соединения после пайки сопровождается формированием остаточных термических напряжений, вызванным различной деформацией деталей. Геометрия соединяемых деталей определяет напряженно-деформированное состояние формируемого соединения. Основной причиной потери целостности металлокерамических соединений является формирование трещин в области паяного шва. Одним из методов оценки напряженно-деформированного состояния паяного шва является конечно-элементный анализ, позволяющий провести численное моделирование процесса охлаждения соединения после пайки.

Целью данной работы является оптимизация геометрии торцевых металлокерамических соединений сплава 29НК и керамики ВК100 методом конечно-элементного анализа в программном комплексе Ansys. Для этого

проводили моделирование процесса охлаждения соединения варьируя геометрические параметры цилиндра, выполненного из керамики ВК100 и металлического диска, выполненного из сплава 29НК. Определено влияние увеличения толщины стенки керамического цилиндра с 1,5 до 4,5 мм и толщины металлического диска с 0,2 до 1,0 мм на величину напряжений по Мизесу в середине паяного шва. Установлено влияние геометрических параметров деталей на максимальные сдвиговые напряжения на границе припой/керамика. Проведена оценка эффективности применения керамического компенсатора с целью снижения величины остаточных напряжений.

Керамические материалы обладают высокой прочностью при сжатии, однако, предел прочности при растяжении данного типа материалов оказывается примерно на порядок ниже [3]. Концентрация растягивающих напряжений вблизи паяного шва может являться причиной образования и распространения трещин в керамической детали, что обуславливает необходимость оценки величины остаточных напряжений в керамике. На основании расчетов установлена взаимосвязь между геометрическими параметрами соединяемых деталей и величиной формирующихся растягивающих напряжений в керамике.

Исследование проводилось за счет гранта, полученного от Российского Научного Фонда № 25-19-00778, https://rscf.ru/project/25-19-00778/

- 1. Lemus-Ruiz J. et al. Production, Characterization, and Mechanical Evaluation of Dissimilar Metal/Ceramic Joints // Nanocomposites with Unique Properties and Applications in Medicine and Industry. InTech, 2011. № August.
- 2. Fedotov I. et al. Brazing of ZTA ceramic with titanium for biomedical application // Int. J. Adv. Manuf. Technol. 2024. Vol. 134, № 9–10. P. 4477–4487.
- 3. Ignatova A., Kudryavtsev O., Sapozhnikov S. Experimental investigation and numerical modeling of elastic properties and strength of porous ceramics // PNRPU Mech. Bull. 2015. Vol. 2015, № 4. P. 121–137.

#### Р.В. ЗЕВИН, Н.Д. РЯБОВ<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Димитровградский инженерно-технологический институт Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», e-mail: necrozma@mail.ru

# ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ГЕОМЕТРИИ БУРТА ЗАГЛУШКИ НА ГЕОМЕТРИЧЕСКИЕ РАЗМЕРЫ СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ ПРИ АРГОНОДУГОВОЙ СВАРКЕ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12X18H10T

Сварка является одним из ключевых технологических процессов в современной промышленности. В связи с этим актуальными остаются исследования в области совершенствования конструкций сварных соединений, особенно таких ответственных изделий, как особотонкостенные оболочки тепловыделяющих элементов и мишеней для наработки изотопов.

Тип сварного соединения является важным фактором, определяющим качество сварного шва, его механические свойства и эксплуатационную надежность [1]. При разработке и изготовлении изделий активных зон ядерных реакторов часто используются стыко-замковые конструкции соединений, т.к. при таких соединениях швы формируются выпуклыми со сжимающими напряжениями на поверхности, что существенно уменьшает вероятность возникновения трещин.

Сталь 12X18H10T относится к хорошо свариваемым, но подвержена возникновению межкристаллитной коррозии при температурах 500-800 °C. Карбиды хрома, выпадающие по границам зерен аустенита, могут привести к хрупким разрушениям сварного шва. Поэтому помимо формы соединения необходимо и отслеживать его чистоту [2].

Для исследования влияния геометрии бурта заглушки тонкостенных ампул на размеры и чистоту сварного соединения были подготовлены три образца: заглушка со скошенной фаской и стандартным наружным диаметром, заглушка с прямой фаской и уменьшенным наружным диаметром, заглушка с прямой фаской и стандартным наружным диаметром.

Измерения проводились на трёх образцах для каждого типа соединения. После подгонки зазоров и удаления заусенцев, сварка образцов была выполнена на установке АСТЭ-7 с одинаковыми параметрами режима для всех конструкций при силе тока 40-42 А, скорости вращения изделия 3-3,3 об/мин; расход аргона составил 8-10 л/мин, длина дугового промежутка — 1,5-2 мм.

Средние значения линейных размеров сварных швов:

- заглушка со скошенной фаской и стандартным наружным диаметром -9,24 мм;
- заглушка с прямой фаской и уменьшенным наружным диаметром  $-9,43 \, \mathrm{mm};$
- заглушка с прямой фаской и стандартным наружным диаметром 9,47 мм.

Погрешность измерения диаметра не превышала  $\pm 0.03$  мм.

Применение заглушки с прямой фаской и уменьшенным наружным диаметром шейки незначительно уменьшает внешний диаметр сварного шва. Полученный размер превышает предельно допустимое отклонение на усиление шва. В этом случае необходимо осуществлять дополнительную механическую обработку сварного шва для уменьшения размера до предельно допустимого. Это операция требует больших трудозатрат при реализации в условиях радиационно-защитных камер и боксов. В то же время скошенная фаска, в отличие от прямой, позволила существенно сократить габариты шва на несколько десятых мм. Предположительно, эффект достигается за счёт уменьшения объёма металла заглушки в месте скоса. Сварной шов по-прежнему имеет выпуклую форму, однако, усиление меньше, чем при других конструкциях. По результатам металлографического контроля в сварных соединениях дефектов не выявлено.

Результаты визуального и металлографического контроля сварных соединений при аргонодуговой сварке нержавеющей стали 12X18H10T показали, что при сварке стыко-замковых конструкций тонкостенных ампул скошенная кромка заглушки позволяет улучшить качество сварных соединений.

<sup>1.</sup> Разработка, производство и эксплуатация тепловыделяющих элементов энергетических реакторов/ Ф. Г. Решетников, Ю.К. Бибилашвили, И.С. Головин и др.; Под ред. Ф.Г. Решетникова. М.: Энергоатомиздат, 1995. – Кн. 1.-320 с.

<sup>2.</sup> Lu S.P., Fujii H., Nogi K. Marangoni convection and weld shape variations in Ar-O<sub>2</sub> and Ar-CO<sub>2</sub> shielded GTA welding // Materials Science and Engineering: A. – 2008. – Vol. 495, No. 1-2. – P. 296-303.

#### <u>В.О. КИРИЛЛОВА</u>, А.Н. СУЧКОВ, Н.С. ПОПОВ, В.А. БОРИ-СОВА

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: vok11012002@gmail.com

#### ВЫБОР СПЛАВА-ПРИПОЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ БЕРИЛЛИЕ-ВЫХ ОБРАЩЕННЫХ К ПЛАЗМЕ КОМПОНЕНТОВ

Бериллий рассматривается в проекте Токамака с Реакторными Технологиями (ТРТ) в качестве облицовки первой стенки [1]. В связи с обширными планами по испытанию различных литиевых устройств в ТРТ, теплоотводящие структуры первой стенки нуждаются в применении совместимых с жидким литием материалов (в частности, замены/плакирования бронзы аустенитными сталями типа 316L). Выбор материалов в проекте ТРТ остро ставит вопрос получения надежных неразъемных соединений бериллия и стали, работающих в условиях высоких циклических тепловых нагрузок и агрессивной коррозионной среды.

В работе рассматривается получение неразъемных соединений Ве со сталями 316L, 316LN, 12X18H10T методом высокотемпературной пайки. Исследована возможность применения припоев на основе Al, Ag и Zr с точки зрения получения прочных, термически стабильных и коррозионно стойких в жидком и парообразном литии (500 °C, 100 ч) паяных соединений. Определено влияние циклических тепловых нагрузок в интервале 50–500 °C на предел прочности на срез паяных соединений. Показано, что соединения, полученные с применением припоев систем Ag-Cu, Zr-Cu-Ti-Ni-Ве не претерпевают значительных микроструктурных изменений в результате термоциклических испытаний (100 циклов)., однако являются склонными к растрескиванию по границе Ве/шов. Продемонстрировано, что из всех рассмотренных вариантов припоев коррозионной стойкостью в жидком и парообразном литии при выдержке при 500 °C в течение 100 ч обладают только припои на основе Zr, в то время как паяный шов в соединениях Ве/Аl-Сталь, Ве/Аg-Cu/сталь полностью разрушается.

1. Мазуль И.В. [и др.] / Физика плазмы, 2021, том 47, №12, с. 1103–1122

#### <u>И.И. КЛЮШИН</u>, Г.А. ДАВЫДОВ, И.В. ФЕДОТОВ, А.А. ИВАННИКОВ, С.М. ТЕРЕХОВА, А.В. АБРАМОВ, П.С. ДЖУМАЕВ, О.Н. СЕВРЮКОВ

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (Московский инженерно-физический институт), Москва, Россия E-mail: i348hob2@yandex.ru

# ВЛИЯНИЕ МОДИФИКАЦИИ КЕРАМИКИ НА ПРОЧНОСТЬ, МИКРОСТРУКТУРУ И КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА ПАЯНОГО СОЕДИНЕНИЯ ZTA/Ti

Создание надежных биосовместимых соединений керамики ZTA с титаном актуально для медицинской промышленности. Ключевыми проблемами являются плохое смачивание керамики и образование хрупких интерметаллидов. В работе исследовалось влияние лазерной обработки (LT) и нанесения покрытия из гидрида титана (TiH<sub>2</sub>) на поверхность ZTA на свойства паяных соединений с использованием быстроохлажденных припоев систем Ti-Zr-Cu-Ni и Ti-Zr-Co.

Проведенные эксперименты показали, что смачиваемость лазерно-обработанной поверхности керамики (ZTA-LT) припоем Ti-24Cu-12Ni-12Zr была неудовлетворительной, угол смачивания составлял 115° при 980°С и 140° для Zr-30Ti-20Co при той же температуре, что объясняется фиксацией тройной линии раздела на созданной шероховатости. В то же время нанесение на керамику покрытия из гидрида титана (TiH<sub>2</sub>) радикально улучшило смачивание, снизив угол контакта для каждого состава до 15° при той же температуре, что свидетельствует о почти полном растекании. Микроструктурный анализ паяных соединений выявил гетерогенную структуру, состоящую из интерметаллических соединений типа Ti<sub>2</sub>(Cu,Ni) или Ti<sub>2</sub>Co и эвтектоидных структур на основе а-титана. Было установлено, что использование покрытия ТіН2 смещает состав расплава в области границы с керамикой в сторону титана, что способствует образованию преимущественно эвтектоидной структуры. В случае же безгидридной пайки, особенно на лазерно-обработанной поверхности, в структуре шва преобладали крупные первичные интерметаллиды.

Механические испытания на сдвиг продемонстрировали существенную зависимость прочности от типа обработки поверхности. Наибольшая прочность на сдвиг —  $121~\text{M}\Pi a$  — была достигнута для соединений, где керамика была обработана лазером (ZTA-LT/Ti, припой Ti-24Cu-12Ni-12Zr). Использование же покрытия  $\text{TiH}_2$ , несмотря на отличное смачивание, привело к снижению прочности до  $28.8~\text{M}\Pi a$  для  $\text{ZTA-TiH}_2/\text{Ti}$  и  $31.8~\text{M}\Pi a$  для  $\text{ZTA-LT+TiH}_2/\text{Ti}$  (припой Ti-24Cu-12Ni-12Zr). Это снижение связано с необхо-

димостью использования большего количества припоя для связывания частиц титана, что увеличивает толщину шва и, как следствие, остаточные термические напряжения из-за разницы коэффициентов теплового расширения материалов. Анализ изломов показал, что в соединениях с покрытием TiH2 разрушение носило хрупкий межфазный характер по реакционному слою, тогда как в случае ZTA-LT/Ti разрушение происходило с вовлечением объемного материала керамики, что указывает на более высокую прочность связи.

Наиболее важные результаты были получены при оценке коррозионной стойкости и биосовместимости. Потенциодинамические испытания в растворе Рингера-Локка и последующий ICP-анализ показали, что паяные соединения ZTA-LT/Ті, не прошедшие обработку гидридом, абсолютно не соответствуют критериям биосовместимости. В них наблюдалась интенсивная селективная коррозия интерметаллической фазы, начинающаяся у границы с керамикой, а концентрации ионов никеля, меди и кобальта в растворе после испытаний превышали исходный уровень в десятки раз. В отличие от этого, соединения, где керамика была модифицирована покрытием ТіН<sub>2</sub>, продемонстрировали значительно лучшую коррозионную стойкость: они сохраняли пассивное состояние в течение 5 циклов сканирования, имели более высокие потенциалы пробоя, а выделение ионов металлов в раствор было минимальным.

Таким образом, проведенное исследование показало, что модификация поверхности керамики ZTA позволяет целенаправленно управлять свойствами паяного соединения с титаном. Лазерная обработка является эффективным методом повышения механической прочности соединения, в то время как нанесение покрытия из гидрида титана обеспечивает превосходную смачиваемость и является критически важным для достижения необходимого уровня биосовместимости за счет подавления образования хрупких и коррозионно-нестойких интерметаллидов в приграничной зоне. Комбинирование этих методов в рамках одного технологического процесса не привело к синергетическому эффекту и требует дальнейшей оптимизации для создания соединений, одновременно обладающих высокой прочностью и биосовместимостью.

Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда № 24-29-00720, https://rscf.ru/project/24-29-00720/.

1.5 компьютерное моделирование физических и технологических процессов.

## <u>И.В. АНТОНЕНКОВ</u>, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ, В.П. ТЮТИН

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: igorantonenkov2003@gmail.com

#### МОДЕЛИРОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ ТЕКСТУРЫ АУСТЕНИТ-НОЙ СТАЛИ 08X18H10, ПОДВЕРЖЕННОЙ ФАЗОВЫМ ПРЕ-ВРАЩЕНИЯМ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Аустенитные стали, содержащие значительное количество хрома и никеля, в частности сплав 08X18H10, относятся к коррозионностойким материалам и широко применяются в различных отраслях промышленности: от производства труб и теплообменников до использования в качестве оболочек твэлов для реакторов на быстрых нейтронах. При этом известно, что данный класс сталей может испытавать фазовые превращения ( $\Phi\Pi$ )  $A \leftrightarrow M$  (аустенит $\leftrightarrow$ мартенсит) в процессе пластической деформации. Поэтому как для предотвращения отказов и аварийных ситуаций в процессе эксплуатации, так и для оптимизации технологической обработки таких сталей необходимо полное понимание возможных изменений фазового состава, структуры, текстуры и, как следствие, механических характеристик в условиях деформации и термической обработки.

Несмотря на значительное количество исследований [1-3], многие аспекты, касающиеся закономерностей ФП и эволюции текстуры при пластической деформации аустенитных сталей, остаются недостаточно изученными. Более того, фазовые превращения А↔М могут происходить и в условиях термической ползучести, что усложняет анализ поведения материала [4]. В процессе пластической деформации различные компоненты текстуры формируются в результате активации разных систем скольжения, что приводит к неоднородности субструктурного состояния материала искаженность (наклеп) кристаллической решётки варьируется в зернах различных ориентаций, что сопровождается возникновением упругих микродеформаций растяжения или сжатия. Такие микродеформации, вызванные взаимодействием соседних зерен, уравновешиваются на макроуровне, но оказывают влияние на величину и анизотропию механических свойств, а также на протекание ФП, которые преимущественно инициируются в участках с растянутой структурой [5]. Учитывая многообразие процессов, оказывающих влияние на формирование текстуры в данном классе сталей, актуальным является компьютерное моделирование текстурообразования с учетом ФП и различного субструктурного состояния зерен.

В этой связи целью работы являлася разработка на базе библиотеки MTEX в среде MATLAB алгоритма численного моделирования эволюции кристаллографической текстуры аустенитной стали 08X18H10 с учётом

ФП. Исходная модель Тейлора модифицирована с учетом особенностей текстурообразования двухфазной стали, выявлены критерии инициализации ФП в процессе пластической деформации. Исходными данными является начальная функция распределения зерен по ориентациям (ФРО) в текстовом файле и маршрут деформации с указанием компонент тензора пластических деформаций.

Для верификации модели исследована кристаллографическая текстура прокатанных по различным схемам листов из стали 08X18H10. Для оценки параметров структуры и соотношения фаз применялись методы рентгеноструктурного анализа. Установлены количественные критерии ФП  $A \rightarrow M$  при пластической деформации: необходимым условием является превышение накопленной деформации сдвига среднего значения по всем ориентациям, при этом вероятность превращения составляет 70%, а ориентационные соотношения соответствуют правилу Курдюмова-Закса  $\{111\}_A \| \{011\}_M$  и  $<101>_A \| <111>_M$ . При последующей термообработке происходит обратное превращение  $M \rightarrow A$  с формированием текстуры восстановленного аустенита согласно ориентационному соотношению Бейна  $\{001\}_M \| \{001\}_A$  и  $<110>_M \| <100>_A$ , при этом критерием является наличие растягивающих напряжений.

Результаты сравнения расчетных и экспериментальных текстур для различных схем прокатки показали удовлетворительное совпадение, с ошибкой моделирования текстуры деформации, не превышающей 26,9 % для прокатки и 29,1 % при термообработке. Таким образом, предложенная модель и алгоритм могут быть эффективно использованы для прогнозирования эволюции текстуры аустенитной стали при различных технологических режимах деформации и термообработки.

Исследования выполнены в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», проект СП-1.

- 1. R.P. Reed, T. Horiuchi. Austenitic steels at low temperatures // New York; London: Plenum Press, 1983, 620 p.
- $2.\ B.$  Rafiei et al. // Journal of Materials Engineering and Performance, 2025, Vol. 34, pp. 5115-5125.
- 3. O. A. Krymskaya et al. // CIS Iron Steel Rev., 2022, Vol. 24, pp. 29-34.
- 4. M.G. Isaenkova et al. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2016, Vol. 130, 012007.
- 5. M.G. Isaenkova et al. // Nuclear Materials and Energy, 2021, Vol. 29, 101071.

# $\underline{\mathcal{L}.C.}$ БЕЗВЕРХИЙ $^1$ , М.Н. БАЛДИН $^1$ , Н.С. КОНДРАТЬЕВ $^1$ , К.А. МЕХОНОШИН $^1$

<sup>1</sup> Пермский национальный исследовательский политехнический университет, г. Пермь, Россия
E-mail: bezverkhyds@yandex.ru

### РАЦИОНАЛИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА ГОРЯЧЕЙ ПРОКАТКИ С ПРИМЕНЕНИЕМ КОМБИНИРОВАННОГО МНОГОУРОВНЕ-ВОГО ПОДХОДА

Актуальной задачей металлургической отрасли является повышение прочностных свойств изделий [1]. Прямым решением этой проблемы представляется создание функциональных материалов-изделий [1, 2] — материалов с необходимыми эксплуатационными характеристиками для определенной конструкции в условиях ее эксплуатации при различных внешних воздействиях (механических, температурных, электромагнитных, химических и др.). Промышленное производство изделий и их заготовок осуществляется широким классом методов обработки металлов давлением (ОМД): прокаткой, осадкой, штампованием, волочением и пр. [1]. Прочностные характеристики изделий и конструкций напрямую зависят от состояния внутренней структуры материала (зеренной, субзеренной, дефектной) [2]. В процессах ОМД происходит эволюция материальной структуры, а основными физическими процессами ее перестроения являются динамическая рекристаллизация, фрагментация и дробление, твердотельные фазовые превращения и пр [2].

Опытный подход при решении производственных задач с целью определения оптимальных режимов ОМД является наиболее распространенным. Трудоемкость такого подхода зачастую высокая, поэтому в современном производстве все чаще применяются методы математического моделирования. В ходе цифрового проектирования функциональных материаловизделий для описания технологических процессов ОМД наиболее популярными являются макрофеноменологические модели [3]. Такие модели позволяют определить напряженно-деформированное состояние (НДС) изделия с приемлемой в инженерных задачах точностью. Однако такие модели, как правило, явно не учитывают состояние и эволюцию внутренней структуры материала, что ограничивает их применение. Наиболее перспективными являются конститутивные модели (КМ), основанные на многоуровневом подходе с внутренними переменными [4]. За счет введения структурных переменных многоуровневые модели способны явно хранить информацию о непрерывно эволюционирующей в ходе ОМД мезо- и микроструктуре материалов.

В данной работе рассматривается актуальный для различных областей

промышленности процесс горячей прокатки [5]. Свойства изделий, получаемых при горячей прокатке, существенно зависят от режимов термомеханического нагружения и формируемой структуры материала. В работе применяется разработанная методика проектирования функциональных материалов-изделий, в качестве рационализируемого параметра структуры выбран размер зерна, существенно влияющий на прочность (предел текучести) материала [2]. Определение рационального размера зерна заготовки в процессе горячей прокатки является важной практической задачей, для решения применяется аппарат многоуровневого математического моделирования [6]. В результате осуществлено определение НДС листового проката, в качестве материала рассматривался конструкционнный никелевый сплава Inconel 690. В отдельных областях заготовки примененены КМ с целью исследования эволюции материальной структуры. Осуществлена рационализация температурных режимов прокатки с целью получения оптимального размера зерен в рассматриваемых областях листа.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках выполнения государственного задания в лаборатории многоуровневого моделирования конструкционных и функциональных материалов, проект № FSNM-2024-0002.

- 1. Дёмин В.А., Ларин С.Н. Современные направления и перспективы развития технологий обработки металлов давлением в машиностроении Наукоемкие технологии в машиностроении. 2021.  $N_2.$  8.
- 2. Rollett A., Rohrer G.S., Humphreys J. Recrystallization and related annealing phenomena Oxford: Elsevier. 2017.
- 3. Dixit U.S. Modeling of metal forming: a review Mechanics of Materials in Modern Manufacturing Methods and Processing Techniques. 2020.
- 4. Trusov P.V., Shveykin A.I., Kondratvev N.S., Yant A.Y. Multilevel models in physical mesomechanics of metals and alloys: results and prospects Physical Mesomechanics. 2021. Vol. 24 № 4.
- 5. Hu Z., Wei Z., Sun H., Yang J., Wei L. Optimization of metal rolling control using soft computing approaches: a review Archives of Computational Methods in Engineering. 2021. Vol. 28.
- 6. Румянцев М.И. К вопросу построения математических моделей для исследования процессов прокатного производства Моделирование и развитие процессов ОМД. 2018. № 24.

#### К.И. БЕРЕСТОВ<sup>1,2</sup>, С.Н. ЯНИН<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск, Россия

#### ВЛИЯНИЕ ИОНИЗАЦИИ НА МЕЖАТОМНОЕ ВЗАИМОДЕЙ-СТВИЕ В МЕТАЛЛЕ НА ПРИМЕРЕ АЛЮМИНИЯ

Воздействие интенсивных потоков ионизирующего излучения на металлические мишени вызывает различные физические явления, в числе которых дополнительная ионизация ионных остовов и возбуждение электронов проводимости. Как результат, в области трека быстрых заряженных частиц происходит изменение потенциалов межатомного взаимодействий между этими и окружающими их частицами. Кроме того, интересные эффекты возникают при увеличении энергии электронов проводимости вследствии изменения их экранирующих свойств [1].

Знание соответствующих процессов необходимо для изучения поведения частично или полностью ионизированного вещества. В качестве примера для исследования межатомных потенциалов в металлах, содержащих ионизированные состояния был взят алюминий, характеристики которого хорошо изучены. Расчеты основались на методе псевдопотенциалов с использованием модельных потенциалов Хейне-Абаренкова-Анималу с параметрами, которые были определены из спектроскопических термов свободных ионов в соответствии с методом квантовых дефектов [2].

Обнаружено, что ионизация приводит к сильному уменьшению глубины первого минимума потенциальной функции, соответствующей расстоянию между ближайшими соседями для трех - и четырехзарядных ионов. Более того, для пары четырёхзарядных частиц первый минимум полностью исчезает. Атомы попадают на ветвь отталкивания потенциала взаимодействия. В результате кристаллическая решетка переходит в неравновесное состояние (рис. 1).

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Объединенный институт ядерных исследований, г. Дубна, Россия e-mail: kib5@jinr.ru

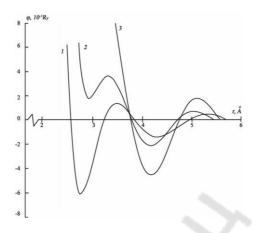


Рисунок 1 — Потенциалы межатомного взаимодействия: 1 —для двух трех-зарядных ионов; 2 — для трех- и четырехзарядных ионов; 3 — для двух четырехзарядных ионов.

Полученные результаты могут быть использованы для молекулярно-динамического моделирования процессов радиационного дефектообразования металлов, а также для получения уравненияя состояния вещества с различной степенью ионизации.

- 1. А.М. Шалаев, А.М.Адаменко, Радиационно стимулированное изменение электронной структуры. М., Атомиздат, 1977, 176 с.
- 2. В.П. Кривобоков и С.Н. Янин, "Влияние ионизации на межатомное взаимодействие в металле", Известия РАН, серия физическая, т. 56, № 6, с. 12-16, 1992.

#### Р.Е. ВОСКОБОЙНИКОВ $^{1,2}$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» E-mail: roman.voskoboynikov@gmail.com

#### РАСЧЕТ ПОРОГОВЫХ ЭНЕРГИЙ СМЕЩЕНИЯ В КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЯХ AISI TYPE 304 / X18H10T

Целью проводимых исследований является определение пороговых энергий смещения в коррозионностойких хромоникелевых аустенитных сталях типа AISI 304 (российский аналог X18H10T). Выбор материала обусловлен широким использованием сталей этого семейства для изготовления направляющих каналов, головок, хвостовиков, дистанционирующих решеток серийных тепловыделяющих сборок, элементов системы управления и защиты, выгородок и других внутрикорпусных устройств водо-водяных энергетических реакторов ВВЭР-440 и ВВЭР-1000 советского и российского производства.

Для оптимизации структурно-фазового состояния и безопасного использования аустенитных сталей в активной зоне ядерных энергетических установок необходимо количественно охарактеризовать деградацию эксплуатационных свойств этих материалов в условиях одновременного действия механических нагрузок, повышенных температур, коррозионной среды и реакторного облучения. Экспериментальные исследования, направленные на решение описанной задачи, часто требуют больших временных и материальных затрат, для снижения которых экспериментальное изучение радиационных эффектов в аустенитных сталях дополняют компьютерным моделированием. Такой подход оказывается особенно оправдан в случаях, когда проведение натурных экспериментов затруднено или невозможно из-за временных и/или пространственных ограничений.

Достоверность проводимых расчетов определяется корректностью заданных параметров облучаемого материала, в число которых входят пороговые энергии смещения  $E_d$ . Пороговые энергии смещения в многокомпонентных материалах могут отличаться от значений, полученных для однокомпонентных систем. В проведенном исследовании средние пороговые энергии смещения в ГЦК твердом растворе Fe-Cr-Ni, химический состав которого совпадает с содержанием трех основных компонентов в аустенитной стали типа X18H10 получены при помощи простой процедуры.

Методом молекулярной динамики (МД) смоделировали первичное дефектообразование в модельном сплаве Fe-Cr-Ni. Сгенерирована статистически репрезентативная выборка из 12960 событий радиационного дефектообразования, инициированных первично-выбитыми атомами (ПВА)

Fe, Cr и Ni с энергиями 100 эВ  $\leq E_{PKA} \leq 5$  кэВ вдоль пятнадцати неэквивалентных кристаллографических направлений. Результаты МД использованы для расчета средних пороговых энергий смещения. Показано, что в исследуемом материале средние пороговые энергии смещения атомов Fe, Cr и Ni совпадают и равны  $\langle E_d \rangle = 28 \pm 1$  эВ. Используя полученные данные МД моделирования, построили зависимость  $E_d$  от  $E_{PKA}$ , см. рис. 1, которая в интервале рассмотренных энергий ПВА распадается на два линейных фрагмента, определяемых доминирующим механизмом первичного дефектообразования. Определили значение  $E_{cc} \approx 0.8$  кэВ, при котором образование изолированных точечных дефектов при низких энергиях ПВА  $E_{PKA} \leq E_{cc}$  сменяется дефектообразованием в каскадах смещений, инициируемых ПВА с энергиями  $E_{PKA} \geq E_{cc}$ . На основании полученных результатов МД моделирования модифицировали каскадную функцию в модели Кинчина-Пиза, учитывающую зависимость пороговых энергий смещения  $E_d$  от энергии  $E_{PKA}$ .

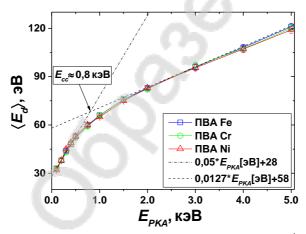


Рис. 1. Зависимость средней пороговой энергии смещения  $\langle E_d \rangle$  от  $E_{PKA}$ . 95% доверительный интервал показан планками.

Работа выполнена с использованием ресурсов и оборудования высокопроизводительного вычислительного центра НИЯУ МИФИ и центра коллективного пользования «Комплекс моделирования и обработки данных исследовательских установок мега-класса» НИЦ «Курчатовский институт», http://ckp.nrcki.ru/.

#### Р.Е. ВОСКОБОЙНИКОВ $^{1,2}$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия E-mail: roman.voskoboynikov@gmail.com

# МОДЕЛИРОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ВИНТОВЫХ ДИСЛОКАЦИЙ С ВЫДЕЛЕНИЯМИ γ' ФАЗЫ В ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ

Никелевые сплавы оказываются практически безальтернативным выбором конструкционных материалов для использования при повышенных температурах в окислительных или химически активных средах под действием статических и знакопепеременных нагрузок. Применение никеля в качестве основы жаропрочного сплава обусловлено его сравнительно невысокой стоимостью, низкой скоростью термо-активируемых процессов, повышенной коррозионной стойкостью и растворимостью таких элементов как Al, Ti, Cr, Co, Cu, Fe, Mo, W, Nb, Re, Ru и Hf, входящих в химический состав большинства деформируемых и литейных никелевых сплавов.

Мобильность краевых дислокаций в никелевых сплавах с дисперсным упрочнением оказывается существенно подавлена, и ключевые физико-механические свойства этих материалов определяются свойствами винтовых дислокаций. Именно диссоциация винтовых дислокаций, взаимодействие винтовых дислокаций с выделениями интерметаллида  $L1_2\ Ni_3Al$  и образование неподвижных дислокационных сегментов (барьеров Кира-Вилсдорфа) определяют высокотемпературные прочностные свойства жаропрочных никелевых сплавов.

Компьютерное моделирование методом молекулярной статики применили для исследования взаимодействия винтовой дислокации с вектром Бюргерса b=1/2(110) с изолированным когерентным кубическим выделением интерметаллида  $L1_2$  Ni<sub>3</sub>Al, известного также как  $\gamma'$  фаза, в матричной фазе из чистого никеля. Для вычисления межатомных сил взаимодействия использовали межатомные потенциалы [1], построенные по методу внедренного атома. Скольжение винтовой дислокации инициировали сдвигом верхней части кристалла относительно нижней с шагом деформации 10-4. Релаксацию кристалла проводили методом сопряжённых градиентов. Для определения дефектов упаковки и границы раздела у фазы исследовали первую координационную сферу каждого атома. Определили реакции расщепления винтовой дислокации в никеле и  $\gamma'$  фазе и рассчитали диаграмму «напряжения-деформация». Как и в случае краевой дислокации, взаимодействие винтовой дислокации с ү фазой ведет к образованию атифазной границы внутри выделения и ступеньки величиной b на её поверхности, см. Рис 1. В отсутствие термической активации образование неподвижных дислокационных сегментов в  $\gamma'$  фазе не происходит, и материал сохраняет пластичность при низких температурах.

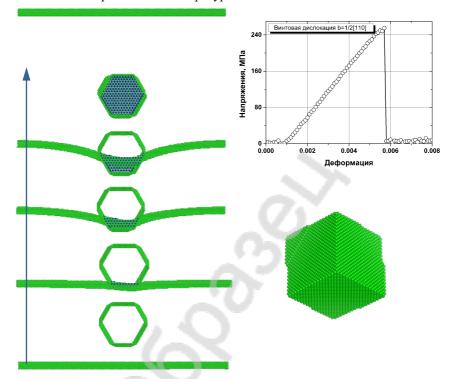


Рисунок 1 — Взаимодействие винтовой дислокации с вектром Бюргерса  $b=\frac{1}{2}\langle 110\rangle$  с изолированным когерентным кубическим выделением  $\gamma'$  фазы размером 6 нм (верх и низ  $\gamma'$  фазы на рисунке слева не показаны) в никеле и соответствующая диаграмма «напряжения-деформации». Направление скольжения винтовой дислокации показано стрелкой.

Работа выполнена с использованием ресурсов и оборудования высокопроизводительного вычислительного центра НИЯУ МИФИ и центра коллективного пользования «Комплекс моделирования и обработки данных исследовательских установок мега-класса» НИЦ «Курчатовский институт», http://ckp.nrcki.ru/.

1. Mishin Y. Atomistic modeling of the  $\gamma$  and  $\gamma'$  -phases of the Ni–Al system // Acta Materialia, 2004. V. 52. P. 1451-1467.

#### Р.Е. ВОСКОБОЙНИКОВ $^{1,2}$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия E-mail: roman.voskoboynikov@gmail.com

#### ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ КРАЕВЫХ ДИСЛОКАЦИЙ С ВЫДЕЛЕНИЯМИ 7' ФАЗЫ В ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕ-ВЫХ СПЛАВАХ

Микроструктура жаропрочных никелевых сплавов состоит из матричной  $\gamma$  фазы, представляющей собой твердый раствор легирующих элементов в никеле, мелкодисперсных выделений карбидов и боридов и выделений интерметаллида Ni<sub>3</sub>(Ti,Al) с кристаллической структурой L1<sub>2</sub>, известного также как  $\gamma'$  фаза. Выделения  $\gamma'$  фазы термически стабильны вплоть до температуры плавления, их объемная доля может достигать 70% (в частности, в монокристаллических сплавах), а взаимодействие дислокаций с  $\gamma'$  фазой определяет высокотемпературные прочностные свойства не только жаропрочных никелевых сплавов, но и аустенитных сталей, в химический состав которых входит титан и/или алюминий.

Методом молекулярной статики исследовали взаимодействие краевой дислокации с вектром Бюргерса  $b=\frac{1}{2}\langle 110\rangle$  с изолированным когерентным кубическим выделением у' фазы размером 6 нм, расположенным в плоскости скольжения дислокации в матричной фазе из чистого никеля. Для вычисления межатомных сил взаимодействия в ГЦК никеле и интерметаллиде L12 Ni<sub>3</sub>Al использовали полуэмпирические межатомные потенциалы [1], построенные с использованием метода внедренного атома. Скольжение дислокации по направлению к выделению у' фазы инициировали сдвигом верхней части кристалла относительно нижней с шагом деформации 10-4. Релаксацию кристалла проводили методом сопряжённых градиентов. Для идентификации дефектов упаковки, частичных дислокаций и поверхности интерметаллида исследовали расположение атомов в первой координационной сфере. Определили реакции диссоциации краевой дислокации с вектром Бюргерса  $b=\frac{1}{2}(110)$  в чистом никеле и интерметаллиде L1<sub>2</sub> Ni<sub>3</sub>Al, построили диаграмму «напряжения-деформация» и показали, что в результате перерезания выделения  $\gamma'$  фазы на её поверхностях образуется ступенька величиной b, а в плоскости скольжения внутри выделения остается атифазная граница, см. Рис. 1, в полном соответствии с существующими аналитическими представлениями и результатами экспериментального исследования дефектной структуры деформированных никелевых сплавов после проведения механических испытаний [2, 3].

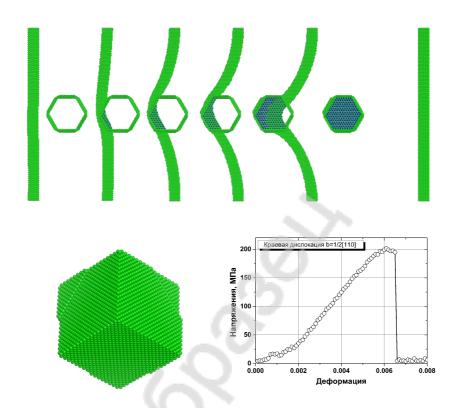


Рисунок 1 — Взаимодействие краевой дислокации с вектром Бюргерса  $b=\frac{1}{2}\langle 110\rangle$  с изолированным когерентным кубическим выделением  $\gamma'$  фазы размером 6 нм (верх и низ  $\gamma'$  фазы на верхнем рисунке не показаны) в ГЦК никеле и соответствующая диаграмма «напряжения-деформации».

Работа выполнена с использованием ресурсов и оборудования высокопроизводительного вычислительного центра НИЯУ МИФИ и центра коллективного пользования «Комплекс моделирования и обработки данных исследовательских установок мега-класса» НИЦ «Курчатовский институт», http://ckp.nrcki.ru/.

- 1. Mishin Y. Atomistic modeling of the  $\gamma$  and  $\gamma'$ -phases of the Ni–Al system // Acta Materialia. 2004. V. 52. P. 1451-1467.
- 2. Dirras G.F., Douin J. On the existence of superlattice intrinsic stacking fault-superlattice extrinsic stacking fault coupled pairs in an  $L1_2$  alloy// Philosophical Magazine A. 2001. V. 81. P. 467-478.
- 3. Rae C.M.F., Matan N., Reed R.C. The role of stacking fault shear in the primary creep of [001]-oriented single crystal superallovs at  $750^{\circ}$ C and 750 MPa // Materials Science & Engineering A. 2001. V. 300. P. 125-134.

# $\underline{\mathcal{I}.C.}$ ГУРСКИЙ $^1$ , А.С. ЩЕКИН $^{1,2}$ , В.Н. ПЕТРОВСКИЙ $^1$ , А.И. ПОКЛАД $^1$ , И.К. ЧЕРНЫЙ $^1$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерных исследований «МИФИ», г. Москва, Россия
<sup>2</sup> ООО "НПП "ЛАССАРД"
E-mail: dmgurskiy@yandex.ru

#### ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ КРАТЕРОВ НА КРЕМНИИ НА ОСНОВЕ ОБЪЕДИНЕНИЯ МОДЕЛИРОВАНИЯ И МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ ДЛЯ ЕДИНИЧНОГО ИМ-ПУЛЬСА

С использованием современных пакетов программного обеспечения была разработана математическая модель воздействия лазерного излучения на поверхность монокристалла кремния единичным лазерным импульсом с длиной волны 1064 нм. В ходе работы выявлено, что на процесс удаления материала с поверхности зависит от вариации параметров лазерного излучения, что соответствует различным механизмам удаления. Результаты моделирования показали высокую степень соответствия между предсказанными и реальными значениями параметров кратеров, что подтверждает перспективность данного подхода.

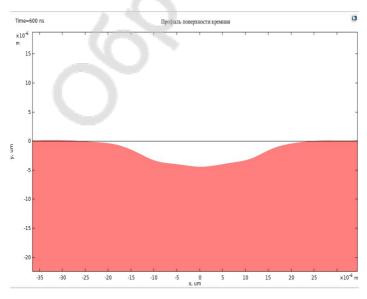


Рисунок 1 – Профиль поверхности кремния после единичного импульса

При воздействии наносекундного лазерного импульса (длительностью 10-200 нс) энергия преобразуется в тепло за счет электрон-фононного вза-имодействия. Поскольку время релаксации электронов в кремнии (~1 пикосекунда) значительно меньше длительности импульса, можно считать, что энергия равномерно распределяется между электронами и кристаллической решеткой до окончания импульса. Таким образом, в работе используется упрощенная модель теплопередачи, основанная на уравнении теплопроводности. Ввиду длительности импульса, необходимо так же учитывать возникновение жидкой фазы и ее течение во время и после воздействия импульса. Для учета поведения ванны расплава и ее влияния на морфологию кратера, была введена гидродинамическая модель, как система нестационарных уравнений с дополнительными уравнениями теплопроводности, динамической вязкости и плотности. Так же, для возможности отслеживания профиля поверхности во время воздействия импульса, был реализован метод движущихся границ (метод уровневых множеств).

Из полученных результатов моделирования можно сделать вывод о том, что температура плавления материала достигается достаточно быстро, после чего идет повышение температуры и за счет других механизмов (таких как давление насыщенных паров и образование плазмы). Полученные геометрические параметры кратера хорошо согласуются с данными из обзоров научной литературы [1]. Данная модель может быть использована для оценки параметров кратера в результате абляции после окончания наносекундного импульса.

Так же была разработана нейросетевая модель, для дальнейшего обучения и предсказания на данных, полученных в результате моделирования системы для различных параметров лазерного излучения. Архитектура модели основана на принципе random forest, и обучена на 17000 различных конфигурациях лазерного излучения. Разработанная нейросеть предсказывает больше 91% морфологий кратеров.

<sup>1.</sup> Shen, Y. Based Thermal Modeling and Experimental Study of Infrared Nanosecond Laser Ablation of Silicon / Y. Shen, X. Liu, Z. Wang // Applied Physics A. – 2017. – Vol. 123, No. 8. – P. 521–530. – DOI: 10.1007/s00339-017-1123-z

#### <u>A.A. $\Gamma Y C E B^1$ </u>, A.B. $HA3APOB^{2,3}$

<sup>1</sup>Институт Физики Высоких Давлений РАН, Москва, Троицк, Россия <sup>2</sup>Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», <sup>3</sup> НИЦ «Курчатовский институт» – ИТЭФ, Москва, Россия, E-mail: alexey-gsv@mail.com

ИЗУЧЕНИЕ АТОМНОЙ СТРУКТУРЫ ЯДРА КРАЕВОЙ ДИСЛОКАЦИИ И ЕГО ОКРЕСТНОСТИ В ВОЛЬФРАМЕ МЕТОДАМИ КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ

Вольфрам находит широкое применение в промышленности, в частности, планируется его использование в темоядерной энергетике как конструкционного материала стенки дивертора.

Мы моделируем структуру ядра дислокации в вольфраме, используя модифицированный метод молекулярной статики разработанный ранее [1]. Применяется потенциал [2]. Особенностью этого метода является применение итерационной процедуры, в которой атомная структура в окрестности дефекта и константы, определяющие смещения атомов, погруженных в упругий континуум, рассчитываются самосогласованным образом.

Решение уравнения изотропной теории упругости для дислокации зависит от величины вектора Бюргерса и коэффициента Пуассона. Для учета анизотропии мы вводим в эти решения явную угловую зависимость для этих параметров. Моделирование проводится для расщепленной дислокации с вектором Бюргерса вдоль [100]. Самосогласованным образом рассчитана атомная структура в основной расчетной ячейке, и значения параметров. Показана сходимость итерационного алгоритма и рассмотрено влияние размера расчетной ячейки на результаты. Результаты расчетов: атомная структура дислокации в вольфраме, угловая зависимость параметров, описывающих упругое поле дислокации на больших расстояниях от линии дислокации, и компоненты тензора деформации во всей области расчета.

Эти результаты будут использованы для моделирования перераспределения примесных атомов с учетом влияния упругого поля дислокации на дифузионные потоки.

1. A A Gusev and A V Nazarov IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. – 2020. – 1005 012028 2. M.-C. Marinica, L. Ventelon, M. R. Gilbert, L. Proville, S. L. Dudarev, J. Marian, G. Bencteux, and F. Willaime. Interatomic potentials for modelling radiation defects and dislocations in tungsten. Journal of Physics: Condensed Matter – 2013. – 25(39):395502.

#### Е.С. ЖАРИКОВ, В.А. БОРОДИН

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

E-mail: ESZharikov@mephi.ru

#### МОДЕЛИРОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ АТОМОВ БОРА В МОНОКЛИННОМ ДИОКСИДЕ ГАФНИЯ

гафния (HfO<sub>2</sub>)многофункциональный Диоксид материал с уникальными свойствами: высокой диэлектрической проницаемостью, термической и химической стабильностью, а также высокой температурой плавления [1]. Его способность поглощать нейтроны и высокая радиационная стойкость делают его перспективным поглотителем для ядерных реакторов особенно современных требований [2]. контексте к безопасности и экономичности. Одним из подходов для повышения эффективности поглощающих материалов может являться легирование HfO<sub>2</sub> атомами бора.

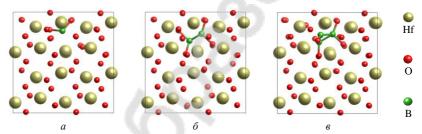


Рисунок 1 — Бор в моноклинной структуре  $HfO_2$ : a-1 атом B;  $\delta-2$  атома B;  $\delta-3$  атома B

В настоящей работе с использованием первопринципных расчетов изучены структурные особенности и энергетические характеристики бора, внедренного в моноклинную модификацию HfO<sub>2</sub>. Результаты показали высокую растворимость бора в виде примеси внедрения, занимающей структурные вакансии на катионной подрешетке (рисунок 1), причем в этих позициях могут компактно размещаться до 4 атомов бора в виде устойчивых кластеров.

Поскольку молярная концентрация катионных структурных вакансий сопоставима с концентрацией атомов гафния, реальна возможность легирования природным бором до уровня в десятки ат. %, что позволило бы повысить сечение захвата тепловых нейтронов более, чем вдвое.

- 1. W. Banerjee et al.// Small 2022, 18, 2107575.
- 2. Risovany, V. D. et al. // Journal of Nuclear Materials. 2006. Vol. 355, no. 1–3. P. 163–170.

## <u>Р.А. ИЛЬЯСОВ</u>, М.И. ПЕТРОВ, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ, В.В. МИХАЛЬЧИК

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: il.re0310@mail.ru

# ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОРИЕНТАЦИИ ГИДРИДОВ В ЦИРКОНИЕВЫХ ТРУБАХ НА НАПРЯЖЁННО-ДЕФОРМИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ α-Zr при растяжении кольцевых образцов

Циркониевые сплавы широко используются в атомной энергетике в качестве конструкционных материалов активной зоны водо-водяных энергетических реакторов. Длительная эксплуатация в паро-водяной среде приводит к наводороживанию и формированию  $\delta$ -гидридов циркония  $ZrH_{1.66}$ , что повышает склонность материала к хрупкому разрушению [1]. Существенным фактором, определяющим характер излома, является ориентация гидридов: с ростом доли радиально ориентированных включений возрастает вероятность хрупкого сценария разрушения кольцевых образцов [2, 3].

В работе представлена конечно-элементная (КЭ) модель статического нагружения кольцевых образцов с включениями гидридной фазы дискообразной формы, реализованная в свободно распространяемом пакете CalculiX. Разработана параметризованная методика построения КЭ-сетки с автоматическим варьированием ориентации и случайным пространственным распределением гидридов в сплаве Zr-1%Nb-1,2%Sn-(0,35Fe-0,08O), мас.% (рисунок 1).

Доля радиально ориентированных включений  $F_n$  изменялась в диапазоне от 0 до 1 с шагом 0,1; для каждого значения реализовано 50 случайных расположений. Для каждой конфигурации определялись поля напряжений и деформаций при окружном растяжении кольцевых образцов. Нагружение задавался перемещением полуцилиндрических опор в диаметральном направлении на 5 мм. Анализ распределения напряжений и деформаций проводился в областях вблизи гидридов, размер которых параметризовался расстояниями  $r_a$ .

Результаты представлены в виде диаграмм распределения напряжений в зоне локального утонения кольцевых образцов, зависимостей медианных значений и 90-го перцентиля от  $F_n$ , а также кривых распределения плотности элементов по выбранным метрикам. По мере перехода к радиальной ориентации усиливается локализация напряжений у кромок включений и возрастает уровень эквивалентного напряжения по Мизесу; увеличиваются сжимающие компоненты в направлениях, перпендикулярных оси растяжения, тогда как растягивающие компоненты вдоль направления нагрузки снижаются. Накопленная пластическая деформация вблизи гидридов уменьшается при всех рассмотренных величинах  $r_a$ .

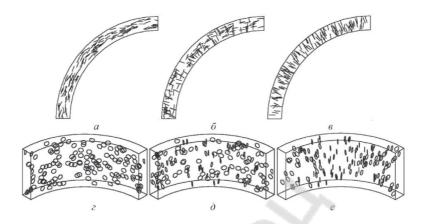


Рисунок 1 — Схематическое изображение модели кольцевого образца из циркониевого сплава с различными коэффициентами ориентации гидридов  $F_n = 0$  (a, г);  $F_n = 0.5$  (б, д);  $F_n = 1$  (в, е).

Изменение ориентации гидридов существенно влияет на распределения напряжений и характер накопления пластической деформации. Разработанная параметризуемая и автоматизированная схема моделирования обеспечивает основу для выявления зон вероятной инициации трещин. Подход может быть распространён на другие сплавы с отличающейся морфологией включений для определения критических параметров второй фазы.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 24-79-10289, https://rscf.ru/project/24-79-10289/)

При проведении работ были использованы ресурсы высокопроизводительного вычислительного центра НИЯУ МИФИ

- 1. Plyasov A.A. et al. // Physics of Atomic Nuclei, 2022, Vol. 85, No. 11, pp. 10–17
- 2. Isaenkova M.G. et al. // Non-ferrous Metals. 2023. No. 1. pp. 41–48
- 3. Petrov M.I. et al. // Letters on Materials. 2025, v.15, Issue 1, pp. 49–54

## <u>Е.В. КОЗЛОВА<sup>1</sup>, М.С. ШЕВЕРДЯЕВ<sup>1</sup>, В.В. ГОРЛЕВСКИЙ<sup>1</sup>, А.А. СЕМЕНОВ<sup>1</sup></u>

<sup>1</sup>AO "ВНИИНМ", Москва, Россия E-mail: keleva@mail.ru

#### ФУНКЦИОНАЛЬНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ДЛЯ АППРОКСИ-МАЦИИ ПРОЦЕССА РАЗЛОЖЕНИЯ КОМПОЗИТОВ НА ОС-НОВЕ НАНОАЛМАЗОВ И ГИДРИДА БЕРИЛЛИЯ

Композиты на основе наноалмазов и пористого бериллия представляют собой перспективный класс материалов для рентгеновской оптики, Пористая неоднородная структура полученных композитов, состоящая из микроячееек бериллия и встроенных в них частиц наноалмазов, позволяет выравнивать фазовый профиль изображения, полученного в пучке высококогерентого рентгеновского излучения за счет малоуглового распределенных равномерно неоднородностях наноразмерной величины, по принципу матового стекла [1]. Пористый бериллий и наноалмазы, входящие в состав таких композитов. за счет своей высокой теплопроводности способны работать в экстремальных условиях пучков синхротронного излучения, обеспечивая необходимый для этого теплоотвод. Благодаря этим свойствам данные композиты могут использоваться в пучках мощного рентгеновского излучения, в первую очередь на станциях современных синхротронов третьего и четвертого поколения и лазеров на свободных электронах.

Для получения вышеназванных композитов смесь наноалмазов и гидрида бериллия подвергают термолизу. Формирование заданной структуры композитов, получаемых в процессе термолиза гидрида бериллия, сложно контролируемо, в связи с многофакторностью данного процесса. С целью системного понимания и управления процессом термического разложения требуется модель для его эмпирического описания в виде функциональной зависимости, позволяющей в дальнейшем проводить прогнозирование структурных особенностей композитных материалов и обеспечивать воспроизводимость их характеристик.

На основе экспериментальных данных, полученных при термическом разложении смесей гидрида бериллия и наноалмазов с разным их содержанием, было предложено несколько функциональных зависимостей описывающих процесс термолиза композитов. Из экспериментальных данных установлено, что функция, отражающая процесс, имеет вид S-образной кривой, которая характеризуется наличием индукционной фазы, постепенным нарастанием крутизны, резким ростом в средней части и выходом на плато в конце процесса.

Для описания экспериментальных данных были предложены эмпирические зависимости, которые позволяют аппроксимировать степень разложения как функцию времени.

1) Аппроксимация функцией на основе гиперболического арктангенса

$$E(t) = \frac{L}{2} \cdot th(k(t - t_0)) + \frac{L}{2} \tag{1}$$

- где E(t) зависимость степени разложения от времени, t время,  $t_0$  точка перегиба S-образной зависимости, L предельное значение функции, k- калибровочный коэффициент
- 2) Функция, позволяющая аппроксимировать ассиметричные S-образные зависимости [2]

$$E(t) = \frac{\frac{At - L - B}{1 - e^{n \cdot \left(t - \frac{L + B}{A}\right)} + L}}{1 - \left(\frac{C}{L}\right)^m}$$
(2)

где E(t) — зависимость степени разложения от времени, t — время, L — предельное значение функции, A, B, m, n— калибровочные коэффициенты, а значение C получается численным решением уравнения (3) относительно C по известным значениям A, B, L и n:

$$\frac{A \cdot \left(C - \frac{L + B}{A}\right)}{1 - e^{n \cdot \left(C - \frac{L + B}{A}\right)}} + L = 0 \tag{3}$$

3) Новая функция для аппроксимации ассиметричных S-образных зависимостей, не требующая численного решения уравнения (3)

$$E(t) = \frac{L - \frac{1}{k} ln \left[ e^{k \cdot A \left[ \left( \frac{B}{A} \right) - t \right]} + 1 \right]}{1 - \left( \frac{C}{t} \right)^m} \tag{4}$$

где E(t) — зависимость степени разложения от времени, t — время, L — предельное значение функции, A, B, C, m, k— калибровочные коэффициенты.

В результате анализа данных установлено, что из трех предложенных функциональных зависимостей последняя демонстрирует лучшие характеристики по точности аппроксимации и соответствию экспериментальным данным, что делает её предпочтительным вариантом для описания процесса термического разложения

- 1. Козлова Е.В., Шевердяев М.С., Горлевский В.В., Семенов А.А., Волков В.В. Разработка наноструктурированных композиционных материалов на основе бериллия // Успехи в химии и химической технологии. 2019. Т. 33. № 1 (211). С. 83-84.
- 2. Семенов А.А., Козлова Е.В., Горлевский В.В., Шевердяев М.С. Выбор функциональной математической зависимости для эмпирического описания процесса термического разложения гидрида бериллия // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Материаловедение и новые материалы. 2023. № 3 (119). С. 42-64.

## <u>А.В. КОРОЛЁВА</u>, Л.Н. СОЛОДОВНИКОВ, Е.Ю. КУДРЯШОВ, Д.М. ВЕСЕЛКОВ, А.Б. МУХАНОВ, Д.А. ПОЛЯКОВ

AO «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А.Бочвара», г. Москва E-mail: AVIKoroleva@bochvar.ru

#### РАСЧЕТ КОЭФФИЦИЕНТА ТЕПЛОПЕРЕДАЧИ В ЗАВИСИ-МОСТИ ОТ КОНСТРУКЦИИ ЛИТЕЙНОЙ СБОРКИ ДЛЯ ПО-ВЫШЕНИЯ ТОЧНОСТИ РАСЧЕТА ЛИТЬЯ В ВАКУУМНЫХ ПЕЧАХ

Внедрение математического моделирования в литейное производство значительно упростило прогнозирование дефектов отливок с помощью систем компьютерного моделирования литейных процессов (СКМ ЛП). Однако результаты моделирования, полученные с использованием различных программных комплексов, не всегда демонстрируют сходимость с экспериментальными данными в пределах погрешности (5 %). Расхождения обусловлены точностью математической модели и корректностью задания теплофизических свойств. Для достоверности моделирования необходима экспериментальная проверка и корректировка параметров модели [1].

Помимо точных данных о теплофизических свойствах материалов, надежный компьютерный расчет требует правильного определения ключевых граничных условий. Теплопередача между телами осуществляется посредством трех основных механизмов: теплопроводности, конвекции и теплового излучения [2]. Вакуум, обеспечивающий защиту от окисления и дегазацию, исключает конвективный теплообмен между поверхностями форма/стенки печи. Теплообмен на границе тел определяется следующими процессами: теплопроводность (через области соприкосновения) и тепловое излучение (через зазор).

Коэффициент теплопередачи ( $\lambda$ ) на границе раздела разнородных тел (отливка/форма и т.д.) – критически важный, но непостоянный параметр. Его величина зависит от контакта, зазора, шероховатости, атмосферы и температуры [3]. В отличие от упрощённых расчётов с  $\lambda$  = const, литературные данные указывают на снижение  $\lambda$  с уменьшением температуры поверхности отливки и увеличением зазора при усадке [3].

Целью работы являлось определение коэффициентов теплопередачи на границах отливка/стенка формы, форма/теплоизоляция, форма/холодильник и холодильник/холодильник. Для этого была разработана специализированная литейная оснастка и система сбора данных с термопар, размещенных в различных зонах.

Проведены численные расчеты зависимостей коэффициента теплопере-

дачи для различных температурных режимов литья. Показано, что в момент заливки расплава значение коэффициента теплопередачи на границе отливка/форма достигает максимальных значений в диапазоне 1200—1800 Вт/(м²-К). В процессе кристаллизации и образования зазора наблюдается резкое уменьшение  $\lambda$ , с последующим плавным снижением, описываемым законом Стефана-Больцмана. При охлаждении слитка до температуры ~680 °С и протекании фазового  $\alpha \rightarrow \beta$  превращения происходит снижение  $\lambda$  до значений, близких к нулю.

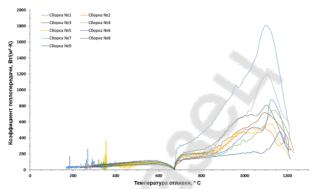


Рисунок 1 — Зависимость коэффициента теплопередачи на границе отливка/форма от температуры поверхности отливки

Определено, что коэффициент теплопередачи на границе форма/теплоизоляция находится в узком диапазоне 2–5 Вт/(м²·К). Коэффициент теплопередачи между формой и холодильником изменяется в пределах 25–125 Вт/(м²·К), а между холодильниками — в диапазоне 15–60 Вт/(м²·К). Полученные данные позволяют повысить точность прогнозирования дефектов в отливках.

- 1. Леушин И. О., Решетов В. А. Опыт использования математического моделирования в технологической подготовке литейного производства // Журнал СФУ. Техника и технологии. 2014. №4. URL: https://cyberleninka.ru/article/n/opyt-ispolzovaniya-matematicheskogo-modelirovaniya-v-tehnologicheskoy-podgotovke-liteynogo-proizvodstva
- 2. Исаченко В.П., Осипова В.А., Сукомел А.С. Теплопередача. 3 изд. М.: «Энергия», 1975.-488 с.
- 3. Целовальник Ю. В. Изучение температурной зависимости коэффициента теплопередачи между металлом и литейной формой для повышения адекватности компьютерного моделирования литейных процессов : специальность 2.6.3 «Литейное производство»: Диссертация на соискание кандидата технических наук / Целовальник Ю. В. ; ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС». Москва, 2023. 125 с.

#### А. О. ЛАДЕНКОВ, А.А. ГУСЬКОВ, С. Д. ЛАВРОВ

PTV МИРЭА, 119454, г. Москва, Россия E-mail: alexIdn@mail ru

### SIMULATION OF DEFECT-INDUCED FERROELECTRIC POLARIZATION IN THIN FILMS

Сегнетоэлектрические материалы широко применяются во множестве инновационных устройствах. Необходимые свойства сегнетоэлектриков зависят от доменной структуры и от микроструктурных дефектов, которые оказывают особенно сильное влияние на характеристики тонких пленок. Исследование таких дефектов крайне важно для развития сегнетоэлектрической технологии и увеличения рынка сегнетоэлектрических устройств.

Для понимания механизмов влияния дефектов на доменную структуру и управления свойствами сегнетоэлектрических тонких пленок необходимо развитие численных методов моделирования процессов, происходящих в сегнетоэлектрике. Особую важность представляет возможность предсказания и контроля поведения сегнетоэлектрика из-за изменения параметров дефектов: заряд, размер, количество и вид для формирования доменных конфигураций [1].

В работе использована двумерная фазово-полевая модель, реализованная методом конечных элементов в COMSOL Multiphysics [1,2]. Модель основана на термодинамическом подходе Ландау-Гинзбурга-Девоншира [3] и включает энергию Ландау, градиентную, упругую и электрическую энергии. Исследование проведено для пленки  $Pb(Zr_{1-x}Ti_x)O_3$ . Моделировались различные типы дефектов: точечные заряды, плотность точечных зарядов, распределение заряда по всей плоскости.

Установлены основные закономерности: влияние зарядовых дефектов на распределение поляризации в тонких пленках и на значения остаточной поляризации и коэрцитивного поля на петле гистерезиса. Показано, что дефекты инициируют нуклеацию доменов и определены условия существования сегнетоэлектрических свойств.

Работа была выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ (проект FSFZ-2024-0047)

- [1] Patrick Fedeli, Marc Kamlah and Attilio Frangi Phase-field modeling of domain evolution in ferroelectric materials in the presence of defects (2019)
- [2] Yu Su, Chad M. Landis Continuum thermodynamics of ferroelectric domain evolution: Theory, finite element implementation, and application to domain wall pinning Journal of the Mechanics and Physics of Solids 55 (2007) 280–305
- [3] Физика сегнетоэлектриков: современный взгляд / под ред. К. М. Рабе, Ч. Г. Ана, Ж.-М. Трискона; пер. с англ. —4-е изд., электрон. М.: Лаборатория знаний, 2020. 443

## <u>А.И. ПОКЛАД</u> $^1$ , В.Н. ПЕТРОВСКИЙ $^1$ , А.С. ЩЕКИН $^{1,2}$ , Д.С. ГУРСКИЙ $^1$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>OOO НПП ЛАССАРД
E-mail: poklad\_94@mail.ru

#### ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ КРАТЕРОВ НА ПОВЕРХНОСТИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО КРЕМНИЯ ПРИ ФЕМТОСЕКУНДНОЙ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ

Актуальность исследования лазерной абляции полупроводников (в частности – монокристаллического кремния) связана с широким применением этих материалов в микроэлектронике, фотонике и в производстве высокоточных элементов для современных электронных устройств. Особое значение приобретает изучение взаимодействия сверхкоротких лазерных импульсов с полупроводниковыми материалами, такими как монокристаллический кремний, который является основным конструкционным и функциональным материалом в интегральных схемах, и солнечных элементах. Фемтосекундные лазеры позволяют достигать рекордно высокой точности обработки, обеспечивая минимальное термическое воздействие на окружающую область и формирование микроструктур с субмикронным разрешением. Численное моделирование необходимо для ухода от метода проб и ошибок и, соответственно, для уменьшения затрат материала и энергоресурсов на эксперименты.

Настоящая работа была посвящена численному моделированию формирования абляциционного кратера на поверхности монокристаллического кремния при воздействии единичного фемтосекундного лазерного импульса. Целями работы были создание и сравнение моделей, основанных на физических принципах, и выбор оптимального подхода к физическим допущениям при моделировании.

Из малости длительности импульсов по сравнению с временем электрон-фононной релаксации [1] пренебрегли образованием жидкой и газовой фаз.

Поставлены три задачи, использующие двухтемпературную [2] модель, впоследствии решенные численно:

- в первой задаче источник лазерного излучения рассматривался исключительно как поверхностный, не учитывалось взаимодействие света с ионами кристаллической решетки;
- во второй задаче учитывалось только однофотонное поглощение света ионами кристаллической решетки;

- в третьей задаче дополнительно учтено двухфотонное поглощение света.

Проведен численный расчет для импульсов длительностью 400 фс с энергией 1.65 мкДж и 2.92 мкДж, по результатам которого проведено сравнение точности представленных моделей. Выяснено, что при данных энергиях результаты последних двух моделей почти одинаковы. Высказано предположение, что это связано с малостью интенсивностей по сравнению с порогом двухфотонного поглощения.

Модели, учитывающие поглощение света, предсказывали глубину кратера с точностью до 4%. Лучшая точность предсказания глубины модели с граничным условием составила 18%. Точность предсказания диаметра кратера составила 18%-19% для моделей, учитывающих поглощение, и 15%-29% для модели с граничным условием. Высказано предположение, что худшая точность по сравнению с предсказанием глубины кратера связана с неучетом жидкой и газовой фаз материала, имеющих место в зонах, где температура превышает температуры плавления и испарения, но не достигает критической температуры абляции.

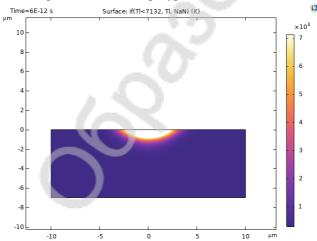


Рисунок 1 – график распределения фононной температуры (фрагменты сетки с темпертурой, превышающей критическую, не отображены)

- 1. Chen C. et al. Single-pulse femtosecond laser ablation of monocrystalline silicon: A modeling and experimental study //Applied Surface Science. 2022. T. 576. C. 151722.
- 2. Анисимов С. И., Капелиович Б. Л., Перельман Т. Л. Электронная эмиссия с поверхности металлов под действием ультракоротких лазерных импульсов //Журнал экспериментальной и теоретической физики. 1974. Т. 66. №. 2. С. 776-781.

#### $\Gamma$ . B. CEP $\Gamma$ EEB $^1$ , A. B. HA3APOB $^{1,2}$

<sup>1</sup>Национальный Исследовательский Ядерный Университет, МИФИ, Москва, Россия

<sup>2</sup>НИЦ "Курчатовский институт", Москва, Россия
E-mail: sergeevgv99@mail.ru

#### МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИФФУЗИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В СПЛАВАХ Fe-Al

В работе изучалась зависимость диффузионных характеристик, от состава в сплавах Fe-Al с помощью модифицированного метода молекулярной статики (МММС) [1], который был обобщён для случая сплавов [2].

В МММС основная расчётная ячейка (РЯ), показанная на рисунке 1, окружена атомами, которые погружены в упругую среду, смещения этих атомов определяется следующим образом

$$\vec{u} = \frac{C\vec{r}}{r^3}$$

где  $\vec{u}$  – вектор смещений атомов второй зоны,  $\vec{r}$  – расстояние до вакансии.



I — основная расчетная ячейка II — область, в которой атомы погружены в упругую среду III — сферический слой атомов, с помощью координат которых определяется константа

C

Рисунок 1 – Схема расчётной ячейки в МММС [1]

Положения атомов, окружающих вакансию, вычисляются на каждом шаге итерации с помощью алгоритма описанного в [1]. Главная особенность этой модели заключается в том, что координаты атомов РЯ и константа С определяются самосогласованным образом в ходе итерационной процедуры. Данная модель позволяет точнее рассчитывать диффузионные характеристики [3]. В работе использовался многочастичный потенциал типа ЕАМ [4].

Энергия образования вакансии рассчитывалась по формулам приведенным в [1]. Используя эту модель и потенциал были получены концентрационные зависимости энергий образования вакансии в широком интервале концентрации в исследуемых системах (рисунок 2.а).

Высота барьера определялась путём перетаскивания атома в направлении вакансии, в результате чего определялось значения энергии системы в зависимости от положения перетаскиваемого атома на пути к вакансии.

Данная процедура повторялась для атомов Fe и Al и при разной концентрации, в результате была получена зависимость высот барьеров от состава (рисунок 2.б).

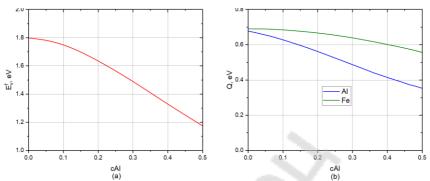


Рисунок 2 – Зависимость от состава а) Энергии образования вакансии, б) высот барьеров.

Из левого графика видно, что при увеличении концентрации алюминия энергия образования вакансий уменьшается существенно от примерно 1.8 эВ до 1.2 эВ. зависимости высот барьеров для алюминия (синяя кривая) и железа (зелёная кривая) от концентрации алюминия. Для алюминия наблюдается выраженное снижение высоты барьера: от 0.65 эВ до 0.35 эВ. Для железа — снижение, менее значительное: от 0.68 эВ до 0.55 эВ. Энергия активации уменьшается как для Al, так и для Fe, причём более для

Полученные в ходе моделирования зависимости энергий образования вакансий и высот барьеров были сопоставлены с экспериментальными результатами [5]. Установлено, что характер выявленных зависимостей — снижение энергии образования вакансий и уменьшение энергий активации с ростом концентрации алюминия — согласуется с данными эксперимента.

- [1] I. V. Valikova, A. V. Nazarov; Phys. Met. Metall., 2008, 105, 544-552.
- [2] G.V. Sergeev, A. V. Nazarov; Materials science, form-making technologies and equipment, 2024, 189-192.
- [3] I. V. Valikova, A. V. Nazarov; The Physics of Metals and Metallography, 2010, 109, 220-226.
- [4] Y. Ouyang, et al; Physica B: Condensed Matter, 2012, 407.23, 4530-4536.
- [5] Salamon M., Mehrer H; International Journal of Mat.Res., 2021, 96, 4-16.

#### Т.С. МЯЧИН<sup>1,2</sup>, Э.М. ХОК<sup>1,2</sup>, О.В. ХОРУЖИЙ<sup>2,3</sup>,

<sup>1</sup> Московский государственный университет им. М.В. Ломоносова, г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Физический институт имени П. Н. Лебедева РАН (ФИАН), г. Москва, Россия

> <sup>3</sup> НИЦ «Курчатовский институт» г. Москва, Россия E-mail: Khoruzhiy\_OV@nrcki.ru

#### ПРОВЕРКА ПРИМЕНИМОСТИ МОДЕЛЕЙ КЛЕМЕНСА И АДДИТИВНЫХ ТЕПЛОВЫХ СОПРОТИВЛЕНИЙ ДЛЯ ОПИСА-НИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ УРАН-ГАДОЛИНИЕВОГО ТОП-ЛИВА

В настоящей работе представлены результаты анализа фононной теплопроводности уран-гадолиниевого топлива, выполненного на основе экспериментальных данных из [1–5]. Рассматривались две модели описывающих зависимость теплопроводности от температуры и концентрации гадолиния: модель аддитивных тепловых сопротивлений и теория, предложенная Клеменсом в [6]. Первая из них описывает теплопроводность как величину обратную сумме тепловых сопротивлений и является по построению упрощённой. Вторая учитывает зависимость сечений рассеяния фононов от частоты и соответствующее распределение фононов, т.е., на первый взгляд, является более адекватной. Теория Клеменса использовалась авторами работы [3], модель аддитивных тепловых сопротивлений — в исследованиях [1, 2] и [4, 5]. Хотя статьи содержат взаимные ссылки, прямое сравнение полученных результатов до сих пор не проводилось.

Рассмотрены три подхода к построению модели: 1) выбор индивидуальных параметров для каждой концентрации гадолиния; 2) внесение коэффициента, задающего влияние гадолиния, в зависимость, полученную для чистого  $UO_2$ ; 3) независимое описание чистого  $UO_2$  и уран-гадолиниевого топлива.

В результате анализа показано плохое согласие имеющихся экспериментальных данных между собой. Обсуждается возможная связь этих отличий с технологией производства топлива.

Модель аддитивных тепловых сопротивлений, несмотря на свою упрощённость, лучше описывает весь имеющийся массив экспериментальных данных.

Согласно полученным результатам первый подход имеет минимальную погрешность, но его недостатком является отсутствие общего описания. Второй подход оказывается наиболее проблемным, хотя и наиболее часто используется. Третий подход представляется оптимальным для общего

описания теплопроводности гадолиниевого топлива и имеет погрешность сравнимую с первым вариантом.

Предложена зависимость для описания теплопроводности уран-гадолиниевого топлива при его моделировании.

- [1] Fukushima, S., Ohmichi, T., Maeda, A., & Watanabe, H. (1982). The effect of gadolinium content on the thermal conductivity of near-stoichiometric (U,Gd)O<sub>2</sub> solid solutions. Journal of Nuclear Materials, 105(2-3), 201–210.
- [2] Massih A.R., Persson S., Weiss Z. Modelling of (U, Gd)O<sub>2</sub> fuel behaviour in boiling water reactors // Journal of Nuclear Materials. 1992. Vol. 188. P. 323–330.
- [3] Hirai M., Ishimoto S. Thermal diffusivities and thermal conductivities of UO<sub>2</sub>- Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // Journal of Nuclear Science and Technology. 1991. V. 28. № 11. P. 995 1000.
- [4] Бибилашвили Ю. К. и др. исследование теплофизических и механических свойств уран-гадолиниевого оксидного топлива. Препринт РНЦ КИ инв. № ИАЭ-5744/4, 1994.
- [5] Федотов А. В., Михеев Е. Н., Лутков М. А. ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УРАН-ГАДОЛИНИЕВЫХ ТОПЛИВНЫХ ТАБЛЕТОК ВВЭР С 3, 35, 5 и 8% ПО МАССЕ ОКСИДА ГАДОЛИНИЯ //Атомная энергия. -2024. Т. 137. №. 5-6. С. 254-258.
- [6] P. G. Klemens//Thermal Resistance due to Point Defects at High Temperatures Westinghouse Research Laboratories, Beulah Road, Churchill Borough, Pittsburgh, Pennsylvania (Received March 7, 1960)

#### И.А. ЧУЛКОВ, В.А. БОРОДИН

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия E-mail: chulkov111.ilya96@yandex.ru

#### ЗАХВАТ СОБСТВЕННЫХ МЕЖУЗЕЛЬНЫХ АТОМОВ РАСЩЕПЛЕННЫМИ ДИСЛОКАЦИЯМИ В НИКЕЛЕ

Одним из основных процессов, лимитирующих накопление в металлах радиационных повреждений в процессе облучения является поглощение точечных дефектов на краевых дислокациях. Детальная кинетика захвата точечных дефектов и встраивания их в экстраплоскость дислокации в случае ГЦК металлов с относительно низкими энергиями дефекта упаковки, где ядра дислокации сильно диссоциированы, изучена. крайне плохо. Остается неясным, как расщепление дислокационных ядер влияет на эффективность захвата ими точечных дефектов и мощность диссоциированных дислокаций как стоков для точечных дефектов.

В данной работе методами атомистического моделирования изучены особенности захвата собственных межузельных атомов (СМА) расщепленным ядром дислокации в никеле. С учетом периодических граничных условий дислокационный дефект представлял собой квази-бесконечный дислокационный диполь с экстраплоскостью типа внедрения и вектором Бюргерса вдоль кристаллографического направления <110>. Для расчётов использовались программа LAMMPS [1] и потенциал межатомного взаимодействия из работы [2].

В результате расчетов было выявлено, что одиночные СМА, достаточно близко подходящие к плоскости дефекта упаковки расщепленной дислокации, спонтанно захватываются на одной из частичных дислокаций, ограничивающих дефект упаковки, но не встраиваются в экстраплоскость дислокации, а остаются четко идентифицируемыми дефектами в виде краудионов, лежащих в плоскости скольжения дислокации и ориентированных под углом к линии частичной дислокации. Идентифицирована область спонтанного захвата СМА дефектом упаковки. Показано, что межузельные атомы, расположенные вне зоны спонтанного захвата вблизи ее границ, за счет упругого взаимодействия с диполем способны инициировать скольжение диполя как целого в направлении вектора Бюргерса, чтобы ближайшая к СМА частичная дислокация максимально сблизилась с остающимся неподвижным межузельным атомом.

- 1. Plimpton S. Fast parallel algorithms for short-range molecular dynamics. Journal of Computational Physics. -1995. Vol. 117, P. 1.
- 2. Foiles S.M., Baskes M.I., Daw M.S. Embedded-atom-method functions for the fcc metals Cu, Ag, Au, Ni, Pd, Pt, and their alloys. Physical Review B. 1986. Vol. 33, P. 7983.

## K.И. ШЕРСТОБИТОВА $^1$ , О.С. ЕЛЬЦОВ $^2$ , Д.В. ЗАЙЦЕВ $^2$ , В.И. ПРЯХИНА $^2$ , Т.В. ТЕРЗИЯН $^2$ , А.П. САФРОНОВ $^2$ , К.В. ГРЖЕГОРЖЕВСКИЙ $^2$

<sup>1</sup> AO «Синара — Транспортные Машины», Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Россия, Екатеринбург, Мира 19 E-mail: sherstobitovaki@sinara-group.com

#### ИНЖИНИРИНГ ВЫСОКОЭЛАСТИЧНОЙ МУФТЫ И ИССЛЕ-ДОВАНИЕ МАТЕРИАЛОВ

Современные требования к локомотивостроению связаны с повышением надёжности и ресурса узлов при интенсивной эксплуатации, особенно для маневровых тепловозов, работающих в тяжёлых условиях и удалённых регионах с ограниченной ремонтной базой. Ключевым элементом силовой установки является дизель-генераторная установка (ДГУ), где замена компонентов требует полного демонтажа, что осложняет ремонт. Особое значение имеет соединительная муфта, передающая крутящий момент и компенсирующая колебания, от которой зависит ресурс и надёжность всей установки.

К соединительной муфте предъявляется комплекс требований, которые можно сгруппировать следующим образом:

Надёжность и ресурс: работа без частого обслуживания, наработка не менее 20 000 моточасов, защита генератора от перегрузок.

Работоспособность в условиях эксплуатации: устойчивость к температурам -50...+80 °C, воздействию вибраций, тепловых деформаций и агрессивных газов.

Динамические характеристики: эффективное демпфирование крутильных колебаний, адаптивность к переменным нагрузкам, смещение собственных частот ниже рабочей зоны для предотвращения резонанса.

Конструктивные особенности: модульность, разъёмность и небольшой вес, упрощающие монтаж, демонтаж.

Результаты анализа требований и классификации механических муфт по рекомендациям института стандартизации [1] сведены в Таблицу 1, на основании которой выполнен выбор типа муфты.

Разрабатываемая конструкция представляет собой комбинированную муфту – механическую эластичную предохранительную муфту модульного типа.

В проектировании эластичных муфт продолжается совершенствование материалов и конструкций в связи с повышенными требованиями к надёж-

ности и ресурсу генераторных агрегатов. Традиционно используются резиновые и резинотканевые упругие элементы, однако активно исследуются альтернативы: полиуретаны, композитные полимеры, металлические упругие элементы, канаты, а также нетрадиционные решения (например, применение магнитных жидкостей) [2]. Резина обладает технологичностью, коррозионной стойкостью и высокой демпфирующей способностью, но подвержена старению и нагреву.

Анализ существующих полимерных материалов, применяемых для создания механических муфт, был выполнен с привлечением группы физических методов:

- инфракрасная спектроскопия с применением ИК-Фурье спектрометра;
- рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия;
- сканирующая электронная микроскопия, совмещенная с рентгеновским энерго-дисперсионным микроанализом;
  - газовая хромато-масс-спектрометрия (ХМС) продуктов пиролиза;
- одномерная и диффузионно-упорядоченная (DOSY)  $^1$ Н ЯМР спектроскопия;
- анализ условной прочности, модуля Юнга, предельной степени деформации при разрыве образца резины;
- анализ состава резины методом синхронного термического анализа с регистрацией сигналов диференциальной-сканирующей калориметрии (ДСК), изменение массы и анализа отходящих газов (МС);
- измерение равновесной степени набухания образца резины и вычисление молекулярной массы отрезков цепей между соседними узлами пространственной сетки, определение степени сшивки резины.

Систематизация полученных характеристик позволила выделить ключевые структурные и физико-химические особенности материалов, которые могут быть использованы для создания эластичных компонентов механических муфт.

Таблица 1 – Определение типа соединительной муфты ДГУ

Требования к соединительной муфте	Тип муфты
Демпфирование, адаптивность, смещение ча-	Упругая (эластичная)
стот	
Защита генератора от перегрузок	Предохранительная
Защита генератора от перегрузок Модульность, ремонтопригодность, малый вес	Предохранительная Разъемная (составная)

Исследования выполнены в рамках реализации технологического проекта из Программы деятельности УМНОЦ.

<sup>1.</sup> Руднев, С. Г. и др. Муфты. Конструкция и расчет / Лань, 2022. — 108 с.

<sup>2.</sup> Цзэн Цзюньцзе. Разработка и исследование виброизолирующей муфты дизельгенератора с канатными упругими элементами: дис. ... канд. техн. наук: 05.08.05.- СПбГМТУ, 2021.-146 с.

# Секция 2. Синхротронные, нейтронные и другие методы исследования конструкционных и функциональных материалов

#### Н.Е. АНАШКИНА<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем комплексного освоения недр им. Мельникова РАН (ИПКОН РАН), г. Москва, Россия E-mail: for\_nataliya@list.ru

#### ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИК МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ДИА-ГНОСТИКИ РУТИЛА И КАССИТЕРИТА В ШЛИХОВЫХ ПРОБАХ

В шлиховых пробах рутил и касситерит не всегда удаётся визуально отличить друг от друга, а также от иных минералов, например, сфена и циркона, в связи с чем для их диагностики целесообразно применение современных инструментальных методов. Одним из таких методов, позволяющих за считанные минуты без дополнительной пробоподготовки проанализировать большинство оптически прозрачных минералов, является ИКмикроскопия [1]. Однако в отличие от традиционной инфракрасной спектроскопии, которая уже более полувека с успехом применяется в минералогических исследованиях, каталоги эталонных спектров, записанных под ИК-микроскопом, для индивидуальных зёрен минералов не разработаны. Это не позволяет с помощью специальных программ автоматически идентифицировать такие образцы по их спектрам. Диагностика рутила и касситерита осложняется ещё и тем, что по своему составу они относятся к соединениям с ионным типом химических связей металл-кислород, колебания которых слабо проявлены в инфракрасной области спектра. Настоящая работа посвящена адаптации метода ИК-микроскопии применительно к изучению индивидуальных зёрен рутила и касситерита, встречающихся в шлиховых пробах. Она включает получение воспроизводимых спектров каждого их этих минералов, их ин терпретацию и занесение в электронную базу данных – библиотеку спектров µ-IRS Minerals. Это даст возможность достоверно диагностировать в пробах рутил и касситерит, а также сохранить проанализированные образцы для дальнейших исследований.

С помощью ИК-микроскопа были изучены мелкие кристаллы и зёрна рутила и касситерита из эталонной коллекции отдела минералогии и изотопной геохимии ЦНИГРИ. Предварительно идентификация этих минералов производилась под бинокулярным микроскопом и по ИК-спектрам прошковых препаратов на основе электронной библиотеки спектров HR-Minerals, входящей в программное обеспечение спектрометра Nicolet 380.

Спектр индивидуального зерна рутила (рисунок 1 (1)), записанный с помощью ИК-микроскопа, более сложен и содержит большее число полос поглощения, чем этлонный «порошковый». В нём помимо обертонов собственных колебаний кристаллической решётки рутила (линии  $\sim 1062$  и  $2114~{\rm cm}^{-1}$ ) присутствует узкая линия  $\sim 3283~{\rm cm}^{-1}$ , характерная для валентных

(v) колебаний структурных ОН-групп в минералах. Подобно рутилу, в спектрах индивидуальных зёрен касситерита в области  $3200-3400~{\rm cm^{-1}}$  присутствуют полосы поглощения структурных ОН-групп (рисунок 1 (2)). Однако их количество и частотные характеристики в спектрах рутила и касситерита разные. В спектре рутила преимущественно наблюдается одна линия структурных гидроксильных групп  $\sim 3283~{\rm cm^{-1}}$ , иногда осложнённая небольшой полосой около  $3320~{\rm cm^{-1}}$ . В спектрах же касситерита, как правило, присутствуют две чёткие линии около  $3254~{\rm u}~3343~{\rm cm^{-1}}$ . Полосы поглощения ОН-групп в касситерите поляризованы с максимумом поглощения в направлении, перпендикулярном кристаллографической оси c.

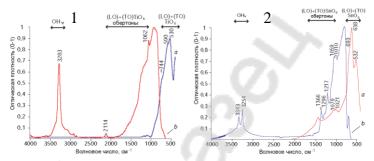


Рисунок 1 - 1 - ИК-спектры рутила: эталонный «порошковый» из электронной библиотеки спектров HR-Minerals (a) и индивидуального зерна (b), полученный под ИК- микроскопом; 2 - ИК-спектры касситерита: эталонный «порошковый» из электронной библиотеки спектров HR-Minerals (a) и индивидуального зерна (b), полученный под ИК-микроскопом

Исследования показали, что при диагностике рутила и касситерита под ИК-микроскопом полосы поглощения структурных ОН-дефектов в области  $3200-3400~{\rm cm^{-1}}$  столь же информативны, как и линии собственных колебаний кристаллической решётки этих минералов. Рутил предлагается идентифицировать по сочетанию пиков поглощения  $\sim 1062~{\rm u}~3279~3283~{\rm cm^{-1}}$ . В связи с малым числом характери стических линий, проявляющихся в ИКспек тре этого минерала, дополнительно следует учитывать внешний вид исследуемых образцов. Касситерит можно определять по системе узких пиков  $\sim 1059-1065$ ,  $\sim 1130$ ,  $1217-1220~{\rm u}~1366-1373~{\rm cm^{-1}}$ , а также по специфическим ли ниям около  $3254-3259~{\rm cm^{-1}}$ ,  $\sim 3343~{\rm u}\sim 3377~{\rm cm^{-1}}$ .

1. Хачатрян Г. К., Кряжев С. Г. Методика анали за породообразующих и ацессорных минера лов рудных месторождений с использованием ИК-Фурье микроскопа // Руды и металлы. -2010. № 5. - С. 64–73.

#### А.А. БИКТЕЕВ $^{1,2}$ , Ю.Б. НЕЧУШКИН $^3$

 $^1$  Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»  $^2$  Институт общей и неорганической химии им. Н. С. Курнакова «РАН», г. Москва, Россия

<sup>3</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, Россия E-mail: bikteev04@mail.ru

## ФОРМИРОВАНИЕ И АНАЛИЗ СПИН-ПОЛЯРИЗОВАННОЙ КОМПОЗИТНОЙ ПЛЁНКИ InSb—MnSb (40:60)

Современные исследования в области спинтроники показывают, что эффективность работы устройств в значительной степени определяется качеством межфазных контактов на границе ферромагнетик—полупроводник. Особый интерес вызывают системы на основе MnSb, поскольку данный материал сочетает высокую температуру Кюри порядки 600 К [1] и характерную спин-зависимую зонную структуру, что делает его перспективным кандидатом для создания спиновых фильтров и источников поляризованных токов.

В работе [2] подробно рассмотрена зонная структура и характер межфазного взаимодействия в системе ферромагнитный MnSb — полупроводник GaSb р-типа. Проведённый анализ показал, что для носителей со спином down, которые являются основными носителями заряда в MnSb и определяют его проводимость, формируется омический контакт. Аналогичный подход применён для InSb, отличающихся шириной запрещённой зоны и работой выхода. В таблице 1 представлены основные параметры этих материалов, а также ожидаемые типы контактов для spin-down и spin-up носителей.

Таблица 1. Сравнение MnSb-A3B5 по зонной структуре

	raddinga i. Spaniemie ilinse 113B3 ne seimen erpjikij				
Полупровод-	Ширина за-	Pa-	Контакт по	Контакт по spin-	
ник	прещенной	бота	spin-down	up	
	зоны $E_g$ ,	вы-			
	эВ	хода			
		$\Phi_\Pi$ ,			
		эВ			
GaSb	~0.7	~4.7	Оммиче-	р-р (невыпрямля-	
			ский	ющий)	
InSb	~0.17	~4.6–	Оммиче-	р-р, возможное	
		4.8	ский / Шот-	вырождение	
			тки		

Как видно из таблицы: Для InSb из-за узкой зоны ( $E_g{\approx}0.17~{\rm sB}$ )

сохраняется омический контакт для spin-down, однако при слабом легировании возможен Шоттки-барьер.

#### Эксперимент

Были получены многослойные плёнки состава InSb–MnSb 40%-60% методом послойного напыления в вакууме. Плёнки осаждены на подложки из ситалла, кремния, сапфира, ориентацией (001).

Порядок напыления: Мn, Sb, In. Общая толщина плёнок составила  $\sim\!0.5\,$  мкм. Массы навесок были рассчитаны на основе уравнения Ленгмюра.

Отжиг при 400 °C в инерной среде аргона вызывает диффузию и формирование зернистой структуры. По данным РСМА выявлено фазовое разделение с локальным преобладанием Мп или In, что подтверждает образование композита из фаз InSb и MnSb (табл. 2).

1 аблица 2. Химический состав образцов до и после отжига						
Материал	До отжига	После отжига				
	пленки, ат. %	Фаза 1 (InSb),	Фаза 2			
		ат. %	(MnSb), ат. %			
Mn	36 ± 1	19	30			
In	24 ± 1	35	5			
Sb	$40 \pm 1$	47	65			

Таблина 2. Химический состав образнов до и после отжига

#### Заключение

В работе проведён теоретический и экспериментальный анализ формирования спин-поляризованных композитов на основе системы MnSb—InSb. Показано, что межфазные контакты MnSb с InSb имеют преимущественно омический характер для носителей со спином down, что согласуется с особенностями зонной структуры MnSb и узкой запрещённой зоной InSb.

Экспериментально синтезированы плёнки состава InSb–MnSb термическим отжигом. Химический состав исследован методом PCMA. Установлено, что отжиг при 400 °C инициирует процессы диффузии и приводит к формированию двухфазного композита InSb–MnSb с характерной зернистой структурой и близким к расчётному соотношением компонентов.

<sup>1.</sup> A.I. Ril', A.A. Bikteev, M. Jaloliddinzoda, S.F. Marenkin, Synthesis and physic-ochemical, electrical and magnetic properties of bulk and film samples of ferromagnetic MnSb (review), Russ. J. Inorg. Chem. 69 (2024) (In print).

<sup>2.</sup> Sartipi E., Hojabri A., Bouchani A., Shakib M.H. First Principles Study of Half-metallic Properties at MnSb/GaSb(001) Interface // Chinese Journal of Chemical Physics. – 2011. – Vol. 24. – P. 155–161.

#### Д.Н. БУРОВА, Н.В. ПОТЕХИНА

AO «НИИ НПО «ЛУЧ», г. Москва, Россия E-mail: BurovaDN@sialuch ru

# СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ СВОЙСТВ СТАЛЕЙ AISI316L И 05X14H15M3Ц ПОСЛЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ ПРИ 750 °C

Стали AISI316L и 05X14H15M3Ц относятся к с аустенитному классу. Стали аустенитного класса широко применяются в атомной промышленности, так как обладают оптимальным сочетанием жаропрочности, коррозионной стойкости и высокой пластичности, что позволяет изготавливать детали сложной формы. Однако, длительная эксплуатация деталей при повышенных температурах приводит к структурным изменениям, которые вызывают изменение механических и коррозионных свойств, а также появление и распространение дефектов.

В работе исследованы: химический состав и толщина оксидного слоя, микроструктура, фазовый состав и твердость сильфонов из сталей AISI316L и 05X14H15M3Ц после термического воздействия в течение 80 часов при температуре 750 °С в воздушной атмосфере.

Проведённые исследования показали, что в сталях AISI316L и 05X14H15M3Ц после термического воздействия при температуре 750 °C происходит полное растворение аустенитных двойников. По границам зерен сталей AISI316L и 05X14H15M3Ц после нагрева выделяются включения. Один из типов включений по границам зерен стали 05X14H15M3Ц обогащен цирконием. Для стали AISI316L характерны включения, в состав которых входит фосфор. Морфология и химический состав одного из типов включений, который характерен для обеих исследованных сталей, соответствует офазе, которая выделяется в аустенитных сталях при температуре 550-900 °C и приводит к охрупчиванию и межкристаллитной коррозии [1]. В сильфонах из сталей AISI316L и 05X14H15M3Ц выявлены трещины по границам зерен, которые являются следствием выделения офазы.

Термическое воздействие в воздушной атмосфере приводит к формированию оксидного слоя на поверхности детали. На сильфонах из сталей AISI316L и 05X14H15M3Ц формируется слоистый оксидный слой, внешняя зона которого состоит из оксидов железа, а внутренняя - из смешанных оксидов железа и хрома. Оксидный слой на стали 05X14H15M3Ц имеет большую толщину, чем на стали AISI316L, так как более высокое содержание хрома (16-18% и 13-15% в сталях AISI316L и 05X14H15M3Ц, соответственно) способствует формированию более стабильного и прочного слоя оксида хрома [2]. На границе раздела металл-окалина сталей AISI316L и 05X14H15M3Ц формируется слой, обогащенный никелем и молибденом, так как другие легирующие элементы имеют лучшее сродство с кислородом и переходят в окалину.

- 1. Kim, C.S. // Strength of materials, 2017, 263-271.
- 2. И.А. Сафонов. Разработка термодин. модели и исследование механизма формирования пассивной плёнки на сплавах железо-хром и никель-хром применительно к нержавеющим сталям в воде высоких параметров: автореф. дис. ... к. х. н: 05.17.03. (2011). 24 с.

#### Р.Е. ВОСКОБОЙНИКОВ $^{1,2}$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия E-mail: roman.voskoboynikov@gmail.com

#### МД МОДЕЛИРОВАНИЕ КАСКАДОВ СТОЛКНОВЕНИЙ В Fe-Cr СТАЛЯХ МАРТЕНСИТНО-ФЕРРИТНОГО КЛАССА

Низкая склонность к вакансионному распуханию мартенситно-ферритных (МФ) сталей с содержанием хрома 9-12 масс.% является основным классифицирующим фактором, определяющим выбор этого семейства материалов для изготовления элементов конструкций активных зон ядерных энергетических установок (ЯЭУ) на быстрых нейтронах с прогнозируемой накопленной дозой облучения до 200 сна в конце проектного срока службы [1]. В настоящее время основные усилия разработчиков направлены на создание нового поколения низкоактивируемых МФ сталей, обладающих высокой радиационной стойкостью и сохраняющих свои эксплуатационные свойства в операционных условиях активных зон ЯЭУ четвертого поколения вплоть до 250 сна [2].

Каскады столкновений — основной источник радиационных повреждений, возникающих в материалах под действием реакторного облучения. Каскады столкновений возникают в результате упругого рассеяния первично-выбитых атомов (ПВА) с энергией  $E_{\Pi BA} \gtrsim 1$  кэВ на атомах кристаллической структуры облучаемого материала. В силу того, что каскадная область смещений имеет линейные размеры  $\sim$ 5-30 нм и релаксирует за характерные времена  $\sim$ 2-20 пс, прямое экспериментальное наблюдение за первичным дефектообразованием в каскадах столкновений затруднительно.

На протяжении нескольких десятилетий моделирование методом молекулярной динамики (МД) успешно используется для исследования первичного радиационного дефектообразования в облучаемых материалах [3, 4]. Проводимые расчеты позволяют определить число пар Френкеля, долю вакансий и междоузлий в кластерах точечных дефектов, влияние дефектной структуры материала на радиационное дефектообразование, эффекты высокодозного облучения и т.п. Чтобы более детально разобраться в закономерностях первичного дефектообразования в МФ сталях, методом МД выполнили моделирование каскадов столкновений в модельном сплаве Fe-10ат.%Сг в объеме материала в широком интервале энергий ПВА 5 кэВ  $\leq E_{\Pi BA} \leq 25$  кэВ и температур облучения 100 К  $\leq T \leq$  1100 К. В качестве ПВА выбирали как атомы Fe, так и атомы Cr. Для каждого набора параметров ( $E_{\Pi BA}$ , T, тип ПВА) сгенерировали репрезентативную статистическую выборку из 24 каскадов столкновений, размер которой обосновали *а posteriori*. Всего смоделировали 1200 каскадов столкновений, получили

среднее число пар Френкеля  $N_{\rm FP}$  и определили среднее время релаксации каскадов столкновений в зависимости от ( $E_{\rm \Pi BA}$ , T, тип ПВА). При высоких энергиях ПВА/ низких температурах каскадная область смещений в МФ сталях распадается на субкаскады, расположенные вдоль траекторий высокоэнергетичных атомов отдачи, а время релаксации не зависит от  $E_{\rm \Pi BA}$ . При низких энергиях ПВА/ высоких температурах доминируют каскады столкновений равноосной формы, а время их релаксации монотонно растет с увеличением  $E_{\rm \Pi BA}$ .

Выполнили статистическую обработка результатов моделирования первичного дефектообразования в каскадах смещений в МФ сталях. Определили доли вакансий  $\varepsilon_v$  и междоузельных атомов  $\varepsilon_i$  в кластерах точечных дефектов, образованных в индивидуальных каскадах, и их средние значения  $\langle \varepsilon_v \rangle$  и  $\langle \varepsilon_i \rangle$ , средние размеры вакансионных  $\langle N_{vac} \rangle$  и междоузельных  $\langle N_{SIA} \rangle$  кластеров и среднее число вакансионных  $\langle Y_{vac} \rangle$  и междоузельных  $\langle Y_{SIA} \rangle$  кластеров на каскад. Предложили физические механизмы, определяющие зависимость  $\langle \varepsilon_v \rangle$ ,  $\langle \varepsilon_i \rangle$ ,  $\langle N_{vac} \rangle$ ,  $\langle N_{SIA} \rangle$ ,  $\langle Y_{vac} \rangle$  и  $\langle Y_{SIA} \rangle$  от параметров  $\langle E_{\Pi BA}, T,$  тип ПВА).

Работа выполнена с использованием ресурсов и оборудования высокопроизводительного вычислительного центра НИЯУ МИФИ и центра коллективного пользования «Комплекс моделирования и обработки данных исследовательских установок мега-класса» НИЦ «Курчатовский институт», http://ckp.nrcki.ru/.

- 1. Little E.A., Stow D.A., Void-swelling in irons and ferritic steels: II. An experimental survey of materials irradiated in a fast reactor// Journal of Nuclear Materials. 1979. V. 87:1. P. 25-39.
- 2. Hashimoto N., Kasada R., Raj B., Vijaya-lakshmi M., 3.05 Radiation Effects in Ferritic Steels and Advanced Ferritic-Martensitic Steels// Konings R. J.M., Stoller R. E. Eds. Comprehensive Nuclear Materials (Second Edition)// Elsevier. 2020. P. 226-254.
- 3. Cai W., Li J., Uberuaga B.P., Yip S. 1.18 Molecular Dynamics // Comprehensive Nuclear Materials (Second Edition). Elsevier, Amsterdam. 2020. V. 1. P. 573-594.
- 4. Stoller R.E., Zarkadoula E. 1.20 Primary Radiation Damage Formation in Solids // Comprehensive Nuclear Materials (Second Edition). Elsevier, Amsterdam. 2020. V. 1. P. 620-662.

#### Р.Е. ВОСКОБОЙНИКОВ $^{1,2}$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» <sup>2</sup>НИЦ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия E-mail: roman.voskoboynikov@gmail.com

# МОДЕЛИРОВАНИЕ ПЕРВИЧНОГО ДЕФЕКТООБРАЗОВАНИЯ В КАСКАДАХ СТОЛКНОВЕНИЙ В КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЯХ

Коррозионностойкие аустенитные хромоникелевые стали широко используются для изготовления оболочек твэлов и внутрикорпусных устройств в быстрых реакторах с жидкометаллическим (натриевым) теплоносителем, водо-водяных исследовательских реакторах, легководных и тяжеловодных водо-водяных энергетических реакторах. Эти универсальные стали также рассматривались и применялись в качестве конструкционных материалов в реакторах-размножителях (бридерах) и термоядерных реакторах с магнитным удержанием плазмы. Для реакторов, рассчитанных на более высокие температуры и/или высокие уровни накопленной дозы облучения, разработаны модифицированные версии стандартных коммерческих коррозионностойких аустенитных сталей, обеспечивающие улучшенные эксплуатационные характеристики и повышенную радиационную стойкость.

Аустенитные нержавеющие стали, используемые в различных типах ядерных реакторов, даже без нейтронного облучения должны выдерживать исключительно напряжённые и сложные условия эксплуатации. В дополнение к длительному воздействию статических и динамических нагрузок, высоких температур и коррозионных/ химически активных сред облучение быстрыми нейтронами сдвигает эволюцию структурно-фазового состояния аустенитных сталей в область неравновесной термодинамики, включающей в себя образование характерных для реакторного облучения микроструктур и радиационно-индуцированных фазовых превращений, обусловленных диффузионными процессами, происходящими только во время облучения. Результатом таких изменений часто является формирование неравновесной микроструктуры, отсутствующей на термодинамически равновесной диаграмме состояния аустенитной стали.

Первоприрчиной радиационно-стимулированных и радиационно-индуцированных процессов, происходящих в сталях и сплавах под действием реакторного облучения, является упругое рассеяние быстрых нейтронов на атомах облучаемого материала, в результате которого атомам мишени передается часть энергии нейтронов. Если атом отдачи получает энергию, превышающую несколько десятков эВ, он смещается из своего равновесного положения в узле кристаллической решетки. Такие изолированные смещения атомов происходят в результате взаимодействия низкоэнергетичных нейтронов или скользящего рассеяния быстрых нейтронов. Однако чаще вследствие упругого взаимодействия быстрых нейтронов с атомами материала последним передается энергия  $\sim 1$  кэВ и выше, и в результате возникает локализованный каскад столкновений, происходящих при рассеянии первичных, вторичных и т.д. атомов отдачи на атомах мишени.

Каскады столкновений — основной источник радиационных повреждений, возникающих в аустенитных сталях под действием реакторного облучения. Малые характерные времена и линейные размеры дефектообразования в каскадах смещений практически исключают использование экспериментальных методов исследования. Для изучения этого процесса лучше всего подходит компьютерное моделирование методом молекулярной динамики (МД), который уже используется для исследования радиационного дефектообразования в облучаемых конструкционных и функциональных материалах на протяжении нескольких десятилетий.

Методом МД смоделирован процесс радиационного дефектообразования в каскадах столкновений, инициированных первично выбитыми атомами (ПВА) Сг, Fe и/или Ni с энергией  $E_{\rm IIBA} = 5, 10, 15, 20$  и 25 кэВ в аустенитной стали типа X18H10 (аналог AISI type 304) при температурах T = 100, 300, 600, 900 и 1200 К. Чтобы обеспечить статистическую репрезентативность и достоверность результатов, для каждого набора параметров ( $E_{\Pi BA}$ , T, тип  $\Pi BA$ ) смоделирована серия из 24 каскадов. В результате проведенного анализа данных МД моделирования 1800 каскадов определили число пар Френкеля  $N_{\rm FP}$ , долю вакансий  $\sigma_{\rm vac}$  и междоузельных атомов (SIA)  $\sigma_{SIA}$  в кластерах точечных дефектов, средний размер вакансионных  $\langle N_{\rm vac} \rangle$  и междоузельных  $\langle N_{\rm SIA} \rangle$  кластеров и среднее число вакансионных  $\langle Y_{\text{vac}} \rangle$  и междоузельных  $\langle Y_{\text{SIA}} \rangle$  кластеров, образованных в каскадах столкновений, как функцию энергии ПВА, температуры моделирования и типа  $\Pi \mathrm{BA}$  ( $E_{\Pi \mathrm{BA}}$ , T, тип  $\Pi \mathrm{BA}$ ). Величины  $\langle \sigma_{\mathrm{vac}} \rangle$  и  $\langle \sigma_{\mathrm{SIA}} \rangle$  демонстрируют идентичную функциональную зависимость от  $E_{\Pi \mathrm{BA}}$ . При этом  $\langle \sigma_{\mathrm{vac}} \rangle$  повторяет зависимость  $\langle Y_{\text{vac}} \rangle$ , тогда как  $\langle \sigma_{\text{SIA}} \rangle$  определяется  $\langle N_{\text{SIA}} \rangle$ . Значение  $\langle N_{\text{vac}} \rangle$  зависит от температуры облучения и термической устойчивости вакансионных кластеров. Число  $\langle Y_{\rm SIA} \rangle$  пропорционально  $\langle N_{\rm FP} \rangle$ , а значит, и  $E_{\rm \Pi BA}$  во всем диапазоне энергий ПВА.

Работа выполнена с использованием ресурсов и оборудования высокопроизводительного вычислительного центра НИЯУ МИФИ и центра коллективного пользования «Комплекс моделирования и обработки данных исследовательских установок мега-класса» НИЦ «Курчатовский институт», <a href="http://ckp.nrcki.ru/">http://ckp.nrcki.ru/</a>.

#### <u>А. П. ДМИТРИЕВА<sup>1</sup>, М. Э. БУЗОВЕРЯ<sup>1,2</sup>, М. И. ТКАЧЕНКО<sup>2</sup></u>

<sup>1</sup> Саровский физико-технический институт - филиал НИЯУ МИФИ г. Саров, Россия

<sup>2</sup> Российский федеральный ядерный центр, Всероссийский научно-исследовательский институт экспериментальной физики, г. Саров, Россия

E

n

## АТОМНО-СИЛОВАЯ МИКР@СКОПИЯ В СТРУКТУРНОЙ ДИАГНОСТИКЕ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6, ИЗГОТОВ-ЛЕННОГО ПОСЛОЙНЫМ СПЛАВЛЕНИЕМ

Несмотря на известные общие закономерности формирования титановых сплавов результаты 3D-печати полуфабриката определяются конкретной стратегией синтеза и типом оборудования. Отработка технологии воспроизводимого синтеза титанового сплава ВТ6 является индивидуальной задачей для установок конкретного типа и требует детального учета факторов, определяющих достижимые параметры сплава. При послойном росте образца может происходить спонтанное зарождение мелкомасштабных кристаллов, планарных дефектов, дислокаций, пор, несплавлений и др., линейные масштабы которых составляют единицы-десятки микрометров [1]. В этой связи весьма актуальным является применение современных высокоразрешающих методов характеризации сплава.

Одним из современных методов исследования, обладающим высоким разрешением, является сканирующая за микроскопия. К ней относится сканирующая туннельная микроскопия и атомно-силовая микроскопия (АСМ). Ранее методом АСМ были исследованы образцы стали 12X18H10T, полученные селективным лазерным сплавлением [2]. Отработан комплекс взаимодополняющих АСМ методик для диагностики структурно-фазового состояния стали. Выявлена разница в отклике материала на воздействие.

Цель работы – исследование диагностических возможностей ACM в оценке структурно-фазового состояния образцов титанового сплава BT6, полученного методом послойного сплавления.

Исследования сплава проводились на сканирующем зондовом микроскопе Solver Next производства HT МДТ г. Зеленоград в полуконтактном режиме.

В ходе работы выбраны методики АСМ и отработаны режимы получения представительных АСМ-изображений поверхности образцов ВТ6, полученного по 3D-технологии, до и после термообработки. Измерены морфологические параметры и микромеханические характеристики. Установ-

лено, что после термообработки повышается пластичность сплава. Показана возможность определения  $\beta$ -фазы. Результаты ACM сопоставлялись с данными рентгенофазового анализа.

- 1. Т. И. Назарова, В. М. Имаев и др. МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НА РАСТЯЖЕНИЕ СПЛАВА ВТ6, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОДОМ СЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ // ИЗАЕСТИЯ ВЫСШИХ УЧЕБНЫХ ЗАВЕДЕНИЙ т. 58, № 6 2015
- 2. Дмитриева А. П., Бузоверя М. Э. Многопараметрическая АСМ в оценке структурно- фазового состояния стали после динамического нагружения // Сборник тезисов докладов Международной конференции Нижегородского Фестиваля науки 2024. 2024. 20-21

#### Г.Н. ЕЛМАНОВ, П.С. ДЖУМАЕВ

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: gnelmanov@mephi.ru

#### ОСОБЕННОСТИ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА ДИФФУЗИИ БОРА В НИКЕЛЕ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ДИФФУЗИОННОЙ ПАЙКИ

Моделирование процесса изотермической диффузионной пайки припоями, содержащими бор, требует знания коэффициента диффузии D этого элемента. Часто для этого используют данные по зарастанию паянного шва [1-4]. На рисунке 1 приведены результаты определения D бора в чистом никеле и некоторых сплавов с ГЦК структурой, полученные путем обработки данных по росту слоя твердого раствора на основе Ni с использованием различных математических моделей. В большинстве случаев величины D определялись при температурах  $1050-1120\,^{\circ}\mathrm{C}$  для припоя системы Ni-Si-B (BNi-2). В настоящем исследовании использовался аналог сплава BNi-2 — СТЕМЕТ-1301A, который загружался снаружи клиновидного зазора. Температура пайки составляла 1050 и  $1120\,^{\circ}\mathrm{C}$ , время выдержки 15 и 30 минут, скорость нагрева  $25\,^{\circ}\mathrm{C}$ /мин. Определялась критическая толщина зазора  $h_{\rm K}$ , при которой в шве формируется только слой твердого раствора на основе Ni.

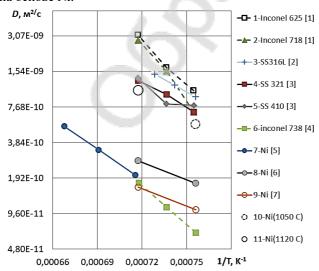


Рисунок 1.—Зависимости коэффициента диффузии бора от температуры в чистом никеле и сплавах с ГЦК структурой. Большие круглые точки—данные настоящей работы. Для описания диффузионной пайки, основанная на расчете диффузии из ограниченного источника бора (слоя расплава) использовалось соотношение  $\sqrt{D \tau} = \frac{h}{4erf^{-1}(C_{B(\text{пред. B }Ni)}/C_{B(\text{в припое})}}$  [1, 3]. Глубина диффузии и коэф-

фициент диффузии оценивались по формуле  $\sqrt{D\tau}$  =  $\cong 23h_{\rm K}$ . Микроструктуры швов, полученные при разных температурах, радикально различались: при 1120 °C происходило оплавление границ зерен (на глубине до нескольких сотен мкм) с образованием эвтектики Ni-Ni<sub>3</sub>B или тонкого слоя Ni<sub>3</sub>B (рисунок 2), при 1050 °C в основном металле формировался боридный слой Ni<sub>3</sub>B (рисунок 3).

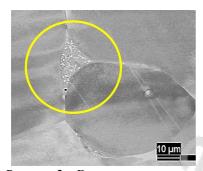


Рисунок 2 — Выделение эвтектики в Ni при пайке при 1120 °C на расстоянии 0,2 мм от паянного шва.

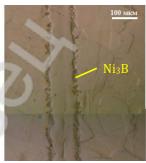


Рисунок 3 – Зарастание клиновидного шва при пайке при 1050 °C.

Значительная зернограничная диффузия бора и оплавление границ зерен должна приводить к насыщению Ni бором до предела растворимости достаточного толстого слоя Ni. Это приводит к существенному завышению эффективного коэффициента диффузии по сравнению с данными, полученными с учетом зернограничной диффузии (кривая 7) и методом авторадиографии (кривые 8 и 9). Было показано, что на образование слоя Ni<sub>3</sub>B из расплава уходит треть бора, что объясняет пониженный коэффициент диффузии по сравнению с D в сплавах (кривые 1-5), в которых не учитывалось образование боридов.

- 1. Arafin M.A. et al. // Materials Science and Engineering. 2007. Vol.447. P. 131-132.
- 2. Liu Z.P. et al. // Science Direct. 2015. P. 497-508.
- 3. Arafin M.A. et al. //. Materials Chemistry and Physics. 2007. Vol.106. P. 115-116.
- 4. O.A. Ojo, et al. // J. Sci. and Technology of Welding & Joining, 2004, 9(6), P.532-540.
- 5. Ramirez J. E. et al. // Supplement to the welding journal. 1992. P. 365-376
- 6. Y Y. Chu et al. // Acta Metall Mater. 27, 8303 (1991)
- 7. W. Wang et al. // Acta Metall Mater. 43, 1693 (1995)

## <u>А.С. ЖАРМУХАМБЕТОВ $^{1,a}$ ,</u> И.А.ИВАНОВ $^{1}$ , Л.В. ПАЛАТКИНА $^{1,\,b}$ , ЮДИН А.В. $^{1}$ , РУДАКОВ А.А. $^{1}$

AO «НПО «ЦНИИТМАШ», г. Москва, РФ. <sup>a</sup> alps98@mail.ru; <sup>b</sup> lv.palatkina@yandex.ru

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СТАЛИ МАРТЕНСИТНОГО КЛАССА FE-13CR-5NI-NB

В работе представлены результаты исследования возможности применения аддитивных технологий для производства деталей из коррозионностойкой стали мартенситного класса типа Fe-13Cr-5Ni, легированной Мо и микролегированной Nb, Ti, V. В качестве альтернативы традиционным методам изготовления была предпринята попытка получения образцов методом селективного лазерного сплавления (СЛС) с использованием отечественной металлопорошковой композиции (МПК) ПС-X15H5Д4Б (ООО «Гранком»). На участке аддитивных технологий АО «НПО «ЦНИИТМАШ» проведен входной контроль МПК, на установке MeltMaster<sup>3D</sup>-550 (АО «НПО «ЦНИИТМАШ») проведены тестовые печати для разработки оптимальных режимов с целью расширить области применения данной группы сталей в тяжелых условиях эксплуатации. Однако, металлографический анализ полученных СЛС-образцов выявил интересную особенность – слоистость и аномальные «белые» зоны.

Для сравнительного анализа были исследованы литые детали-представители, затвердевающие по механизму дендритной кристаллизации и послойного затвердевания междендритной жидкости. Смена механизмов роста и наличие большого количества поверхностноактивных элементов приводит к химической неоднородности между дендритными кристаллами и междендритными пространствами. Также было зафиксировано расслоение расплава в интервале затвердевания между ликвидусом и солидусом, является причиной снижения технологических и эксплуатационных свойств отливок.

Аналогичные недостатки были выявлены при исследовании деформированных заготовок. Структурная полосчатость, унаследованная от исходной литой макроструктуры (явление металлургической наследственности), приводит к расслоению при ковке и последующему трещинообразованию на этапе окончательной термообработки. Этот эффект также обусловлен исходной ликвацией элементов и их индивидуальным характером распределения.

Таким образом утверждение метода СЛС в качестве альтернативы литью и ковке для ответственных применений в кораблестроении и атомной промышленности требуется дополнительное изучение природы выявленных неоднородностей и установление контроля над процессом их формирования.

#### К.В. ЗОЛОДУЕВ, М.В. КРАВЦОВА, А.С. ЦАПЛЕВА

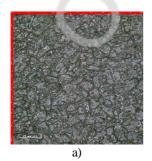
AO Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов (AO «ВНИИНМ»), г. Москва, Россия. E-mail: kvzoloduev@bochvar.ru

#### ИССЛЕДОВАНИЕ СПЛАВОВ Zr-Y, ПОЛУЧЕННЫХ РАЗ-ЛИЧНЫМИ МЕТОДАМИ

Сплав на основе Zr—Y необходим для получения соединений на основе диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия (YSZ), в которых оксид иттрия фиксирует тетрагональную фазу ZrO<sub>2</sub>. YSZ широко применяют в качестве термобарьерных покрытий на лопатках газотурбин, работающих при высоких температурах в окислительной среде и при циклических термонагрузках. Кроме того, YSZ (обычно ZrO<sub>2</sub>–6% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) служит буферным слоем в ленточных высокотемпературных сверхпроводниках второго поколения: он обеспечивает биаксиальную кубическую структуру, необходимую для формирования в пленках YBa<sub>2</sub>Cu<sub>3</sub>O<sub>7-х</sub> малоугловых границ и достижения высокой плотности критического тока. Сочетание структурной стабильности, механической прочности, низкой теплопроводности и ионной проводимости позволяет использовать систему ZrO<sub>2</sub>—Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> в качестве высокотемпературных покрытий топливных элементов и архитектуры сверхпроводящих лент [1, 2].

Для исследования были выплавлены слитки сплава на основе Zr, легированные 15 % мас. Y, методом вакуумной дуговой гарнисажной плавки нерасходуемым электродом (ВДГПНЭ) и дуплекс- процессом: ВДГПНЭ с последующей вакуумной дуговой плавкой (ВДП).

Из полученных слитков были изготовлены образцы для металлографического и химического анализов, проведены исследования микроструктуры и твердости.



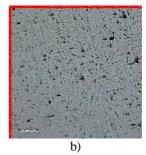


Рисунок 1 – Микроструктуры сплава Zr–Y: ВДГПНЭ + ВДП (a); ВДГПНЭ (b).

Согласно фазовой диаграмме системы Zr–Y (рисунок 2) каждый из составляющих сплав металлов имеет  $\alpha$  ( $\alpha$ -Zr,  $\alpha$ -Y) и  $\beta$  ( $\beta$ -Zr,  $\beta$ -Y) фазы, которые при появлении в сплаве могут повлиять на образование кристаллической решётки конкретного типа и повлечь за собой изменение свойств. Исходя из этого, проведена термическая обработка (TO) сплавов по выбранным температурным режимам и проведено исследование структуры и твердости образцов до и после TO.

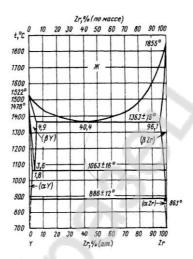


Рисунок 2 – Фазовая диаграмма системы Y-Zr [3].

Установлено, что после термообработки при температуре 1080°C твердость по Бринеллю снижается на 30-40 НВ на образцах от обоих типов слитков, распределение иттрия становится более равномерным, средний размер зерна меняется незначительно.

Полученные данные будут использованы при изготовлении металлических мишеней из сплава Zr-Y.

- 1. Филатов, М. С. Влияние структурно-морфологической организации покрытий на основе ZrO2 на теплопроводность и механические свойства: автореферат дис. ... кандидата физико-математических наук: 01.04.07 / Филатов Максим Сергеевич; -Воронеж. 2019. 22 с.
- 2. Götsch, T., Wallisch, W., Stöger-Pollach, M., Klötzer, B., & Penner, S. (2016). From zirconia to yttria: Sampling the YSZ phase diagram using sputter-deposited thin films. AIP Advances, 6(2).
- 3. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник: В 3 т.: Т. 3. Кн. 2 / Под общ. ред. Н. П. Лякишева. М.: Машиностроение, 2000. 448 с.

## B. C. КАЛАШНИКОВ<sup>1</sup>, В.В. КОЛЕДОВ<sup>1</sup>, А.В. НЕСОЛЕНОВ<sup>1</sup>, И.И. МУСАБИРОВ<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, г. Москва, Россия

E-mail: vladimir.kalashnikovs@gmail.com

#### ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ (ТЕРМОМЕХАНИ-ЧЕСКИХ) СВОЙСТВ СПЛАВОВ С ЭПФ В УСЛОВИЯХ ПРОИЗ-ВОДСТВА МЕХАНИЧЕСКОЙ РАБОТЫ

Наиболее известными материалами с эффектом памяти формы (ЭПФ) являются сплавы системы Ni-Ti, обладающие высокой прочностью и технологичностью. Ранее в работах [1-4], посвящённых измерению зависимостей обратимой деформации и температур превращения от индуцированного постоянного изгибающего напряжения, были определены термомеханические свойства полуфабрикатов из сплавов с ЭПФ. В настоящем докладе рассмотрены вопросы исследования термоупругих фазовых превращений в сплавах с ЭПФ систем NiTi и NiMnGa, в том числе исследования в этих сплавах малоцикловой функциональной усталости в условиях производства работы самими образцами [1-4].

Представлена в качестве предлагаемого инструмента исследования установка, которая позволяет измерять зависимость деформации ε от температуры Т и нагрузки на образец σ в широком диапазоне температур (от – 130 до +300 С), деформаций (от 0 до 20%) и напряжений (от 0 до 2000 МПа) и предоставляет возможность проведения длительных испытаний. Варианты ее исполнения представлены в работах [1, 3]

В докладе показано, что благодаря разработанной установке и методике оптимальным методом исследования термоупругих превращений. в сплавах с ЭПФ является метод измерения деформаций образцах в условиях термоциклиования и действия внешней нагружающей постоянной силы. На рисунке 1 показан пример зависимости деформации от температуры и нагрузки для сплавов системы NiTi, и NiMnGa.

Разработанная установка позволяет также определять усталостные свойства сплавов системы Ni-Ti и NiMnGa. В испытаниях на «функциональную усталость», т.е. деградацию обратимой деформации под постоянно приложенной силой оценивалось снижение обратимой деформации от количества термоциклов. Кривые усталости для сплавов системы Ni-Ti и сплава системы Ni-Mn-Ga представлены на рисунке 2.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, г. Уфа, Россия

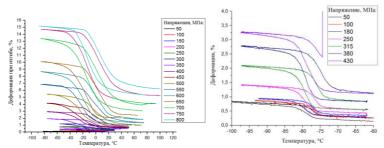


Рисунок 1a. Зависимость изгибной деформации от температуры и нагрузки для сплавов систем NiTi (слева) и NiMnGa (справа).

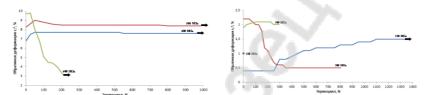


Рисунок 2. Сопоставление результатов в условиях термоциклирования под постоянной нагрузкой образцов сплавов систем NiTi (слева) и NiMnGa (справа). Г. Черная стрелка на представленных графиках означает, что образец был снят не достигнув разрушения.

Работа выполнена при поддержке государственного задания ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН.

- 1. В.С. Калашников, В.В. Коледов, Д.С. Кучин [и др.] Установка для определения термомеханических свойств микропроволок из сплавов с эффектом памяти формы // Приборы и техника эксперимента, 2022, № 1, стр. 139-142.
- 2. Калашников В.С., Андреев В.А., Коледов В.В. [и др.] Функциональные характеристики и фазовые превращения в прутковых полуфабрикатах из сплавов Ni-Ti с эффектом памяти формы // Металловедение и термическая обработка металлов. 2019. № 8 (770). С. 45-51.
- 3. Калашников В.С., Коледов В.В., Кучин Д.С., Петров А.В., Шавров В.Г., Быбик М.С., Несоленов А.В. Установка для определения термомеханических свойств микропроволок из сплавов с эффектом памяти формы // Приборы и техника эксперимента. 2022. № 1. С. 139–142..
- 4. Калашников В.С., Мусабиров И.И., Коледов В.В. [и др.] Функциональная усталость сплавов с эффектом памяти формы систем Ni-Mn-Ga и Ni-Ti в условиях термоциклирования под постоянной нагрузкой // Журнал технической физики. 2020. Т. 90. № 4. С. 603-608.

## <u>А.П. КАМАНЦЕВ<sup>1,2</sup></u>, В.В. КОЛЕДОВ<sup>1</sup>, Ю.С. КОШКИДЬКО<sup>1</sup>, А.В. МАШИРОВ<sup>1</sup>, Р.А. САФОНОВ<sup>2</sup>, О.Е. КОВАЛЁВ<sup>2</sup>, И.Ф. ГРИБАНОВ<sup>2</sup>, А.В. ГОЛОВЧАН<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН, г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, г. Донецк, Россия E-mail: kaman4@gmail.com

#### МАГНИТНЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ СПЛАВОВ ГЕЙСЛЕРА

На сегодняшний день актуальным является поиск дешевых магнитных функциональных материалов — не содержащих редкоземельных металлов, но показывающих значительный магнитокалорический эффект (МКЭ) и обратимый магнитный эффект памяти формы (МЭПФ) в магнитных полях до 2 Тл. Особого нимания заслуживают сплавы Гейслера на основе 3d-металлов системы Ni-Co-Mn-Ti. В них наблюдается как прямой МКЭ в области точки Кюри, так и обратный МКЭ и МЭПФ в области магнитоструктурного фазового перехода (ФП) 1-го рода из мартенситной фазы (МФ) в аустенитную (АФ). Методика спинингования расплава показала свою эффективность в процессе синтеза различного рода кристаллических материалов с МКЭ. Слиток  $Ni_{37}Co_{13}Mn_{35}Ti_{15}$  готовился методом дуговой плавки из материалов высокой чистоты в среде аргона, затем, расплавлялся индукционным способом и разливался на колесо с линейной скоростью 15-40 м/с.

Магнитные свойства полученных лент измерялись на маятниковом магнитометре типа Доменикали в постоянных магнитных полях до 0,94 Тл. Кривые намагничивания показывают, что при T=85 К достаточно приложить поле  $\approx 1$  Тл для индуцирования полного ФП из слабомагнитной МФ в ферромагнитную  $A\Phi$ , что показывает практическую применимость полученных лент для МЭПФ [1].

Методом магнетронного напыления получены тонкие пленки на основе сплавов Гейслера Ni-Mn-In и Ni-Mn-Sn-Co, далее методом селективного ионного травления получены микроламели и микрокантилеверы. Методом просвечивающей электронной микроскопии в температурном диапазоне 90-350 К наблюдалось влияние размерного эффекта на магнитоструктурный и метамагнитоструктурный ФП. При уменьшении толщины образца до десятков нанометров было показано уменьшение характерных температур метамагнитоструткутного ФП в сплаве Гейслера Ni-Mn-In.

На основе ферромагнитного сплава Гейслера семейства Ni-Mn-Ga-Cu были созданы прототипы магнитоуправляемого микропинцета. Был проде-

монстрирован эффект памяти формы при тепловом воздействии и воздействии сильного магнитного поля до  $10~\mathrm{Tn}$  в микроразмерном образце ферромагнитного сплава Гейслера  $\mathrm{Ni}_{50}\mathrm{Mn}_{18.5}\mathrm{Ga}_{25}\mathrm{Cu}_{6.5}$  с габаритными размерами не более  $30\times1.6\times2$  мкм в виде микрокантилевера, который явился прототипом магнитоуправляемого микропинцета [2]. Прототип магнитоуправляемого микропинцета способен функционировать при постоянной комнатной температуре за счет изменения магнитного поля, не разрушая объекты исследования.

- 1. Kalimullina E., Kamantsev A., Koledov V., Shavrov V., Nizhankovskii V., Irzhak A., Ari-Gur P. Magnetic shape memory microactuator. Physica status solidi (C). 2014. Vol. 11(5-6). P. 1023-1025.
- 2. Mashirov A.V., Irzhak A.V., Tabachkova N.Yu., Milovich F.O., Kamantsev A.P., Zhao D., Liu J., Kolesnikova V.G., Rodionova V.V., Koledov V.V. Magnetostructural phase transition in micro- and nanosize Ni-Mn-Ga-Cu alloys. IEEE Magnetics Letters. 2019. Vol.10. P. 6107404.

### 

<sup>1</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН, г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт Проблем Сверхпластичности Металлов РАН, Уфа, Россия <sup>3</sup> Институт физики им. Х.И. Амирханова ДФИЦ РАН, Махачкала, Россия

<sup>4</sup> "Челябинский государственный университет", Челябинск, Россия E-mail: interceptor1986@mail.ru

# ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ МЕТОДИКА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КИНЕТИКИ В МАГНИТОКАЛОРИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ

Изучение магнитокалорического эффекта (МКЭ) в твердых телах под воздействием сильных переменных полей признано перспективным для создания новой технологии эффективных твердотельных холодильников. Наибольший интерес вызывают материалы, обладающие «гигантским» МКЭ со связанными магнитоструктурными ФП. Уравнения состояния материала вблизи ФП имеют аномалии, описывающие МКЭ. В работе [1] в ряде перспективных магнитокалорических материалов со связанными ФП обнаружен эффект резкой зависимости МКЭ от частоты переменного сильного магнитного поля. Вопрос об адекватной интерпретации этого эффекта остается актуальным.

Цель настоящей работы заключается в экспериментальном и теоретическом изучении зависимостей температуры и намагниченности от времени на примерах гадолиния и сплава Гейслера  $Ni_{50,5}Mn_{33,4}In_{15,6}V_{0,5}$  с магнитоструктурным  $\Phi\Pi$  в нестационарных магнитных полях порядка 1 Тл.

Для исследования кинетики МКЭ использована методика, описанная в [1,2]. Были сняты временные зависимости намагниченности образца при различных магнитных полях H (см. рисунок 1).

Для теоретического анализа кинетики  $\Phi\Pi$  в точке Кюри используются уравнения Ландау-Халатникова:

$$\frac{d\eta}{dt} = -\gamma \left(\frac{dF}{d\eta}\right) \tag{1}$$

где  $\eta$  — параметры порядка  $\varepsilon$  и M, где  $\varepsilon$  - относительная деформация, M - намагниченность образца,  $\gamma$  — положительный коэффициент.

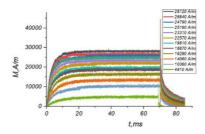


Рисунок 1 Экспериментальные временные зависимости намагниченности образца при различных магнитных полях H

Для изучения термодинамических свойств образцов при ФП первого и второго рода используем разложение термодинамического потенциала Ландау до четвертого порядка по намагниченности и деформации:

$$F(\varepsilon, M) = \frac{1}{2} a \varepsilon^2 + \frac{1}{3} b \varepsilon^3 + \frac{1}{4} c \varepsilon^4 + \frac{1}{2} \alpha M^2 + \frac{1}{4} \beta M^4 + \frac{1}{2} N M^2 + \frac{1}{2} B_0 \varepsilon^2 M^2 - M$$
(4)

Для примера на рисунке 2 изображены графики зависимости намагниченности от времени в гадолинии при включении и отключении магнитного поля в точке Кюри и теоретическая модель.

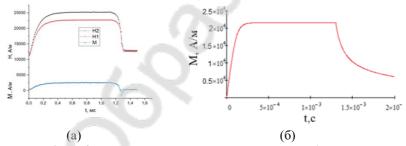


Рисунок 2 Графики зависимости магнитной M(t) b Y(t) для чистого гадолиния в точке Кюри, Tc = 290,5 К. (а) эксперимент, (б) модель.

Таким образом, получив значения  $\gamma$ , так как размерность  $[\gamma] = c^{-1}$ , то есть частота, показывающая оценку снизу для максимальной скорости  $\Phi\Pi$  второго рода в гадолинии.

[1] Aliev, A. M., Batdalov, A. B., Khanov, L. N., Koledov, V. V., Shavrov, V. G., Tereshina, I. S., & Taskaev, S. V. (2016). Magnetocaloric effect in some magnetic materials in alternating magnetic fields up to 22 Hz. Journal of Alloys and Compounds, 676, 601-605.

[2] Шавров, В.Г., Карпухин, Д.А., Кузнецов, Д.Д., Морозов, Е.В., Коледов, В.В., Кошкидько, Ю.С., ... и Таскаев, СВ. (2024). Фазовые превращения и магнитокалорический эффект в сплавах Гейслера семейства  $Ni_{51}$ –х  $Mn_{33.4}In_{15.6}V_x$ . Физика металлов и металловедение , 125 (14), 1927-1934.

#### И.М. КЛЕЩЕВ, В.А. БОРОДИН

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: <u>btankivan@gmail.com</u>

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЗМА ОБРАЗОВАНИЯ ЗАРОДЫ-ШЕЙ ПУЗЫРЬКОВ Хе В ДИОКСИДЕ УРАНА

Одним из основных газообразных продуктов деления урана в диоксиде урана при работе ядерного реактора является ксенон. Накопление ксенона как в объеме UO<sub>2</sub>, так и на границах зерен может приводить к распуханию топливного материала и ухудшению его механических свойств. Цель работы заключалась в определении закономерностей агломерации атомов Xe в кластеры различного объема (до 13 атомов Xe) с помощью численного моделирования методом молекулярной динамики. Расчеты проводились с использованием кода LAMMPS и потенциала межатомного взаимодействия из работы [1].

Ранее было показано, что двух- и трехатомные кластеры межузельных атомов Хе могут инициировать образование вакансии на катионной подрешетке за счет эмиссии межузельных атомов урана из кластера. В данной работе проводился модельный отжиг в широком интервале температур (до 3500 К) для более крупных кластеров. Кластеризация четырех атомов Хе сопровождалась образованием в составе кластера уже двух вакансий урана при температуре 1500 К. Увеличение объема кластера до 6 атомов не приводило к изменению температуры образования вакансий, а соотношение числа газовых атомов к количеству вакансий в кластере составляло ~2:1. Для более крупных кластеров динамическое поведение значительно меняется. Эмиссия первого межузельного атома из кластера происходила спонтанно уже при температурах близких к 0 К, а с повышением температуры соотношение числа атомов ксенона к вакансиям приближалось к 1:1. При этом газовые атомы достаточно свободно мигрировали в пределах вакансионного объема, так что такие газовакансионные кластеры можно считать зародышами газовых пор в UO<sub>2</sub>.

За время модельного отжига наблюдалось движение центра масс малых газовакансионных кластеров, что может обеспечивать рост пузырьков не только за счет диффузии одиночных межузлий Хе, но и за счет коагуляции самих кластеров.

1. Cooper, M. W. D., Kuganathan, N., Burr, P. A., et al. Development of Xe and Kr empirical potentials for  $CeO_2$ ,  $ThO_2$ ,  $UO_2$  and  $PuO_2$ , combining DFT with high temperature MD. // J. Phys.: Condensed Matter. -2016. -V. 28. -p. 405401.

### <u>В.Ю. КОНЮХОВ</u>, Н.А. ЩЕРБИНА, И.В.СОРОКА, О.А. НАГОВИ-ЦЫНА

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Е

m

# ОБРАЩЕННАЯ ГАЗОВАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ КАК МЕТОД ИССЛЕДОВАНИЯ АДСОРБЦИОННЫХ СВОЙСТВ И ГИД-РОФИЛЬНОСТИ НАНОАЛМАЗОВ С ХИМИЧЕСКИ МОДИФИЦИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ

0

Обращенная газовая хроматография — один из неаналитических хроматографических методов исслежования свойств материалов. В нем предметом исследования служит нео анализируемая смесь, а сама неподвижная фаза в совокупности с подажаемым в систему адсорбатом. Из зависимости приведенного удельного объема удерживания от температуры можно определить дифференциально-молярные изостерические теплоты адсорбции в системе адсорбат — адсорбент при максимальной концентрации адсорбата в газовой фазе. Каждый пик адсорбата на хроматограмме может служить основой для получений изотермы адсорбции при заданной температуре. Из изотерм адсорбции, полученных при различных температурах, можно получить изостеры адсорбции и из них — дифференциальномолярные изостерические теплоты адсорбции. Проиллюстрируем описанный метод на примере исследования адсорбционных свойств наноалмазов (НА).

НА — относительно новый материал, одним из методов получения которого служит извлечение их из детонационной шихты при утилизации боеприпасов по истечении гарантийного срока хранения. Поверхность полученных таким образом НА может быть модифицирована путем дополнительной обработки окислением, хлорированием, гидрированием и т.п.

НА могут быть использованы во многих областях техники. Одним из возможных способов применения может служить добавление их в офсетные краски для печати защищенной от подделки продукции. Поверхность НА в этом случае должна быть сильно гидрофобной (увлажняющий раствор не будет скапливаться в приповерхностном слое пигмента - НА). На кафедре химии НИЯУ (МИФИ) методом обращенной газовой хроматографии исследовали адсорбционные свойства и гидрофильность поверхности детонационного НА [1,2]. Представляет интерес провести аналогичные эксперименты с НА, поверхность которых подвергли дополнительному химическому модифицированию, и сравнить полученные результаты с данными [1, 2].

В представленной работе методом обращенной газовой хроматографии исследована гидрофильность НА с гидрированной поверхностью.

Измерения проводили на хроматографе «Кристалл 2000М» с катарометром в качестве детектора. Газом-носителем служил гелий с объёмной скоростью 30 см3/мин. Порошок НА наносили на поверхность инертного носителя, который затем помещали в хроматографическую колонку длиной 40 см. Тестирующие вещества (вода, гептан) вводили в испаритель хроматографа с помощью микрошприца объёмом 1 мкл. Время удерживания t исследуемых веществ на выбранном носителе было пренебрежимо мало по сравнению с t на носителе с добавкой НА.

Получили изотермы адсорбции тестирующих веществ при различных температурах T, обрабатывая хроматографические пики по стандартной методике [1]. Из изотерм при постоянных значениях адсорбции a строили изостеры в координатах  $\ln P$  против 1/T. Для всех выбранных значений a опытные точки в указанных координатах группировались вдоль прямых, это позволило вычислить дифференциально-молярные изостерические теплоты адсорбции  $q_{\rm st}$  при различных степенях заполнения поверхности.

Дифференциально-молярные теплоты адсорбции при максимальной концентрации адсорбата в газовой фазе определяли из зависимости удельного удерживаемого объёма  $\ln V$  от обратной температуры  $T^{-1}$ . Изостеры адсорбции, вычисленные из изотерм адсорбции, оказались практически параллельны друг другу. Это означает постоянство дифференциальномолярных изостерических теплот адсорбции при изменении степени заполнения поверхности. Это, в свою очередь, свидетельствует об энергетической однородности поверхности. Установлено, что величины V и для воды, и гептана увеличились в несколько раз по сравнению с детонационным НА. Это свидетельствует о том, что дополнительная обработка поверхности увеличивает плотность (на единицу поверхности) функциональных групп, обеспечивающих адсорбционное взаимодействие поверхности как с водой, так и с гептаном. Теплоты q<sub>st</sub> в случае воды увеличились с 31,6 до 36,3 кДж/моль, а q<sub>st</sub> гептана практически не изменилась и составляет 50,7 кДж/моль. То есть дополнительное гидрирование поверхности НА изменяет природу поверхностных групп, отвечающих за удерживание воды, и увеличивает их поверхностную плотность.

<sup>1.</sup> Конюхов В. Ю. // Журнал прикладной химии. 2000. Т. 73, вып. 4. С. 563–566. 2. Yarykin D. I., Konyukhov V. Yu., Gegova R. S., Spitsyn B. V. (2022). Investigation of the Adsorption Properties of a Nanodiamond Surface after Liquid-Phase Oxidation. ISSN 2070-2051. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*. Vol. 58, no. 6, pp. 1206–1211.

### 

<sup>1</sup> Институт радиотехники и электроники им. В. А. Котельникова РАН, г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбургбург, Россия

<sup>3</sup> МРЦ по направлению «Нанотехнологии», Научный парк, Санкт-Петербургский Государственный Университет, г. Санкт-Петербург, Россия

E-mail: kuznetsov.dmitry89@gmail.com

# $IN ext{-}SITU$ ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ СТАБИЛЬНОСТИ И ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ АУСТЕНИТА СПЛАВА ГЕЙС-ЛЕРА $Ni_{46}Mn_{41}In_{13}$

Методами просвечивающей электронной микроскопии *in-situ* исследована термическая стабильность функционального сплава Гейслера  $Ni_{46}Mn_{41}In_{13}$  в температурном интервале 300-873 К. Для гомогинезации сплава слиток переплавлялся 4 раза в атмосфере аргона методом электродуговой плавки с последующим отжигом в вакууме при 1173 К в течении 48 часов и дальнейшей закалкой в холодную воду, скорость охлаждения  $\sim 15$  К/с.

Фольги сплавов готовились стандартным методом с финишной подготовкой поверхности ионной полировкой ионами  ${\rm Ar}/$ 

В исходном состоянии сплав характеризуется равномерным и однородным распределением химических элементов. Микроструктура аустенита сплава представляет собой смесь из нанодоменов ( $\sim$ 5 нм), упорядоченных по типу В2 и L2<sub>1</sub> с высокой когерентностью границ, а несоответствия структурных доменов дает динамический деформационный твидовый контраст. Рентгеноструктурный анализ подтверждает наличие высокоупорядоченной фазы L2<sub>1</sub>[1].

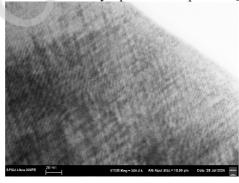


Рисунок 1 — Микроструктура сплава Гейслера  $Ni_{46}Mn_{41}In_{13}$ , наблюдение при  $300~\mathrm{K}$ .

Показано, что сплав стабилен до температуры 373 К. В интервале температур 373-573 К наблюдается расслоение исходной структуры по спинодальному механизму на высокоупорядоченную фазу L2<sub>1</sub> состава Ni<sub>2</sub>MnIn и B2 обедненную In, вплоть до B2, состава близкого к NiMn.

Дальнейший нагрев до 673 К приводит к выделениям никелем обогощенной фазы состава близкого к Ni<sub>3</sub>Mn, NiMn и NiIn. В интервале температур 673–773 К происходит укрумнение выделений и еще большему расслоению на фазы Ni3Mn, Mn, In, а при 873 К наблюдается гетерогенная структура с высокоугловыми прямыми границами и выделения прямоугольной формы.

Исследование показало, что термическая стабильность фольг сплава сохраняется до 473 K, дальнейшее увеличение температуры приводит к распаду по спинодальному механизму до температуры 673 K, в интервале 673–873 K происходит разложение на гетероструктуру с фазовым составом Ni3Mn, Mn, In, что хорошо согласуется с теоретическими исследованиями стабильности сплавов системы Ni-Mn-In.

Исследования выполнены в рамках государственного задания ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН и Научного парка СПБГУ в рамках проекта 125021702335-5

1. Kuznetsov D. D. et al. Magnetocaloric effect, structure, spinodal decomposition and phase transformations Heusler alloy Ni-Mn-In //Nanomaterials.  $-2023.-Vol.\ 13.-N\!\underline{\circ}.\ 8.-P.\ 1385.$ 

### С.А. КУНАВИН $^1$ , К.О. БАЗАЛЕЕВА $^2$ , Ю.Ю. ПОНКРАТОВА $^2$ , И.И. БИНКОВ $^3$

<sup>1</sup> АО НПО «Центральный научно-исследовательский институт технологии машиностроения» (АО «НПО «ЦНИИТМАШ»), г. Москва, Россия <sup>2</sup>Российский институт дружбы народов (РУДН), г. Москва, Россия <sup>3</sup>Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана (МГТУ им. Н.Э. Баумана), г. Москва, Россия E-mail: SAKunayin@cniitmash.com

### МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ Al-Ce-Fe-Ni, ПОЛУЧЕННОГО МЕТО-ДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

Успехи в развитии технологий аддитивного производства (АП), достигнутые за последние годы, позволяют изготавливать из различных конструкционных материалов плотные детали машин с механическими свойствами, сравнимыми с традиционными методами изготовления. Одним из таких эффективных вариантов АП является метод селективного лазерного сплавления.

В настоящей работе исследованы механические свойства алюминиевого сплава системы Al-Ce-Fe-Ni, полученного методом селективного лазерного сплавления (SLM). Механические испытания проводили на цилиндрических образцах с гладкой рабочей частью, диаметром 5 мм при статическом (одноосное растяжение) и циклическом (отнулевой положительный цикл изменения нагрузки) нагружении на универсальной сервогидравлической испытательной машине типа Инстрон. Большинство образцов при циклическом нагружении испытывали в диапазоне чисел циклов до разрушения образца  $N \le 8 \cdot 10^4$ , т.е. в области малоцикловой усталости. При статических испытаниях для определения удлинения и сужения образцов в процессе нагружения использовали два накладных датчика (экстензометра) - продольный и поперечный.

Исследования проводили на образцах двух партий в зависимости от ориентации заготовок в камере установки SLM:

- вертикальные (Партия 1),
- горизонтальные (Партия 2).

В свою очередь образцы данных партий изготавливали в двух вариантах:

- образцы с цилиндрической рабочей частью в исходном состоянии, т.е. сформированной в процессе изготовления в камере SLM (исходные),
- образцы с цилиндрической рабочей частью после токарной обработки (обработанные).

По результатам статических испытаний построены зависимости в координатах  $G - \epsilon_{\text{прод}}$  (продольная деформация), и  $G - \epsilon_{\text{поп}}$  (поперечная деформация). Для циклических испытаний зависимости  $G_{\text{max}}$  (максимальное напряжение цикла) – N.

Из полученных результатов следует, что прочностные характеристики для обеих партий (горизонтальных, вертикальных, обработанных и необработанных) образцов различаются незначительно ( $\sigma_{\rm B}$  имеет значение  $\sigma_{\rm A}$ 00 мПа). В свою очередь, пластические характеристики существенно различаются. Для вертикальных образцов обработка существенно повышает значение относительного остаточного удлинения ( $\sigma_{\rm A}$ 1) на 26-28%, горизонтальных — на  $\sigma_{\rm A}$ 20%. Также видно, что пластические свойства горизонтальных образцов (как в обработанном варианте, так и в исходном) значительно выше, чем у вертикальных.

Горизонтальные образцы:

- необработанные  $\delta = 11\%$ , обработанные  $\delta = 18\%$ 

Вертикальные образцы:

- необработанные  $\delta = 5,6\%$ , обработанные  $\delta = 8,8\%$ 

Сравнение диаграмм растяжения  $G - \epsilon_{\text{прод}}$  и  $G - \epsilon_{\text{поп}}$  на участке упругого деформирования позволило приближенно определить значение коэффициента Пуассона:  $\mu \approx 0.34\text{-}0.35$ .

Результаты циклических испытаний показали, что во всём диапазоне числе циклов для исходного состояния (необработанная поверхность рабочей части образцов) кривая выносливости вертикальных образцов (ВО) располагается выше кривой выносливости горизонтальных (ГО): значения ограниченных пределов выносливости ВО больше, чем у ГО на  $\sim 8,5\%$ : По числу циклов нагружения эта разница составляет (35 – 25)%, уменьшаясь с увеличением числа циклов до разрушения.

Обработка поверхности существенно улучшает сопротивление процессу усталости образцов. Так, для ВО значения ограниченных пределов выносливости возрастают на  $\sim 12\%$ , а по числу циклов — на  $\sim 80\%$ . Для ГО этот эффект проявляется ещё более значительно: значения ограниченных пределов выносливости возрастают на  $\sim (13\text{-}14)\%$ , а по числу циклов — на  $\sim (180\text{-}200)\%$ . Такая разница для ГО объясняется повышенной концентрацией напряжения на поверхности рабочей части образца в месте разделения поверхности образца с подложкой.

Исследование изломов образцов показало, что зарождение усталостной трещины (УТ) для исходных образцов происходило от технологических макродефектов на поверхности рабочей части образцов. Для обработанных образцов зарождение УТ происходило в месте расположения дефекта структуры у поверхности образца. Микрорельеф, в основном, вязкий с наличием характерных вязких усталостных бороздок.

### <u>А. М. ЛЕОНТЬЕВА<sup>1</sup>, М.</u> Э. БУЗОВЕРЯ<sup>1,2</sup>

1 – Саровский физико-технический институт - филиал НИЯУ МИФИ, г. Саров, Россия

2 – РФЯЦ ВНИИЭФ, г. Саров, Россия E-mail: leontjewa2003@gmail.com

### ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ОБРАЗЦОВ ПОЛИЭТИЛЕНТЕРЕФТА-ЛАТ-ГЛИКОЛЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ПОСЛОЙ-НОГО НАПЛАВЛЕНИЯ

Среди материалов, используемых в отрасли 3D-печати, широкую популярность получил Полиэтилентерефталат-гликоль (ПЭТТ) (по международному обозначению РЕТ-G, ПЭТ-Джи), который представляет собой модификацию полиэтилентерефталата (ПЭТ или ПЭТФ) и преодолевает его определённые недостатки [1,2]. При печати ПЭТГ-пластиком от разных производителей было обнаружено, что большинство образцов одной из фирм получаются с дефектами. В связи с этим, целью работы являлось выявление причин разного качества при печати одной модели из материала от разных производителей при одной технологической обработке.

Для решения этого вопроса методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) были проведены исследования структуры и свойств образцов на сканирующем зондовом микроскопе C3MSolverNext (ОАО «НТ-МДТ», г.Зеленоград). Исследовались образцы, полученные из ПЭТГ-пластика фирм НИТ и eSun, на 3D-принтере Ghost 6 (FlyingBear, Китай). На первом этапе исследования стояла задача оптимизировать режимы визуализации структуры и измерения микромеханических характеристик. Был проведён сравнительный анализ и выявлены различия структуры и свойств образцов, полученных из материала разных производителей (рисунок 1).

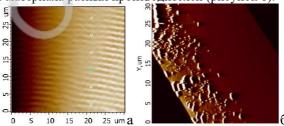


Рисунок 1 — результаты измерения силы адгезии (CA): a- eSun, CA=1220nN; б- HИТ; CA=3804nN.

Измерения показали, что высокая адгезия, характерная для пластика НИТ может быть причиной засорения сопла, нестабильности структуры образования и дефектности изделий.

- 1. П. А. Петров, и др. // Станкоинструмент, 2022 г. ISSN: 2499-9407
- 2. Уланов А. О. и др. // Молодой учёный, 2020 г. ISSN 2072-0297

### A.A. ЛУКЬЯНОВ<sup>1,2</sup>, С.П. МАСЛЕННИКОВ<sup>1</sup>, А.С. ДЕКОПОВ<sup>2</sup>, С.В. МИХАЙЛОВ<sup>2</sup>

Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ — Москва, Россия<sup>1</sup>

Акционерное общество «Энергомонтаж Интернэшнл» — Москва, Россия <sup>2</sup> e-mail: lukyanov a a@bk.ru

# МОДЕЛИРОВАНИЕ И КОЛИЧЕСТВЕННАЯ ОЦЕНКА ПАРАМЕТРОВ ПУЧКОВ ИЗЛУЧЕНИЯ ДЕФЕКТОСКОПОВ ЗАТВОРНОГО ТИПА С СИСТЕМОЙ ГЛУБОКОЙ КОЛЛИМАЦИ ПО ФАКТОРУ «СИГНАЛ/ШУМ»

В докладе представлены результаты количественной оценки шумовых характеристик различных конструктивных версий глубококоллимированных систем формирования рабочего пучка излучения переносных дефектоскопов затворного типа применительно к излучателям на основе радионуклида <sup>192</sup>Iг, а также рассмотрено влияние пространственной ориентации капсулы излучателя в системе коллимации на вклад в шумовой эффект.

Радиографический метод контроля широко применяется в атомной и других отраслях промышленности благодаря высокой достоверности и возможности документально регистрировать макроструктуры материалов. Высокое качество контроля (чувствительность 1–2% для толщин до 70 мм по стали) достигается переносными аппаратами с системами глубокой коллимации [1, 2] с применением источников на основе <sup>192</sup>Iг и <sup>75</sup>Se.

Негативный вклад в возможность обнаружить и расшифровать дефекты вносит рассеянное излучение, возникающее при взаимодействии первичного излучения источника с держателем источника, блоком защиты, формирователем пучка излучения и конструктивными компонентами.

С учётом вышеизложенного актуальной представляется количественная оценка физических возможностей трансформации первичного излучения различными вариантами системы формирования рабочего пучка по критерию «сигнал/шум», который дополнительно оценивает степень размытия изображения, вызванную как конструктивными особенностями системы, так и ориентацией капсулы излучателя.

Методами программного моделирования получены расчёты влияния конструктивных решений системы формирования рабочего пучка на параметр «сигнал/шум» для источников <sup>192</sup>Ir[3].

Проведены натурные испытания классической пирамидально-прямоугольной системы глубокой коллимации с изменением ориентации источника <sup>192</sup>Ir.

На основе моделирования и экспериментов сделаны выводы и практические рекомендации по разработке переносных гамма-дефектоскопов класса «Р» затворного типа с системой глубокой коллимации.

- 1. Майоров А. Н., Мамиконян С. В., Косарев Л. И., Фирстов В. Г. Радиоизотопная дефектоскопия (методы и аппаратура). М., 1976. 208 с.
- 2. Хорошев В.Н. и др. Патент РФ № 2418290 Гамма-дефектоскоп.
- 3. ТУ 95.930–82. Источники гамма-излучения закрытые на основе радионуклида иридий-192. Технические условия.

### Е.В. МОРОЗОВ<sup>1</sup>, А.В. ГОЛОВЧАН<sup>2</sup>, С.В. ТАСКАЕВ<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Институт радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН, Москва, Россия

## ОПИСАНИЕ ПРОЦЕССОВ В СИСТЕМАХ С ДВУМЯ И БОЛЕЕ ФАЗОВЫМИ ПЕРЕХОДАМИ НА ПРИМЕРЕ СПЛАВА ГЕЙС-ЛЕРА $NI_{50.7}MN_{33.4}IN_{15.6}V_{0.3}$

Особое место среди функциональных материалов занимают сплавы Гейслера, в которых наблюдаются простой и индуцированный магнитным полем эффект памяти формы, прямой и обратный магнитокалорический эффект, эластокалорический эффект и др [1-5]. Причиной уникального сочетания функциональных свойств сплавов Гейслера кроется в наличии двух взаимодействующих подсистем – структурной и магнитной[6,7].

Особенности процессов в системах с двумя и более фазовыми переходами являются центральной задачей работы. Целью работы является создание быстрого теоретического подхода, описывающего магнитные, структурные и магнитоструктурные фазовые переходы. Метод основан на аналитическом расчете структурных, магнитных и магнитоструктурных коэффициентов разложении термодинамического потенциала Ландау по структурному и магнитному параметрам порядка до четвертой степени с последующим построением зависимостей в полном температурном диапазоне, включающим все фазовые переходы и фазы. Для исследований использовались сплавы семейства Гейслера  $Ni_{51-x}Mn_{33,4}In_{15,6}V_x$  (x=0...1).

Приводится методика расчета коэффициентов структурного, магнитного и магнитоструктурного взаимодействия из температурных и полевых зависимостей параметров порядка в международной системе единиц (СИ). Зависимости, полученные с помощью предложенной теоретической модели, хорошо повторяют экспериментальные результаты при малых магнитных полях. Соответствующий им температурный ход параметров порядка и свободной энергии приведен на рис.1.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина, Донецк, Россия

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Челябинский государственный университет, Челябинск, Россия E-mail: evgvmorozov@gmail.com

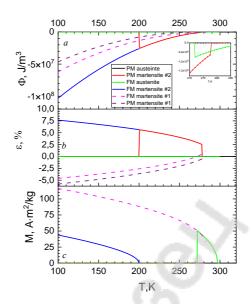


Рис.1. Температурные зависимости свободной энергии  $\Phi$  (a), деформации  $\epsilon$  (b) и намагниченности M (c), соответствующие параметрам модели для сплава  $Ni_{51-x}Mn_{33,4}In_{15,6}V_x$  при x=0,3. Пунктирными линиями показаны неравновесные состояния.

- 1. Tishin A. M. et al. A review and new perspectives for the magnetocaloric effect: New materials and local heating and cooling inside the human body International Journal of Refrigeration. 2016. T. 68. C. 177-186.
- 2. Pushin V. G. et al. Features of structure and phase transformations in shape memory TiNi-based alloys after severe plastic deformation Annales de Chimie Science des Matériaux. No longer published by Elsevier, 2002. T. 27. № 3. C. 77-88.
- 3. Pushin V. G. et al. Structural—Phase Transformations and Crystallographic Texture in Commercial Ti–6Al–4V Alloy with Globular Morphology of  $\alpha$ -Phase Grains: The Rolling Plane Physics of Metals and Metallography. 2024. T. 125. No. 6. C. 603-614.
- 4. Belyaev S. P. et al. Thermal cycling stability of the B2-B19'transformation in the Ti-Hf-Ni-Cu alloys with cast and ultrafine-grained structures Letters on Materials. 2025. T. 15. N. 1. C. 8-14.
- 6. Е. В. Кузьмин, Г. А. Петраковский, Э. А. Завадский Физика магнитоупорядоченных веществ Новосибирск : Наука. Сиб. отд-ние, 1976. 287 с.
- 7. Завадский Э. А., Вальков В. И. Магнитные фазовые переходы. Киев: Наук. думка, 1980-196 с.

### <u>Ю.С. НЕЧАЕВ</u><sup>1</sup>, Н.А. ШУРЫГИНА<sup>1,2</sup>, А.О. ЧЕРЕТАЕВА<sup>3</sup>, Н.М. АЛЕКСАНДРОВА<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ΦΓУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», г. Москва, Россия
<sup>2</sup> РТУ МИРЭА, г. Москва, Россия
<sup>3</sup> Тольяттинский государственный университет, г. Тольятти, Россия
E-mail: yuri1939@inbox.ru

# МЕТОДОЛОГИЯ И РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗУЧЕНИЯ АНОМАЛИЙ ДИФФУЗИИ И РАСТВОРИМОСТИ УГЛЕРОДА В СПЛАВЕ (Fe - 0.85 C, ат. %) ПРИ РЕЕЧНОМ МАРТЕНСИТНОМ ПРЕВРАЩЕНИИ

Проведено углубленное рассмотрение наиболее известных и высоко цитируемых данных о реечном мартенситном превращении (МП), полученных в работе 2000 г. (Дж. Уайлд, А. Сересо и Г.Д.У. Смит) для сплава Fe-0.85 ат.%С (0.18 мас.%С) с использованием трехмерной атомнозондовой томографии (ТАЗТ) и полевой ионной микроскопии (ПИМ), а также сопоставление с соответствующими данными для углеродистых сталей с целью выявления аномалий диффузии и растворимости углерода в реечном мартенсите при МП. При этом использовали элементы теории и эксперимента для МП, для дислокаций и для диффузии, в т.ч. данные об ускоряющем влиянии высокоскоростной пластической деформации на диффузию в металлах [1].

Показано, что при реечном мартенситном превращении (при закалке сплава Fe-0.85 ат.% С из аустенитного состояния в ледяную ванну) имеет место аномально быстрое диффузионное перераспределение атомов углерода из твердого раствора в атмосферы на дислокациях, происходящее, главным образом, при мартенситном сдвиге (МС) по ширине реек, вызывающим высокоскоростную деформацию реек (скорость деформации  $\dot{\epsilon} \approx 10^5 \, \mathrm{c}^{-1}$ ) и образование в них высокой плотности дислокаций ( $\rho \approx 6 \cdot 10^{11}$ см<sup>-2</sup>). Впервые определен коэффициент диффузии углерода в решетке реечного мартенсита при МП в интервале температур начала (Тн) и конца (Тк) превращения ( $D_{(T_H-T_K)} \approx 10^{-3} \text{ см}^2\text{c}^{-1}$ ), что на 6-7 порядков превышает известные значения коэффициента диффузии углерода в решетке феррита при температурах (Тн-Тк), т.е. при МП имеет место аномально быстрая углерода, очевидно, обусловленная высокоскоростной деформацией реек при мартенситном сдвиге. Показано, что твердый раствор углерода в решетке реечного мартенсита при МП (при температурах (Тн-Тк)) может содержать С<sub>С(Тн-Тк)</sub> ~0.75 ат. % С и являться формально пересыщенным (на несколько порядков) по отношению к выпадению цементита (если не учитывать напряженное состояние раствора). Напряженный раствор находится в равновесии при (Тн-Тк) с весьма «слабыми» атмосферами (в отношении закрепления дислокаций), поскольку здесь число атомов углерода в расчете на дислокацию атомной длины  $n_{\text{Th-Tk}} \leq 1$ , что на порядок ниже по сравнению с «сильными» Коттрелловскими атмосферами в сплаве при 293 K ( $n_{273\text{K}} = 21 \pm 1$ ), находящимися в равновесии с твердым напряженным раствором с концентрацией  $C_{\text{C(293K)}} \approx 0.17$  ат.% С [2]

Показана целесообразность использования полученных в настоящей работе результатов для интерпретации известных данных [3] о растворении цементита и диффузионном перераспределении освободившегося таким образом углерода в Коттрелловские атмосферы на дислокациях в деформируемых (при комнатной температуре) перлитных сталях, а также для интерпретации известных данных о предотвращении замедленного хрупкого разрушении реечного мартенсита в закаленных из аустенитного состояния и выдержанных при комнатной температуре низко- и среднеуглеродистых сталях посредством отпуска при температурах, близких к Тн-Тк.

- 1. Нечаев Ю.С. Физические комплексные проблемы старения, охрупчивания и разрушения металлических материалов водородной энергетики и магистральных газопроводов. УФН. -2008. Т. 178. №7. С. 709–726.
- 2. Wilde J., Cerezo A., Smith G.D.W. Three-dimensional atomic-scale mapping of a Cottrell atmosphere around a dislocation in iron. Scripta Materialia. − 2000. − Vol. 43. № 1. P. 39-48.
- 3. Sauvage X., Ivanisenko Yu. The role of carbon segregation on nanocrystallisation of pearlitic steels processed by severe plastic deformation. J Mater. Sci. 2007 Vol. 42 P. 1615–1621.

### $\underline{\text{K.A. }\Pi \text{O}\Pi \text{O}BA^1}$ , А.Н. СУЧКОВ<sup>1</sup>, Е.А. БАЗДНИКИНА<sup>1</sup>, Н.Е. ФЕ-ДЯНИН<sup>1</sup>, В.В. МИХАЛЬЧИК <sup>1</sup>, А.А. БАЖЕНОВ<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», г. Москва, Россия
E-mail: popovaksenia2501@gmail.com

### 3D-ПЕЧАТЬ СПЛАВА СОСТАВА ZR<sub>35</sub>TI<sub>30</sub>BE<sub>27,5</sub>CU<sub>7,5</sub> C АМОРФНОЙ СТРУКТУРОЙ ИЗ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПО-РОШКОВ С ОСКОЛОЧНОЙ ФОРМОЙ ЧАСТИЦ

Объемные аморфные металлические сплавы (ОАМС) представляют собой перспективный класс материалов, обладающих уникальным комплексом физико-механических свойств. Однако их широкое применение ограничивается технологическими трудностями получения объемных изделий сложной геометрии. Аддитивные технологии, в частности селективное лазерное плавление (SLM - Selective Laser Melting), открывают новые возможности для выращивания трехмерных ОАМС благодаря сочетанию высоких скоростей охлаждения и послойного синтеза. Используемые в SLM сферические порошки отличаются дорогостоящим и энергоемким производством. В качестве экономичной альтернативы рассматриваются осколочные порошки, однако процесс SLM с их применением изучен недостаточно. В работе для получения образцов ОАМС методом SLM использован кристаллический порошок с осколочной формой частиц, исследовано их структурно-фазовое состояние, определены термические характеристики, а также проведено сравнение их механических свойств и морфологии с результатами аналогичных исследований [1], где применялся сферический порошок.

В качестве основы для SLM-печати выбран сплав Zr<sub>3</sub>sTi<sub>3</sub>oBe<sub>27</sub>,sCu<sub>7</sub>,s, обладающий высокой стеклообразующей способностью и хорошими механическими свойствами. Образцы напечатаны с варьированием параметров мощности лазера  $P=(60-150~B\tau)$  и скорости сканирования v=(300-2100~Mm/c).

На основе рентгенофазового анализа и исследования микроструктуры выявлено, что наиболее оптимальными режимами для SLM-печати (рисунок 1) ОАМС из кристаллических порошков с осколочной формой частиц являются «60 Вт - 600 мм/с», «60 Вт - 900 мм/с», «90 Вт - 1200 мм/с» и «120 Вт - 2100 мм/с». Во всех образцах размер кристаллических включений не превышал 1 мкм.

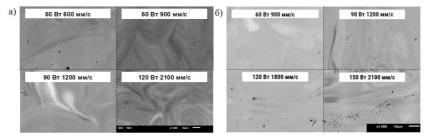


Рисунок 1 — Микроструктуры образцов состава  $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ , полученных с помощью SLM-печати из осколочных (а) и сферических (б) порошков, имеющие наилучшие характеристики

Данные дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) показали, что кристаллизация напечатанных образцов происходит в две стадии: первая фаза начинает кристаллизоваться при  $T_{x_1}$ = (428 ± 2) °C, что ниже температуры кристаллизации исходной аморфной ленты (456 °C), вторая – при  $T_{x_2}$  = 507 °C. В аморфном состоянии коэффициент линейного термического расширения составляет в среднем  $10 \cdot 10^{-6}$  К $^{-1}$ . Аморфные образцы обладают в 1,5 раза меньшей температуропроводностью по сравнению с кристаллическими. Все наблюдаемые изменения коррелируют с данными ДСК.

Плотность образцов, напечатанных из осколочного порошка при оптимальных режимах, сопоставима с образцами из сферического порошка. Микротвердость всех SLM-образцов превышала микротвердость литого аналога. Максимальное среднее значение предела прочности на сжатие (1612 ± 90) МПа было достигнуто при режиме «60 Вт – 900 мм/с», что сопоставимо с результатами SLM-печати из сферических порошков. Наибольшее единичное значение составило 1779 МПа (режим «120 Вт – 2100 мм/с»).

Выявлено, что для SLM-печати оптимальны режимы « $60 \, \mathrm{Bt} - 600 \, \mathrm{mm/c}$ » и « $60 \, \mathrm{Bt} - 900 \, \mathrm{mm/c}$ ». При этом режим « $60 \, \mathrm{Bt} - 900 \, \mathrm{mm/c}$ » является универсальным, обеспечивая наилучшие результаты как для осколочного кристаллического, так и для сферического аморфного порошков.

1. Impact of manufacturing method on the properties of bulk amorphous Zr35Ti30Be27.5Cu7.5 alloy/ A.N. Suchkov, E.A. Bazdnikina, J.V. Bondareva [et al.] //Intermetallics. — 2025. — T. 185. — C. 108859.

#### Е.А. КУЛЕШОВА, А.А. ПОТЕХИН, И.В. ФЕДОТОВ

НИЦ «Курчатовский институт» alexbiver@mail.ru

### СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНО-ФА-ЗОВОГО СОСТОЯНИЯ СТАЛИ 10ХН5МФБА-А КОРПУСА РЕАКТОРА ВВЭР-СКД ЛАБОРАТОРНОЙ И ПРОМЫШЛЕННОЙ ВЫПЛАВКИ

Одной из стратегических целей в дальнейшем развитии ядерной энергетики является разработка и создание реактора со сверхкритическими параметрами теплоносителя (ВВЭР-СКД). Данная конструкция позволит достичь более высокого значения КПД относительно существующих водоводяных реакторов. Также потребуется разработка новых материалов с повышенными категорией прочности (КП), с большей термической и радиационной стойкостью. Одним из таких материалов является кандидатная корпусная сталь для реактора ВВЭР-СКД - сталь 10Х5НМФБА-А [1]. В НИЦ «Курчатовский институт» был проведен цикл исследований данного материала лабораторной выплавки [2,3]. Лабораторные плавки данной стали характеризуются КП-65 (при температуре 450°С), крайне низкими значения критической температуры хрупкости и практически полным отсутствием проявлений радиационного охрупчивания в пределах проектного флюенса быстрых нейтронов в имитационных условиях ВВЭР-СКД.

Однако в промышленных условиях при изготовлении многотонных обечаек корпуса реактора достижение значений лабораторных плавок по чистоте шихты, дисперсности макроструктуры металла, прокаливаемости слитка достаточно проблематично. Металл промышленной выплавки требует дополнительного оценки его уровня ресурсоспособности, радиационной и термической стойкости. В данной работе представлены результаты сравнительных исследований лабораторной и промышленной плавок стали 10Х5НМФБА-А: химического состава, механических характеристик, критической температуры хрупкости, металлографических и структурно-фазовых исследований. Полученные данные показали возможность достижения заявленных высоких служебных характеристик данной стали при промышленной выплавке, что позволило для этой марки стали расширить базу данных и подтвердить их достоверность.

1. Патент RU2777681C1 Российская Федерация, МПК C22C38/54 (2006.1),

- С22С38/60 (2006.1). Теплостойкая и радиационно-стойкая сталь: № 2021104202, заявл. 19.02.2021, опубликовано 09.08.2022 / Марков С.И., Баликоев А.Г., Толстых Д.С. и др.— 7 с.
- 2. Kuleshova E.A., Fedotov I.V., Stepanov N.V. et al. The Role of Nickel in Forming a Structure Providing Increased Service Properties of Reactor Structural Materials // Nucl. Energy Technol. -2023.- Vol. 9.-P. 107-114.
- 3. Kuleshova E.A., Fedotov I.V., Maltcev D.A., et al. Structural features ensuring the increase of service characteristics of high-nickel steels for pressure vessels of prospective energy-generation reactors // Int. J. Press. Vessel. Pip. –2022. –Vol.200. P. 1–13.

### <u>В.А. РОГОВСКИЙ</u>, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ, И.В. КОЗЛОВ, В.А. ФЕСЕНКО, А.В. КРАШТАНЕНОК

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: victor\_rsn@bk.ru

### АНАЛИЗ ТЕКСТУРНОЙ НЕОДНОРОДНОСТИ ЦИРКО-НИЕВЫХ ТРУБ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УЗКИХ ПУЧКОВ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

Экстремальные условия эксплуатации циркониевых изделий в активной зоне ядерных реакторов налагают высокие требования к их структуре, фазовому составу и свойствам, особенно в связи с увеличением длительности топливных кампаний. Циклы нагрева и охлаждения в условиях маневрирования мощностью реактора могут вызывать высокие напряжения в циркониевых труах, способствующие переориентации гидридов и возможной деградации их механических свойств. Неоднородность кристаллограффической текстуры основной фазы сплава (ГПУ-Zr) сказывается как на распределении напряжений, так и на ориентации гидридов [1]. Поэтому исследование неоднородности текстуры  $\alpha$ -фазы представляет собой важную задачу, решение которой позволит повысить надежность и длительность эксплуатации циркониевых труб в ядерных реакторах [2].

Исследования послойной и окружной неоднородности текстуры труб из сплавов Э110 и Э635 проведены на образцах в виде тонких колец, отрезанных от холоднокатанных и отожженных при 480, 580 и 600 °С в течение 3 часов изделий. Толщина фольг для исследования на уникальной научной установке «Курчатовский источник синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов» НИЦ «Курчатовский институт» составляла 120-150 мкм. Съемка проведена «на просвет» с регистрацией дебаевских диракционных колец на 2D-детекторе. Размеры синхротронного пучка в проекции образца составляли 200х200 мкм.

С использованием дифракционных спектров, полученных на синхротронном излучении, проведён качественный и количественный фазовый анализ деформированных и отожженных труб из сплавов 9110 и 9635. Обнаруженные по дифракционным спектрам фазы подтверждают известный ранее фазовый состав для сплава 9110:  $\alpha$ -Zr,  $\beta$ -Nb,  $\beta$ -Zr и фаза Лавеса (интерметаллид [(Zr,Nb)Fe<sub>2</sub>]); для сплава 9635:  $\alpha$ -Zr и фаза Лавеса [3].

Для обработки дебаевских колец, полученных на синхротронном рентгеновском излучении при съёмке на просвет, оптимизирован алгоритм исследования кристаллографической текстуры материалов [4]. Построены функции распределения зерен по ориентациям (ФРО) и полные прямые полюсные фигуры для α-фазы деформированных сплавов Э110 и Э635, а также отожженных при разных температурах в интервале 480-600 °С.

Показана эффективность применения синхротронного излучения для исследования послойной и окружной неоднородности труб из сплавов Э110 и Э635 по сравнению с трудоемкой процедурой изучения неоднородности труб с использованием дифрактометрической съёмки составных образцов. По результатам измерения окружной неоднородности показано, что ошибка восстановления ФРО зависит от субструктурного состояния материала. Так, ошибка обработки дебаевских колец, полученных для деформированных образцов, составляет 13-15 %, в то время для отожженных она достигает 28%. Это определяется нарушением статистической значимости получаемых данных с ростом зерен в результате высокотемпературного отжига исследованных образцов.

Обнаружено, что в бесшовных циркониевых трубах микронапряжения сохраняются в случае отжига при температуре 480 °C, т.е. при полигонизации материала, в то время как периоды кристаллической решетки соответствуют рекристаллизованному состоянию. Показано, что в рекристаллизованных оболочечных трубах из сплава Э110 кристаллографическая текстура наружных и внутренних слоев мало отличается, т.е. интегральные текстурные параметры Кёрнса изменяются в пределах окружной текстурной неоднородности труб. В то время, как в рекристаллизованных направляющих каналах из сплава Э635, характеризующихся большей толщиной стенки, эти изменения более существенные, различия параметрах Кёрнса достигают 0,08.

Исследования выполнены в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», проект СП-1.

Авторы выражают благодарность за предоставление образцов для исследования акционерному обществу «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара».

Исследования рентгеновской дифракции выполнены с использованием уникальной научной установки «Курчатовский источник синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов» НИЦ «Курчатовский институт».

- 1. Isaenkova M.G., Petrov M.I., Kozlov I.V. et al. // Non-ferrous Metals, 2023, 1, 41–48.
- 2. Isaenkova M.G., Krymskaya O. A., Rogovskiy V.A. et al. // Non-Ferrous metals, 2025, 2 (in print).
- 3. Isaenkova M., Krymskaya O., Klyukova K. et al. // Metals, 2023, 13(10), 1784.
- 4. Isaenkova M.G., Krymskaya O. A., Klyukova K.E. et al. // Letters on Materials, 2023, 13(4), 341-346.

### <u>А.А. РУДАКОВ<sup>1,a</sup>,</u> И.А.ИВАНОВ<sup>1</sup>, ЮДИН А.В. <sup>1</sup>. *AO «НПО «ЦНИИТМАШ», г. Москва, РФ.* <sup>a</sup> tbs02@bk.ru;

### ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНАЯ ОПТИМИЗАЦИЯ ВЫБОРА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ (СЛС) НА ОСНОВЕ МАШИННОГО ОБУЧЕНИЯ

Данная работа решает задачу ускорения подбора технологических режимов 3D-печати и обеспечения переносимости параметров между различными моделями аддитивного оборудования. Целью является снижение стоимости и времени внедрения аддитивных технологий в промышленность за счёт применения методов машинного обучения и элементов искусственного интеллекта.

В ходе исследований разработана и апробирована математическая модель прогнозирования качества аддитивного материала, определяющая плотность сплавленного металла на основе технологических параметров процесса. Модель обучена на данных, накопленных в течение двух лет на отечественных установках серии MeltMaster, и показала высокую точность при прогнозировании параметров плотности. На основе модели сформирован алгоритм автоматизированной оптимизации режимов печати, демонстрирующий потенциал сокращения времени настройки в 4–10 раз и повышения стабильности характеристик изделий за счёт снижения влияния человеческого фактора.

Научная новизна работы заключается в применении гибридного подхода машинного обучения, сочетающего методы градиентного бустинга (XGBoost, LightGBM) и нейросетевые архитектуры (трансформеры, GAN), что обеспечивает комплексный анализ взаимосвязи параметров печати и микроструктурных характеристик материала. Модель откалибрована с учётом тепловых и гидродинамических процессов в зоне расплава, что повышает её инженерную достоверность и применимость в реальных условиях производства.

Инновационность проекта заключается в формировании методологии адаптации технологических режимов 3D-печати для различных типов установок с учётом особенностей лазерно-оптических систем, подачи порошка и геометрии сканирования. Разработаны и проходят этап опытной верификации ключевые решения: цифровой двойник процесса селективного лазерного сплавления (СЛС), алгоритм динамической корректировки параметров в реальном времени на основе данных сенсоров in-situ мониторинга, а также система количественной оценки переносимости технологий.

Полученные результаты подтверждают точность прогноза плотности на уровне 92–97% и демонстрируют сокращение цикла настройки режимов с 3–4 недель до 2–3 дней на пилотных установках. Ряд элементов методики проходит промышленное тестирование на предприятиях ГК «Росатом» при оптимизации печати жаропрочных сплавов, а также используется в исследовательских проектах по созданию медицинских имплантатов из титановых сплавов. Предварительная оценка экономического эффекта указывает на возможность многократного сокращения временных и финансовых затрат при масштабировании технологии.

Развитие работы предполагает расширение функционала разработанной модели, интеграция с IoT-платформами для мониторинга СЛС-печати, создание автономного ИИ-оператора подбора параметров и адаптация методологии для других видов аддитивного производства (ЕВМ, DED). Проведённые исследования формируют основу для создания универсальных инструментов цифрового инжиниринга и ускоренного внедрения аддитивных технологий в промышленный сектор России.

#### Г.С. САВИН, В.А. БОРОДИН

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия E-mail: savin.gleb.mephi@yandex.ru

### ЭНЕРГИИ ОБРАЗОВАНИЯ И БАРЬЕРЫ МИГРАЦИИ ТО-ЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ В ОКСИДЕ ЖЕЛЕЗА Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Формирование защитных оксидных слоёв на поверхности ферритномартенситных сталей является ключевым способом повышения их коррозионной стойкости в агрессивных средах, включая жидкие металлы. Эффективность защиты определяется не только скоростью образования слоя, но и механизмами переноса кислорода и железа через оксид, которые зависят от подвижности точечных дефектов. Атомистические механизмы миграции дефектов в магнетите Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, образующем защитный слой на поверхности стали, остаются недостаточно изученными.

В данной работе с использованием методов молекулярной статики исследованы устойчивость и энергии собственных точечных дефектов в объёме магнетита. Для описания межатомных взаимодействий применялся потенциал ReaxFF [1] с добавлением потенциала ZBL. Для оценки барьеров миграции дефектов использовались методы NEB и зонтичной выборки (umbrella sampling).

Установлено, что одиночные вакансии на подрешетках О и Fe, а также гантельные междоузлия кислорода и железа являются устойчивыми точечными дефектами в магнетите. Расчёты энергий образования этих дефектов показали, что наименьшую энергию образования имеют кислородные междоузлия, тогда как дефекты на подрешетке железа имеют более высокие энергии образования.

Диффузионные скачки вакансий характеризуются высокими миграционными барьерами (1,5–2,5 эВ), что указывает на низкую эффективность вакансионного механизма диффузии при представляющих практический интерес температурах до 1000 К. Наименьшие барьеры наблюдаются для «нейтрального» перехода вакансии кислорода, при котором траектория миграции проходит равноудалённо от катионов железа, а также для перехода вакансии железа из октаэдрической в тетраэдрическую позицию. Расчёты методом зонтичной выборки дали результаты, сопоставимые с предсказаниями NEB.

Исследование междоузельного механизма миграции точечных дефектов, необходимое для построения полной картины массопереноса в оксиде, планируется в дальнейшем.

1. M.C. Pitman, A.C.T. van Duin, // J. Am. Chem. Soc. 2012 - V. 134 - P. 3042 - 3053.

### А.Э. САРАКУЕВА $^{1}$ , В.И. ОДИНЦОВ $^{2}$ , И.В. КОЗЛОВ $^{3}$ , Г.Н. ЕЛМАНОВ $^{3}$ , С.А. ГУДОШНИКОВ $^{1,2}$

<sup>1</sup> Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС», г. Москва, Россия

<sup>2</sup> Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкова (ИЗМИРАН), г. Троицк, Россия <sup>3</sup> Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» E-mail: m143793@edu.misis.ru

# КОМПЕНСАЦИЯ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАВИСИМОСТИ МАГНИТОИМПЕДАНСНЫХ ДАТЧИКОВ НА ОСНОВЕ АМОРФНЫХ ФЕРРОМАГНИТНЫХ МИКРОПРОВОДОВ

В работе представлены результаты исследований температурных зависимостей магнитомпедансных датчиков (ГМИ-датчиков), изготовленных на основе покрытых стеклянной оболочкой аморфных ферромагнитных микропроводов состава  $Co_{69}Fe_4Cr_4Si_{12}B_{11}$  (содержание Cr 4%) с диаметром металлической жилы ~20 µм [1]. В ходе экспериментов ГМИ-датчик закрепялся внутри нагревателя с регулируемой температурой (+20...+80°C), который в свою очередь размещался внутри соленоида, создающего продольное магнитное поле в диапазоне  $\pm 400~\text{A/m}$  ( $\pm 500~\mu\text{T}\pi$ ). Измерение температуры проводилось температурным датчиком сопротивления (ТДС) на основе кристаллизованного ферромагнитного микропровода  $Co_{73}Fe_4Si_{12}B_{11}$  [2]. В стандартных лабораторных условиях выходное напряжение ГМИ-датчика, U, линейно зависит от величины магнитной индукции  $B\left(U=\alpha B+U_{0}\right)$  с постоянными коэффициентом чувствительности  $\alpha$  и смещением нуля  $U_0$ . Нагрев ГМИ-датчика при фиксированном значении заданного магнитного поля соленоида сопровождается значительными изменениями выходного напряжения, что свидетельствует о том, что калибровочные коэффициенты  $\alpha$  и  $U_0$  являются температурно-зависимыми функциями —  $\alpha(t)$  и  $U_0(t)$  и для их нахождания требуется применение средств температурной компенсации.

В соответствии с известным методом [3], для определения  $\alpha(t)$  и  $U_0(t)$  были проведены исследования выходного напряжения ГМИ-датчиков в температурном диапазоне от +40 до +80°C при различных фиксированных значениях магнитного поля B, в диапазоне ±95200 нТл. (рисунок 1). Каждая из зависимостей U(t) была аппроксимирована полиномом второй степени  $U(t) = A_2(B) * t^2 + A_1(B) * t + A_0(B)$ , коэффициенты которого, в свою очередь, линейно зависят от величины магнитного поля B:  $A_i = C_1(B_i) * B + C_0(B_i)$ . Численные (калибровочные) выражения для  $\alpha(t)$  и  $U_0(t)$  были получены путём анализа коэффициентов этих полиномиальных аппроксимаций с последующим применением линейной регрессии.

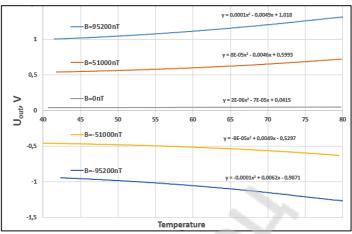


Рисунок 1 — Зависимости выходного напряжения U от температуры для пяти значений магнитного поля B

Таким образом, учет температуры в выходном напряжении ГМИ-датчиков, U, осуществлялся путем использования текущих значений температуры в температурно-зависимых коэффициентах  $\alpha(t)$  и  $U_0(t)$ , а магнитная индукция рассчитывалась по формуле  $B = [U - U_0(t)]/\alpha(t)$ . Предложенный алгоритм демонстрировал стабильную работу и не требовал ручной перекалибровки в процессе измерений.

Проведённые предварительные испытания показали, что в диапазоне магнитных полей  $\pm 100~\mu$ Тл и интервале температур от  $\pm 20~\mathrm{C}$  до  $\pm 80~\mathrm{C}$  относительная погрешность найденных значений магнитных полей не превышает 2%, а в области околонулевых магнитных полей абсолютная погрешность находится в пределах  $\pm 1~\mathrm{H}$ Тл. Полученные результаты показывают эффективность предложенного алгоритма для практических применений ГМИ-датчиков в широком температурном диапазоне.

Исследования выполнены в рамках программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», проект СП-1.

- 1. Elmanov G.N. et al. // Intermetallics. 2024. Vol. 165. p. 108151.
- 2. M. Churyukanova et al., Application of Ferromagnetic Microwires as Temperature Sensors in Measurements of Thermal Conductivity Metals, 13 (1), 109 (2023).
- 3. Ruiping Yang et al. JACIII, 29 (3), 583 (2025).

### А.В. МОЛЧАНОВА<u>. АН. СЕМЕНЫЧЕВА.</u> Е.И. АНКИПОВИЧ, ОА. ОЖЕРЕЛЬЕВ

Северский технологический институт НИЯУ «МИФИ» E-mail: <u>alicabazilio@gmail.com</u>

### ОБОГАЩЕНИЕ И АНАЛИЗ ИЛЬМЕНИТОВОГО И РУТИЛ-ЛЕЙКОКСЕНОВОГО КОНЦЕНТРАТОВ ПРОИЗВОДСТВА ТГОК ИЛЬМЕНИТ

Ильменит-цирконовые пески представляют собой стратегически значимое сырьё для получения титана и циркония, а обеспечение отечественной сырьевой базы критично для решения задач импортозамещения в ядерной и смежных высокотехнологичных отраслях [1]. До начала промышленной эксплуатации Туганского месторождения доля внутреннего производства цирконовых концентратов в России была незначительной, что обуславливало высокую импортозависимость отрасли.

Технологическая схема обогащения включает три ключевых этапа: подготовку исходного материала, гравитационное разделение с применением винтовых сепараторов и финальную доводку концентратов. Для эффективного выделения целевых минералов применяются методы магнитной и электростатической сепарации, а также вакуумная фильтрация и сушка.

Во время стажировки в 2024-25 гг в ЦЗЛ ТГОКа был проведён минералогический анализ цирконового концентрата опытно-промышленного производства (ТУ 1762-002-581914756-2005) с содержанием: ZrOi - 60,0%; TiOi - 4,0%; FeiCb - 1,0%; АШз - 1.0% [2]. Анализ обеспечивает комплексный контроль качества сырья и концентратов на всех стадиях переработки и позволяет более гибко управлять параметрами технологического процесса на этапах доводки и очистки. Основным аналитическим методом является атомно-эмиссионная спектрометрия на аппаратах iCAP PRO X DUO и PLASMA-3500.

Доклад является логическим продолжением ранее сделанного на этой конференции сообщения.

1 Хатьков В. Ю., Боярко Г. Ю., Болсуновская Л. М., Дибров А. М., Диброва Ю. А. Обзор циркониевой отрасли России: состояние, проблемы обеспечения сырьём // Mining Science and Technology (Russia). 2023. Т. 8, № 2. С. 128-140. 2. Каталог продукции // ТГОК ИЛЬМЕНИТ URL: https://www.ilmenite.ru/ (дата обращения: 15.09.2024);

### <u>Д.И. СТОЛЯРОВ</u>, В.Н. ПЕТРОВСКИЙ, В.Д. ВОРОНОВ, Э.Д. ИШКИНЯЕВ

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» г. Москва, Россия E-mail: danilstolyarov03@mail.ru

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАВИСИМОСТИ КОЭФФИЦИЕНТА ПО-ГЛОЩЕНИЯ СТАЛИ AISI 304 ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ КАЛОРИМЕТРИИ

Основной проблемой корректного расчета влияния лазерного излучения на поверхность металлов в технологиях поверхностной обработки (закалка, легирование, наплавка и т.п.) является определение коэффициента поглощения излучения. Задача усложняется из-за влияния температуры и окисления поверхности на коэффициент поглощения. В общем случае данная зависимость не является стационарной и может сильно изменяться в процессе лазерного воздействия.

Разработана итерационная методика определения зависимости коэффициента поглощения металлов от температуры, основанная на принципах лазерной калориметрии. В основе методики лежит последовательное чередование фаз нагревания и охлаждения исследуемого образца. Нагревание осуществляется лазерным излучением с диаметром пучка, приблизительно равным диаметру образца, мощность излучения повышается с каждой новой итерацией для достижения более высокой температуры образца, которая фиксируется термопарами. Лазерный пучок может иметь стандартный гауссов профиль, методика не требует формирования равномерного профиля интенсивности. Для каждой итерации по кривой остывания определяется мощность тепловых потерь, по кривой нагревания — значение коэффициента поглощения.

Исследован образец из стали AISI 304 в форме круглой пластины радиусом 20 мм, толщиной 3 мм. Для установления влияния поглощающего покрытия и естественного окисления на значение коэффициента поглощения исследовались также аналогичный образец, покрытый термостойкой краской и образец в среде газа аргона. Построена численная модель формирования температурных полей в образце под воздейсвтием лазерного излучения, неизвестные параметры граничных условий определялись численным решением обратной задачи теплопроводности. Нагревание в каждой итерации происходило в течение 60 секунд с мощностями, соответствующими нагревнию образца до температур от 50 до 1200 градусов Цельсия, остывание - в течение 15 секунд.

Получены температурные зависимости коэффициента поглощения стали без покрытия, с поглощающим покрытием и при продувке аргоном. В нормальных условиях поглощение стали растет от 0.27 до 0.63 с повышением температуры. При нанесении поглощающего покрытия коэффициент поглощения равен приблизительно 0.7 и практически не зависит от температуры. Продувка аргоном снижает коэффициент поглощения в области высоких температур. Сделан вывод о том, что окисление в процессе нагревания является доминирующим фактором роста коэффициента поглощения при лазерной обработке стали.

#### В.А. ГЛУЩЕНКОВ, Ф.В.ГРЕЧНИКОВ, И.П. ФАДЕЕНКОВ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева», г. Самара, Россия. E-mail: imp@ssau.ru

# ПРИБОР ТВЕРДОСТИ С СИЛОПРИВОДОМ ИЗ МАТЕРИАЛА С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ КОСМИЧЕСКОГО ПРОСТРАНСТВА

В современных приборах твердости для создания необходимой для испытания нагрузки используется электромеханический силопривод [1]. Такой силопривод определяет значительные массогабаритные характеристики прибора.

Предложен новый структурный силопривод, в котором усилие на индентор создается в результате перестройки кристаллической решетки в металле силового элемента. Силовой элемент, входящий в структурный силопривод, изготавливается в этом случае из материала с памятью формы [2] (никилида титана ТН-1) и конструктивно может быть выполнен из полуфабрикатов разной формы: проволоки, стержня, пластины и в необходимом количестве. Наведенная память реализуется при нагреве силового элемента до 80-100 \*С., развивая при этом напряжения 45-50 кг/мм2 при перемещении (деформации) 1-3%. При охлаждении структура металла возвращается в исходное состояние. Создаются условия много цикловой его работы [3].

Идея предложенного технического решения проверена экспериментально. Изготовлена действующая модель прибора, в котором один проволочный силовой элемент диаметром 1 мм развивал усилие в 35 кгс (рис1).

Предложенный силопривод упрощает конструкцию прибора в целом, прогнозируя минимизацию его размеров ( $150 \times 250 \times 300$  мм), веса \*(10-15 kr) и энергопотребления(100-150 ватт), что делает его мобильным , открывает возможность использования прибора в спец условиях, например, при испытании металлов в космосе [4].

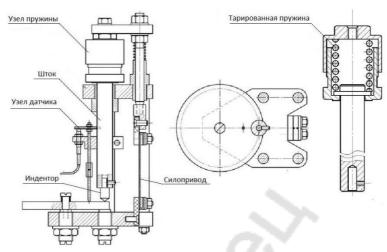


Рисунок 1 Действующая модель прибора твердости со структурным силоприводом

- 1. Прибор для испытания твердости металлов, модель PB Краткое описание и руководство к пользованию / М-во машиностроения и приборостроения СССР. Главла-борприбор. Моск. завод "Манометр". Москва: Тип. ЦБТИ М-ва станкостроения СССР, 1950. 12 с. схем.; 21.Коллеров, М.Ю.
- 2. Функциональные материалы с эффектом памяти формы: учеб. пособие / М.Ю. Коллеров, Д.Е. Гусев, Г.В. Гуртовая [и др.]. М.: ИНФРА-М, 2016. 140 с.

Расчет и последовательность проектирования силоприводов из материала с памятью формы для деформирующих и испытательных устройств/ Ф.В. Гречников, В.А. Глущенков // Известия Самарского научного центра Российской академии наук, т. 26, № 1, 2024

3. П.Г. Бабаевский, Н.А. Козлов, И.В. Чурило, В.В. Слагода. Изменение диэлектрических свойств полимеров и композиционных материалов при длительной экспозиции в космических условиях \\ Модель космоса IIX восьмое издание. Воздействие космической среды на материалы и оборудование космических аппаратов. Под ред.проф. Л.С. Новикова, Университет. Москва 2007. С. 1068 -1081.

## А.В. ФЕДОТОВА, Д.В. НАЗАРОВ, Т.О. СКЛЯДНЕВА, М.В. АНИСЬКИН, В.А. ПУШКОВ, И.Р ТРУНИН, И.А. ТЕРЕШКИНА, М.И. ТКАЧЕНКО, В.Г. СИМАКОВ

СарФТИ НИЯУ МИФИ, г. Саров, Россия E-mail: respa18@yandex.ru

# ДИНАМИЧЕСКАЯ ПРОЧНОСТЬ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА RS-553, ИЗГОТОВЛЕННОГО ПО АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ, В ДИАПАЗОНЕ СКОРОСТЕЙ ДЕФОРМА- ЦИИ ДО $10^6\mathrm{C}^{-1}$

Представлены результаты экспериментов по определению динамических прочностных свойств алюминиево-скандиевого сплава RS-553, изготовленного по технологии селективного лазерного сплавления. Эксперименты на динамическое сжатие проводились по методу Кольского на разрезном стержне Гопкинсона с использованием интерферометрической системы регистрации (PDV), с помощью которой измерялись скорости перемещения стержней, а не деформаций, как в традиционных тензометрических измерениях. По опытным результатам были построены динамические диаграммы одноосного сжатия для различных скоростей деформации и определены прочностные характеристики сплава RS-553, которые сравнивались со свойствами алюминиевых сплавов АМг6 и Д16, изготовленных по традиционной технологии литья.

Ударно-волновые эксперименты проводились на пневматической установке калибром 50 мм с ударниками из АМг6, скорость соударения варьировалась от 240 до 350 м/с. По измеренной с помощью методики PDV скорости движения свободной поверхности образцов определялись динамический предел текучести и откольная прочность алюминиевых сплавов. Металлографический анализ сохранённых в опытах образцов выявил многостадийный характер откольного разрушения и подтвердил большую откольную прочность сплавов RS-553 и Д16, по сравнению с АМг6.

### В.Е. БРЕЙКИНА, <u>И.А. ЧЕРЕПАНОВ</u>, А.С. САВИНЫХ, С.В. РАЗОРЕНОВ, Г.В. ГАРКУШИН

Федеральный исследовательский центр проблем химической физики и медицинской химии РАН «ФИЦ ПХФ и МХ РАН», г. Черноголовка, Россия

E-mail: i.cherepanov95@yandex.ru

# СЖАТИЕ ПРИ ВЫСОКОЙ СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ И ПРОЧНОСТЬ (α+β) ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ22 ПРИ УЛЬТРАКОРОТКИХ ДЛИТЕЛЬНОСТЯХ НАГРУЗКИ.

С использованием современных прецизионных методик физики ударных волн исследованы процессы, протекающие при высокоскоростном деформировании и разрушении в ( $\alpha$ + $\beta$ ) титановом сплаве BT22 производства ВСМПО-АВИСМА в различном структурно-фазовом состоянии. Эти сведения нужны для решения задач высокоскоростного удара и пробивания в оборонной промышленности. Плоские ударные волны в образцах титанового сплава BT22 в виде дисков Ø28 мм генерировались алюминиевыми пластинами-ударниками, разогнанными с применением специальных плосковолновых генераторов динамических давлений (рисунок 1) вплоть до скоростей 1900 м/с. Генератор — это взрывная линза в виде конического заряда. В ходе экспериментов осуществлялась непрерывная регистрация профилей скорости свободной поверхности  $u_{fs}(t)$  с применением лазерного допплеровского интерферометра VISAR (рисунок 2) с высоким разрешением 1 нс по времени и пространственным  $\pm 3$  м/с по измеряемой скорости.

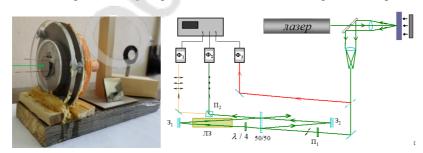


Рисунок 1 — Фотография экспериментальной сборки перед испытанием. Зеленой стрелкой обозначено место фокусировки лазерного луча на образце в ходе регистрации ударно-волнового процесса.

Рисунок 2 – Принципиальная схема регистрации волновых профилей лазерным допплеровским измерителем скорости VISAR.

Обработка записанных на осциллографе файлов данных (рисунок 3 а) для получения профилей скорости поверхности осуществлялась с помощью специальной программы, разработанной в лаборатории.

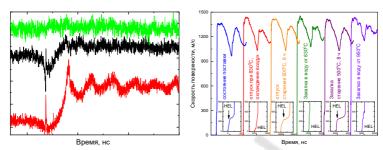


Рисунок 3 — Экспериментальные осциллограммы (а) и результат обработки (б) в виде профилей скорости свободной поверхности образцов титанового сплава ВТ22. Во вставках для каждого состояния показаны увеличенные фронтальные части перехода от упругого сжатия к пластическому.

На рисунке 3 б представлены профили скорости свободной поверхности  $u_{fs}(t)$  плоских образцов титанового сплава BT22 номинальной толщиной 4.5 мм в зависимости от состояния термообработки, измеренные при комнатной температуре. Из-за резкого увеличения сжимаемости при переходе от упругого одноосного сжатия к пластическому ударная волна теряет устойчивость и расщепляется на упругий предвестник (HEL), который распространяется со скоростью, близкой к продольной скорости звука и следующая за ним пластическую ударную волну, скорость которая определяется объемной сжимаемостью материала.

Из сопоставленных волновых профилей на рисунке 3 б видно, что существенную роль на деформационное поведение оказывает структурно-фазовое состояние образцов. Образцы в состоянии поставки и после отжига при температуре 830°С в течении часа в сочетании с дальнейшим старением, демонстрируют близкие по значению прочностные характеристики. Образцы, подвергшиеся только отжигу, а также отжигу в сочетании с закалкой при температурах 830°С и 950°С демонстрируют снижение динамического предела упругости и откольной прочности. Понижение прочностных характеристик можно связать с ростом общей доли метастабильной βфазы в объеме титанового сплава ВТ22.

Исследования выполнены при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект 25-29-00899 «Экспериментальное исследования влияния температуры и структурного состояния на напряжение течения высокопрочных титановых сплавов при одномерном ударно-волновом нагружении» (ссылка в интернет https://rscf.ru/project/25-29-00899/).

### Н.А. ЩЕРБИНА, В.Ю. КОНЮХОВ

Национальный исследовательский ядерный «МИФИ» E-mail: NAShcherbina@mephi.ru

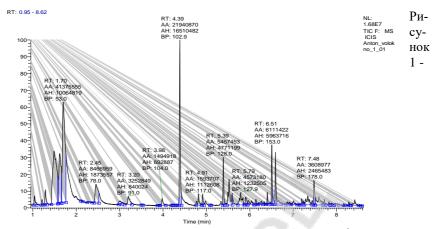
## ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ МОДИФИКАЦИИ ПРЕКУРСОРА УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА МЕТОДОМ ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Технологический процесс получения углеродного волокна на основе ПАН прекурсора включает термостабилизацию (окисление) на воздухе при температуре 200-300 °C, высокотемпературную карбонизацию, обработку в инертной среде при температурах до 1200-1300 °C и высокотемпературную обработку в инертной среде при температурах до 3800 °C - графитацию. На первых двух стадиях осуществляются внутри- и межмолекулярные химические реакции, которые приводят к удалению гетероатомов и формированию углеродной структуры с системой полисопряжения. На стадии графитизации, при дальнейшем нагреве, совершенствуется структура карбонизованных волокон до строения углеграфитовых материалов.

Первая основная стадия термостабилизации протекает медленно с высокими энергетическими затратами, что определяет суммарную продолжительность основных технологических стадий и количественный выход углеродного волокна, формирует ценообразование. Процесс термостабилизации (окисления) ПАН волокна является сложным технологическим процессом большого числа параллельно и последовательно протекающих химических и физических процессов с преобразованием молекулярной и надмолекулярной структур, экзоэффектом, прохождением процессов в аморфной и кристаллической фазах, образованием сетчатых структур и их релаксацией, циклизацией, деструкцией и т.д. Если химическая модификация прекурсора вызывает изменение одного из указанных процессов, то это качественно влияет на практический выход углеродного волокна [1].

В представленной работе методом газовой хроматографии исследована эффективность модификации прекурсора углеродного волокна с применением фосфор-азот-содержащими антипиренами.

Изучение состава газов пиролиза проводили с использованием хроматографа Focus GC/DSG. Образец нагревался в реакторе пиролизатора в среде гелия до  $750^{\circ}$ C. Колонка капиллярная диаметром 0,25 мм, длина 15 метров. Масса навески -50 мг. Режим хроматографирования: температура термостата  $34^{\circ}$ C с постепенным прогревом до  $300^{\circ}$ C, температура инжектора  $250^{\circ}$ C, поток газа в колонке (He) 1мл/мин., поток деления 50мл/мин. Обработка данных и программы управления экспериментом предусматривала поступление информации от АЦП в память компьютера, а также вычерчивание хроматограмм.



Хроматограмма исходного ПАН волокна при пиролизе 750°C.

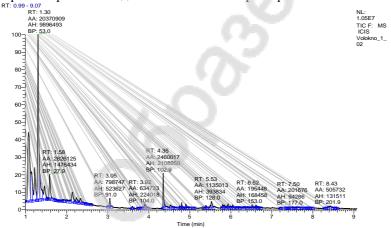


Рисунок 2 - Хроматограмма модифицированного ПАН волокна при пиролизе  $750^{\circ}\mathrm{C}$ .

Анализ хроматограмм исходного и модифицированного волокна показал больший выход газообразных продуктов у модифицированного волокна в первые 90-120сек.. Газообразные продукты разложения инициируют циклизацию и в дальнейшем при температурах обработки до  $1100\,^{0}$ C уменьшается образование газообразных продуктов.

Инициирование процесса циклизации модифицированного прекурсора подтверждается и методом термогравиметрического анализа (ТГА). Для исходного немодифицированного ПАН волокна в интервале температуры 210-265 <sup>о</sup>С начинаются процессы циклизации, обеспечивающие создание

структуры полимера, способной формировать карбонизованный остаток [2].

На термограммах модифицированного прекурсора наблюдается уменьшение величины экзотермических пиков, соответствующих процессу циклизации и общий выход летучих продуктов, соответствующих процессу циклизации, снижается энергия процесса. Влияние модификации на процесс циклизации подтверждается меньшими скоростями деструкции и большим выходом коксового остатка при высокотемпературном воздействии.

- 1. Щербина Н.А., Акимова А.А., Бирюков В.П. Исследование влияния замедлителей горения на свойства ПАН волокна, применяемого в производстве углеродного волокна // Сборник научных трудов ІІ Всероссийской научно-технической конференции "Информационные технологии, системы автоматизированного проектирования и автоматизация. Саратов: СГТУ, 2010 с.116-120.
- 2. Щербина Н.А., Бычкова Е.В. Влияние условий модификации на процессы пиролиза полиакрилонитрильного волокна. Сборник материалов IX Международной конференции. Энгельс, 2022. С. 12-16.