МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК

Том 1. Физика

Сборник научных трудов
XVI Международной конференции студентов, аспирантов
и молодых ученых

23–26 апреля 2019 г.

PROSPECTS OF FUNDAMENTAL SCIENCES DEVELOPMENT

Volume 1. Physics

Abstracts
XVI International Conference of students, graduate students
and young scientists

April 23–26, 2019

ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

Национальный исследовательский Томский государственный университет

ТГАСУ

TUSUR UNIVERSITY
Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники

ТОМСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ МЕДИЦИНСКИЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

Томск 2019

УДК 501:004(063)
ББК 72:32.81л0
П27

П27 **Перспективы развития фундаментальных наук** : сборник трудов XVI Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых (Томск, 23–26 апреля 2019 г.). В 7 томах. Том 1. Физика / под ред. И.А. Курзиной, Г.А. Вороновой. – Томск : Изд-во Томского политехнического университета, 2019. – 413 с.

ISBN 978-5-4387-0883-4 (т. 1)
ISBN 978-5-4387-0882-7

Сборник содержит труды участников XVI Международной конференции «Перспективы развития фундаментальных наук», представленные на секции «Физика».

Представлены доклады в области физики конденсированного состояния, физики поверхности, физики ускорителей, водородной энергетики, геофизики, а также моделирования физических процессов.

УДК 501:004(063)
ББК 72:32.81л0

ISBN 978-5-4387-0883-4 (т. 1)
ISBN 978-5-4387-0882-7

АВТОНОМНАЯ МАГИСТЕРСКАЯ ПРОГРАММА

«ТРАНСЛЯЦИОННЫЕ ХИМИЧЕСКИЕ И БИОМЕДИЦИНСКИЕ ТЕХНОЛОГИИ»

Национальный исследовательский Томский государственный университет

Химический факультет

САЕ Институт «Умные материалы и технологии»

Направление подготовки Химия
Факультет Химический факультет
Форма обучения Очная с элементами дистанционного обучения
Продолжительность программы 2 года
Язык обучения Русский
Бюджетные места 10

Условия приёма
Приём на первый курс магистратуры проводится на конкурсной основе по заявлениям лиц, имеющих высшее образование (бакалавриат или специалитет) по результатам вступительных испытаний.

Вступительные испытания: экзамен по химии, собеседование.

Магистерская программа включает возможность обучения по программе двойного диплома совместно с университетом Chemie Paris Tech (Франция). На 2-м курсе обучение осуществляется на площадках Chemie Paris Tech. За период обучения по одной программе магистратуры возможно получить дипломы двух Университетов, углублено освоить курсы химической технологии и инженерии материалов.

ПРЕИМУЩЕСТВА ПРОГРАММЫ

- Обучение современным химическим и биомедицинским технологиям осуществляется на базе научных центров ТГУ, г. Томска, университетов Гейдельберга и Мюнстера (Германия)
- Ведущие зарубежные и российские специалисты
- Индивидуальная образовательная траектория
- Более 30% учебных дисциплин составляют курсы по выбору
- Востребованность специалистов по трансляционным химическим и биомедицинским технологиям

КЛЮЧЕВЫЕ ДИСЦИПЛИНЫ ПРОГРАММЫ

- **Основы общей иммунологии**
- **Элементы физической химии в процессах жизнедеятельности**
- **Молекулярная онкология**
- **Введение в медицинскую биологическую химию**
- **Основы клеточной биологии и диагностики клеточных систем**
- **Молекулярные методы в биомедицинских исследованиях**
- **Химические технологии в медицине. Биоматериаловедение**
- **Основы метрологии, стандартизации и сертификации в области разработки и производства фармацевтических субстанций и биомедицинских материалов**

ВЕДУЩИЕ ПРЕПОДАВАТЕЛИ

Курзина Ирина Александровна
Руководитель магистерской программы;
д.ф-м.н., доцент, профессор кафедры физической и коллоидной химии ХФ ТГУ, зам. заведующего лабораторией трансляционной клеточной и молекулярной биомедицины, НИ ТГУ, Томск, Россия.

Кжышковска Юлия Георгиевна
Соруководитель магистерской программы;
д.б.н., профессор, зав. лабораторией трансляционной клеточной и молекулярной биомедицины, НИ ТГУ, Томск, Россия.
Университет Гейдельберга, Медицинский факультет, Заведующая Отделом Врожденного Иммунитета и Иммунологической Толерантности Института Трансфузионной Медицины и Иммунологии, Маннгейм, Германия.

Рябов Вячеслав Валерьевич
д.м.н., заместитель директора по научной и лечебной работе НИИ кардиологии Томского НИМЦ, ведущий научный сотрудник лаборатории трансляционной и клеточной биомедицины НИ ТГУ.

Чурина Елена Георгиевна
д.м.н., профессор кафедры органической химии ХФ ТГУ, врач иммунолог-аллерголог, профессор кафедры патофизиологии СибГМУ, член российской ассоциации аллергологов и клинических иммунологов, Томск, Россия.

Хайнрих Лотар Альфред
д.х.н., в.н.с. лаборатории трансляционной клеточной и молекулярной биомедицины НИ ТГУ, Томск, Россия
President of marcotech oHG, Honorary professor of the Westphalian Wilhlems University, Muenster Руководитель блока инновационных материалов для регенеративной медицины, Мюнстер, Германия

Магистратура «Трансляционные химические и биомедицинские технологии» – это:

- междисциплинарные знания на стыке химии, биологии, фармакологии, клеточной и молекулярной биомедицины
- компетенции по проведению доклинических и клинических испытаний, разработка технологического регламента, сертификации, маркетингу и малотоннажному производству продукта
- стажировки в ведущих мировых университетах
- диплом международного уровня
- работа с новыми технологиями
- освоение полного цикла получения продукта: синтез-исследование, доклинические исследования, сертификация, маркетинг

КОНТАКТЫ

Менеджер программы: **Шаповалова Елена, +7 (953) 928 15 49, elenas6691@gmail.com**
Заявки оставляйте на сайте: **smti.tsu.ru/ru**

chembiomed chembiomed chembiomed

ООО «АЛФАРМ» (г. Москва)

Тестирование
4 курс
Бакалавриат

1 и 2 семестры
TSU

3 и 4 семестры
Chimie ParisTech

5 семестр
CпPT
стажировка

6 семестр
Защита
2 диплома
(TSU, Chimie ParisTech)

Chimie ParisTech + TSU

Междисциплинарная магистерская программа двойного диплома

Твоя образовательная траектория

«Трансляционные химические и биомедицнские технологии»

Chimie Paris
ParisTech

Chimie ParisTech (Франция) - французская высшая школа, член объединения ParisTech. Престижное образование в направлении химической технологии

Направление подготовки:
техническое

Условия участия:
1. Средний балл успеваемости не ниже 4.5
2. Рекомендация декана факультета/научного руководителя
3. Уровень английского/французского языка не ниже upper-intermediate.

Форма обучения: очная
Продолжительность программы: 3 года
Язык обучения: французский, английский

При успешном окончании программы двойного диплома, студенты Chimie ParisTech дополнительно получают степень магистра в ТГУ, а студенты ТГУ дополнительно получают степень «Diplôme d'Ingénieur de Chimie ParisTech» в Chimie ParisTech (соответствует степени магистра в области инженерных наук).

WWW: http://smti.tsu.ru/ru/diplome-dingenieur-de-chimie-paristech/
Телефон: + 7 (3822) 78 56 21
E-mail: gulnara.voronova@gmail.com

СОДЕРЖАНИЕ

INFLUENCE OF MULTIPLE SCATTERING IN TARGET MATERIALS ON ANGULAR DISTRIBUTION OF CHERENKOV RADIATION

B.A Alekseev
Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.P. Potylitsyn
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: boris19912204@mail.ru

ВЛИЯНИЕ МНОГОКРАТНОГО РАССЕЯНИЯ ЗАРЯЖЕННЫХ ЧАСТИЦ В МАТЕРИАЛЕ МИШЕНИ НА УГЛОВОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ ВАВИЛОВА-ЧЕРЕНКОВА

Б.А. Алексеев
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. А.П. Потылицын
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: boris19912204@mail.ru

Аннотация. *Излучение Вавилова-Черенкова (ИВЧ) может быть использовано для измерения расходимости пучка. В данной работе делается оценка оптимальных толщин плоских мишеней из алмаза и кварца для генерации ИВЧ с минимальным угловым разрешением, при учете многократного рассеяния электронного сгустка в мишени и с учетом дифракционного эффекта.*

Introduction. Cherenkov radiation (ChR) appears when a charged particle moves in a dielectric medium and its velocity is higher than the velocity of light in that medium. In this case, the photons of ChR are emitted at the angle $\theta_{ch} = 1/\beta n$, where β is the ratio of the charged particle velocity to the speed of light, $\beta = \upsilon/c$, n is the refractive index of a medium. One of the most important applications of ChR is the use of such radiation for charged particle bunch diagnostics. In Ref. [1] there was suggested to use ChR for single femtosecond bunches observation in a free electron laser beam. Also ChR can be used for a beam angular divergence investigation. Maximal angular resolution is required for precise diagnostics, which is determined for ChR by two effects: the diffraction and the multiple scattering of electrons in a target medium. It is important to determine the target thickness at what the beam divergence due to multiple scattering will be minimal but diffraction effect leading to the narrowing of the ChR angular distribution will be maximal.

Research methods. In order to measure beam divergence, the scheme presented in Fig.1 is proposed. A relativistic electron moving at speed $\overline{\beta}$ crosses the inclined transparent dielectric plate. The electron excites dipoles in a medium, which radiate photons of ChR. Detector *D* is placed at fixed angle to the charged particle velocity. The target angle equals ψ and for measuring the angular distribution it can vary because Cherenkov angle θ_{ch} depends on the target angle:

$$\theta_{ch} = \psi + \arcsin\left(n \sin\left(\arccos\left(\frac{1}{\beta n}\right) - \psi\right)\right)$$

When calculating the angular distribution of the ChR from electron beam, it can be assumed that the distribution of particles in the beam obeys the Gaussian distribution with dispersion σ^2. Moreover, it is supposed that at the initial moment of time the bunch is monodirected. When the bunch passes through the target, angular distribution will increase with increasing target thickness. In the work we presume that the influence of the multiple scattering in target on ChR is equal to the influence of the bunch with constant divergence that is equal to divergence at half the target thickness.

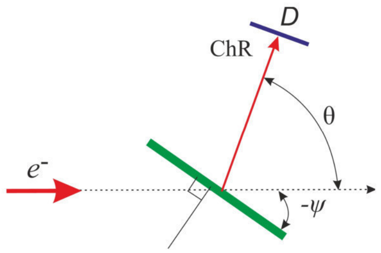


Fig. 1. Cherenkov radiation generation scheme

Knowing the ChR angular distribution generated from a single particle $d^2W/d\omega d\Omega$ (in the work ChR angular distribution was calculated according to the formulas 18.25 and 18.26 Ref. [2]) and integrating over the angular distribution of electron in the bunch, we obtain the expression for the angular distribution of ChR from an electron bunch:

$$\frac{d^2W_b}{d\omega d\Omega}=\int\limits_{-3\sigma}^{3\sigma}\frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma}e^{-\frac{(\psi-\zeta)^2}{2\sigma^2}}\frac{d^2W(\zeta)}{d\omega d\Omega}d\zeta$$

The dispersion is assumed to be equal to the square of the average multiple scattering angle [3]:

$$\sigma^2=\langle\theta^2\rangle=0.157\frac{Z(Z+1)}{A}\frac{z^2\rho x}{E^2}\ln\left[1.13\cdot10^4\frac{Z^{4/3}}{A}\frac{z^2\rho x}{\beta^2}\right],$$

where x is the target thickness (in our approach x is equal to half the target thickness), Z is the atomic number of the medium, z is the electron's charge, A is the atomic weight, ρ is the density of the medium, E is the electron's full energy.

Results. The approximation described above leads to the curves shown in Fig. 2-4. It is seen from these images that the influence of multiple scattering in diamond after 100 mcm and in quartz after 400 mcm becomes significant.

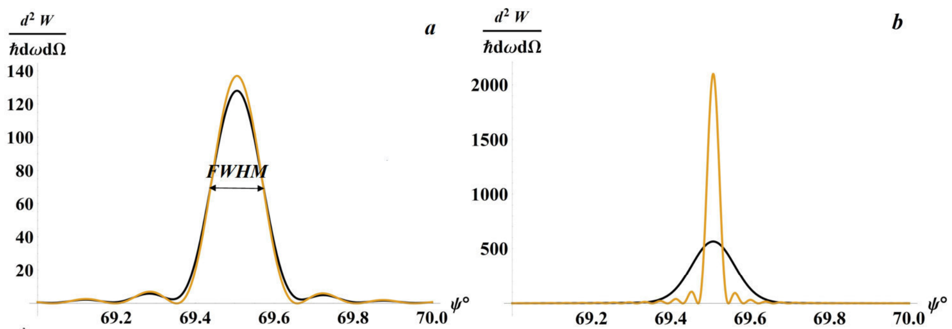


Fig. 2. The angular distribution taking (black line) and not taking (orange line) into account multiple scattering in a diamond target with a thickness of 50 mcm (a) and 200 mcm (b). Simulation options: detector angle $\theta = 60^\circ$, the kinetic energy of electrons $T = 6$ MeV and refractive index for wavelength $\lambda = 500$ nm is $n = 2.432$ [4]

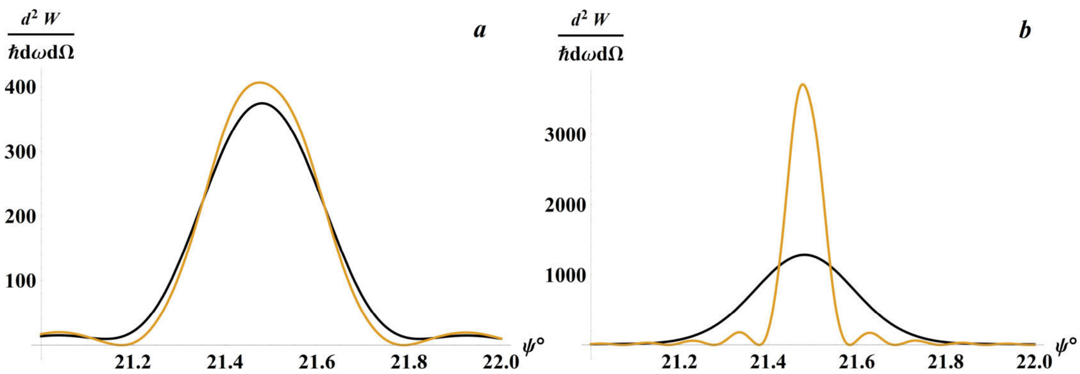


Fig. 3. The angular distribution taking (black line) and not taking (orange line) into account multiple scattering in a quartz target with a thickness of 200 mcm (a) and 600 mcm (b). Simulation options are the same as in Fig. 2

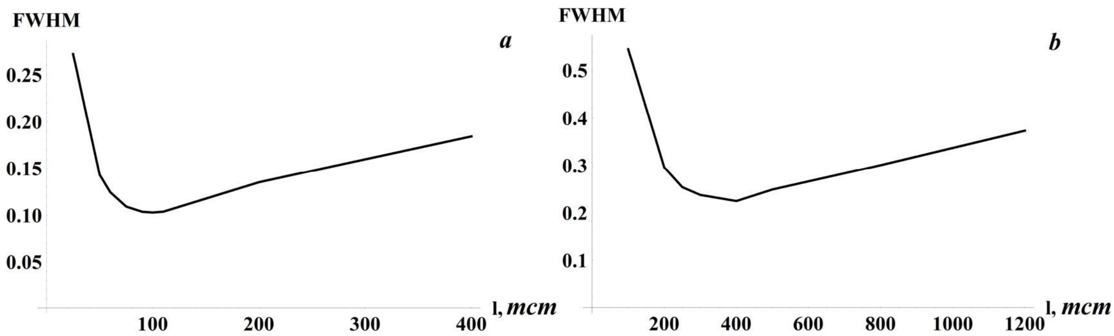


Fig. 4. Variation FWHM from a target thickness for diamond (a) and quartz targets. Simulation options are the same as in Fig. 2

Before that, the distributions with taking into account multiple scattering and without multiple scattering almost coincide. For a diamond target, the angular resolution achieves 0.1 degrees with the thickness of radiator ~100 mcm.

Conclusion. As a result of the investigations, the broadening of the ChR cone was evaluated during the passage of the electrons with energy 6 MeV through diamond and quartz targets. The minimal broadening is observed in ~ 100-mcm thickness diamond and in quartz with 400 mcm thickness.

REFERENCES

1. T. Watanabe, M. Babzien, K. Kusche, V. Yakimenko. Angle and Length Measurement of Microbunches // Advanced accelerator Concepts: Eleventh Workshop. – 2004. June 21-29. – p. 929.
2. V.E. Pafomov. Radiation of a Charged Particle in the Presence of a Separating Boundary // Nuclear Physics and Interaction of Particles with Matter. – 1971. – V. 44. – Pp. 25 – 157.
3. Nuclear physics in Internet. The interaction of particles with matter [Electronic version]. Retrieved February 1, 2019, from http://nuclphys.sinp.msu.ru/partmat
4. Refractive index database [Electronic version]. Retrieved February 1, 2019, from https://refractiveindex.info.

A VAVILOV-CHERENKOV RADIATION IN THE PASSAGE OF A CHARGE NEAR A DIELECTRIC PRISM

K. A. Alishina, M. V. Sergeev
Scientific Supervisor: Prof., Dr. A. P. Potylitsyn
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: sanjer.sergeev@yandex.ru

ИЗЛУЧЕНИЕ ВАВИЛОВА-ЧЕРЕНКОВА ПРИ ПРОЛЕТЕ ЗАРЯДА ВБЛИЗИ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ ПРИЗМЫ

К.А. Алишина, М.В. Сергеев
Научный руководитель д.ф.-м.н., А.П. Потылицын
Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, 634050
E-mail: sanjer.sergeev@yandex.ru

Аннотация. *Работа посвящена изучению характеристик излучения Вавилова-Черенкова (ИВЧ) при прямолинейном равномерном движении электрического зарядка в вакууме, вблизи диэлектрической мишени с различными параметрами. Проведено моделирование для излучения Вавилова-Черенкова в оптическом диапазоне длин волн, показано, что ИВЧ может использоваться для оперативной диагностики параметров ускоренных пучков.*

Introduction. The effect of Vavilov-Cherenkov radiation refers to a special class of interaction in which the radiation of electromagnetic waves occurs at constant particle motion in a medium at a speed exceeding the light speed in a medium with a refractive index $n > 1$. In this case, a charge moving in a medium at a constant speed radiates electromagnetic waves with an angular distribution and a continuous spectrum.

The condition for the emergence of the Vavilov-Cherenkov radiation:

$$\mathrm{Cos}(\theta) \cdot \beta \cdot n = 1, \tag{1}$$

where θ is the angle between the direction of radiation and the direction of motion of the electric charge, which is performed only in a medium with a refractive index $n > \beta^{-1} > 1$. The radiation pattern arises from the condition (1). The Vavilov-Cherenkov radiation (VCR) spreads in a conical sector. Its axis is located along the velocity vector of the charge. In 1947, Frank and Ginzburg investigated the radiation, which arises from a charge constantly moving along the axis of a cylindrical channel. It was made in a medium with a dielectric constant ε_1 and filled with a substance with ε_2 [1]. This issue is important because the losses on the VCR are relatively small in case the charge moves in the medium. In this case the main losses are the ionization losses near the trajectory. There are no ionization losses and the VCR remains when flying in channels, slits or near.

VCR is useful in particle physics. It can be used to measure the characteristics of particles, which pass through the dielectric. Detectors based on this effect are used in laser plasma laboratories, tokamaks, particle accelerators such as the Large Hadron Collider. In this case, the particle passes through the medium and loses energy to dissipate. Sometimes dispersion can be neglected, but there are options when it is not. In this regard, non-disturbing methods of particle diagnostics are necessary.

It was considered that VCR which arises from the passage of the particles close to the dielectric, and not when it is crossed, is negligible. The results of the simulation conducted by the scientists of Tomsk Polytechnic University, and the direct experiment conducted at the american accelerator at Cornell University, refuted this opinion [2]. The results of the experiment showed that the generated VCR has no significant effect on the bunch parameters. The results are well described by the existing model.

Simulation. In the article [3] the method of polarization currents was used to solve the problem of VCR in the motion of the charge near the dielectric prism of final size, which has an arbitrary dielectric constant. The drawing of generation of polarization radiation from a charged particle, moving constantly near a dielectric wedge, is shown in Fig. 1.

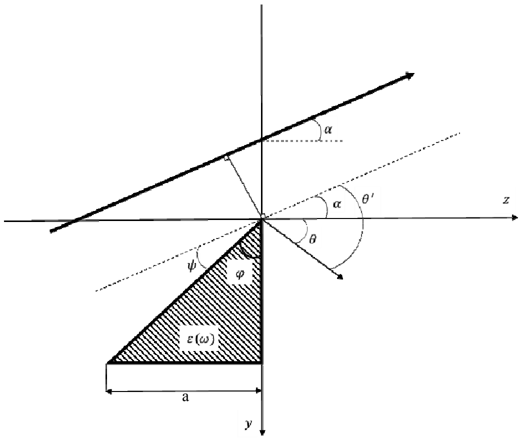


Fig. 1. Generation of radiation from a charged particle moving constantly near a dielectric wedge

The spectral-angular distribution of polarization radiation in the positive direction of the z axis is determined by the equation (2). This expression of the spectral-angular density takes into account both diffraction radiation and VCR.

$$\begin{aligned}
\frac{d^2W}{d\omega d\Omega} &= \frac{e^2\beta^2}{4\pi^2 c}\frac{\cos^2(\theta'-\alpha)}{|P|^2}\left|\frac{\varepsilon-1}{\varepsilon}\right|^2\left|1-\frac{P\,\mathrm{Exp}\left[i\frac{\omega}{\beta c}\Sigma a\,\mathrm{Cot}[\phi]\right]+\Sigma\,\mathrm{Cot}[\phi]\mathrm{Exp}\left[-i\frac{\omega}{\beta c}aP\right]}{P+\Sigma\mathrm{Cot}[\phi]}\right| \\
&* \left\{\left|\frac{\varepsilon}{\varepsilon\cos(\theta'-\alpha)+\sqrt{\varepsilon-\sin^2(\theta'-\alpha)}}\right|^2\left|\cos\alpha\left(\gamma^{-1}\sin(\theta'-\alpha)-iK\cos\varphi\sqrt{\varepsilon-\sin^2(\theta'-\alpha)}\right)\right.\right. \\
&\left. + \sin\alpha\left(iK\sin(\theta'-\alpha)+\gamma^{-1}\cos\varphi\sqrt{\varepsilon-sin^2(\theta'-\alpha)}\right)-\gamma\beta\sin(\theta'-\alpha)\sqrt{\varepsilon-\sin^2(\theta'-\alpha)}\sin^2\varphi\right|^2 \\
&+ \left|\frac{\sqrt{\varepsilon}}{\cos(\theta'-\alpha)+\sqrt{\varepsilon-\sin^2(\theta'-\alpha)}}\right|^2(\gamma\sin\varphi)^2\left(\sin^2(\theta'-\alpha)+\left|\sqrt{\varepsilon-\sin^2(\theta'-\alpha)}\right)\right| \\
&\left. * \left[1-\beta^2\cos^2(\theta'-\alpha)+2\beta\gamma^{-2}\sin\alpha\sin(\theta'-\alpha)\cos\varphi-\gamma^{-2}\sin^2\alpha(K^2-\gamma^{-2})\right]\right\} \\
&* \frac{\mathrm{Exp}[-2\frac{\omega}{\gamma\beta c}(h+a\,\mathrm{Cot}\,\phi)K\cos\alpha]}{K^2(1-\beta^2\cos^2(\theta'-\alpha)+\beta^2\sin^2\alpha\,[1-\sin^2(\theta'-\alpha)\sin^2\varphi]+2\beta\sin\alpha\cos\varphi\sin(\theta'-\alpha))}
\end{aligned} \quad (2)$$

Fig. 2 shows the angular distribution of θ for ϕ=0 for the parameters from the articles [3, 4]. Using the formula for the spectral-angular distribution, we compare the resulting contour plot (Fig. 3) with the results of the article [4].

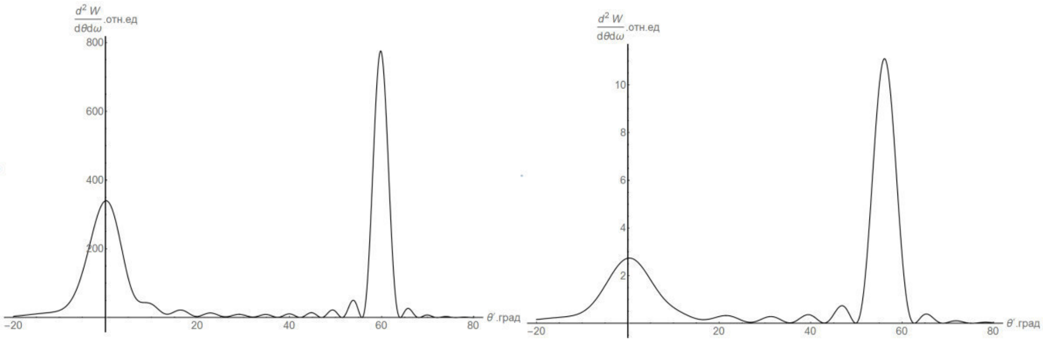


Fig. 2. Comparison of angular distribution of DR and VCR for parameters from [3]–to the left(a),[4]–to the right(b).

a) $\gamma = 22.3,\ \lambda = 0.5\ \mu m, \mathrm{a} = 50k^{-1}, \varphi = 30^{\mathrm{o}}, \varepsilon = 4$, *b)* $\gamma = 12,\ \lambda = 4\ mm,\ \mathrm{a} = 45\ mm, \varphi = 60^{\mathrm{o}}, \varepsilon = 2.2$

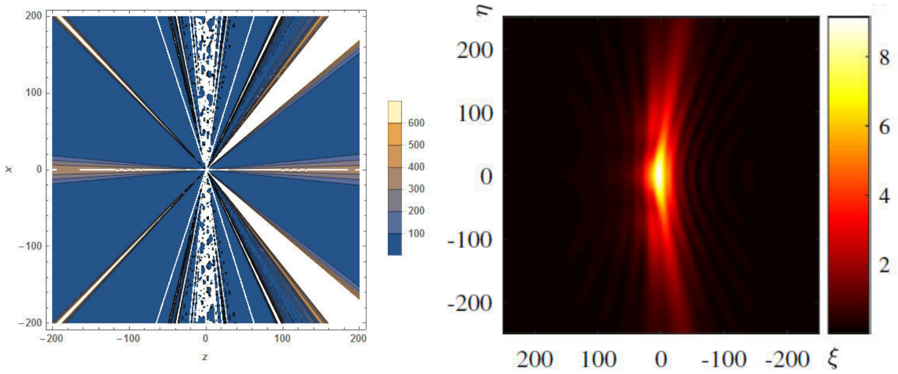


Fig. 3. Comparison of contour distribution of DR and VCR for the parameters of [4] by the formula (2) for the farzone– to the left (a), the result of [4] for the near zone– to the right (b).

$\gamma = 22.3,\ \lambda = 0.5\ \mu m, \mathrm{a} = 50k^{-1}, \varphi = 30^{\mathrm{o}}, \varepsilon = 4$

Conclusion. In this article modeling of the Vavilov-Cherenkov radiation generation process in the optical wavelength range is carried out. Basing on the calculations results, we can conclude that the formulae (2) give a realistic picture of the radiation. In Fig. 2 it can be observed that the VCR has a higher intensity than the diffraction radiation. VCR can be used for bunch diagnostics because it is generated at large angles with respect to the trajectory in favorable background conditions. There is a difference in VCR characteristics in Fig. 3 due to the fact that the model [4] describes VCR in the near zone, while the model [3] – in the far zone.

REFERENCES

1. Ginzburg V. L., Frank I. M. (1947), DAN USSR 56, 699
2. Kieffer R.,Bartnik L., Bergamaschi M., Bleko V. V., Billing M., Bobb L., Conway J., Forster M., Karataev P., Konkov A. S., Jones R. O., Lefevre T., Markova J. S., Mazzoni S., Padilla Fuentes Y., Potylitsyn A. P., Shanks J., and Wang S. (2018, August). Direct Observation of Incoherent Cherenkov Diffraction Radiation in the Visible Range Phys. Rev. Lett. 121
3. Shevelev M. V., Konkov A. S. (2014). Features of generation of Vavilov-Cherenkov radiation during the passage of a charged particle near a dielectric target. Tomsk Polytechnic University, volume 145, issue. 4, pp. 579-590.
4. Tyukhtin A. V., Vorobev V. V., Galyamin. Radiation of a charge moving along the boundary of dielectric prism. Saint-Petersburg State University.

ROTATIONAL ANALYSIS OF THE INVERSION-VIBRATIONAL SPECTRA OF THE $^{15}NHD_2$ MOLECULE: ν_6 FUNDAMENTAL BAND

A.S. Belova, A.V. Kuznetsov, A.L. Fomchenko
Scientific Supervisor: Prof., Dr. E.S. Bekhtereva
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: asb20@tpu.ru

ВРАЩАТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ ИНВЕРСИОННО-КОЛЕБАТЕЛЬНОГО СПЕКТРА МОЛЕКУЛЫ $^{15}NHD_2$: ФУНДАМЕНТАЛЬНАЯ ПОЛОСА ν_6

А.С. Белова, А.В. Кузнецов, А.Л. Фомченко
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Е.С. Бехтерева
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: asb20@tpu.ru

Аннотация. *В настоящей работе было впервые проведено исследование Фурье-спектра высокого разрешения молекулы $^{15}NHD_2$ в районе фундаментальной полосы ν_6. Анализ выполнен на основе метода комбинационных разностей основного состояния. В результате анализа двух инверсионно-колебательных состояний (ν_6 = 1, s) и (ν_6 = 1, a) было найдено более 550 колебательно-вращательных переходов и определены значения около 140 верхних колебательных уровней энергии.*

Introduction. High-resolution infrared and microwave spectra of molecules are a source of important information about the internal structure and physical properties of molecules. One of the most common methods for analyzing experimental rotational spectra is based on using the effective Hamiltonian model. As the result of solution of the inverse spectroscopic problem based on that model, one can determine many spectroscopic constants, which contain information about the structure and properties of the molecule. The first and the most important step in solving the inverse spectroscopic problem is the accurate assignment of the transitions. Complete analysis of the rotational spectrum of the ground and lower excited vibrational states gives accurate information about the energies of the interacting vibrational states, as well as more detailed information about the corresponding intramolecular interactions occurred because of the resonances.

Present study is devoted to the high-resolution study of di-deuterated ^{15}N-ammonia species, particular to transitions assignment. During the decades, gaseous ammonia is known to have played a key role in atmospheric chemical processes and in the bio-, geo-chemical processes that occur in sensitive ecosystems after the deposition. Astrophysical monitoring of ammonia allows one to recognize both main mother molecule and its isotopically substituted species as an important gas tracers for characterizing different evolutionary stages before and after the formation of stars [1-4]. Thus, high resolution study of ammonia and its isotopologues gives possibility to supplement the line lists needed and used for astrophysical applications. At present, there are already data on studies of the ammonia molecule and its isotopologues (for example, [5-7]), some of which are presented in the HITRAN database. However, the studied region was analyzed for the first time.

Theoretical background. To provide the assignment of spectra the usual for such purposes method of combination differences was used. Such an efficient method requires some theoretical calculations. First, one needs to know the ground state of the studied molecule with high accuracy. The data concerning the ground state were taken from the work [8]. Secondly, it is important to know the selection rules specific to the studied band.

In accordance with the general principles of quantum mechanics (see, for example, [9]), the possibility of the transition from the quantum state | φ> to another quantum state | ϕ> is determined by the inequality to zero of the square of the matrix element of the dipole moment P_Z (here P_Z is the component dipole moment operator in the laboratory coordinate system) on the functions | φ> and | ϕ>. Due to the symmetric properties of the molecule and considering that operator of the dipole moment P_Z of a molecule is transformed in accordance with the irreducible representation A_2 of the C_{2v} group one can show that the ν_6 band consists of two sub-bands: ν_6 (s←s) and ν_6 (a←a) with a-type transitions. So selection rules are ΔJ=0,±1; ΔK_a=even; ΔK_c=odd.

Experimental part. The high-resolution absorption spectra of the $^{15}NHD_2$ molecule were recorded using the Bruker IFS 125HR Fourier transform spectrometer at LISA in Créteil (France). Experimental setup one can see in Table 1 for both spectra. Due to the rapid exchange of H / D, spectra have a significant number of lines belonging to the isotopologues of $^{15}NH_2D$, $^{15}NHD_2$, $^{15}NH_3$ and $^{15}ND_3$. The resulting accuracy of recorded spectra is ±0.0003 cm^{-1} for well-isolated lines.

Table 1

Experimental setup for the spectral region 1000 – 1800 cm^{-1}

Spectrum	Resolution, cm^{-1}	Optical path length, m	Pressure, Pa	Temperature, K	Measuring time, h	No of scans	Calibration gas
I	0,004	5,649	237,5	297	8	320	CO_2,H_2O
II	0,004	5,649	52,1	297	10,5	420	CO_2,H_2O

Assignment of the transitions. To solve the inverse spectroscopic problem and obtain spectroscopic parameters, one needs to provide assignment of the inversion-vibrational-rotational transitions. The assignment was done using the usual for such purposes method of combination differences. As a result of assignment, more than 550 vibrational-rotational transitions were obtained. In the Figure 2, one can see the fragment of assigned high-resolution transitions.

As it could be noticed in the Figure 2 Q-branches of both states have a specific structure atypical for asymmetric top molecules which the studied molecule belongs to. The standard model expects the strong correspondence between quantum number J and the wavenumber of the transition (with an increase / decrease of quantum number J, the wavenumber of the transition increases / decreases, respectively). Nevertheless, in real spectra this dependency is not satisfied. It could be explained by the interaction between several states located close to each other. Band centers of (v_6 = 1, s) and (v_6 = 1, a) states are 1458.87 and 1458.67 cm^{-1}, respectively. This fact leads to the appearance of the Coriolis resonance and complication of the spectrum structure.

Conclusion. As a result more than 550 vibrational-rotational transitions belonging to (v_6 = 1, s) and (v_6 = 1, a) inversion-vibration states were obtained and values of about 140 upper vibrational energy levels with the maximum values of quantum numbers J^{max}=11, K_a^{max}=6 were determined. This data will be used as input data in a weighted least square fit with the aim to determine rotational, centrifugal distortion, and resonance interaction parameters of the effective Hamiltonian. As an outcome the set of spectroscopic parameters will be obtained.

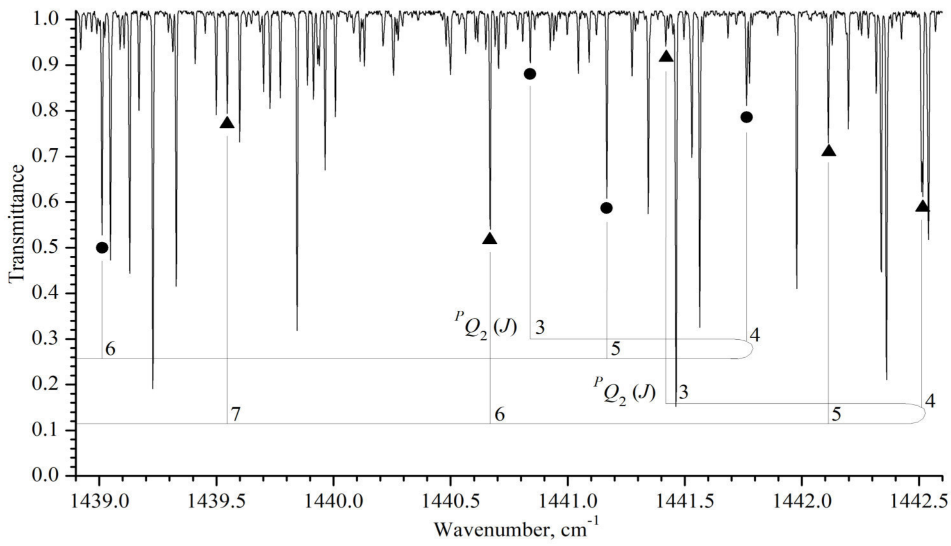


Fig. 1. The fragment of assigned transitions of the high-resolution spectrum of $^{15}NHD_2$ in the Q-branch region. Triangles correspond to ν_6^a band and circles are connected with ν_6^s band

This research was founded by the Russian Science Foundation, project 18-72-00032.

REFERENCES

1. Taban, I.M., Schutte, W.A., Pontoppidan, K.M., Van Dishoeck E.F. (2003). Stringent upper limits to the solid NH_3 abundance towards W 33A from near-IR spectroscopy with the very large telescope. Astronomy Astrophysics, no. 399, pp. 169-175.
2. Hargreaves, R.J., Li, G., Bernath, P.F. (2011). Hot NH_3 spectra for astrophysical applications. Astrophysics Journal, no. 735, pp. 111-121.
3. Busquet, G., Palau, A., Estalella, R., Girart, J.M., Sanchez-Monge, A., Viti, S., Ho, P.T.P., Zhang, Q. (2010). The NH_2D/NH_3 ratio toward pre-protostellar cores round the UCHII region in IRAS 20293+3952. Astronomy Astrophysics, no. 517, L1-L4.
4. Tine, S., Roue, E., Falgarone, E., Gerin, M., Pineau des Forets, G. (2000). Deuterium fractionation in dense ammonia cores. Astronomy Astrophysics, no. 356, pp. 1039-1049.
5. Fehrensen, B., Hippler, H., Quack, M. (1998). Isotopomer-selective overtone spectroscopy by ionization detected IR+UV double resonance of jet-cooled aniline. Chemical Physics, no. 298, pp. 320-328.
6. Cane, E., Di Lonardo, G., Fusina, L., Nivellini, G., Tamassia, F., Villa, M. (2013). Infrared spectroscopy of $^{15}ND_3$: The ν_2 and ν_4 bending fundamental bands. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, no. 119, pp. 1-11.
7. Irwin, P.G.J., Calcutt, S.B., Sihra, K., Taylor, F.W., Weir, A.L., Ballard, J., Johnston, W.B. (1999). Band parameters and *k* coefficients for self-broadened ammonia in the range 4000–11000 cm^{-1}. Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, no. 62, pp. 193-204.
8. Fomchenko A.L., Kuznetsov A.V., Bekhtereva E.S. (2017). Determining the parameters of the ground vibrational state of the NH2D and NHD2molecules. Russian Physics Journal, no. 60, pp. 279-283.
9. Ballentine L.E. (2000). Quantum mechanics: A modern development. Singapore: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd.

DETERMINATION OF FOCUSING SYSTEM PARAMETERS IN GENERATION OF THZ RADIATION BY BUNCH TRAIN

K.R. Mukhamedgaliyev, N.A. Lesiv
Scientific Supervisor: asoc. Prof., PhD. A.M. Altmark
St.-Petersburg State electrotechnical University, Russia, St.-Petersburg, prof. Popov str. 5, 197022
E-mail: kamilwork9@gmail.com

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ФОКУСИРУЮЩЕЙ СИСТЕМЫ В МЕТОДЕ ГЕНЕРАЦИИ ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬЮ СГУСТКОВ

К.Р. Мухамедгалиев, Н.А. Лесив
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. А.М. Альтмарк
Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет,
Россия, г. Санкт-Петербург, ул. проф. Попова 5, 197022
E-mail: kamilwork9@gmail.com

Аннотация. *Мы представляем оптимизацию электронной оптической системы для генерации терагерцового излучения последовательностью коротких электронных сгустков, проходящих через нагруженный диэлектриком волновод. Основной проблемой этой схемы является поперечная нестабильность пучка, которая ограничивает длину волнового пакета ТГц излучения. Здесь представлен новый алгоритм оптимизации параметров для системы фокусировки FODO. Численное моделирование динамики пучка было выполнено с помощью программы «Диэлектрический волновод», в которой используется аналитическое выражение функции Грина для нагруженных диэлектриком волноводов с цилиндрической и прямоугольной геометрией.*

Introduction. THz radiation has many applications in physics, chemistry and biology. There are a lot of methods to generate THz radiation using relativistic electron bunches [1]. The wakefield created by relativistic electrons in dielectric-loaded waveguides (DLW) has been studied for high peak -power THz radiation. When a single bunch passes through DLW it generates wakefield radiation (Cherenkov radiation in a slow wave structure) [2]. This radiation consists of many TM modes and can be calculated analytically. A bunch train can be used to excite specific modes selectively [3, 4]. As it was pointed out in paper [3] this method has additional limitations due to beam break-up (BBU) instability. Here we report calculations of focusing system parameters to increase the length of the wave packet.

The problem in hand has the following geometry. A train of electron bunches passes through a cylindrical dielectric tube metallized on the outside (Fig. 1). The radiation is generated by the sequence of relativistic electron bunches that pass along the waveguide axis. While a single bunch generates a set of different TM0n-modes in the DLW, the bunch sequence allows selection of only one of the TM0n-modes via superposition. Tuning the bunch train spacing one can select different TM0n modes. The main problem with this scheme is BBU-instability [5] due to a strong radial field. This field includes Hybrid Electro-Magnetic (HEM) modes that are excited when there is a radial deviation (offset) of the bunch from the waveguide axis. This fact limits the length of the wave packet. One way to increase the efficiency of radiation generation is to control the transverse instability through a quadrupole focusing system (FODO system). We present a simple algorithm for FODO lattice optimization based on the numerical simulation of the beam dynamics.

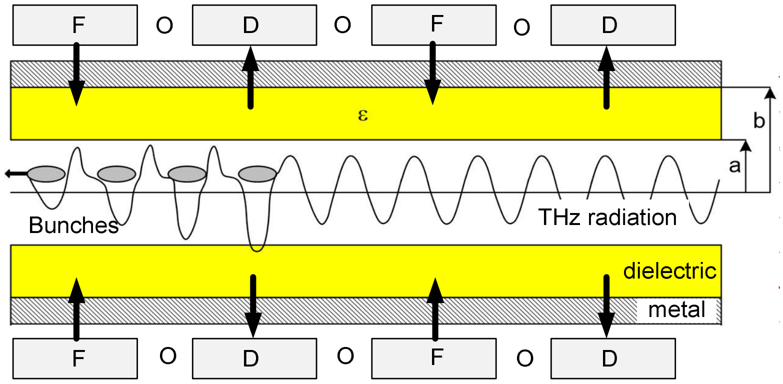


Fig. 1. The sequence of bunches is passing through the dielectric waveguide with the FODO system

Research methods. The “Dielectric waveguide” code has been developed at the physics department of Saint-Petersburg Electrotechnical University “LETI”. The purpose of the study was to calculate the wakefield created by high-current electron bunches in a dielectric waveguide [6]. This wakefield can be used for particle acceleration or as a source of THz radiation. The wakefield calculation is based on the explicit analytical formulas for the Green’s function for DLWs with cylindrical and rectangular geometries. The beam dynamics module works according to the macroparticle algorithm described in [7,8]. The waveguide parameters for the THz radiation are presented in Table 1. We made a calculation for the simple sequence, which contains three bunches. We observed monochromatic radiation field Ez with the frequency of the TM02 mode (439 GHz) behind the bunch train, as well as the transverse field Fr.

Design of the focusing system is based on maximization of propagation length. We chose a simple focusing system, which consists of only two focusing cells and one defocusing cell. We use eight parameters for optimization: focusing gradients (*G1, G2, G3*), distances between cells (*o1, o2*), width of cells (*z1, z2, z3*). The algorithm is based on variation of the focusing system parameters. The range of parameters is determined by the real physical constrains of the FODO system.

Table 1

Parameters of the waveguide and the bunch sequence

Parameter	**Value**	**Parameter**	**Value**
radius «a»	600 um	number of bunches in train	3
radius «b»	850 um	bunch energy	~ 75 MeV
waveguide length	10 cm	distance between bunches	1320 um
frequency mode TM02 (GHz)	439.3 GHz	relative permittivity	3.8
the charge of bunch	1 nC	Maximal offset	100 um

Results. First, we obtained the optimal parameters of the FODO system for the parameters (Table 2) of the dielectric waveguide listed in Table 1. These results show the dependence of the transverse bunch dimensions as a function of the longitudinal coordinate z. The focusing system allows the propagation distance to be increased to 18 cm in compare with 8 cm in case of FODO absence.

Table 2

Parameters of the optimal focusing system

Parameter	Value	Parameter	Value
G1	1.315 T/cm	*o2*	1.361 cm
G2	0.5707 T/cm	*z1*	3.959 cm
G3	0.8978 T/cm	*z2*	3.21 cm
o1	1 cm	*z3*	4.3 cm

Conclusion. An optimization algorithm was used to design a FODO lattice for bunch train propagation through the DLW. The bunch train spacing was tuned to generate monochromatic radiation at 439 GHz (TM02 mode). To selectively excite TM01, TM03 or any other mode, the bunch train spacing will have to be adjusted accordingly. However, in this case the FODO lattice has to be reconfigured for new bunch train spacing. The optimization algorithm can be used to redesign the system for a new bunch train spacing. Our algorithm works for a fixed offset but is still acceptable for low ones. We plan to improve our algorithm further to make it universal in terms of beam dynamics calculation for different types of waveguides, and its efficiency in terms of the computational time.

This work is supported by the Ministry of Education and Science of the Russian Federation (project 3.6522.2017).

REFERENCES

1. Carr, G. L., Martin, M. C., McKinney, W. R., Jordan, K., Neil, G. R., & Williams, G. P. (2002) High-power terahertz radiation from relativistic electrons, Nature volume 420, pp. 153–156
2. Galyamin, S. N., Tyukhtin A. V., Antipov S., & Baturin, S. S. (2014) Terahertz radiation from and ultra-relativistic charge exiting the openend of a waveguide with a dielectric layer, Optics Express 22(8):8902-8907
3. Andonian, G., Williams, O., & Wei, X. (2011) Resonant excitation of coherent Cerenkov radiation in dielectric lined waveguides, Appl. Phys. Lett. 98, 202901
4. Antipov S., Jing, C., Fedurin, M., Gai, W., Kanareykin, A., Kusche, K., Schoessow, P., Yakimenko, V., & Zholents, A. (2012) Experimental Observation of Energy Modulation in Electron Beams Passing through Terahertz Dielectric Wakefield Structures, Proceedings of IPAC
5. Schoessow, P., Jing, C. J., Kanareykin, A., Kustov, A., Altmark, A., Gai, W., & Power, J. G. (2010) Beam Breakup in Dielectric Wakefield Accelerating Structures: Modelling and Experiments, Proceedings of Particle Accelerator Conference Proceedings of IPAC'10, Kyoto, Japan
6. Altmark, A., Kanareykin A. (2016) The source of THz radiation based on dielectric waveguide excited by sequence of electron bunches, J. Phys.: Conf. Ser. 732 012037
7. Sheinman, I., Kanareykin, A. (2008) Transverse dynamics and bunch-to-bunch energy exchange in a dielectric-filled accelerating structure, Technical Physics 53(10):1350-1356
8. Sheinman, A. Kanareykin, G. Sotnikov (2012), Numerical and Analytical Methods of Modeling of Bunch Dynamics in Dielectric Filled Accelerating Structures, Proceedings of RUPAC2012

COORDINATE DEPENDENCE OF THE PHOTO-RESPONSE IN METAL – LITHIUM NIOBATE – METAL SANDWICH STRUCTURE

Yu.O. Perkov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.I. Ivanov
Far Eastern State Transport University, Russia, Khabarovsk, Seryshev str., 47, 680021
E-mail: valivi@mail.ru

КООРДИНАТНАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ФОТООТКЛИКА В СЭНДВИЧНОЙ СТРУКТУРЕ МЕТАЛЛ – НИОБАТ ЛИТИЯ - МЕТАЛЛ

Ю.О. Перков
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. В.И. Иванов
Дальневосточный государственный университет путей сообщения,
Россия, г. Хабаровск, ул. Серышева, 47, 680021
E-mail: valivi@mail.ru

Аннотация. *Представлены результаты экспериментального исследования фотоэдс в сэндвичной структуре металл-LiNbO$_3$:Fe-металл. Выявлена координатная зависимость величины фотоотклика, которая исчезает при чернении приемной поверхности металла. Интерпретация данного явления основана на существовании двух механизмов фотоотклика – фотовольтаического и термовольтаического.*

Introduction. The photovoltaic effects are well known phenomena for the ferroelectric crystals [1]. Last time were appeared a series of nonequilibrium phenomena in ferroelectrics, which do not have a definite theoretical description. In paper [2] the thermovoltaic effect consisting in initiation of the electric voltage between the opposite faces of the semiconductive sample of samarium sulphide (SmS) on heating to 400−500 K is described. The effect has appeared in the presence of the donor impurity concentration gradient directed towards these faces.

In this paper the results obtained in experimental studies of the light induced currents in the thin-layer metal-lithium niobate-metal (MLM) structure are presented. The coordinate dependences of the light response are experimentally investigated. This effect is similar to photovoltaic effect, but it includes the thermal contribution. The possible models of the investigated phenomena are discussed.

Research methods. The samples of doped lithium niobate crystals (iron concentration is equal 0.3 wt%) with different pairs of electrodes were studied. The metal electrodes were applied by vacuum evaporation with thickness varying from 0.1 to 1 μm. The samples with different pairs of electrodes (aluminum (Al) – chromium (Cr), indium (In) – chromium (Cr), aluminum (Al) – copper (Cu), silver (Ag) – aluminum (Al)) were used.

The study of the light induced effect was performed using the slow modulation of the light falling on the crystal. Because the sufficiently high rates of heating [about 0.1 K/s] were registered during the experiments, the pyroelectric current for the polar *Z*-cut crystals reached the considerable value. Therefore, the principal measurements were performed for the *Y*-cut lithium niobate crystals where the pyroelectric response could be observed in pure form.

It was experimentally measured the coefficient characterizing the light induced response:

$$G = \Delta U_n / P, \text{ (V/W)}, \tag{1}$$

where $\Delta U_н$ is the change of voltage across load impedance R_n when the sample is illuminated by the light, P is the power of the incident on the crystal radiation.

It was used the $LiNbO_3$:Fe crystal (0,3 Wt.% Fe, Al – Cr, $2 \times 2{,}5 \times 0{,}13$ mm^3). The preamplifier coefficient is К=20. The crystal was installed in the coordinate table, which allows you to seamlessly move crystal in two directions. The light spot diameter in the focus lens was 340 µm (figure 1).

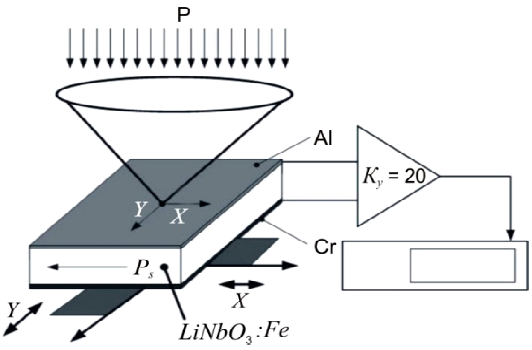
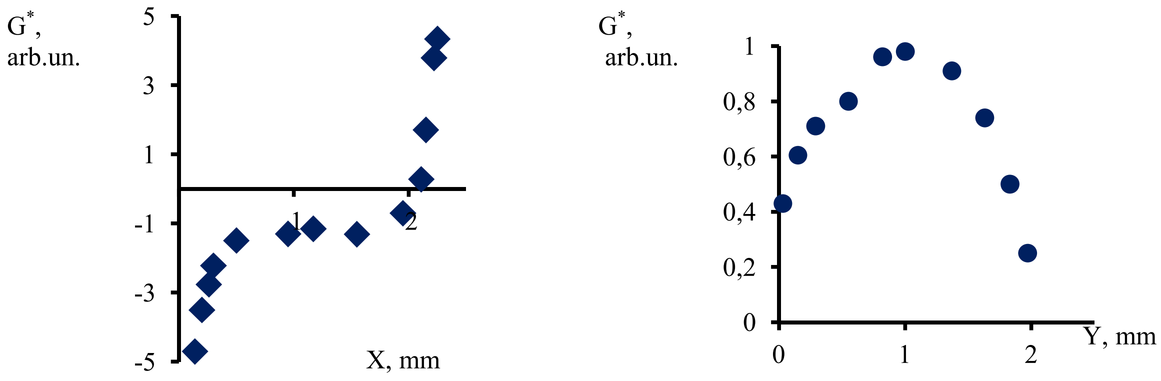


Fig. 1. Experimental scheme

Results. In experiments using as the source of radiation He-Ne laser (0.63 µm) it was revealed the dependence of light induced response from the coordinates of the laser spot on the crystal top surface.

The value of the stationary light response versus X (along polar axes) and Y-coordinates is shown in the figure 2. The coefficient G^*(G in arb. un.) reaches the greatest magnitude at the ends of the crystal and it takes different signs at the opposite ends of the sample. This asymmetry can be associated with only one selected direction in crystal associated with the polar axis X. The coefficient G^* versus Y-axis is changed monotonically (Fig. 2b).

The anomaly in the coordinate dependence can be explained by the existing two response mechanisms (photovoltaic and thermovoltaic) with different signs. In our work [3] the thermally-stimulated quasi-stationary current arising only in the highly-alloyed with iron crystal of lithium niobate with the evaporated electrodes from a pair of different metals was described. A sign of the thermo-EMF is determined by location of electrodes applied by vacuum evaporation on the opposite faces of crystal and does not depend on orientation of the crystallographic axes of the sample in reference to electrodes. In contrast with the classic pyroelectric effect, the value of observed thermal response is proportional to the crystal temperature increase and does not depend on the rate of its change. The study of the effect was performed using the slow modulation of the crystal temperature under the conditions of thermostat and the thermo-EMF was recorded under the stationary conditions (relaxation was not observed for observation time $\tau \sim 10^5$ *s*). The measurements showed that the thermo-voltaic effect has approximately equivalent values in the *Y*- and *Z*-cut crystals. The known phenomena in the sandwiched structures with ferroelectrics do not explain the observed quasi-stationary currents [1]. The presence of initial voltage U_n^0 across the sample allows us to suggest the non-equilibrium nature of the thermally stimulated current. In our work [3] it was proposed the electrets model of the MLM structure. In this model the thermoinduced changing of the conductivity of the crystal leads to change in the stationary current on the load impedance.



a) b)

Fig. 2. The coefficient G^* versus the coordinate X (a) and the coordinate Y (b) (lithium niobate crystal; 0.3 wt% of Fe; Al–Cr electrodes; $2 \times 2{,}5 \times 0{,}13$ mm^3)

The photovoltaic response gives the contribution of light induced current, because the electrodes were partially transparent. When the upper electrode was blackened this coordinate dependence is disappeared. The detail explanation of the describing experiments requires the next investigations.

Conclusions. The results obtained in experimental studies of the light induced currents in the thin-layer metal-lithium niobate-metal (MLM) structure are presented. In the nonsymmetrical MLM system is registered the stationary light induced current. In experiments with the local illumination of the $LiNbO_3$:Fe crystal it was revealed the anomalous dependence of light induced response from the coordinates of the laser spot on the crystal top surface. The alleged explanation of the both effects includes the photovoltaic effect and the thermovoltaic contribution.

The results obtained can be used for investigating the properties of the sandwiched ferroelectric structures [3] as well as for developing new types of the photo-electrical energy converters [4].

REFERENCES

1. Kuz'minov, S. (1990) Ferroelectric Crystals for Laser Radiation Control. Bristol :Adam Hilger.
2. Kaminskii, V. (2013) Dynamics of the thermovoltaic effect in SmS. Technical Physics Letters, vol. 39, p. 673.
3. Ivanov, V., Karpets, Yu., Marchenkov, N., Zdorovtsev, G. (2005) Thermo-EMF models in LiNbO3 crystals with different metal electrodes. Proc. SPIE, vol. 5851, pp.415-419.
4. Ivanov, V., Karpets, Yu., Perkov, Yu. (2017) Photo-induced currents in the sandwich metal-ferroelectricmetal structure. IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng., vol. 168, p. 012034.

THE PLANT FOR OBTAINING AN AQUEOUS RADON SOLUTION

S.A. Plastun, M.S. Cherepnev
Scientific Supervisor: Associate Prof., Cand. N.K. Ryzhakova
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: xheracl@gmail.com

УСТАНОВКА ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ВОДНОГО РАССТВОРА РАДОНА

С.А. Пластун, М.С. Черепнев
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. Н.К. Рыжакова
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: xheracl@gmail.com

Аннотация. *Индикаторные методы исследования с помощью радиоактивных изотопов нашли широкое применение в различных областях науки, техники, медицины, геологии и т.д. [1-3]. Одним из наиболее эффективных индикаторов является радиоактивный газ радон – 222, образующийся в результате последовательных радиоактивных превращений урана – 238. В данной работе для получения индикаторной жидкости на основе радона – 222 была собрана установка, где в качестве источника радона использованы кремниевые и кварцевые породы, содержащие металлические вкрапления урана-238.*

Introduction. Indicator methods based on radioactive isotopes are widely used in various fields of science, technology, medicine, geology, etc. [1-2]. One of the most effective indicators is the radioactive gas Rn – 222 which is formed by consecutive radioactive transformations from U – 238. In this research was assembled the plant for obtaining an aqueous radon solution. Silicon and quartz rocks, which contain metallic inclusions of U – 238, are used as a source of radon.

Description of the plant. The solubility coefficient of radon in water is 0,25, in organic liquids, for example, in oil and kerosene – 0,8. It was necessary to make radon activity in the generator volume of several MBq/m^3 in order to obtain an aqueous solution with an activity of several kBq/L. The large pieces of uranium-containing rocks (silicon and quartz rocks) with dimensions of several tens of cm were crushed into smaller fractions with dimensions of 15...30 mm. Crushed rocks (with overall weight ~ 45 kg) were placed in plastic containers with a volume of 2.2 L (150 mm height and 165 mm diameter). The top sides of plastic containers were drilled by “web” scheme with a diameter of holes 2 mm to ensure the release of Ra - 222 gas. Plastic containers were placed layer by layer in a sealed steel barrel with a volume of 200 liters (860 mm height and 590 mm diameter) with a wall thickness of 1.4 mm and with a removable top bottom; overall 32 containers by 4 layers were placed in the generator.

The inner surface of the barrel was painted by two layers with a hydrophobic coating based on bitumen. Air circulation and gas intake from the bottom of the radon generator were made by two chokes (Fig. 1).

Results. The radiometer *RAD 7* was used to measure the radon volumetric activity in the air of the generator and aqueous radon solutions; H_2O method was used to measure radon concentration in water (Fig. 2).

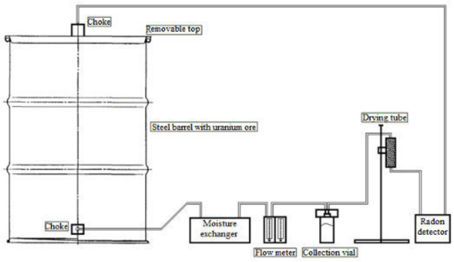


Fig. 1. The plant for making an aqueous radon solution

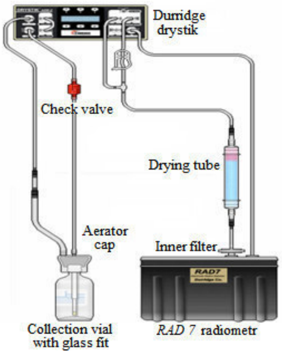


Fig. 2. H_2O *method*

The measurements of the volumetric activity of radon in water were carried out by different times and flow rates to determine the optimal conditions to make aqueous radon solutions with volumetric activity of several kBq/L (Fig. 3)

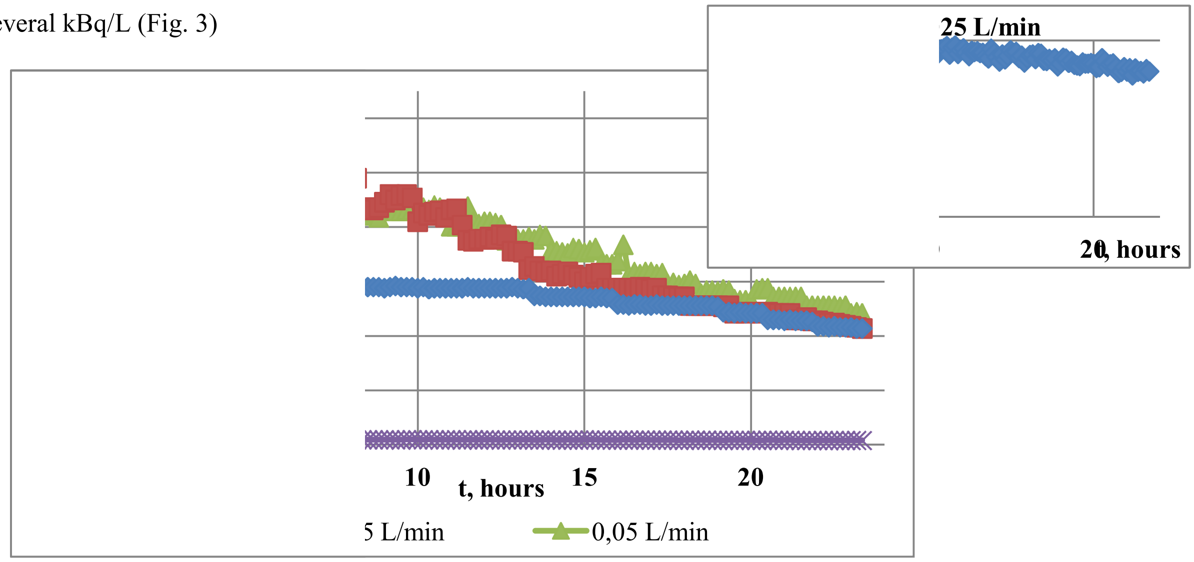


Fig. 3. The dependence of pumping time and flow rates on the volumetric activity of an aqueous radon solution

Fig. 3 shows low flow rates (~ 0,025 L/min) can`t make the volumetric activity of an aqueous radon solution more than 50 Bq/L. The volumetric activity of radon in water was rapidly increased to the maximum value and then slowly decreased with pumping time for flow rates 0,05...0,1 L/min by 1,5...3 hours. The slow decline of volumetric activity as a result of pumping gas with less volumetric activity and radioactive decays by the time. Flow rates 0,05 L/min and 0,075 L/min have got the same radon activity in water by over 2,5 hours of pumping time. After 8 hours of pumping the radon activity in water is almost independent of the flow rate.

It was revealed a qualitative dependence of the time interval t_{max} on maximum value of the volumetric activity of an aqueous radon solution VA_{max}. The maximum values of VA are reached at different flow rates (Fig. 4).

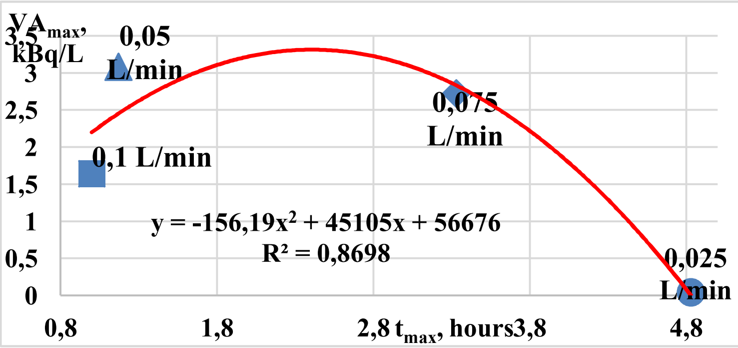


Fig. 4. The dependence of the flow rate Q on the time interval t_{max}

Fig.4 shows the designed generator has optimal pumping conditions to make the maximum radon concentration in water. The maximum volumetric activity of radon in water 3 kBq/L can be received by the flow rate 0,05 L/min and pumping time 70 minutes. The qualitative dependence of the flow rate Q on the time interval t_{max} which is needed to receive the maximum of the volume activity VA_{max} of an aqueous radon solution are presented in Fig.5.

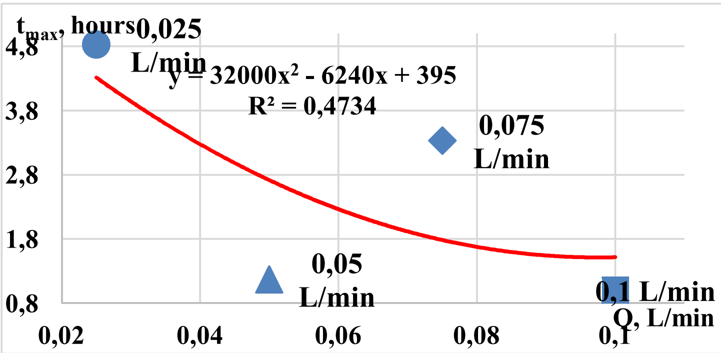


Fig. 5. The dependence of the time at different flow rates on the maximum radon activity in water

Fig.5 shows there is a tendency to decrease the time intervals t_{max} which is needed to receive the maximum radon activity in water by flow rates more than 0,025 L/min.

Conclusion. Crushed uranium-containing rocks (with overall weight ~ 45 kg) with dimensions of 15...30 mm in the generator with volume of 200 L can give a volumetric radon activity in the order of several MBq/m^3 by the 2 days. The dependence of the maximum volumetric activity of an aqueous radon solution by the time and flow rate is characterized by the presence of a maximum. The maximum volumetric activity of radon in water 3 kBq/L can be received by the flow rate 0,05 L/min and pumping time 70 minutes.

REFERENCES

1. Kilyakov V.N., Solodovnikov Yu.I. Geoecological assessment of the radon indicator method for research of oil and gas wells // Industrial Safety. - 2006. - №6.
2. Havelka M, Radon-in-water standard // Applied Radiation and Isotopes Volume 67, Issue 5, May 2009, Pages 860-862.

EVALUATING THE DEPENDENCY OF NEUTRON SPECTRA AND DOSE RATE ON THE IRRADIATION FIELD SIZE FOR FAST NEUTRON THERAPY PURPOSES

A.M. Shehada, V.M. Golovkov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.M. Golovkov and Prof., Dr. V.P. Krivobokov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: shihada@tpu.ru

ОЦЕНКА ЗАВИСИМОСТИ НЕЙТРОННЫХ СПЕКТРОВ И МОЩНОСТИ ДОЗЫ ОТ РАЗМЕРА ПОЛЯ ОБЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ЦЕЛЕЙ БЫСТРОЙ НЕЙТРОННОЙ ТЕРАПИИ

А.М. Шихада, В.М. Головков, В.П. Кривабоков
Научный руководитель: профессор, д.т.н. В.М. Головков, профессор, д.т.н. В.П. Кривабоков
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050.
E-mail: shihada@tpu.ru

Аннотация. *Циклотрон Томского политехнического университета ТПУ типа Р7М в настоящее время используется для разработки радиофармацевтических препаратов и лечения онкологических заболеваний. Для дистанционной терапии необходимы достаточно большие потоки быстрых нейтронов, которые могут создавать достаточные уровни поглощённой дозы излучения в раковой ткани не менее 0,1 гр/ мин при расстоянии источник-пациент 1 м. Целесообразно использовать реакцию ^{9}Be (d, n) ^{10}B с энергией дейтрона 13,6 МэВ. Средняя энергия испускаемых нейтронов рассчитывалась по коду PACE 4 (LISE++), который составлял около 5,2 МэВ, а наиболее вероятная энергия около 2,5 МэВ. Уточнены и оценены параметры полей нейтронного облучения, энергетических спектров и поглощённых доз излучения нейтронов источником ^{9}Be(d, n) на основе циклотрона методом нейтронной активации и гамма-спектрометром в диапазоне энергий нейтронов от 0 до 14 МэВ для более эффективного лечения онкологических заболеваний. В процессе этого исследования на окно коллиматора были вставлены экспериментальные работы с фольгами Al, Fe, Cu и Cd. Исследованы различные размеры полей нейтронного облучения, которые могут регулироваться съёмным полиэтиленовым коллиматором для исследования характеристик нейтронного пучка. Результаты имитационных работ с кодами MCNP-4C и PACE 4 (LISE++) хорошо согласуются с экспериментальными данными и литературой, учитывающей некоторые важные различия в зависимости от размера коллимационного поля.*

Introduction. The reason of supporting the utilization of neutrons for treatment is their relative natural adequacy (RBE). For the neutron energies provided by the cyclotron beam, 1/3 fewer doses are required to accomplish an indistinguishable clinical impact with neutrons from is required with customary photons. Certain tumors are named being radioresistant. They react ineffectively to ordinary photon treatment [1-3].

Research methods. Four different collimator-irradiation fields were studied with removable polyethylene collimators, which have different irradiation field sizes; 8.5 x 8.5 cm^2, 10.5 x 6 cm^2, 7 x 4.5 cm^2 and 4.5 x 4.5 cm^2. The geometry of collimator materials and shielding are shown in Figure 1. To have a comparison with the actual values of neutron flux, an experiment was conducted using Al, Fe, Cu, and Cd foils for neutron activation method.

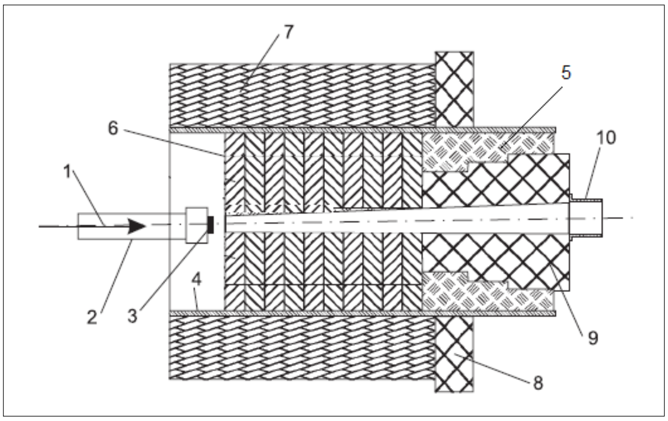


Fig.1. Neutron beam collimator. 1 – deuteron beam; 2 – ion beam channel; 3 – Be target; 4 – iron pipe; 5 – polyethylene collimator; 6 – iron disks; 7 – concrete wall; 8 – radiation protection of polyethylene; 9 – removable polyethylene collimator; 10 – cone

The beryllium target was irradiated by 13.6 MeV deuteron ions for a period of 30 minutes with deuteron beam of current ~ 45 μA and spot size ~ 15-20 mm. The neutron energy spectrum simulated and obtained by PACE 4 (LISE++) code [4].

The gamma-ray activities were measured by a high purity coaxial germanium HPGe (GC1020) detector for a period of 250 seconds for Al, Cu and Cd samples and 4000 seconds for Fe samples. The calculated values obtained using the equation:

$$\phi \ (\text{n/cm}^2.\text{s}) = \frac{A}{<\sigma> N(1-e^{-\lambda t_{irr}})e^{-\lambda t_c}} \qquad (1)$$

Where A, λ, $<\sigma>$, N, $t_{irr,}$ and t_c denote the activity (Bq), decay constant (s^{-1}), effective cross section (cm^2), number of target nuclei, time of irradiation and time of cooling respectively.

Results. The results were extracted from experiments and MCNP-4C simulations for neutron fluxes in different energy ranges of neutrons and the neutron absorbed dose rates were presented in Table 1. These results with results obtained by PACE 4 code were compared in Figure 2.

Table 1

The neutron dose rate for different collimation sizes

	Neutron absorbed dose rates in Gy/min at 1 m from the source for different irradiation fields			
	8.5 x 8.5 cm^2	10.5 x 6 cm^2	7 x 4.5 cm^2	4.5 x 4.5 cm^2
Exp. results	0.225	0.216	0.21	0.20
MCNP-4C_results	0.225	0.217	0.191	0.17

The absorbed dose rates were differed depending on the collimation field size. Experimental and simulated MCNP-4C values almost equal for big irradiation fields, and begin to differ for smaller ones. As a result, the dose rate decreases about 10 % between collimators with irradiation fields 8.5 x 8.5 cm^2 and 4.5 x 4.5 cm^2 as demonstrated by the experiments. While, these values are decreased approximately 25 % as calculated by MCNP-4C code.

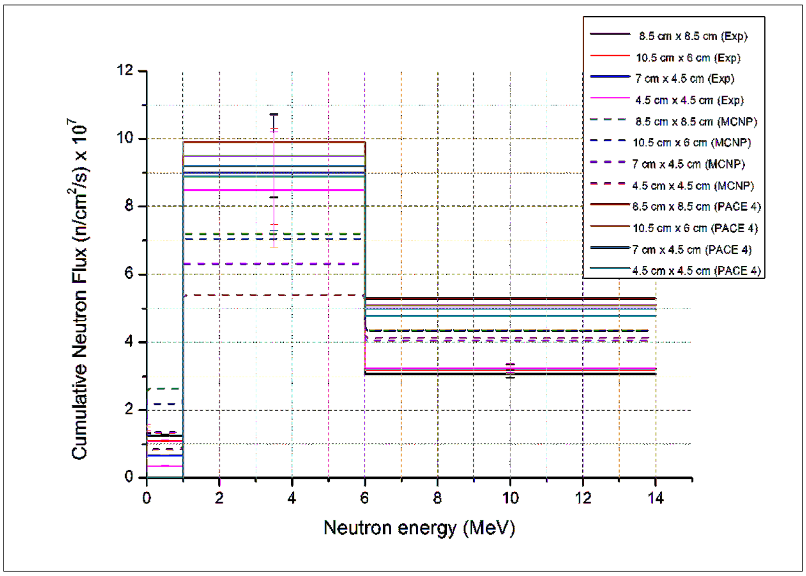


Fig.2. the cumulative neutron fluxes over energy regions of neutrons for different collimation irradiation fields. This scheme presented data obtained experimentally (with error bars) and simulation results by MCNP4C and PACE 4 codes

These results can be explained as appearing in Fig .2 that the neutron flux calculated by MCNP-4C is less than measured experimentally in the energy region between 1 MeV and 6 MeV (taken into account the big errors for some experimental results about 20 %).

Conclusions. As a result, the neutron fluxes from ^{9}Be(d, n) source and the dose rates conducted experimentally and simulated by the code MCNP-4C were in good agreement with literature. These values were differed according to the irradiation field size. The experimental and MCNP-4C values are very close to each other for big irradiation fields and begin to differ significantly for smaller ones. There is a drop of dose rate value by 10 % between collimators 8.5 x 8.5 cm^2 and 4.5 x 4.5 cm^2 as appeared from experiments and 25 % as calculated by MCNP-4C code. That because of the neutron fluxes calculated by MCNP-4C is less than measured values in the energy region between 1 MeV and 6 MeV. Consequently, that leads us to the most optimal option of collimation field size to be used to maximize the neutron flux and dose rate delivered to the treated tissues.

REFERENCES

1. Cember H., Johnson T.E. (2009). Introduction to Health Physics, fourth ed., McGraw–Hill, New York.
2. Lamarsh J.R., Baratta A.J.(2001). Introduction to Nuclear Engineering, third ed., Prentice Hall, New Jersey.
3. Turner J.E. (2007). Atoms, Radiation, and Radiation Protection, third ed., Wiley-VCH, Weinheim.
4. PACE 4: evaporation code operating under MS Windows. Retrieved November 20, 2018, from http://lise.nscl.msu.edu/pace4.html.

THREE-DIMENSIONAL PORE-SCALE NUMERICAL SIMULATION OF METHANE PARTIAL OXIDATION IN INERT POROUS MEDIA

I.A. Yakovlev
Scientific Supervisor: PhD. S.D. Zambalov
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: yakovlev-i-a@yandex.ru

ТРЕХМЕРНОЕ ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ НА ПОРОВОМ МАСШТАБЕ ПРОЦЕССА ПАРЦИАЛЬНОГО ОКИСЛЕНИЯ МЕТАНА В ИНЕРТНОЙ ПОРИСТОЙ СРЕДЕ

И.А. Яковлев
Научный руководитель: к.ф.-м.н. С.Д. Замбалов
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: yakovlev-i-a@yandex.ru

Аннотация. *В настоящей работе мы провели численное моделирование парциального окисления метана в инертной пористой среде в рамках подхода, когда геометрия пористой структуры в виде зернистого слоя частиц сферической формы учитывается в явном виде. Процессы течения газообразной смеси, тепловое межфазное взаимодействие, теплопроводность твердого каркаса, химические реакции, а также передача тепла излучением моделируются непосредственно на локальном масштабе пор. В результате работы была получена оценка эффективности процесса конверсии сверхбогатой смеси метана и воздуха в синтез-газ, а также локальное распределение температуры и параметров течения вблизи фронта пламени.*

Introduction. Last decades hydrogen energy has been considered as promising way to reduce atmospheric emission in different industrial and domestic technologies. The main advantages of this fuel are a high amount of energy per unit mass and minimization of emission during its combustion. Modern industrial technology of hydrogen production is based on steam reforming of natural gas. This process is endothermic and characterized by high energy and water consumption. An alternative method of H_2 production is methane partial oxidation in inert porous media [1]. Ultra-rich methane-air mixture filtrates through a porous media where the exothermal reaction of partial oxidation occurs. During the process, specific wave-shaped thermal structure forms which is the result of intense heat transfer between the fluid and solid phases. Heat from combustion region is transferring to the preheating region via thermal conductivity of porous matrix and radiation. Such a specific mechanism of heat recuperation leads to enthalpy excess and high temperatures and reaction rate in comparison with free flames. Flammability limits expand also that makes possible to burn ultra-rich mixtures without preheating by external sources. Exhaust gas composition is very close to syngas (H_2 and CO mixture) diluted by nitrogen [2]. Over last few decades, many different studies devoted to the improvement of the process parameters and stability have been performed including methods of a numerical simulation. The most widespread mathematical models are based on the volume-averaged approach that assumes using averaged semi-empirical parameters such as averaged heat transfer coefficient, porosity, and interfacial area density. This approach has a fundamental limitation – it is impossible to simulate the spatial variation of the process parameters caused by local variation of the porous structure.

An alternative approach is based on the idea to represent the real porous structure at the pore scale and simulate thermal interaction between the fluid and solid phases directly. This approach is limited by dimensions of the sample under simulation but allows considering the process explicitly [3]. This study is devoted to three-dimensional pore-scale numerical simulation of methane partial oxidation in the packed bed of ceramic spheres including detailed chemical kinetic of ultra-rich methane-air combustion and solid-to-solid radiation.

Simulation method. The pore-scale approach requires a geometrical model of porous media. We used a discrete element method to reproduce geometrical data of the packed bed. The filling up of the computational region with the spherical particles was simulated including particle-to-particle interactions with friction. The particle diameter was 5 mm. The result of the numerical simulation was compared with experimental data. The maximum difference between the radial porosity profiles is about 5%. Then the geometrical model was meshed with a novel approach proposed by Partopour and Dixon [4]. This method allows avoiding the specific problem of mesh generation near contact points of spheres where the region with small angles takes place. During that, the regions of point contacts were replaced by the bridges. The mathematical model includes the general Navier-Stokes equations in the fluid region and heat conduction equation in the solid region with coupled boundary conditions at the interphase boundary. Additionally, the sub-models for solid-to-solid radiation, chemical reaction simulation with detailed chemical kinetics model were included in the system. The velocity of the methane-air mixture at inlet boundary was 0.14 m/s and the composition was defined by equivalence ratio φ that was 2.5 under atmospheric pressure. Ansys Fluent software was used to solve the governing equations using a finite volume method.

Results. In Fig. 1a the temperature distribution is shown. It can be seen that at the same section the temperatures of the fluid and solid phases are not equal. Such thermal nonequilibrium indicates that the heat flux between the gas and porous matrix in the combustion wave. In region I the heat, which is transferred from reaction region II via conductivity of the porous media and radiation, preheats income mixture. In region III thermal relaxation occurs. This heat recuperation mechanism leads to enthalpy excess in the combustion region and superadiabatic temperature. Regions of maximum fluid temperature are distributed non-uniformly as a result of spatial variation of the flow field. Fig. 1b shows the velocity magnitude distribution. There is a large spatial variation of the velocity due to the random character of the packed bed. The spatial variation of the axial flow velocity reaches 60% of the average value. Due to the nonlinear correlation between velocity and heat transfer coefficient, the volume averaged approach can lead to underestimation of the fluid temperature. The irregularity of the flow field leads to a non-planar shape of the flame front. The heat release rate is shown in Fig. 1c. It can be seen that the regions of maximum heat release have a different coordinate in the axial direction. This effect is also caused by the porous structure and flow field irregularity. Hence, during combustion wave propagation, such local instabilities are compensated by radial interphase and radiative heat fluxes under considering operational conditions. Fig. 1d shows major species profiles along with *y* axis. Points are local values of the mole fraction in different positions at the section and curves are its averaged values. It can be seen that the local mole fraction has large special variation. This effect can be explained by non-uniform the fluid temperature distribution. During the process, incomplete methane combustion occurs. The rest of the methane in the exhaust gas is about 4%. Major combustion products are hydrogen and carbon monoxide that are the main syngas components. The predicted mole fraction of H_2 in the exhaust gas is about 14%. For CO the value is 11%. Toledo et al. [2] analyzed exhaust gas composition for PMC under similar condition (their results are depicted by dotted lines). The predicted values are less than the experimental data by 16.7% for H_2 and 10.7% for CO.

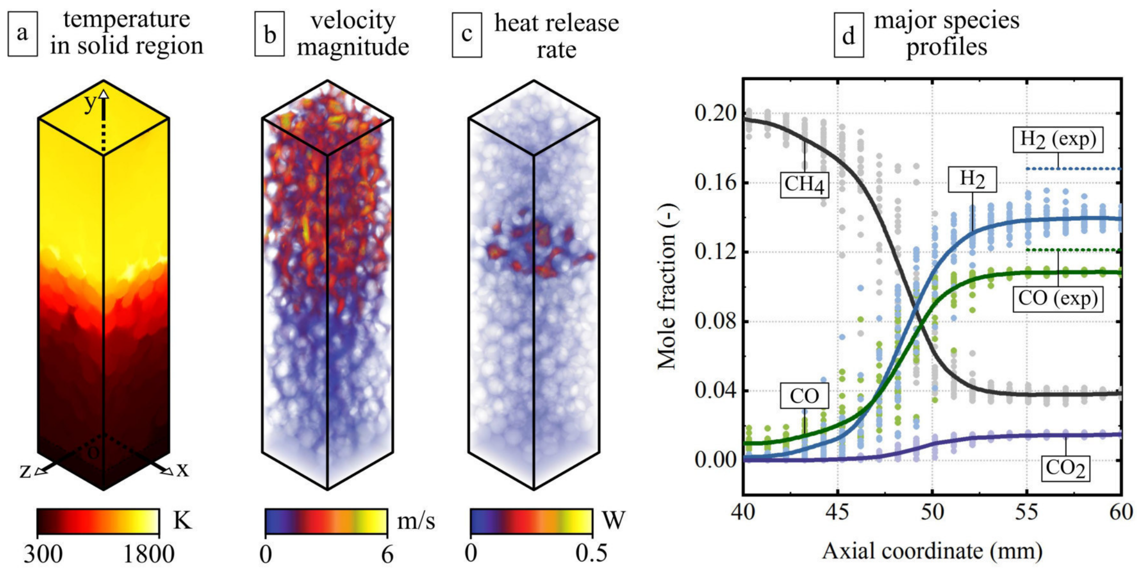


Fig. 1. The temperature (a), velocity (b), heat release rate (c) distributions and major species profiles (d)

Conclusion. The main parameters of the partial oxidation in inert porous media were predicted using the pore-scale simulation approach. The model depicts the heat recuperation scheme from high-temperature combustion products to input reactants via explicit simulation of interphase heat exchange, radiation and conductivity of the porous matrix. It was shown such heat recuperation mechanism leads to enthalpy excess in combustion wave. Under these conditions, the ultra-rich methane-air mixture can be conversed to syngas (H_2 and CO mixture) effectively without the internal energy source. Detailed simulation with explicit porous media structure representation allows considering the process parameters at the pore scale. In was shown that local variation of the porous matrix structure has a significant impact on the parameters distribution.

The reported study was funded by RFBR according to the research project № 18-31-00071.

REFERENCES

1. Araya, R., Araus, K., Utria, K., Toledo, M. (2014). Optimization of hydrogen production by filtration combustion of natural gas by water addition. Int. J. Hydrogen Energy, no. 39, pp. 7338–7345.
2. Toledo, M.G, Utria., K.S., González, F.A., Zuñiga, J.P., Saveliev, A.V. (2012). Hybrid filtration combustion of natural gas and coal. Int. J. Hydrogen Energy, no. 37, pp. 6942–6948.
3. Bedoya, C., Dinkov, I., Habisreuther, P., Zarzalis, N., Bockhorn H., Parthasarathy, P. (2015). Experimental study, 1D volume-averaged calculations and 3D direct pore level simulations of the flame stabilization in porous inert media at elevated pressure. Combust. Flame, no. 162, pp. 3740–3754.
4. Partopour, B., Dixon, A.G. (2017). An integrated workflow for resolved-particle packed bed models with complex particle shapes. Powder Technology, no. 322, pp. 258–272.

NUMERICAL SIMULATION OF MIXTURE FORMATION AND COMBUSTION PROCESS IN HYDROGEN ROTARY RANGE EXTENDER UNDER MULTIPLE FUEL INJECTION STRATEGY

S.D. Zambalov

Scientific Supervisor: PhD. I.A. Yakovlev

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: zambalovsd@gmail.com

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОДГОТОВКИ И СГОРАНИЯ ТОПЛИВНОЙ СМЕСИ В ВОДОРОДНОМ РОТОРНО-ПОРШНЕВОМ ДВИГАТЕЛЕ С СИСТЕМОЙ МНОГОКРАТНОГО ВПРЫСКА ТОПЛИВА

С.Д. Замбалов

Научный руководитель: к.ф.-м.н. И.А. Яковлев

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: zambalovsd@gmail.com

Аннотация. *В работе проведено численное моделирование рабочего процесса в водородном роторно-поршневом двигателе (РПД), используемом в качестве расширителя пробега электромобиля. Объектом исследования является односекционный РПД объемом 250 см*^{3} *с боковым расположением впускного и выпускного коллекторов, оснащенный системой многократного непосредственного впрыска топлива в камеру сгорания. Было разработана подвижная расчетная модель камеры сгорания со структурированными гексагональными сеточными элементами. Был разработан алгоритм движения узлов сеточной модели камеры сгорания в соответствии с кинематикой РПД. Был установлен оптимальный режим многократного впрыска топлива, обеспечивающий заданный уровень мощности расширителя пробега. Проанализированы картины распределения скоростей и параметров турбулентности по сечениям РПД.*

Introduction. One of the possibilities to global long term emission reduction goal can be a utilization of the electric vehicles (EV) in passenger transport sector. Serious challenge for EV is batteries because they are bulky, expensive and have low energy density compare to liquid fuels such a gasoline or diesel. These disadvantages result in reduction of driving range that EV can travel with fully charged batteries and can cause "range anxiety" for users. Introduction in the EV small auxiliary power unit (range extender) that recharges energy storage is one of the possible solutions for before mentioned limitations [1]. The range extender typically uses combination of the internal combustion engine with an electric generator for transformation mechanical energy of combustion fuel to electricity.

The Wankel engine is well suited for range expansion of the EV [2]. Rotary engine has valuable advantages: low weight and dimensions, large specific power, excellent engine balance and low NVH. High speeds of the crankshaft allowed using electric generator without intermediate mechanisms. The Wankel rotary engine has a potential for zero emission concept with development hydrogen utilization technology[3,4] as well as advanced mixture formation features such as direct multiple injection [5]. This paper devoted to investigation of the novel range extender based on hydrogen fueled rotary engine with multiple direct injection system via numerical simulation method.

Model configuration. Research object in this study is side-ported single-rotor engine with displacement 250 cc. Basic dimensions were determined in accordance with selected displacement and founded in practical applications literature [6]. Hydrogen direct injection implemented via row of four equally spaced orifices (1 mm in diameter) located at the rotor housing. Taking into account fuel consumption parameters, emission characteristics, peak power rating and appropriate NVH level the operating speed of the modeled rotary extender at 5000 rpm was chosen. The equivalence ratio 0.8 was set for simulation. Asynchronous ignition mode with two sparks plugs adoption was selected in order to reach optimal combustion process in the narrow and elongated combustion chamber at top dead center.

Three types of the fuel induction strategy with various injection pressure, duration, timing and quantity of injections during each cycle were studied (fig. 1).

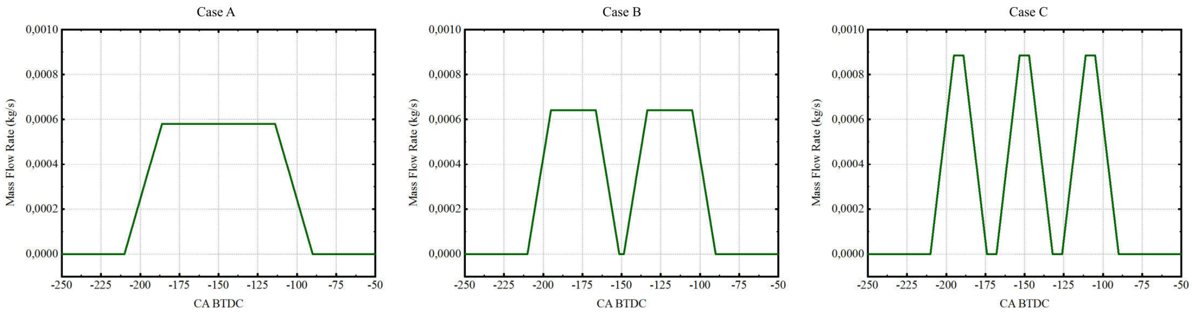


Fig. 1. Variation of mass flow rate of the hydrogen injector vs. crank angle before top dead center

Simulation method. System of the governing equations was numerically solved with using finite volume method. RNG *k-ε* turbulence model is used for simulation of the flow characteristics under turbulent flow conditions. Eddy-dissipation concept was used to investigate turbulence-chemistry interaction. This model allows inclusion of detailed chemical mechanisms in turbulent flows.

Results. Turbulence intensity significantly affects mixing, ignition and combustion processes. The distribution of the turbulence intensity in the combustion chamber at ignition timing for cases A, B and C is shown on fig. 2.

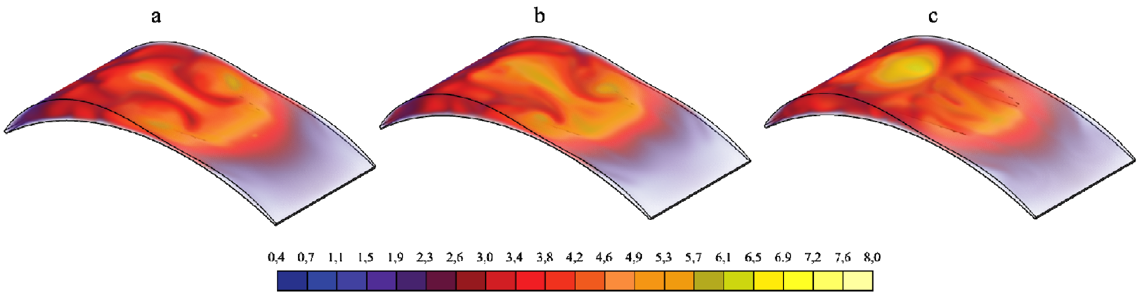


Fig. 2. Turbulent intensity distribution in the combustion chamber for case A (a), case B (b), and case C (c)

Turbulence intensity distributions for the cases A and B are almost identical except zone at the leading spark plug. Turbulence intensity for the case C is completely different. High turbulence region in the vicinity of the trailing spark plug is the feature of the case C injection strategy. Turbulence level affects composition of the air-fuel mixture. The mass fraction of the hydrogen at the vicinity of leading (LSP) and trailing spark plugs

(TSP) at the proper ignition timing was shown on fig. 3a. The mass fraction of the hydrogen at case C differs from cases A and B. High mass fraction at the trailing spark plugs for case C is crucial for the rotary engine due to problem of the flame development at the rear side of the combustion chamber. Analysis of the hydrogen reaction rate at the combustion front is showed that maximum of the reaction rate is occur at the case C injection strategy. Hydrogen reaction rate was increased during combustion development process and further diminish at the combustion duration stage. Based on numerical simulation, effect of the injection strategy on the rotary engine performance was studied. The engine with case C injection strategy has maximum BMEP and therefore maximum indicated power (fig. 3b).

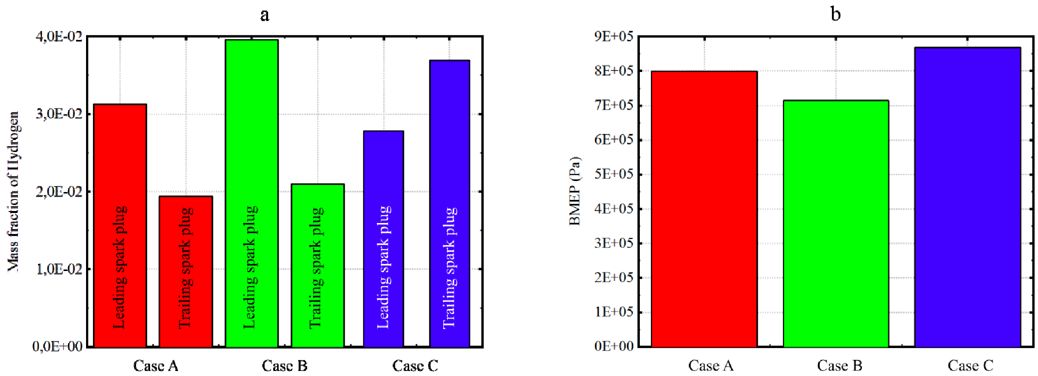


Fig. 3. Hydrogen mass fraction distribution at the vicinity of LSP and TSP (a) and BMEP for cases A, B, C (b)

Conclusion. Numerical simulation of the novel range extender based on hydrogen fueled rotary engine with multiple direct injection system was provided. The effect of the different multiple injection strategies on mixture formation and combustion process was investigated. It was shown that turbulence characteristics have an influence on flame development process. The multiple injection strategy with three consecutive pulses was recommended for engineering applications.

The reported study was funded by RFBR according to the research project № 18-38-00138.

REFERENCES

1. Bassett, M., Fraser, N., Brooks, T., Taylor, G., Hall, J. & Thatcher, I. (2010). A Study of Fuel Converter Requirements for an Extended-Range Electric Vehicle. SAE International Journal of Engines, no. 3, pp 631–654.
2. Butti, A. & Delle, V. (1995). Wankel Engine for Hybrid Powertrain. Society of automotive Engineers.
3. Salanki, P. A & Wallace, J. S. (1996). Evaluation of the Hydrogen-Fueled Rotary Engine for Hybrid Vehicle Applications. SAE Technical paper.
4. Wakayama, N., Morimoto, K., Kashiwagi, A. & Saito, T. (2006). Development of Hydrogen Rotary Engine Vehicle. 16 th World Hydrogen Energy Conference, 13-16 June 2006, Lyon, France.
5. Gowda, B.D, Echekki, T. (2012). Complex injection strategies for hydrogen-fueled HCCI engines. Fuel, no. 97 pp. 418–427.
6. Yamamoto, K. (1981). Rotary engine. Sankaido Co. ltd.

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ В ЗОНЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ВЛИЯНИЯ СТАЛИ 12Х18Н10Т ПОСЛЕ СВАРКИ МОДУЛИРОВАННЫМ ТОКОМ

Н.В.Абабков[1,2], Е.Л. Никоненко[3], Н.А. Попова[3]
Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.Н. Смирнов[1,2]
[1]Кузбасский государственный технический университет,
Россия, г. Кемерово, ул. Весенняя, 28, 650000
[2]ООО «Кузбасский центр сварки и контроля»,
Россия, г. Кемерово, пр. Ленина, 33/2, 650055
[3]Томский государственный архитектурно-строительный университет,
Россия, г. Томск, пл. Соляная, 2, 634003
E-mail: natalya-popova-44@mail.ru

PHASE COMPOSITION IN THE THERMAL EFFECT OF STEEL 0.12C-18Cr-10Ni-1Ti-Fe AFTER WELDING MODULATED CURRENT

N.V. Ababkov[1,2], E.L. Nikonenko[3,4], N.A. Popova[3]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.N. Smirnov[1,2]
[1]Kuzbass State Technical University, Russia, Kemerovo, Vesennyaya street, 28, 650000
[2]LLC “Kuzbass Center of Welding and Control”, Russia, Kemerovo, Lenin avenue, 33/2, 650055
[3]Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, Solyanaya square, 2, 634003
E-mail: natalya-popova-44@mail.ru

Abstract. *The method of transmission diffraction electron microscopy has been used to study the structural and phase state of the heat-affected zone of the weld, made by welding with modulated current on austenitic steel of class 0.12C-18Cr-10Ni-1Ti-Fe. Welding carried out by welding electrode TsL-11. The studies were performed near the joint of the weld and base metal at a distance of 0.5 mm in the direction of the weld metal and 1 mm in the direction of the base material. It was found that welding led to the* $\gamma \rightarrow \varepsilon$ *transformation only in the zone of the weld material.*

Введение. Известно, что места стыков наплавленного и основного металлов в сварных соединениях, т.е. зоны термического влияния, являются являются наиболее опасными концентраторами напряжений, которые приводят к образованию трещин и различных дефектов, что существенно снижает прочность и надежность сварного изделия. Знание структурно-фазового состояния материала зоны термическлгл влияния сварного шва позволит не только оценить прочностные свойства сварного изделия в целом, но и даст возможность прогнозировать поведение сварного соединения в процессе его эксплуатации. Поэтому качеству сварных соединений и их надежности до сих пор уделяется большое внимание.

Целью настоящей работы явилось исследование структурно-фазового состояния материала зоны термического влияния сварного шва, выполненного сваркой модулированным током.

Материал и методы исследования. Исследование проведено на сварном соединении, образованном сваркой модулированным током плавящимися электродами. Свариваемый (основной) металл – сталь 12Х18Н10Т. Сварка проведена сварочным электродом ЦЛ-11.

Исследование выполнено на образцах размером $200 \times 15 \times 4$ мм^3. Сварной шов находился в центральной части образца. Ширина зоны переплавленного металла не превышала 12 мм, размер зоны термического влияния – не более 5 мм. Исследования выполнялись в зоне термического влияния на расстоянии 1 мм от линии сплавления в сторону основного металла (зона основного металла) и на расстоянии 0.5 мм от линии сплавления в сторону наплавленного металла (зона металла шва). Изучение структуры и фазового состава проводилось методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии на тонких фольгах на электронном микроскопе ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ. Рабочее увеличение в колонне микроскопа составляло 25000 крат. По электронно-микроскопическим изображениям измеряли следующие параметры структуры стали: объемные доли морфологических составляющих матрицы стали, скалярную и избыточную плотность дислокаций, амплитуду кривизны-кручения кристаллической решетки и амплитуды внутренних напряжений.

Определение всех количественных параметров структуры и фазового состава проводилось по известным методикам с использованием изображений, подтвержденным микродифракционными картинами и темнопольными изображениями, полученными в рефлексах соответствующих фаз.

Полученные результаты. Проведенные исследования показали, что в исходном (перед сваркой) состоянии матрица стали 12Х18Н10Т представляет собой γ-фазу (аустенит) – твердый раствор одновременно замещения и внедрения на основе γ-Fe, имеющий гранецентрированную кубическую кристаллическую (ГЦК) решетку. Структура стали – это зерна двух типов: зерна γ-фазы (аустенита), дефектная структура в которых представлена сетчатой дислокационной субструктурой, и зерна, в которых наряду с дислокационной субструктурой присутствуют механические микродвойники в виде пакетов одной, двух и трех систем (рис.1). Каждый пакет состоит из плоских пластин правильной геометрической формы с четкими границами. Плоскостью габитуса (или плоскостью двойникования) микродвойников являются плоскости {111} аустенита (γ-фазы). Микродвойники обладают ГЦК кристаллической решеткой с параметром, равным параметру кристаллической решетки γ-фазы.

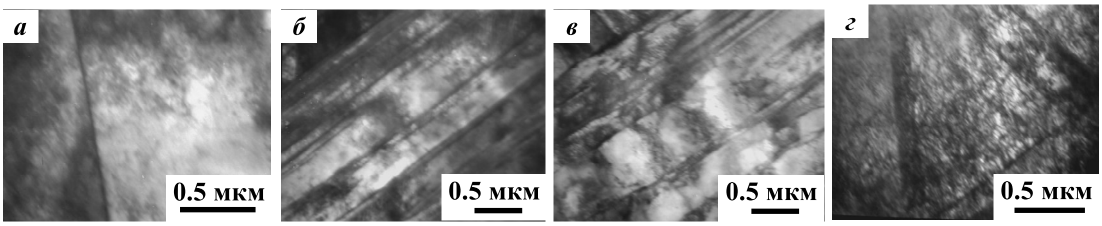


Рис.1. Электронно-микроскопические изображения аустенитных зерен стали 12Х18Н10Т перед сваркой: а – с сетчатой дислокационной субструктурой; б – с одной системой; в – с двумя системами и г – с тремя системами микродвойников

Проведенный анализ показал, что объемная доля аустенитных зерен без механических микродвойников составляет 20% материала, зерен с пакетами микродвойников одной системы – 25% объема материала, с двумя системами – 40% и с тремя системами – 15% объема материала. Таким образом, сталь 12Н18Н10Т перед сваркой (в исходном состоянии) представляет собой материал, практически полностью сдвойникованный.

После сварки модулированным током в зоне основного металла матрица стали 12Х18Н10Т, как и в исходном состоянии, представляет собой γ-фазу (аустенит), структура которой – это зерна также двух типов: зерна γ-фазы (аустенита), дефектная структура в которых представлена сетчатой дислокационной субструктурой, и зерна, в которых наряду с дислокационной субструктурой присутствуют механические микродвойники в виде пакетов, но, в отличие от исходного состояния, только двух и трех систем (рис.2).

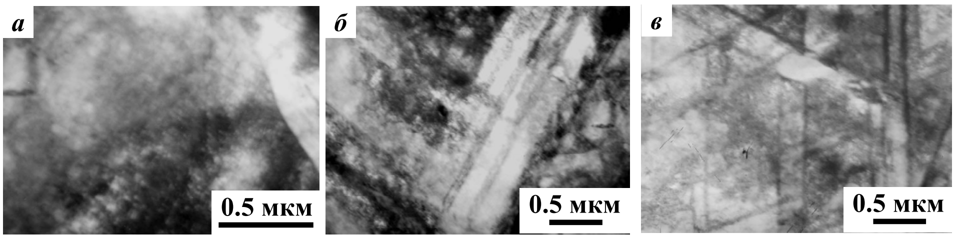


Рис.2. Электронно-микроскопические изображения аустенитных зерен основного металла в зоне термического влияния после сварки модулированным током: а – с сетчатой дислокационной субструктурой; б – с двумя системами механических микродвойников; в – с тремя системами механических микродвойников

Объемная доля зерен первого типа в объеме материала составляет 10%, второго – 90%. Это свидетельствует о том, что после сварки модулированным током основной металл в зоне термического влияния, как и в исходном состоянии, практически полностью сдвойникованный.

В зоне металла сварного шва матрицей материала является также γ-фаза (аустенит), которая присутствует также в виде зерен двух типов, однако отличных от основного материала. Это: 1) зерна с механическими микродвойники одной и двух систем и 2) зерна, в которых присутствуют одновременно микродвойники и пластины ε-мартенсита (рис.3).

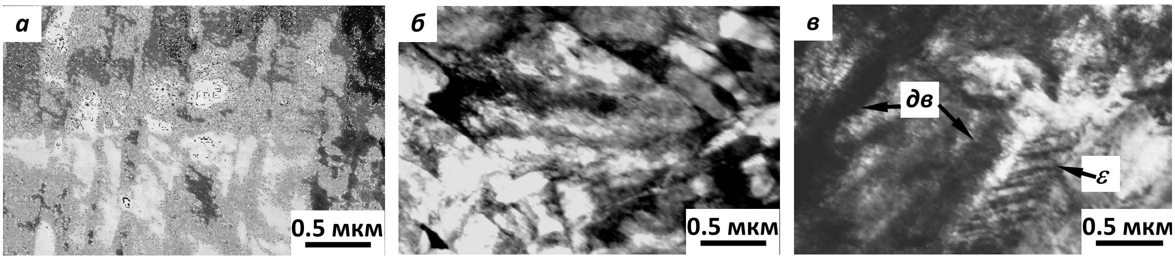


Рис.3. Электронно-микроскопические изображения аустенитных зерен металла шва в зоне термического влияния после сварки модулированным током: а – с одной системой микродвойников; б – с двумя системами микродвойников; в – с микродвойниками (дв) и пластинами ε-мартенсита (ε)

ε-фаза (или ε-мартенсит) обладает гексагональной плотноупакованной (ГПУ) кристаллической решеткой и имеет вид, как и микродвойники, плоских пластин правильной геометрической формы с четкими границами. Пластины ε-мартенсита, как и микродвойники, образуются на плоскостях {111} аустенита. Хотя по внешнему виду пакеты пластин ε-мартенсита очень похожи на пакеты микродвойников и ни морфологически, ни по габитусной плоскости не различимы, тем не менее индицирование микроэлектронограмм с пользованием матричных уравнений позволило сделать надежное заключение о фазовом составе стали.

Установлено, что объемная доля γ-зерен с микродвойниками составляет 75%, с микродвойниками и пластинами ε-мартенсита – 25%.

Заключение. Проведенные исследования методом просвечивающей электронной дифракционной микроскопии с применением матричных уравнений показали, что сварка стали 12Х18Н10Т модулированным током приводит к мартенситному превращению $\gamma \to \varepsilon$ только в зоне материала шва.

СИНТЕЗ ЖЕЛЕЗОНИКЕЛЕВЫХ ИНВАРОВ ДЛЯ MIM-ТЕХНОЛОГИЙ

Е.В. Абдульменова, О.Ю. Ваулина, С.Н. Кульков
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. С.Н. Кульков
Томский политехнический университет, ИФПМ СО РАН
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050; пр. Академический, 2/4,
E-mail: eva5@tpu.ru

SYNTHESIS OF IRON-NICKEL INVARIES FOR MIM-TECHNOLOGIES

E.V. Abdulmenova, O.Yu. Vaulina, S.N. Kulkov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. S.N. Kulkov
National Research Tomsk Polytechnic University, ISPMS SB RAS
Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050; Academic str., 2/4
E-mail: eva5@tpu.ru

Abstract. *The work studied formation of the structure and physicomechanical properties in iron-nickel invar alloys obtained by sintering powders. The sintering of Fe and Ni powders leads to the formation of the face centered structure with the lattice parameters, which correspond to invar compositions. The significant microdistortions in the alloy are formed, apparently due to the formation of concentration inhomogeneity with increase of the sintering temperature. The phase with a body centered structure released with sintering of the system. It is shown that the minimum pore size corresponds to a concentration of 36 mass. % Ni and is 11 μm at 1300 ºC and 15 μm at 1350 ºC. Sintered invar alloys have a comparable microhardness value, compared with the literature data, and equal to 1215 MPa (Fe-36 % mass. Ni at Ts = 1350 ºC).*

Введение. Изделия, изготовленные методом порошковой металлургией, имеют ряд технологических преимуществ перед изделиями полученными методом литья. В частности это экономия расходного материала, сокращение технологических операций (экономия времени изготовления изделий), получение миниатюрных изделий и изделий сложной геометрической формы [1]. Это приводит к значительной дешевизне готового продукта без потери физико-механических свойств [2]. Рост потребности в деталях из сплавов с заданными тепловыми свойствами, в частности инварных сплавов [3, 4] обусловливает необходимость проведения исследований синтеза подобных материалов из отдельных порошков в определённом соотношении. Такие исследования необходимы для развиваемых в настоящее время 3D и МИМ технологий. Однако информации о влиянии морфологии поверхности порошков, спекание и формирование необходимых физико-механических свойств, например КЛТР в литературе недостаточно, особенно для полученных инварных сплавов методом спекания порошков железа и никеля.

Цель работы – изучить формирование структуры и физико-механические свойства железоникелевых инварных сплавов, полученных спеканием порошков.

Материалы и методы исследования. Промышленные порошки Fe и Ni (30-30 % масс. Ni), марок ВМ и ПНК-УТ1, смешивались в механическом смесителе типа «пьяная бочка». Формование образцов для спекания смесей производили на гидравлическом прессе методом холодного одностороннего прессования (P=125 МПа). Спекание образцов проводили в вакуумной печи СНВЭ 1.3.1/16 при температурах 1300°С и

1350 °С. Металлографический анализ проводился при помощи металлографического микроскопа марки Лабомет-И. Фазовый состав изучен с помощью дифрактометра с фильтрованным CuK_α излучением. Микротвёрдость спечённых образцов измерялась на приборе ПМТ-3 (Р=100 г).

Результаты и их обсуждение. После спекания порошков (1300 °С) Fe и Ni формируется γ –фаза с ГЦК структурой, характерной для Fe_xNi_{1-x} с параметром кристаллической структуры 3,596 Å [5], что согласуется с литературой [6]. При более высокой температуре формируется двухфазное состояние с образованием второй ОЦК-фазы, параметр решётки 2,8611·10 Å [5, 6].

На рисунке 1 представлена структура образца состава Fe-35 % масс. Ni, спечённого при 1300ºС (а). Для сравнения представлено СЭМ-изображение структуры сформированной в работе [6] (б). Видно, что при спекании порошков Fe и Ni формируется пористая структура. Видны двойники, которые характерны γ-фазе с ГЦК структурой, параметры которой соответствуют Fe – Ni инвару. Рентгенофазовым анализом обнаружена ОЦК фаза, аналогично [5, 6], содержание которой не более 5 %, на металлографических снимках не видно. Минимальный размер пор соответствует концентрации 36 % масс. Ni и составляет 11 мкм при 1300 ºС и 15 мкм при 1350 ºС.

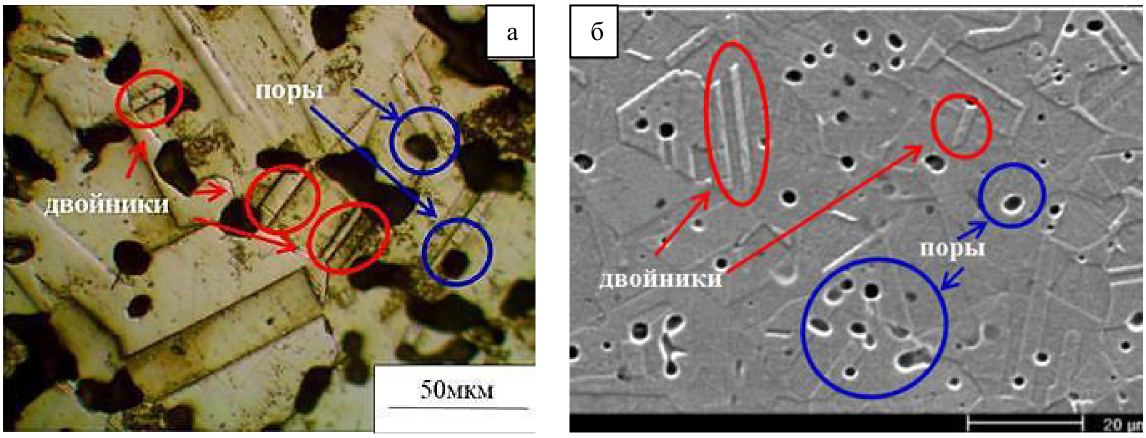


Рис. 1. Структура спеченного образца из порошковой смеси (Fe-35 % масс. Ni) при температуре спекания 1300 °С; б - СЭМ-изображение структуры сформированной в работе [6]

Для оценки механических свойств, спеченных образцов, проводили измерение микротвердости, результаты измерений представлены в таблице 1. Для сопоставления результатов в таблице приведены значения микротвёрдости взятые из литературных данных [7-8]. При изменении концентрации Ni, микротвёрдость изменяется незначительно и сопоставима с литературными данными [6, 8], однако уступает значению из работы [4], где микротвёрдость больше примерно в 2 раза. Это обусловлено, по-видимому, тем, что образцы получены методом равноканального углового прессования. В связи с этим, происходит значительное уменьшение зерна и увеличение плотности дефектов кристаллической структуры, что значительно упрочняет материал.

Заключение. Таким образом, методом спекания порошков Fe и Ni получен железоникелевый инварный сплав с ГЦК структурой, параметры кристаллической ячейки которой соответствуют инварным составам. Полученные данные позволят обеспечить синтез изделий методами 3D и МИМ технологиями с направленным варьированием свойств.

Таблица 1

Микротвердость (<HV>) спеченных образцов при разной концентрации никеля в порошковой смеси

Микротвёрдость образцов при температуре спекания 1350 °С	1019±96
Микротвёрдость образцов при температуре спекания 1300 °С	1000±77
Литературные данные	
Invar 36 ECAP 12 passes, МПа [7]	2600
Инвар 36 [6]	1200 и 1700
WroughtInvar 36 [8]	1300

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

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. German R.M. Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing. – Metal Powder Industries Federation, 2005, Princeton, New Jersey. – 528 p.
2. Кипарисов С.С. Порошковая металлургия. – М.:Металлургия, 1980. – 496 с.
3. Maslyuk V.A., Panasyuk O.A. and Vlasova O. V. Production and study of physicotechnological and magnetic properties of iron-nickel alloy powders // Powder Metall. Met. Ceram. – 2003. – 42. – P. 536–539.
4. Чукин М.В., Голубчик Э.М. Гун Г.С. и др. Исследование физико-механических свойств и структуры высокопрочных многофункциональных сплавов инварного класса нового поколения // Вестник МГТУ им. Г.И. Носова. – 2014. – №1. – С. 43 – 47.
5. Абдульменова Е.В., Ваулина О.Ю., Кульков С.Н. Структура инварных сплавов, полученных спеканием порошков // Международная научно-техническая молодежная конференция «Перспективные материалы конструкционного и медицинского назначения». – 2018. – с. 28-29.
6. Hidalgo J., Jiménez-Morales A., Barriere T., Gelin J. C. & Torralba J. M. Mechanical and functional properties of Invar alloy for μ-MIM // Powder Metallurgy. – 2014. – VOL 57. – № 2. – p. 127-136.
7. Vinogradov A, Hashimoto S and Kopylov V. I. Enhanced strength and fatigue life of ultra-fine grain Fe–36Ni Invar alloy // Mater. Sci. Eng.A. – 2003. – 277–285.
8. ASM: in ‘Metals hadbook’, Vol. 2, ‘Properties and selection – nonferrous alloys and pure metals’; 1979, Metals Park, OH, ASM.

ВЛИЯНИЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ НА НАВОДОРАЖИВАНИЕ ПОРОШКА Ti-Ni

Е.В. Абдульменова, С.Н. Кульков
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. С.Н. Кульков
Томский политехнический университет, ИФПМ СО РАН
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050; пр. Академический, 2/4,
E-mail: eva5@tpu.ru

EFFECT OF MECHANICAL ACTIVATION OF HYDROGENATION OF Ti-Ni POWDER

E.V. Abdulmenova, S.N. Kulkov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. S.N. Kulkov
National Research Tomsk Polytechnic University, ISPMS SB RAS
Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050; Academic str., 2/4
E-mail: eva5@tpu.ru

Abstract. *It has been studied an effect of mechanical activation in a planetary ball milling on the electrochemical hydrogenation of Ti-Ni powder. With an increase in the time of mechanical activation was formed state with small the coherently diffracting domain which correspond to quasi-amorphous state of material. There is an incubation time hydrogenation for mechanical activation, when hydrogenation is not occurring. Mechanical activation for more than 30 s leads to the formation of the* Ti_2NiH_x *phase based on the* Ti_2Ni *and 50 s activation is sufficient to form the* $Ti_2NiH_{0.5}$ *stoichiometry. For a longer mechanical activation a phase with the stoichiometry* $Ti_2NiH_{0.85}$ *was formed.*

Введение. Титан-никелевые сплавы являются перспективными материалами для применения в никель-металлогидридных батареях [1]. Известно, что при взаимодействии водорода с металлами наблюдается изменение параметра решетки [2], в частности в [3] показано, что водород увеличивает параметр решетки фазы B2-TiNi с 0,3025 нм до 0,3047 нм, а в [4] обнаружили, что он увеличивается с 0,301 нм до 0,31 нм. Известно [5], что увеличение дефектности материала способствует росту диффузии водорода [6], при этом для увеличения плотности дефектов используют высокоэнергетическую механическую активацию [7-10], которая особенно эффективна для порошковых материалов. Однако подобных исследований для системы Ti-Ni вблизи эквиатомного состава не проводились.

Цель работы – изучить влияние механической активации на наводораживание порошка Ti-Ni.

Материалы и методы исследования. В работе исследовался промышленный порошок ПН55Т45, производства АО «Полема». Механическая активация (МА) проводилась в планетарной шаровой мельнице «АГО-2». Наводораживание проводили электролитическим методом [11]. Исследование распределения частиц по размерам выполняли методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) (TESCAN VEGA 3SBH) и лазерной дифракции (ЛД) (SALD-7101). Анализ фазового состава и параметров кристаллической структуры порошка проводился методом дифракции рентгеновских лучей на дифрактометре с Cu-K_α излучением. Площадь удельной поверхности ($S_{уд}$) порошка измеряли методом БЭТ на приборе серии Sorbi.

Результаты и их обсуждение. В таблице 1 представлен средний размер частиц и размер области когерентного рассеяния (ОКР) порошка Ti-Ni в исходном состоянии и после МА. По данным СЭМ видно, что МА происходит в две стадии: на первой стадии до 30 с МА происходит уменьшение среднего диаметра частиц, по сравнению с исходным состоянием порошка, на второй стадии от 30 с до 300 с наблюдается агломерации частиц, по-видимому, связанная с избыточной поверхностной энергией. Размер ОКР значительно меньше, чем размеры полученные методами ЛД и БЭТ, т.е. частицы имеют поликристаллическую структуру, при этом при максимальном времени МА размер ОКР составляет порядка 5 нм, что соответствует рентгеноаморфному состоянию порошка.

Таблица 1

Средний размер и размер области когерентного рассеяния (ОКР) порошка никелида титана

Время механической активации, с	<$d_{СЭМ}$> (мкм) / St.dev. (мкм)	<$d_{ЛД}$> (мкм) / St.dev. (мкм)	$S_{уд}$ ($м^2 \cdot г^{-1}$) / St.dev.	<$d_{БЭТ}$> (мкм)	ОКР (нм)
0	11,1 / 7,5	7,9 / 0,2	0,24 / 0,43	3,9	43
10	11,0 / 7,6	7,6 / 0,3	0,28 / 0,20	3,3	21
30	7,8 / 6,6	6,1 / 0,2	0,37 / 0,01	2,5	17
60	13,8 / 9,8	6,0 / 0,2	0,49 / 0,04	1,9	8
300	33,2 / 25,7	0,5 / 0,2	0,54 / 0,09	1,7	5

Исходный порошок Ti-Ni имеет сложный фазовый состав: TiNi в кубической и моноклинной структуре, Ti_2Ni (кубическая сингония), $TiNi_3$ (гексагональная сингония). На рисунке 1 показана зависимость средних значений полуширин дифракционных максимумов (FWHM) от времени механической активации.

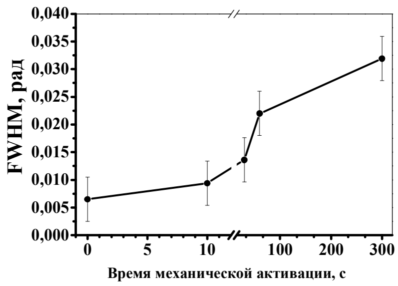


Рис. 1. Зависимость средних значений полуширин дифракционных максимумов (FWHM) от времени механической активации

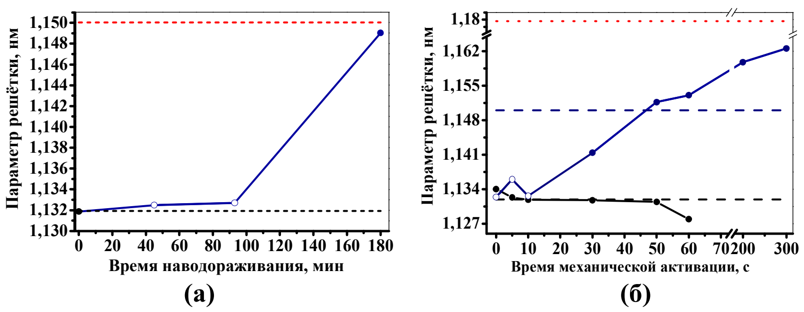


Рис. 2. Зависимость параметра решётки фазы Ti_2Ni: от времени наводораживания (МА порошка 10 с) (а) и от времени механической активации до и после наводораживания (время наводораживания 90 мин)

- Ti_2Ni pdf2 №72-0442; - $Ti_2NiH_{0.5}$ pdf2 №27-0346; - Ti_2NiH_1 pdf2 ASTM [12]; - Ti_2Ni до наводораживания; - Ti_2Ni после наводораживания; - Ti_2NiH_x после наводораживания

Видно, что при МА до10 с FWHM изменяется не значительно, более длительное время МА приводит к резкому увеличению ширины линий, что свидетельствует о начале накопления дефектности.

Определение параметров решётки фаз показало, что такие изменения происходят только для фазы Ti_2Ni, рис.2 а, при этом до 90 мин наводораживания, ее параметр решётки не меняется, а при более длительном времени наблюдается резкое увеличение параметра. Анализ влияния наводораживания при изменении времени МА, рис.2 б, показал, что параметр решетки Ti_2Ni до 10 с МА не изменяется, однако при большем времени МА в процессе наводораживания, он заметно увеличивается и при МА 50 с соответствует параметру фазы $Ti_2NiH_{0,5}$ [1,15 нм из pdf2 №27-0346], а при при МА 300 с соответствует параметру фазы $Ti_2NiH_{0,857}$ в соответствии с [12].

Заключение. С увеличением времени механической активации формируется рентгеноаморфное состояние материала. Показано, что при электрохимическом наводораживании системы Ni-Ti вблизи эквиатомного состава происходит изменение параметров только фазы Ti_2Ni, при этом ее параметр монотонно возрастает и при 300с активации соответствует стехиометрии $Ti_2NiH_{0,85}$.

Работа выполнена в рамках Программы III.23 РАН на 2013-2020 годы, проект III.23.2.3

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Xiangyu Zhao, Xiangyu Zhao et al. Ti_2Ni alloy: a potential candidate for hydrogen storage in nickel/metal hydride secondary batteries // Energy Environ. Sci. – 2010. – 3. – p. 1316–1321.
2. Xifeng Li, Jun Jiang et al. Effect of hydrogen on the microstructure and superplasticity of Ti-55 alloy // International Journal of Hydrogen Energy. – № 42 – 2017. – p.6338-6349.
3. Justi E W, Ewe H H, Kalberlah A W et al. Electrocatalysis in the nickel-titanium system // Energy Conv. 1970. – 10. – p. 183-187.
4. Pelton A, Trépanier C Structural and diffusional effects of Hydrogen in TiNi 2009 Menlo Park CA: SMST Society 480 p. 2 – 9.
5. Shan X, Payer J H and Jennings W D. Mechanism of increased performance and durability of Pd-treated metal hydriding alloys// Int. J Hydrog. Energy. – 2009. – 34. – p. 363-369.
6. Buchner H, Gutjahr M A, BeccuK-D et al. Zeitschrift Fur Metallkunde 1972 63 497 – 500.
7. Yao X, Wu C, Du A et al. Metallic and Carbon Nanotube-Catalyzed Coupling of Hydrogenation in Magnesium // Chem. Soc. – 2007. – 129. – p.15650 – 15654.
8. Bratanich T I, Getman O I et al. Phase transformations and change in TiNi intermetallic compound structure during destructive hydrogenation and recombination // Powder Metall. Metal Ceram. – 2006. – 45. – p. 582 – 587.
9. Shan X, Payer J H and Jennings W D. Mechanism of increased performance and durability of Pd-treated metal hydriding alloys // Int. J. Hydrog. Energy. – 2009. – 34. – p. 363-369.
10. Burch R, Mason N B and Chem J 1979 Soc. Faraday Trans. 1 Phys. Chem. Condens. Phases 75 561 – 577.
11. Абдульменова Е.В., Ваулина О.Ю., Кульков С.Н. Влияние мехактивации на электролитическое наводораживание порошка никелида титана // Высокие технологии в современной науке и технике (ВТСНТ-2018):сборник научных трудов VII Междунар. научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов. – Томск. – 2018. – с. 165-166.
12. B. Luan, N. Cui, H. Zhao, H.K. Liu, S.X. Dou. Mechanism of early capacity loss of Ti_2Ni hydrogen-storage alloy electrode // Journal of Power Sources. – 55. – 1995. – p. 101-106.

ВЛИЯНИЕ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ОБОЛОЧКИ И РЕЖИМОВ КВАЗИИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ НА ДЕФОРМАЦИЮ ПОРОШКОВОГО ТЕЛА

Т.Р. Алишин
Научный руководитель: др. физ.-мат. наук Э.С. Двилис
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 2, 634028
E-mail: alishin.95@mail.ru

THE EFFECT OF GEOMETRIC PARAMETERS OF THE ENVELOPE AND QUASIISOSTATIC PRESSING MODES ON THE DEFORMATION OF THE POWDER BODY

T.R. Alishin
Scientific Supervisor: Dr. Phis.-Mat. Sciences E.S. Dvilis
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 2, 634028
E-mail: alishin.95@mail.ru

Abstract. *This work is devoted to obtaining ceramics products using the method of quasiisostatic pressing. The influence of the geometric parameters of the elastic shell and the pressing regimes on the deformation of the powder body will be studied.*

Введение. Получение высокоплотной керамики является одной из важнейших задач материаловедения. Существует множество методов, позволяющих получить керамику с плотностью более 99% от теоретической, однако большинство из них не обеспечивают высокой равномерности распределения плотности по объёму изделий, особенно, сложной геометрической формы.

Для достижения высокой равномерности распределения плотности, как правило, используют изостатические методы прессования, которые классифицируются в зависимости от среды, передающей давление на порошковое тело. Получение деталей сложной формы с использованием таких методов требует дополнительной токарно-фрезерной обработки. Частичным решением проблемы является использование метода квазиизостатического прессование (КИП), в котором в качестве среды, передающей давление компактируемому порошковому телу, используется квазижидкость – эластичное тело, которое, подобно жидкости, распределяет усилие, приложенное к пуансону, одинаково во всех направлениях, поэтому уплотнение порошка происходит равномерно со всех сторон, что позволяет получать изделия с высокой равномерностью распределения плотности по объему [1]. В отличие от гидростатического прессования, КИП позволяет изготавливать изделия более сложной формы, требующие гораздо меньшего объема последующей обработки [2].

Однако при использовании КИП также наблюдается искривление формообразующих поверхностей оболочки в процессе прессования, вследствие чего полученные компакты имеют форму, отличную от формы внутренней полости оболочки. Корректный учёт этого эффекта на стадии проектирования оболочки позволит минимизировать величину отклонения формы компакта от заданной.

Целью работы является изучение влияния геометрических параметров оболочки и режимов квазиизостатического прессования на деформацию порошкового тела.

Материал и методика эксперимента. В качестве исходного материала для получения компактов использовали наноразмерный порошок частично-стабилизированного иттрием диоксида циркония ZrO_2+3 моль.% Y_2O_3 (TZ-3YS, Tosoh). Для изготовления эластичных оболочек использовали полиуретан «Силагерм 6030».

Прессование порошка проводили в параллелепипедной полости толстостенной оболочки, помещенной в жесткую цилиндрическую пресс-форму диаметром 50 мм для одноосного одностороннего прессования. Продольный разрез оболочки представлен на рисунке 1, геометрические параметры оболочки приведены в таблице 1. Прессование изделий проводили с использованием гидравлического пресса ИП-500М авто (ЗАО «ЗИПО», Россия).

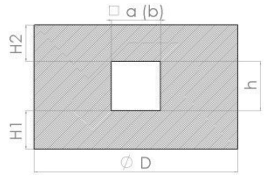


Рис. 1. Продольный разрез эластичной оболочки

Таблица 1

Геометрические параметры оболочки

D	H1	H2	a	b	h
50	9,54	9,88	12,95	12,95	11,9

Измерение размеров компактов, полученных после прессования, с точностью 10 мкм проводили с помощью электронных микрометра и штангенциркуля. На рисунке 1 представлена модель образца, полученного КИП, и его поперечное сечение с обозначением определяемых размеров.

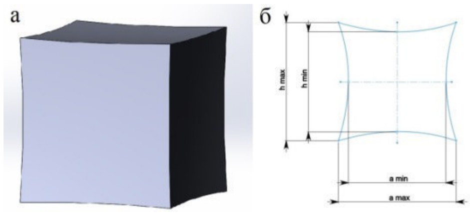


Рис. 2: а - модель образца, полученного КИП; б – контур поперечного сечения образца

За величину, характеризующую неравномерность деформации формообразующих поверхностей внутренней полости эластичной оболочки в процессе прессования, приняли относительное отклонение размеров компакта от заданного, найденное как разность максимального x_{max} и минимального x_{min} размеров спрессованного образца, выраженную в процентах от соответствующего исходного размера x внутренней полости оболочки.

Результаты исследования и их обсуждение. На рисунке 3 представлена зависимость параметра (x max-x min)/x от давления прессования.

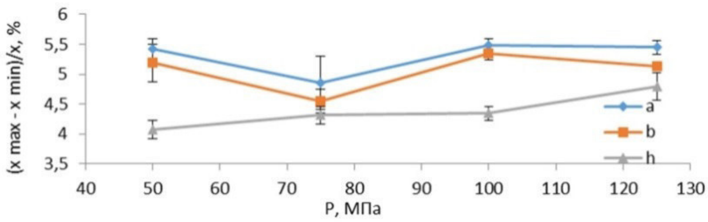


Рис. 3. Зависимость величины (x max - x min)/x от давления прессования

Анализ результатов показал, что относительное отклонение, определённое для трёх ортогональных размеров образца во всем изученном диапазоне давлений прессования, находится в диапазоне от 4 до 4,5 % и меняется для каждого из размеров в пределах, не более ± 0,8%. Это позволяет принять указанное отклонение за постоянную величину для выбранной геометрии КИП с достаточной для практики точностью.

При изучении влияния изменений геометрических параметров оболочки, обусловленных дополнительными требованиями, на относительное отклонение размеров компакта изменялась только толщина верхней стенки эластичной оболочки, а остальные параметры и условия (включая давление прессования) оставались неизменными. Зависимость относительного отклонения размеров компактов от изменения толщины верхней стенки эластичной оболочки, выраженной в процентах от исходной высоты формообразующей полости, представлена на рисунке 4.

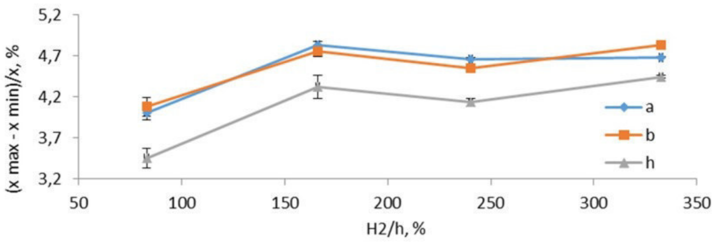


Рис. 4. Зависимость величины (x max - x min)/x от толщины верхней стенки

Эксперимент показал, что увеличение толщины стенки оболочки в диапазоне от 82 до 333 % от соответствующего размера исходной формообразующей полости приводит к изменению относительного отклонения трёх ортогональных размеров компакта в пределах не более 1%.

Заключение. Изменение давления прессования и толщины стенки эластичной оболочки в исследованных диапазонах не приводит к существенному изменению величины относительного отклонения размеров. Наблюдаемое изменение в пределах менее 1% является удовлетворительным для большинства изделий, изготавливаемых методом КИП. Для получения образцов с минимальным отклонением от заданной полостью формы необходимо использовать оболочку, имеющую противоположное по знаку отклонение формы – компенсируемую в процессе прессования кривизну поверхностей. Ввиду малой величины относительного отклонения трёх ортогональных размеров компакта в зависимости от изученных в работе условий возможно использовать оболочку, корректно учитывающую деформацию формообразующих поверхностей в широком диапазоне давлений прессования.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Чайка Э.В., Акимов Г.Я., Тимченко И.М. Особенности использования холодного изостатического прессования в технологии конструкционной керамики из ультрадисперсных оксидных порошков. Огнеупоры и техническая керамика. – 2006. – №8. С. 27-32.
2. Кузнецов П.А., Мертенс К.К., Гоциридзе А.В. Опыт эластостатического прессования порошковых изделий сложной формы // Обработка металлов давлением. – 2004. – № 2 (20), – С. 17-19.

AB INITIO МОДЕЛИРОВАНИЕ АДСОРБЦИИ ВОДОРОДА НА КАРБИНЕ, ДЕКОРИРОВАННОМ АТОМАМИ ЛИТИЯ

Е.В. Аникина

Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. В.П. Бескачко

Южно-Уральский государственный университет (НИУ),

Россия, г. Челябинск, пр. Ленина, 76, 454080

E-mail: anikate@inbox.ru

AB INITIO STUDY OF HYDROGEN ADSORPTION ON LITHIUM-DECORATED CARBYNE

E.V. Anikina

Scientific Supervisor: Associate Professor, Dr. V.P. Beskachko

South Ural State University, Russia, Chelyabinsk, Lenin str., 76, 454080

E-mail: anikate@inbox.ru

Abstract. *We investigated hydrogen physisorption on Li-decorated carbyne. Using DFT modelling, we showed that Li-atom binds quite strongly to carbyne and in small concentrations prefers to stay atomically dispersed. Decoration with lithium increased hydrogen adsorption energies several times in comparison with pure carbyne. And estimations of hydrogen adsorption energies with the local density approximation for exchange-correlation potential hit the energy range of 200-600 meV per* H_2 *molecule necessary for room-temperature reversible cycles. The resulting assessment of carbyne@Li hydrogen uptake is ~16.5 wt %, which indicates that Li-decorated carbyne is a promising material for hydrogen storage.*

Введение. Водород является перспективным и экологически чистым энергоносителем, т.к. обладает наибольшей энергетической плотностью, и его запасы практически неисчерпаемы [1]. Однако для коммерциализации водородных технологий необходимо найти материал для хранилищ водорода, который будет иметь достаточную емкость и позволит осуществлять эффективные циклы сорбции/десорбции.

Углеродные наноматериалы (нанотрубки, графен и пр.) уже давно привлекают внимание исследователей из-за своей высокой удельной поверхности, пористости и легкости. Уменьшение размерности материала позволит увеличить удельную поверхность, а значит приведет к увеличению возможной водородной емкости. С этой точки зрения карбин [2], представляющий из себя одномерные цепочки атомов углерода, является идеальным кандидатом для адсорбента водорода. Но с чистыми углеродными материалами существует проблема низкой энергии адсорбции молекул H_2, возникающая из-за слабой, преимущественно ван-дер-Ваальсовой, связи водорода с материалом [3].

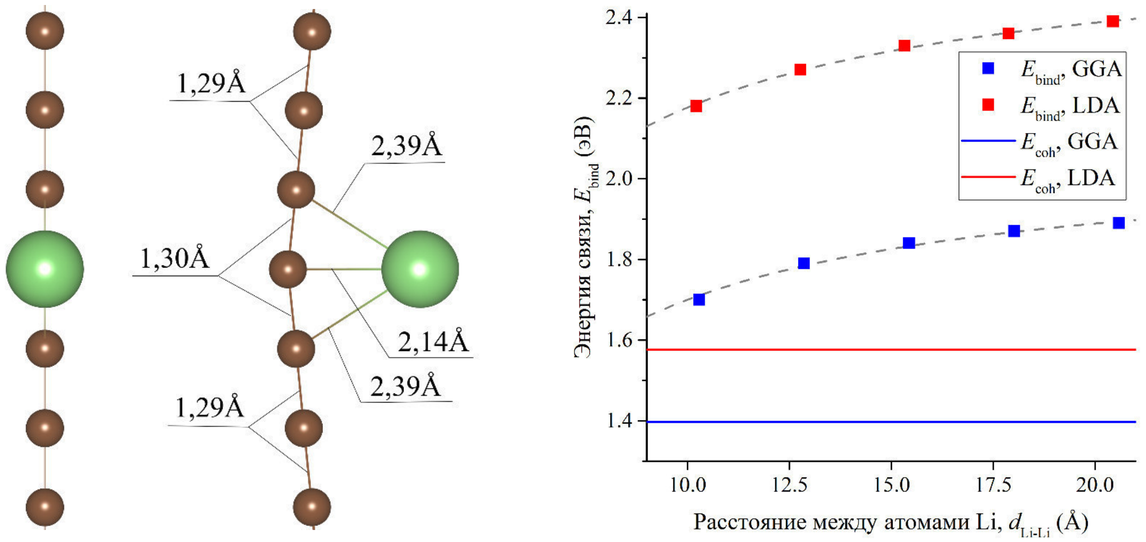
Данную проблему можно решить, создав на карбине более активные сорбционные центры, например, путем декорирования атомами металлов. Такое декорирование будет наиболее эффективным, если адатомы не будут собираться в кластеры, которые снижают возможную водородную емкость материала. Поэтому в данной работе была исследована адсорбция водорода на карбине с атомами лития, обладающего высоким порогом нуклеации на углеродных наноструктурах [4].

Детали моделирования. Расчетные ячейки содержали 4-8 молекул ацетилена. Для всех структур был найден оптимальный параметр трансляции (по минимуму полной энергии). В не периодичных направлениях было взято по 50 Å вакуума. Рассматривалась сорбция одного атома лития. При моделировании адсорбции водорода были исследованы комплексы, содержащие 1-5 молекул H_2.

DFT расчеты с периодическими граничными условиями был проведены с помощью пакета SIESTA [5]. Для оценки энергии адсорбции водорода были использованы приближения локальной электронной плотности (LDA) и обобщенных градиентов (GGA), т.к. LDA переоценивает энергию ван-дер-Ваальсового взаимодействия, а GGA, наоборот, дает заниженные абсолютные значения.

Базисные наборы были оптимизированы для всех элементов, входящих в рассматриваемые системы (H, C, Li). С параметром Meshcutoff [5] 360 Рб для GGA вычислений и 210 Рб для LDA и разбиением *k*-точек 1x1x48 точность вычисления энергии адсорбции составила примерно 5 мэВ. Геометрия оптимизировалась методом сопряженных градиентов.

Результаты. Сначала мы исследовали сорбцию атома лития на углеродных цепочках. Наиболее устойчивая конфигурация изображена на рис.1*а*. Энергия связи атома лития определялась по формуле $E_{\text{bind}} = E_{\text{chain}} + E_{\text{Li}} - E_{\text{chain@Li}}$, где E_{chain} – полная энергия оптимизированной углеродной цепочки, E_{Li} – полная энергия атома лития и $E_{\text{chain@Li}}$ – полная энергия системы «цепочка+литий». Результаты вычисления энергии связи представлены на рис. 1*б*.



а) наиболее устойчивая конфигурация атома лития, сорбированного на карбине (длина ячейки – 7 молекул ацетилена). Коричневым обозначены атомы углерода, зеленым – атом лития. Длины связей приведены для GGA

б) зависимость энергии связи атома лития и углеродной цепочки от расстояния между атом Li и его изображением. Красным обозначены результаты, полученные с LDA, синим – с GGA. Серый пунктир – аппроксимация функцией ~ $1/d_{\text{Li-Li}}$

Рис.1. Сорбция атома лития на карбине

В качестве стартовых комплексов для моделирования адсорбции водорода были выбраны симметричные конфигурации из пяти молекул H_2, расположенных вблизи атома лития. Затем молекулы водорода удалялись одна за другой с последующей релаксацией геометрии структуры. Энергии адсорбции вычислялись по формуле $E_{ads} = E_{k-1} + E_{H_2} - E_k$, где E_k – полная энергия комплекса карбин@Li@$(H_2)_k$, E_{H_2} – полная энергия молекулы водорода. Результаты вычисления энергии адсорбции водорода (14 атомов углерода в расчетной ячейке) представлены в таблице 1.

Таблица 1

Энергия адсорбции E_{ads} (мэВ) водорода на чистом карбине и карбине@Li

Номер молекулы H_2, k	Карбин@Li		Чистый карбин, одна молекула H_2
	GGA	LDA	
5	81	208	23 (GGA) 95 (LDA)
4	111	259	
3	136	247	
2	151	258	
1	155	247	

Из таблицы 1 видно, что добавление атома лития значительно улучшает энергии адсорбции молекулярного водорода на карбине. При этом результаты LDA вычислений для всех рассмотренных k попадают в интервал значений 200-700 мэВ/молекула H_2, необходимый для осуществления эффективных циклов сорбции-десорбции [3]. Мы также проверили зависимость E_{ads} от размеров моделируемого фрагмента углеродной цепочки. Для $n \geq 4$, где n – число молекул ацетилена в моделируемой ячейке, никаких различий в энергиях адсорбции не было обнаружено.

Выводы. Допирование карбина литием позволяет заметно увеличить энергии адсорбции нескольких молекул водорода, расположенных рядом с Li (в ~6,5 раз в приближении GGA и в ~2,6 раз в приближении LDA). И, хотя даже наибольшая E_{ads} в GGA находится вне интервала энергий, необходимого для практического применения (что ожидаемо из-за отсутствия учета ван-дер-Ваальсового взаимодействия), LDA дает весьма оптимистичные оценки возможной водородной емкости: ~16,4 массовых % для пяти молекул H_2 на карбине@Li (четыре молекулы ацетилена в ячейке). Таким образом, декорированный атомом лития карбин является перспективным материалом для водородных хранилищ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Dutta S. A review on production, storage of hydrogen and its utilization as an energy resource // Journal of Industrial and Engineering Chemistry. – 2014. – T. 20, № 4. – C. 1148-1156.
2. Kasatochkin V. I., Korshak V. V., Kudryavtsev Y. P., Sladkov A. M., Sterenberg I. E. Crystalline-structure of carbyne // Carbon. – 1973. – T. 11, № 1. – C. 70-72.
3. Xia Y. D., Yang Z. X., Zhu Y. Q. Porous carbon-based materials for hydrogen storage: advancement and challenges // Journal of Materials Chemistry A. – 2013. – T. 1, № 33. – C. 9365-9381.
4. Sozykin S. A., Beskachko V. P. Structure of endohedral complexes of carbon nanotubes encapsulated with lithium and sodium // Molecular Physics. – 2013. – T. 111, № 7. – C. 930-938.
5. Soler J. M., Artacho E., Gale J. D., Garcia A., Junquera J., Ordejon P., Sanchez-Portal D. The SIESTA method for ab initio order-N materials simulation // Journal of Physics-Condensed Matter. – 2002. – T. 14, № 11. – C. 2745-2779.

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМОГРАВИТАЦИОННОЙ КОНВЕКЦИИ В ЗАМКНУТОЙ ПОЛОСТИ С ПОРИСТОЙ ВСТАВКОЙ МЕТОДАМИ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНОЙ ТЕПЛОФИЗИКИ

М.С. Астанина
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. М.А. Шеремет
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: astanina.marina@bk.ru

STUDY OF THERMOGRAVITATIONAL CONVECTION IN AN ENCLOSURE WITH POROUS INSERTION BY METHODS OF COMPUTATIONAL HEAT TRANSFER

M.S. Astanina
Scientific Supervisor: Assoc. Prof., Dr. M.A. Sheremet
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: astanina.marina@bk.ru

Abstract. *Numerical analysis of thermogravitational convection in an enclosure with a porous insertion filled with a fluid of variable viscosity has been carried out in the presence of a heat-conducting and heat-generating element on the bottom wall. The horizontal walls are adiabatic while the vertical walls of the cavity are kept at constant cooling temperature. The discrete energy source is bounded by porous insertion. Governing equations formulated in the dimensionless stream function, vorticity and temperature were solved by the finite difference method. The obtained results illustrating the effects of key parameters on streamlines, isotherms as well as average Nusselt number, fluid flow rate inside the cavity and average temperature inside the heater have been presented.*

Введение. Развитие приборостроения, электронной и химической промышленности подталкивает к разработке эффективных систем охлаждения источников энергии различных типов. Теоретические исследования в этой области позволяют предугадывать работу электронных устройств и увеличивать срок их службы. Особое значение в этой области имеют задачи, в постановках которых используются жидкости с переменными теплофизическими свойствами.

В настоящей работе моделируется процесс конвективного теплопереноса в замкнутой частично пористой полости при наличии теплогенерирующего теплопроводного элемента. Полость заполнена ньютоновской теплопроводной жидкостью, вязкость которой зависит от температуры по экспоненциальному закону [1].

Постановка задачи, методы решения. Физическая постановка задачи представлена на рисунке 1. Считается, что рабочая среда удовлетворяет приближению Буссинеска, а режим течения и теплопереноса является ламинарным. Горизонтальные стенки области теплоизолированы, а боковые поверхности поддерживаются при постоянной температуре. На нижней адиабатической стенке расположен теплопроводный источник с постоянным объемным тепловыделением Q. По периметру источника введена пористая вставка высоты h и длины l. Считается, что температура жидкости равна температуре твердого скелета пористого материала, и для моделирования используется модель, описывающая процесс теплопереноса в локально-равновесных условиях. Считается, что пористый слой проницаем для жидкости и изотропен. Для описания теплопереноса внутри пористой среды используется модель Дарси–Бринкмана. Дифференциальные уравнения в безразмерных преобразованных переменных «функция тока – завихренность – температура» записываются следующим образом:

- для чистой среды:

$$\frac{\partial^2\Psi}{\partial X^2}+\frac{\partial^2\Psi}{\partial Y^2}=-\Omega,$$

$$\frac{\partial\Omega}{\partial\tau}+U\frac{\partial\Omega}{\partial X}+V\frac{\partial\Omega}{\partial Y}=\sqrt{\frac{\Pr}{Ra}}\left(\frac{\partial^2(M\Omega)}{\partial X^2}+\frac{\partial^2(M\Omega)}{\partial Y^2}\right)+\frac{\partial^2\Theta}{\partial X}+$$

$$+2\sqrt{\frac{\Pr}{Ra}}\left[\frac{\partial^2 M}{\partial X^2}\frac{\partial U}{\partial Y}-\frac{\partial^2 M}{\partial Y^2}\frac{\partial V}{\partial X}+\frac{\partial^2 M}{\partial X\partial Y}\left(\frac{\partial V}{\partial Y}-\frac{\partial U}{\partial X}\right)\right],$$

$$\frac{\partial\Theta}{\partial\tau}+U\frac{\partial\Theta}{\partial X}+V\frac{\partial\Theta}{\partial Y}=\frac{1}{\sqrt{Ra\cdot\Pr}}\left(\frac{\partial^2\Theta}{\partial X^2}+\frac{\partial^2\Theta}{\partial Y^2}\right);$$

- для пористой среды используется модель Дарси-Бринкмана:

$$\frac{\partial^2\Psi}{\partial X^2}+\frac{\partial^2\Psi}{\partial Y^2}=-\Omega,$$

$$\varepsilon\frac{\partial\Omega}{\partial\tau}+U\frac{\partial\Omega}{\partial X}+V\frac{\partial\Omega}{\partial Y}=\varepsilon\sqrt{\frac{\Pr}{Ra}}\left(\frac{\partial^2(M\Omega)}{\partial X^2}+\frac{\partial^2(M\Omega)}{\partial Y^2}-\varepsilon\frac{M\Theta}{Da}\right)+\varepsilon^2\frac{\partial^2\Theta}{\partial X}+$$

$$+2\varepsilon\sqrt{\frac{\Pr}{Ra}}\left[\frac{\varepsilon U}{2\cdot Da}\frac{\partial M}{\partial Y}-\frac{\varepsilon V}{2\cdot Da}\frac{\partial M}{\partial X}+\frac{\partial^2 M}{\partial X^2}\frac{\partial U}{\partial Y}-\frac{\partial^2 M}{\partial Y^2}\frac{\partial V}{\partial X}+\frac{\partial^2 M}{\partial X\partial Y}\left(\frac{\partial V}{\partial Y}-\frac{\partial U}{\partial X}\right)\right],$$

$$\eta\frac{\partial\Theta}{\partial\tau}+U\frac{\partial\Theta}{\partial X}+V\frac{\partial\Theta}{\partial Y}=\frac{\alpha_{pm}/\alpha_f}{\sqrt{Ra\cdot\Pr}}\left(\frac{\partial^2\Theta}{\partial X^2}+\frac{\partial^2\Theta}{\partial Y^2}\right);$$

- для источника энергии:

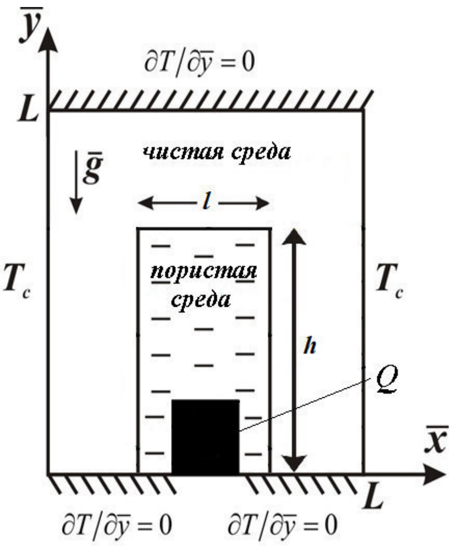


Рис. 1. Физическая модель

$$\frac{\partial\Theta}{\partial\tau}=\frac{\alpha_{hs}/\alpha_f}{\sqrt{Ra\cdot\Pr}}\left(\frac{\partial^2\Theta}{\partial X^2}+\frac{\partial^2\Theta}{\partial Y^2}+Os\right).$$

Здесь x, y – безразмерные декартовы координаты; τ – безразмерное время; u, v – безразмерные составляющие скорости в проекции на оси; θ – безразмерная температура; ψ – безразмерная функция тока; ω – безразмерная завихрённости скорости; $\Pr=\frac{M_0}{\rho a}$ – число Прандтля; $Ra=\frac{g\beta\Delta TL^3}{M_0 a}$ – число Рэлея; $Da=\frac{K}{L^2}$ – число Дарси; $Os=\frac{QL^2}{\lambda_{hs}\Delta T}$ – число Остроградского; ε – пористость среды; $M=\exp(-C\Theta)$ – безразмерная вязкость. Безразмерные переменные были введены следующим образом:

$$X=\bar{Y}/L, X=\bar{Y}/L, \tau=t\sqrt{g\beta\Delta T/L}, \Theta=(T-T_c)/\Delta T, M=\bar{M}/M_0,$$

$$U=\bar{U}/\sqrt{g\beta\Delta TL}, V=\bar{V}/\sqrt{g\beta\Delta TL}, \Psi=\bar{\Psi}/\sqrt{g\beta\Delta TL^3}, \Omega=\bar{\Omega}\sqrt{L/g\beta\Delta T}.$$

В начальный момент времени считалось, что рабочая среда в полости неподвижна, поэтому $\Psi = \Omega = 0$. Начальная температура, вследствие выбранного обезразмеривания, принимала вид $\Theta = 0$. Граничные условия для поставленной задачи записывались следующим образом:

$$\tau = 0: \ \Psi = \Omega = \Theta = 0 \ \textit{для} \ 0 \le X \le 1 \ \textit{и} \ 0 \le Y \le 1$$

$$\tau > 0: \ \Psi = 0, \ \Omega = -\frac{\partial^2 \Psi}{\partial X}, \ \Theta = 0 \ \textit{для} \ X = 0 \ \textit{и} \ 0 \le Y \le 1$$

$$\Psi = 0, \ \Omega = -\frac{\partial^2 \Psi}{\partial X}, \ \Theta = 0 \ \textit{для} \ X = 1 \ \textit{и} \ 0 \le Y \le 1$$

$$\Psi = 0, \ \Omega = -\frac{\partial^2 \Psi}{\partial X}, \ \frac{\partial \Theta}{\partial Y} = 0 \ \textit{для} \ Y = 0, 1 \ \textit{и} \ 0 \le X \le 1$$

$$\Psi = 0, \ \Omega = -\frac{\partial^2 \Psi}{\partial n^2}, \ \begin{cases} \Theta_{hs} = \Theta_{pm} \\ \dfrac{\lambda_{hs}}{\lambda_{pm}} \dfrac{\partial \Theta_{hs}}{\partial n} = \dfrac{\partial \Theta_{pm}}{\partial n} \end{cases} \ \textit{на нагревателе}$$

$$\begin{cases} \Psi_{pm} = \Psi_f \\ \dfrac{\partial \Psi_{pm}}{\partial Y} = \dfrac{\partial \Psi_f}{\partial Y} \end{cases} \begin{cases} \Omega_{pm} = \Omega_f \\ \dfrac{\partial \Omega_{pm}}{\partial Y} = \dfrac{\partial \Omega_f}{\partial Y} \end{cases} \begin{cases} \Theta_{pm} = \Theta_f \\ \dfrac{\lambda_{pm}}{\lambda_f} \dfrac{\partial \Theta_{pm}}{\partial Y} = \dfrac{\partial \Theta_f}{\partial Y} \end{cases} \ \textit{на горизонтальной границе раздела сред}$$

$$\begin{cases} \Psi_{pm} = \Psi_f \\ \dfrac{\partial \Psi_{pm}}{\partial X} = \dfrac{\partial \Psi_f}{\partial X} \end{cases} \begin{cases} \Omega_{pm} = \Omega_f \\ \dfrac{\partial \Omega_{pm}}{\partial X} = \dfrac{\partial \Omega_f}{\partial X} \end{cases} \begin{cases} \Theta_{pm} = \Theta_f \\ \dfrac{\lambda_{pm}}{\lambda_f} \dfrac{\partial \Theta_{pm}}{\partial X} = \dfrac{\partial \Theta_f}{\partial X} \end{cases} \ \textit{на вертикальных границах раздела сред}$$

Полученные уравнения с соответствующими начальными и граничными условиями решались методом конечных разностей на равномерной сетке. Разработанный метод решения был проверен на нескольких модельных задачах.

Заключение. Особое внимание при численном анализе было уделено влиянию свойств пористой вставки на теплоперенос в полости. Выводы основывались на полученных распределениях изолиний функции тока и температуры, а также на распределениях среднего числа Нуссельта, средней температуры внутри источника и интенсивности течения внутри полости. Распределения среднего числа Нуссельта на поверхности источника были получены на основе следующей формулы: $\overline{Nu} = \frac{1}{l}\int_0^1 Nu \, d\zeta$.

Результаты работы могут быть использованы при проектировании пассивных систем охлаждения тепловыделяющих теплопроводных источников энергии.

Работа выполнена в рамках реализации государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (задание № 13.9724.2017/8.9).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Астанина М. С., Шеремет М. А. Моделирование термогравитационной конвекции с переменной вязкостью в замкнутой полости с локальным источником энергии// Вестник Пермского университета. Серия: Физика. – 2015. – Выпуск 3(31) – С.52-59.

ИЗМЕНЕНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ И ТВЁРДОСТИ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ СПЛАВА TiNi ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ

А.А. Атовуллаева[2], Ф.А, Дьяченко[1], Е.В. Яковлев[3]
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Л.Л. Мейснер[1, 2]
[1]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
[2]Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, Томск, пр. Ленина, 36, г. 634050
[3]Институт сильноточной электроники СО РАН,
Россия, пр. г. Томск, Академический, 2/3, 634055
E-mail: sagittarius.a16@gmail.com

CHANGE OF THE SURFACE MORPHOLOGY AND HARDNESS OF THE SURFACE LAYER OF TiNi ALLOY AFTER ELECTRON-BEAM TREATMENT

A.A. Atovullaeva[2], F.A. D'yachenko[1], E.V. Yakovlev[3]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. L.L. Meisner[1,2]
[1]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, 2/4, Tomsk, pr. Akademicheskii, 634055
[2]National Research Tomsk State University, Russia, 36 Tomsk, Lenin Ave, 634050
[3]Institute of High Current Electronics SB RAS, Russia, Tomsk, 2/3, pr. Akademicheskii, 634055
E-mail: sagittarius.a16@gmail.com

Abstract. *In this paper we researched the influence of low-energy high-current pulsed electron-beam treatment (LEHCPEB) of microsecond duration on changes on the surface morphology and hardness of TiNi alloy. The researches were provided by methods of optical metallography and nanoindentation. Experiments have shown changing of the surface morphology and parameter of hardness from 6500 MPa to the initial value of 2000 MPa in a thin layer of ~1.5 µm thickness.*

Введение. Сплавы на основе никелида титана (TiNi) нашли широкое применение в различных областях техники и медицины благодаря своим особым функциональным свойствам – эффекту памяти формы и сверхэластичности (ЭПФ-СЭ) [1]. Однако, неоднородность морфологии поверхности, связанная с наличием на поверхности исходного материала частиц вторых фаз, может приводить к ухудшению физико-механических характеристик сплава не только на самой поверхности, но и в объёме материала. Последнее особенно важно учитывать, если речь идёт об использовании сплава в сфере производства миниатюрных изделий – микроактуаторов [2].

Одним из способов модификации поверхности металлических материалов является обработка их поверхности импульсным низкоэнергетическим (10-30 кэВ) сильноточным (10-25 кА) электронным пучком (НСЭП) [3]. Однако, данный вид обработки поверхности не всегда положительно влияет на интегральные механические свойства материала. Это связано, в частности, с тем, что модифицированные микронные поверхностные слои могут являться концентраторами остаточных упругих напряжений, наличие которых может негативно сказываться на ЭПФ-СЭ. Цель данной работы – исследовать изменение морфологии поверхности и твёрдости поверхностного слоя сплава TiNi после электронно-пучковой обработки.

Материалы и методы исследования. В данной работе использовались образцы размерами 10×10×1 мм, которые были вырезаны методом лазерной резки из горячекатаного листового проката, изготовленного из промышленного сплава на основе TiNi марки ТН1 (ООО «Промышленный центр МАТЕК-СПФ», Россия). Сплав выплавлен методом вакуумной индукционной плавки в печи с графитовым тиглем. Химический состав сплава: Ti-55.08 Ni-0.051 C-0.03 O-0.002 N (вес. %).

Исходные поверхности всех образцов перед облучением подготовлены следующим образом: 1) – снятие шлака после лазерной резки; 2) – пошаговая механическая шлифовка/полировка до «зеркального блеска» на шлифовально-полировальном станке Saphir 550 (ATM GMBH, Германия); 3) – электролитическая полировка в растворе кислот (3 ч. CH_3COOH + 1 ч. $HClO_4$); 4) – промывка в ультразвуковой ванне с дистиллированной водой (t = 15 мин). Модификацию поверхности образцов TiNi сплава проводили на автоматизированной электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» (ООО «Микросплав, Россия) [3]. Число импульсов воздействия n = 5; длительность импульса τ = 2–2,5 мкс; величина плотности энергии электронного пучка E_s =1,1 Дж/см^2.

Исследования проводили на оборудовании ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН и ЦКП НИИ ЯФ ТПУ (Россия, Томск). Оптическая металлография проведена на микроскопе Axiovert 200MAT (Zeiss, Германия) с использованием методик светлого поля и дифференциального интерференционного контраста (режимы СП и ДИК соответственно). Для построения кривых изменения динамической твёрдости H_{OP} по глубине h_{max} использовали нанотвердомер Nano Hardness Tester (CSM NHT, Швейцария) в соответствии с методикой, представленной в работе [4].

Результаты. На рисунке 1 приведены оптические металлографические изображения поверхности образцов TiNi в исходном состоянии (рисунок 1а) и после облучения электронным пучком (рисунок 1б). Обнаружено, что на поверхности исходного образца неоднородно распределены мелкодисперсные включения.

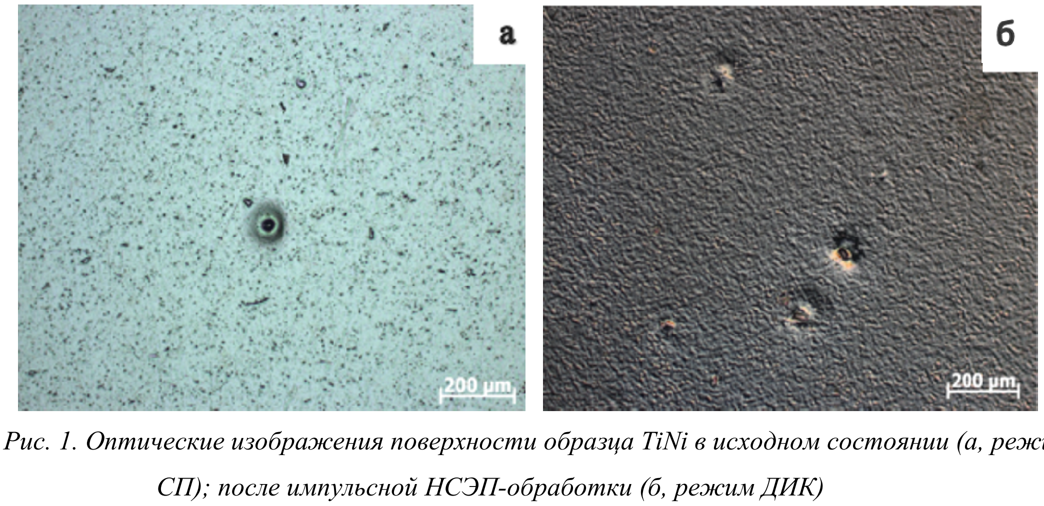


Рис. 1. Оптические изображения поверхности образца TiNi в исходном состоянии (а, режим СП); после импульсной НСЭП-обработки (б, режим ДИК)

Изображения 1б иллюстрируют топографические особенности поверхности образца TiNi после обработки электронным пучком. После облучения поверхность приобрела практически однородный рельеф, а на участках, где были включения, образовались кратеры.

В TiNi образцах до и после НСЭП-обработки были проведены исследования физико-механических свойств в виде зависимостей от максимальной глубины внедрения индентора h_{max} величины твердости H_{OP} при различных значениях нагрузки P на индентор. Так, в образцах после НСЭП-обработки величина твердости поверхностных слоев (до 500 нм) возрастала до значений ~ 6500 МПа, по сравнению с ее значением во внутреннем объеме образца. Это в значительной степени связано с переплавом поверхностных слоев. Однако, на глубине ниже ~ 1.5 мкм от поверхности, параметры твердости принимают значения, соответствующие исходным параметрам материала TiNi-подложки.

Заключение. Таким образом, в результате проведённых исследований установлено, что после НСЭП–обработки наблюдается изменение рельефа поверхности и градиентное уменьшение твёрдости от 6500 МПа до исходного значения 2000 МПа в слое толщиной менее 1,5 мкм. Наличие электронно-модифицированных слоев на поверхности образцов из никелида титана, не приведет к подавлению в них эффектов памяти формы и сверхэластичности, в силу локализации модификации физико-механических свойств в тонком субмикронном поверхностном слое.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект №18-19-00198 (от 26.04.2018г.).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хачин В.Н. Никелид титана: Структура и свойства / В.Н. Хачин, В.Г. Пушин, В.В. Кондратьев. – М.: Наука, 1992. – 160 с.
2. Mohd J.J., Leary M., Subic A., Gibson A.M. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities // Mater. Des. – 2014. – Vol. 56. – pp. 1078–1113.
3. Марков А.Б., Миков А.В., Озур Г.Е., Падей А.Г. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов // ПТЭ. – 2011. – №6. – С. 122–126.
4. Pharr G.M., Oliver W.C. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation // MRS Bulletin. – 1992. – Vol. 17. – pp. 28–33.

ВЛИЯНИЕ СТЕПЕНИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ДЕФЕКТНУЮ СТРУКТУРУ TI-6AL-4V

М.Н. Бабихина

Научный руководитель: старший преподаватель, к.т.н. В.Н. Кудияров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: m.babihina@mail.ru

INFLUENCE OF PLASTIC DEFORMATION ON THE DEFECTIVE STRUCTURE OF TI-6AL-4V

M.N. Babikhina

Scientific Supervisor: assistant PhD V.N. Kudiiarov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: m.babihina@mail.ru

Abstract. *The influence of plastic deformation on the defect structure of Ti-6Al-4V titanium alloy was investigated. X-ray analysis was performed with interpretation of the diffractogram reflections and determination of the parameters of the crystal structure. The data obtained were used to calculate the dislocation density of a titanium alloy after cold-rolled plastic deformation.*

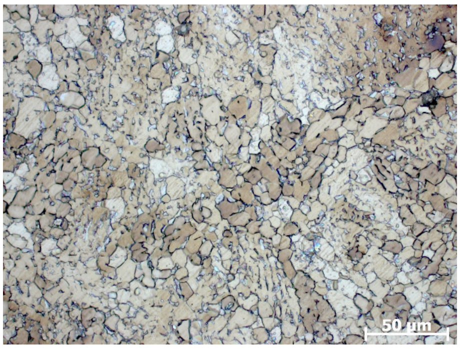
Введение. Наличие дефектов в металлах и сплавах оказывает сильное негативное воздействия на их физико-химические и механические свойства. При изучении различного рода дефектов в основном используют теоретические расчеты, которые ограничены только изучением энергии их формирования и не рассматривают такие процессы как кинетика, механизмы формирования и эволюции. При этом для исследования данных явлений и процессов в дефектообразовании существует достаточно ограниченное количество методов. Однако наиболее эффективными и чувствительными методами идентификации разного рода дефектов являются методы позитронной спектроскопии. Данные методы позволяют определять не только тип и концентрацию дефектов, но и их химическое окружение. [1]

Однако, для получения количественной и качественной оценки количества дефектов методами позитронной спектроскопии необходима дополнительная информация о базовых дефектах и их влиянии на характеристики позитронной аннигиляции. В данной работе материалом для исследования был выбран титановый сплав марки ВТ6, так как данный материал нашел своё широкое применение в авиастроении, и изучение процесса формирования разного рода несовершенств кристаллической структуры в данном сплаве до сих пор остается актуальным.

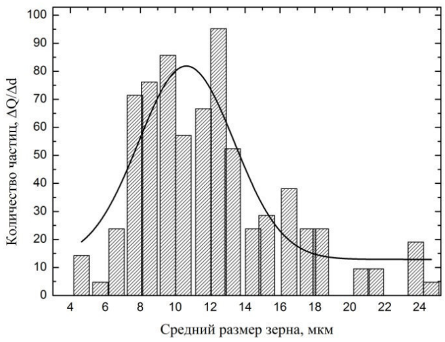
В данной работе для создания преимущественно дислокационных дефектов был использован метод холоднокатаной пластической деформации. Для анализа дефектов применялись методы анализа временного распределения аннигиляции позитронов и совпадений доплеровского уширения аннигиляционной линии. Применяя данные методы, можно будет установить закономерности изменения аннигиляционных характеристик от плотности дислокаций, а также влияние примесей и легирующих элементов [1].

Материалы и методы исследования. В качестве материала использовался титановый сплав марки ВТ6 (Ti-6Al-4V) круглой формы, диаметром 10 мм и высотой 4 мм. Все поверхностные дефекты (вмятины, грубые царапины и т.д.) были удалены в результате механической обработки поверхности при помощи наждачной бумаги с маркировками по ISO-6344 600, 1500, 2000 и 2500 и полировки с использованием алмазной пасты. Для удаления дефектов прокатки и снятия внутренних микронапряжений производился высокотемпературный вакуумный отжиг при температуре 1000 °С в течение 2-ух часов [2]. Для получения различной степени деформации в исследуемых образцах производилась механическая прокатка с использованием механического стана. Для выявления структуры материала производилось травление в растворах кислот: 92 мл H_2O, 6 мл HNO_3, 2 мл HF [3] и 15 мл HF, 85 мл H_2O [4]. Поверхность является одной из основополагающих деталей при исследовании материала и проведении металлографического анализа, был осуществлен контроль шероховатости на приборе Hommel Tester T1000. Шероховатость исходных образцов составила R_a=0,03 мкм. С помощью металлографического инвертированного микроскоп МЕТАМ ЛВ было проведено исследование поверхности. Рентгеноструктурный анализ проводился с использование дифрактометра Shimadzu XRD-7000S.

Результаты и их обсуждение. На рисунке 1 представлена микроструктура титанового сплава после высокотемпературного вакуумного отжига.



а



б

Рис. 1. Микроструктура (а) и гистограмма распределения зерен по размеру (б) титанового сплава ВТ6 после высокотемпературного вакуумного отжига

Микроструктура образцов после отжига (рисунок 1а) представлена неравноостными глобулярными зернами. Средний размер составляет от 7 до 14 мкм (рисунок 1б).

Был проведен рентгеноструктурный анализ титанового сплава марки ВТ6 после холоднокатаной пластической деформации. Из представленных данных видно, что происходит некоторое незначительное увеличение интенсивности рефлексов в направлении (002) со степенью деформации 11,9% в отличие от исходного материала после высокотемпературного вакуумного отжига. Следует также отметить, что происходит небольшое смещение положения рефлексов относительно исходного образца после высокотемпературного вакуумного отжига.

Был произведен расчет плотности дислокаций по методике, которая подробно описана в работе [5]. Результаты расчета представлены в таблице 1.

Таблица 1

Результаты расчета ОКР, внутренних упругих напряжений второго рода и плотности дислокаций

Степень деформации, %	ОКР, нм	Внутренние упругие напряжения второго рода	$\rho \cdot 10^{14}$, м$^{-2}$
0	116	0,00161	0,34
0,8	145	0,00363	1,30
1,13	142	0,00390	1,28
2,7	146	0,00573	2,54
3	454	0,00648	2,85
6,8	93	0,00688	3,84
8	79	0,00617	3,31
11,9	58	0,0113	5,75

Заключение. В настоящей работе было проведено исследование влияния пластической деформации на дефектную структуру Ti-6Al-4V. Было установлено:

- структура титанового сплава марки ВТ6 после высокотемпературного вакуумного характеризуется неравноосными глобулярными зернами;
- после высокотемпературного вакуумного отжига средний размер зерна варьируется в пределах от 7 до 14 мкм;
- с увеличение степени деформации происходит уменьшение соотношение параметров решетки c/a, что приводит к искажению кристаллической решетки титанового сплава;
- плотность дислокаций в титановом сплаве со степенью деформации 11,9% в 17 раз выше, чем в образце после высокотемпературного вакуумного отжига.

Также в настоящее время проводится исследование дефектной структуры исследуемого материала методами электрон-позитронной аннигиляции.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лидер А.М. Позитронная спектроскопия для контроля микроструктурных изменений в системах «металл-водород» дисс. док.тех.наук. – Томский политехнический университет, Томск, – 2017.
2. Hruska P., Cı´zek J., Knapp J., Lukac F., Melikhova O., Maskova S., Havela L., Drahokoupil J. Characterization of defects in titanium created by hydrogen charging //International Journal of Hydrogen Energy. – 2017.
3. Pederson R. Microstructure and Phase transformation of Ti-6Al-4V: дис. – Luleå tekniska universitet, – 2002.
4. Логачёва А.И. Комплексная технология изготовления тонкостенных элементов методом порошковой металлургии для производства деталей из конструкционных и функциональных сплавов на основе титана и никеля для изделий ракетно-космической техники: дис. д-ра тех.наук. ОАО «КОМПОЗИТ», Королев, 2016.
5. Савицкая Л. К. Методы рентгеноструктурных исследований. Учеб. пособие. – 2003.

ВЛИЯНИЕ ТИПА МИШЕНИ МАГНЕТРОННОГО ДИОДА НА ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЁНОК КРЕМНИЯ

Д.Е. Бельгебаева
Научный руководитель: ст. преподаватель НОЦ Вейнберга ИЯТШ, Д.В. Сиделёв
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, д. 30, 634050
E-mail: dilya_1995.95@mail.ru

INFLUENCE OF THE TYPE OF TARGET OF THE MAGNETRON DIODE ON THE OPTICAL PROPERTIES SILICON FILM

D.E. Belgebaeva
Scientific Supervisor: sen. lecturer, TPU, D.V. Sidelev
National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: dilya_1995.95@mail.ru

Abstract. *Silicon films were obtained by magnetron sputtering of Si targets with Al and P dopants. There is shown higher deposition rates (up to 30%) for Si(P) coatings that is caused by higher sputtering yeild.. These films are more transparent in compasrison with Si(Al) films in visible range.*

Введение. Плёнки кремния широко востребованы для создания оптических фильтров, они используются в качестве тонких защитных и барьерных слоёв. Для их получения используют методы газофазной и молекулярно-лучевой эпитаксии, магнетронного распыления. Преимуществом магнетронных распылительных систем (МРС) является большое количество рабочих параметров (мощность, давление, ток на подложку, схема электрического питания и пр.), правильный выбор которых обеспечивает получение тонких плёнок с заданными функциональными свойствами [1]. Однако, при магнетронном распылении желательно использовать легированный кремний, который имеет более низкое удельное сопротивление, чем особо чистый кремний [2]. Введение B, Al или In в Si приводит к формированию дырочной проводимости, а легирование P или As – электронной проводимости. В общей практике используют кремний, легированный алюминием, т.к. Al, как примесь, содержится в исходной руде, из которой добывают Si. Для легирования кремния фосфором его облучают в потоке тепловых нейтронов (нейтронное-трансмутационное легирование). Поэтому необходимо получить данные о влиянии типа мишени (легированной Al или P) на параметры процесса их распыления и оптические свойства плёнок Si, осаждённых в плазме магнетронного диода.

Экспериментальная часть. Для проведения исследований использовались мишени из кремния, легированного Al и P. Кристаллическая структура мишеней изучалась методом рентгеновской дифракции (XRD) с использованием Shimadzu XRD-7000S в конфигурации Брэгга-Брентано с CuKα-трубкой (40 кВ, 30 мА). Диапазон сканирования составлял 20–90º с шагом экспозиции 0,03º. Фазовый состав рассчитывали с использованием базы данных ICDD 4+. Осаждение плёнок Si производилось на установке плазменного осаждения с помощью магнетронной распылительной системы (МРС) в среде Ar при давлении 0,25 Па. Предварительно, мишень распылялась в течении 1 минуты для очистки её поверхности от окислов, далее производилось напыление. Покрытия, наносились на подложки из предметного стекла и GaAs. Параметры напыления образцов представлены в таблице 1.

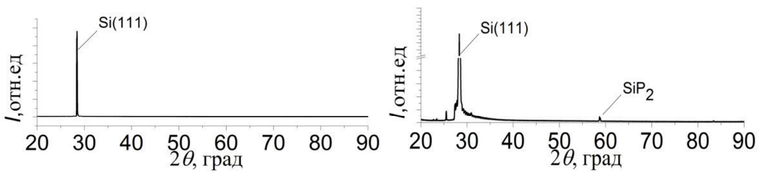
Таблица 1

Параметры напыления плёнок кремния

Тип мишени	**Si (Al)**	**Si (P)**
Толщина плёнок, нм	5-250	5-250
U, В	681	748
I, А	0,63	0,54
W, кВт	0,4	
ϑ, нм/с	0,1	0,13

Контроль толщины плёнок осуществлялся при помощи кварцевого измерителя толщины «МИКРОН–5». Определение спектров пропускания света производилось на спектрофотометре СФ-2000.

Результаты. На рисунке 1 представлены дифрактограммы мишеней из Si, легированного Al и P. Видно, что обе мишени имеют одинаковую кристаллографическую ориентацию (29,09°) – вдоль направления Si (111). Мишень из Si(P) имеет малоинтенсивный рефлекс на угле (59,15°), который соответствует фазе SiP_2.



а) Si(Al) б) Si(P)

Рис. 1. Дифрактограммы Si мишеней

На рис. 2 показаны вольт-амперные характеристики (ВАХ) магнетронов с Si(Al) и Si(P) мишенями.

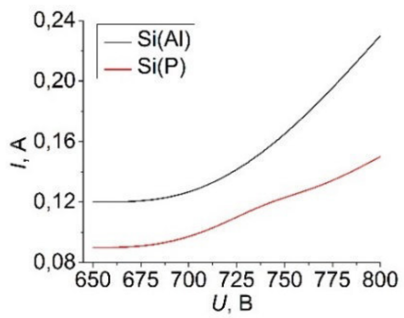


Рис. 2. ВАХ магнетронных диодов с Si(A)l и Si(P) мишенями

Наблюдается подобное линейному снижение тока разряда при уменьшении рабочего напряжения в диодной системе при распылении обоих типов мишеней. Такой вид ВАХ характерен для распыления материалов в среде инертного газа. Более низкий рабочий ток диода при распылении Si(P) мишени, по всей видимости, обусловлен меньшим коэффициентом вторичной ион-электронной эмиссии.

Согласно данным в таблице 1 скорость осаждения Si плёнок выше на 30 % при распылении кремниевой мишени, легированной фосфором. Факторы, которые могут влиять на скорость осаждения - электрические параметры диода и коэффициент распыления материала мишени.

Расчёт скорости распыления нелегированной Si мишени был произведён по формуле 1:

$$V_{\text{расп}} = \frac{N_{\text{расп}}}{t},\ N_{\text{расп}} = N_{\text{ион}} \cdot Y,\ N_{\text{ион}} = \frac{I \cdot t}{q}, \quad (1)$$

где $N_{\text{расп}}$ – количество распыленных частиц (шт); t – время распыления (с); $N_{\text{ион}}$ – количество ионов, попавших на мишень (шт); Y – коэффициент распыления ($\frac{\text{ат}}{\text{ион}}$); I – ток разряда (А); q – заряд электрона.

Используя экспериментальные данные по напряжению разряда с помощью программы SRIM, были рассчитаны коэффициенты распыления нелегированной Si мишени ионами Ar [4]: $Y_{Si(Al)}$=0,5348$\frac{\text{ат}}{\text{ион}}$; $Y_{Si(P)}$=0,5206$\frac{\text{ат}}{\text{ион}}$. На основе этого определены скорости распыления ($1{,}76 \cdot 10^{18}$ и $2{,}05 \cdot 10^{18}$ атомов/с) кремниевой мишени при параметрах распыления Si(P) и Si(Al) мишеней, соответственно. На практике скорость распыления мишени Si(P) больше. Число ионов, бомбардирующих мишень, мы можем определить надёжно. Следовательно, разница в скоростях осаждения Si плёнок свидетельствует о том, что коэффициент распыления мишени Si(P) в действительности больше, чем Si(Al) мишени.

Получены спектры пропускания Si, толщиной 5…250 нм, в диапазоне длин волн от 0,4 до 1 мкм. На их основе определены интегральные коэффициенты пропускания ($T_{инт}$), они показаны на рис. 3.

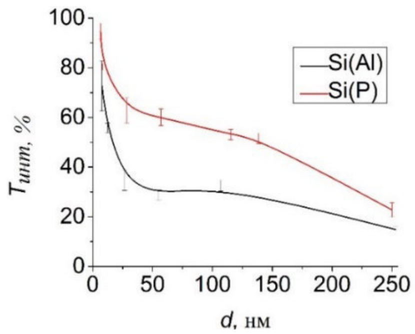


Рис. 3. Зависимость интегрального коэффициента пропускания Si плёнок от их толщины (d)

Плёнки Si(P) более прозрачны во всём диапазоне толщин. Единственной причиной, по которой плёнки Si(P) более прозрачные, чем плёнки Si(Al), может быть их различный химический состав.

Заключение. В данной работе были получены плёнки Si путём распыления кремниевых мишеней, легированных алюминием и фосфором. Получено, что скорости осаждения плёнок кремния при распылении Si(Al) и Si(P) мишеней различны (разница ~в 30 %). Плёнки Si(P) являются более прозрачными по сравнению с плёнками Si(Al).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сиделёв Д.В. Осаждение покрытий из хрома и никеля с помощью магнетронного диода с «горячей» мишенью: Автореф. дис. … канд. тех.наук. – Томск, 2018 – 22 с.
2. Aalto T., Olkkonen J. Optical Modeling of MEMS // Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies. – 2015. – № 11. – с.313–332.

ОПТИМИЗАЦИЯ ТРЕБОВАНИЙ К ПОРОШКАМ ЦИНКЗАМЕЩЕННОГО ГИДРОКСИАПАТИТА С ЦЕЛЬЮ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ФАЗОВОГО СОСТАВА МИШЕНЕЙ ДЛЯ ВЧ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

А.А. Болат-оол[1,2], К.А. Просолов[1,2], М.А. Химич[1,3]
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Ю.П. Шаркеев[1,2]
[1]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
[2]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
[3]Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: anna_bolat-ool@mail.ru

OPTIMIZATION OF REQUIREMENTS FOR ZINC-SUBSTITUTED HYDROXYAPATITE POWDERS TO ENSURE PHASE COMPOSITION OF TARGETS FOR RF MAGNETRON SPUTTERING

A.A. Bolat-ool[1,2], K.A. Prosolov[1,2], M.A. Khimich[1,3]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. Yu.P. Skarkeev[1,2]
[1]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademicheskii pr., 2/4, 634055
[2]Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
[3]Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: anna_bolat-ool@mail.ru

Abstract. *In the present study, target sintering using the powders of Zn-substituted hydroxyapatites was described in detail. It was shown that the powders' specific surface influencing the parameters of sintering that involves uniaxial pressing and annealing. The level of crystallinity of initial Zn-substituted hydroxyapatite powder and targets for RF-magnetron sputtering sintered at various temperature were analyzed using X-ray diffraction. It was found that the sintering leads to removing of zinc oxide phase. The one stage target sintering in the air with desired phase composition is possible by using powders characterized by a specific surface of 40-60 m^2/g.*

Введение. Биопокрытия на основе гидроксиапатита (ГА) представляют значительный интерес в связи с высоким химическим сходством с минеральной составляющей костной системы. Для придания антибактериальной активности ГА используются катионозамещенные ГА [1]. Одним из методов нанесения таких покрытий на поверхность металлических имплантатов является метод высокочастотного магнетронного (ВЧ) распыления мишеней заданного состава. Для реализации метода ВЧ распыления необходимо создать мишень из материала интересующего химического состава, которая закрепляется на катоде магнетрона.

Процесс формирования мишени из ГА и катионозамещенных ГА представляет собой сложную техническую задачу получения плоского тонкого (толщина 3,0 – 4,5 мм) прочного диска с большим диаметром (110 мм) из хрупкого материала. В процессе решения этой задачи нами исследовалось влияние удельной поверхности исходных порошков Zn-замещенного ГА (Zn-ГА) на режимы спекания спрессованных из них мишеней, обеспечивающие их целостность, плоскостность и сохранение фазового состава.

Материалы и методы исследования. Порошки Zn-ГА состава $Ca_{9,6}Zn_{0,4}(PO_4)_6(OH)_2$ получали методом механохимической активации [2].

Определение удельной поверхности порошков выполнялось на анализаторе текстурных характеристик материалов «Сорбтометр М». Для прессования мишеней по схеме одноосного прессования использовали гидравлический пресс МИС-6000.4К (г. Армавир, Россия) и стальные прессформы. Мишени спекались в воздушной среде в электропечи ИТМ 12.1200 (ООО «ИТМ», г. Томск), а для спекания мишеней, спрессованных из порошков с малой удельной поверхностью (менее 1,5±0,1 м^2/г), использовалась вакуумная электропечь типа СГВ–2,4–2/15ИЗ (МЭВЗ, Москва), поскольку спекание таких мишеней в воздушной среде в пределах допустимых технических характеристик на печь ИТМ 12.1200 (до 1200^0 С) не обеспечивалось. Фазовый состав спеченных мишеней исследовался на дифрактометре ДРОН-7 в ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН» в CoK$_\alpha$-излучении.

Результаты. Результаты измерения удельной поверхности порошков Zn-ГА, характеристика полученных мишеней с указанием температурных режимов спекания представлены в таблице 1.

Таблица 1

Удельная поверхность порошков Zn-ГА и описание спеченных мишеней

Номер мишени	Удельная поверхность порошка Zn-ГА , м^2/г	Описание мишени
1	56,1±1,2	Обжиг спрессованной мишени в печи на воздухе с T_{max} = 1000 °С. Мишень целая, спеченная, плотная.
2	1,5±0,1	Обжиг спрессованной мишени в печи на воздухе с T_{max} = 1050 °С. Мишень неплотная, неспеченная.
3	1,5±0,1	Обжиг спрессованной мишени в две стадии: в печи на воздухе (T_{max} = 1100 °С), затем в вакуумной печи (T_{max} = 1150 °С). Мишень после обжига целая, плоская, плотная, спеченная.

На рисунке 1 приведены рентгеновские профили, полученные при съемке порошка Zn-ГА, использованного для мишеней 2, 3, и мишеней, спеченных при разных режимах. Из приведенных данных видно, что рентгеновские профили целых, спеченных мишеней 1 и 3 имеют более четкое разделение пиков, что говорит о высокой степени кристалличности структуры. Спекание образцов приводит к исчезновению фазы ZnO, присутствующей в исходном порошке Zn-ГА, имеющем маленькую удельную поверхность (1,5±0,1 м^2/г). Можно предположить, что в процессе спекания мишени при высокой температуре, остаточная фаза ZnO после механохимического синтеза вступает в реакцию с ГА и происходит окончательная стадия встраивания катионов Zn^{2+} в решетку ГА.

Были рассчитаны соотношения параметров кристаллических решеток *c/a* и объем элементарных ячеек в исследуемых мишенях и исходном порошке (таблица 2). Замечено, что по сравнению с кристаллической решеткой порошка в исходном состоянии, кристаллические решетки мишеней после спекания вытянуты вдоль оси *c*. По результатам расчетов видно, что соотношения параметров решеток *c/a* мишеней 1 и 3 имеют более высокие значения по сравнению с исходным порошком Zn-ГА и мишени 2, что скорее всего, является характеристикой спеченности мишеней. Таким образом, обеспечение однофазного состава мишеней при выполнении операции спекания в одну стадию возможно при использовании порошка Zn-ГА с удельной поверхностью порядка 40-60 м^2/г.

Таблица 2

Рассчитанные значение параметров решетки (a, c), соотношение a/c
и объем элементарной ячейки V

Материал	Рассчитанные значения параметров решетки, их соотношение и объем элементарной ячейки
Мишень 1	a = 0,9430 нм, c = 0,6913 нм, c/a = 0,7331, V = 0,5325 нм^3
Мишень 2	a = 0,9435 нм, c = 0,6903 нм, c/a = 0,7317, V = 0,5322 нм^3
Мишень 3	a = 0,9399 нм, c = 0,6928 нм, c/a = 0,7371, V = 0,5300 нм^3
Исходный порошок Zn-ГА	a = 0,9437 нм, с = 0,6900 нм, с/a = 0,7311, V = 0,5322 нм^3

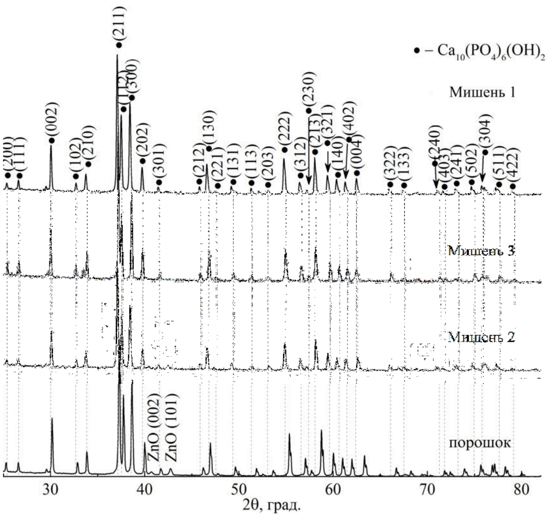


Рис.1. Рентгеновские профили исходного порошка Zn-замещенного гидроксиапатита и мишеней, спеченных при различных режимах

Заключение. В работе показано значительное влияние дисперсности порошков Zn-ГА на режимы, требуемые для спекания спрессованных мишеней, и фазовый состав. Спекание мишеней, спрессованных из порошка Zn-ГА с малой удельной поверхностью, не обеспечивается одностадийным температурным режимом. Однофазный состав мишеней достигается спеканием в одну стадию на воздухе при использовании исходных порошков с удельной поверхностью порядка 40-60 м^2/г.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.2.5, в ИФПМ СО РАН. Авторы выражают благодарность специалистам ЛФХВМ (зав. лаб. д.т.н. Лернер М.И.), ЛФНБ (Белявской О.А. и Толмачеву А.И.) за помощь в проведении исследований, специалистам ИХТТМ, д.х.н. Чайкиной М.В. за подготовку Zn-ГА с сопроводительной информацией по результатам исследований.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bir, F., Khireddine, H., Touati, A., Sidane, D., Yala, S., Oudadesse, H. (2012). Electrochemical depositions of fluorohydroxyapatite doped by Cu^{2+}, Zn^{2+}, Ag^{+} on stainless steel substrates // Applied Surface Science. vol. 258, no. 18, pp. 7021–7030.
2. Чайкина М.В. Механохимический синтез изоморфных разновидностей апатита в качестве материалов для биокерамики // Физическая мезомеханика. – 2004. – Т. 7. – №5. – С. 101–110.

ВЛИЯНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА НА ОБЛАСТЬ СУЩЕСТВОВАНИЯ ЭФФЕКТА ПОРТЕВЕНА-ЛЕ ШАТЕЛЬЕ В СПЛАВАХ СИСТЕМЫ AL-MG

Ю.И. Борисова, Д.Ю. Юзбекова, А.А. Могучева
Научный руководитель: с.н.с., к.т.н. А.А. Могучева
Белгородский государственный национальный исследовательский университет (НИУ БелГУ)
Россия, г. Белгород, ул.Победа, 85, 308015
E-mail: Borisova_Yu@bsu.edu.ru

INFLUENCE OF PHASE COMPOSITION ON PORTEVIN-LE CHATELIER EFFECT IN AL-MG ALLOYS

Yu. I. Borisova, D. Yu. Yuzbekova, A. A. Mogucheva
Scientific Supervisor: senior research associate A. A. Mogucheva
Belgorod National Research University, Russia, Belgorod, Pobeda str., 308015
E-mail: Borisova_Yu@bsu.edu.ru

Abstract. *The temperature-strain rate domain of the Portevin-Le Chatelier (PLC) effect has been determined for three ultrafine grained aluminum alloys: AlMg, AlMgMnSc and AlMgMnZr. The apparent activation energy of serrated yielding was estimated for the right and left boundaries of the domain. It was found that the presence of dispersed particles leads to decrease of the activation energy and the temperature–strain rate domain of the PLC effect becomes narrower.*

Введение. Алюминиевые сплавы системы Al–Mg в течение длительного времени использовались в качестве основных материалов для исследования эффекта Портевена-Ле Шателье (ПЛШ) [1, 2]. Данные сплавы характеризуются нестабильностью пластической деформации в широком температурно-скоростном интервале [2, 3]. В настоящее время актуальной задачей является исследование условий возникновения эффекта ПЛШ для предотвращения его проявления в процессе термомеханической обработки. Однако, на сегодняшний день, данные о влиянии дисперсных частиц вторых фаз на эффект ПЛШ в алюминиевых сплавах недостаточно полны [1]. Целью данного исследования является установление влияния фазового состава на область существования эффекта ПЛШ в сплавах Al-Mg.

Экспериментальная часть. Сплав I с химическим составом Al-3Mg (масс.%) был получен путем полунепрерывного литья. Гомогенизационный отжиг полученных слитков проводили при температуре 500°С в течение 4 ч с последующим охлаждением в печи. Затем заготовки прямоугольной формы размером 20×20 мм^2 и длиной 110 мм были подвергнуты двухступенчатому равноканальному угловому прессованию (РКУП) при температуре 300°С до истинной степени деформации ~8 и при температуре 200°С до истинной степени деформации ~4. Данная термомеханическая обработка привела к формированию ультрамелкозернистой структуры (УМЗ). Сплав II с химическим составом Al-4,57Mg-0,35Mn-0,2Sc-0,09Zr (масс.%) был получен путем непрерывного литья. Слитки были подвергнуты гомогенизационному отжигу при температуре 360-380°С в течение 12 ч. Для формирования УМЗ структуры было проведено РКУП при температуре 300°С до истинной степени деформации ~12. В структуре сплава были обнаружены частицы Al_6Mn и $Al_3(Sc,Zr)$ [4, 5]. Сплав III с химическим составом Al-5,4Mg-0,52Mn-0,1Zr (масс.%) был получен методом непрерывного литья. Полученные слитки были подвержены гомогенизационному отжигу при температуре 360°C в течение 6 часов. Для измельчения зерна было проведено РКУП при температуре 300°C до истиной степени деформации ~12. Была сформирована УМЗ структура, в которой присутствуют некогерентные частицы Al_6Mn [6].

Испытания на растяжение проводились с помощью испытательной машины Instron 5882 в интервале температур от 125°C до -100°C и в диапазоне скоростей деформации от 1×10^{-5} $с^{-1}$до $2{,}1\times10^{-1}$ $с^{-1}$ на образцах с поперечным сечением 3×1,5 $мм^2$ с длиной 16 мм.

Результаты. Полученные экспериментальные данные испытаний на растяжение [4-6] позволяют определить наличие неустойчивого пластического течения в широком температурно-скоростном интервале. Область существования эффекта ПЛШ, ограниченная сплошными линиями, для трех сплавов представлена на рисунке 1. Обозначения: «●» – эффект ПЛШ проявляется; «○» – эффект ПЛШ не проявляется. Отчетливо видно, что во всех трех исследуемых сплавах при уменьшении скорости деформации температурный интервал нестабильности увеличивается и смещается от низких температур к высоким температурам.

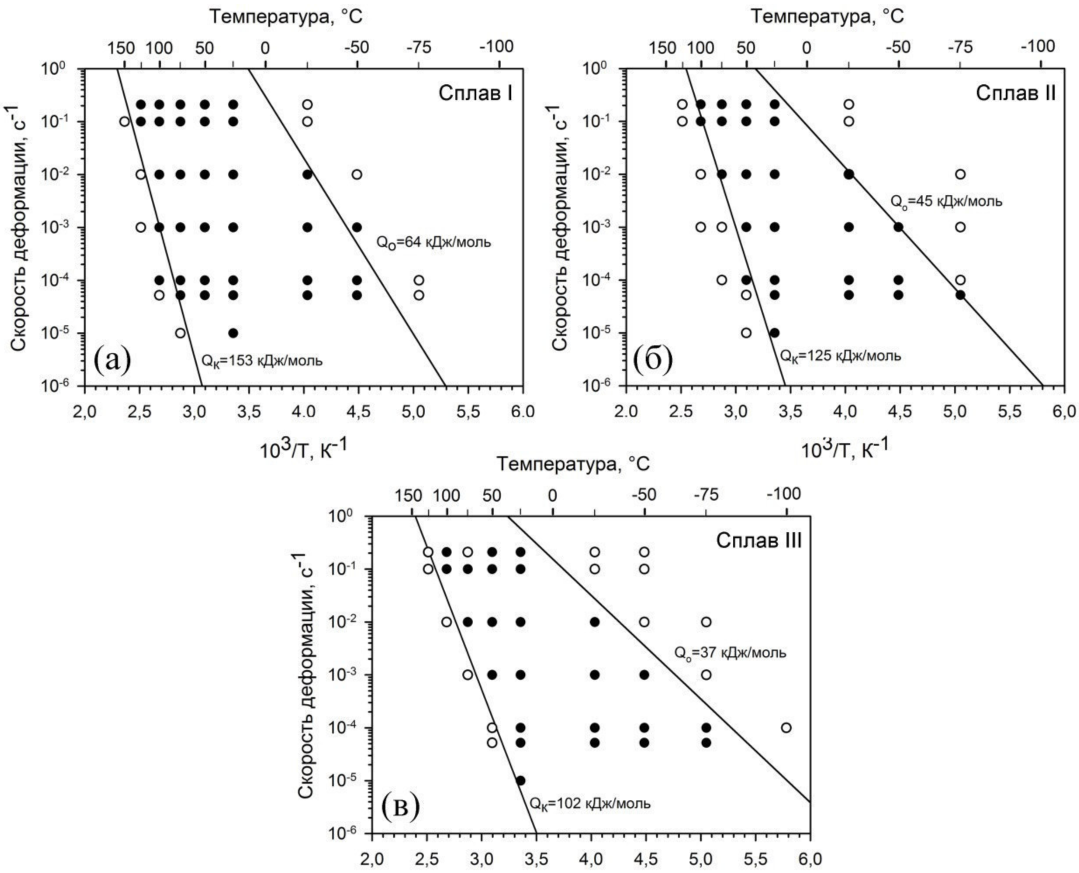


Рис. 1.Температурно-скоростная область существования эффекта ПЛШ алюминиевых сплавов I (а), II (б) и III (в)

Стоит так же отметить, что области существования эффекта ПЛШ в сплавах II и III, в которых присутствуют частицы вторых фаз, более узкие по сравнению со сплавом I. Наклоны этих зависимостей на графиках $\ln\dot{\varepsilon} - 1/T$ на рисунке 1 позволяют оценить кажущуюся энергию активации прерывистого течения. Для сплава I были получены следующие значения энергии активации: 64 кДж/моль для правой границы и 153 кДж/моль для левой границы (рис. 1 (а)). Сплавы II и III показали более низкие значения энергий активации, как для правых, так и для левых границ, по сравнению со сплавом I. Так, энергия активации правой границы для сплава II равна 45 кДж/моль. Оценка энергии активации для левой границы составила 125 кДж/моль (рис. 1 (б)). Для сплава III оценка энергии активации правой границы равна 37 кДж/моль. Энергия активации для левой границы составляет 102 кДж/моль (рис. 1 (в)).

Разница значений энергии активации левой и правой границ указывает на то, что они контролируются различными механизмами неустойчивого пластического течения в области высоких и низких температур. Для сплава I различие между левой и правой границами объясняется сменой типов зубцов, так для левой границы характерен тип С, а для правой тип А (рис. 1 (а)). Для сплавов II и III при скорости деформации 1×10^{-3} $с^{-1}$ левая граница области нестабильности связана со смешанным типом неустойчивости А+В, которые заменяются чистыми зубцами типа А на правой границе (рис. 1 (б), (в)). Данные результаты согласуются с современным пониманием того, что для полного объяснения эффекта ПЛШ недостаточно учета только механизмов динамического старения т.к. микроструктура оказывает значительное влияние на эффект ПЛШ через пространственную связь в неоднородно деформирующемся материале.

Заключение. Проведенное исследование областей существования эффекта ПЛШ в трех алюминиевых сплавах позволяет сделать следующие выводы:

1. Во всех исследуемых сплавах наблюдается различная энергия активации для левой и правой границы. При изменении химического состава, приводящего к формированию частиц вторых фаз, наблюдается снижение энергии активации для левой и правой границы зоны эффекта ПЛШ.

2. Формирование частиц вторых фаз в сплавах II и III приводит к сужению области существования эффекта ПЛШ при высоких скоростях деформации.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (Соглашение № 17-72-20239) с использованием оборудования ЦКП "Технологии и Материалы НИУ "БелГУ".

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Aboulfadl, H., Deges J., Choi P., Raabe D. Dynamic strain aging studied at the atomic scale // Acta Materialia. – 2015. – V. 86 – P. 34–42.
2. Robinson J. M. Serrated flow in aluminium base alloys // Int. Mater. Rev. – 1994 – V. 39 – P. 217–227.
3. Головин, Ю.И., Иволгин В.И., Лебедкин М.А., Сергунин Д.А. Область существования эффекта ПЛШ в условиях непрерывного индентирования сплава Al-2.7%Mg при комнатной температуре // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46.,№ 9. – С. 1618–1620.
4. Юзбекова Д. Ю. Влияние измельчения зерна на прерывистое течение сплава 1545К //XVII международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых. Ч. 2.—Екатеринбург,2016. – Т. 2., №. 17. – С. 118-122.
5. Mogucheva A. et al. Effect of grain refinement on jerky flow in an Al-Mg-Sc alloy //Metallurgical and Materials Transactions A. – 2016. – Т. 47. ,№. 5. – P. 2093-2106.
6. Malopheyev S., Kaibyshev R. Strengthening mechanisms in a Zr-modified 5083 alloy deformed to high strains //Materials Science and Engineering: A. – 2015. – Т. 620. – P. 246-252.

МОДЕРНИЗАЦИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ДИФРАКТОМЕТРА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ В МАТЕРИАЛАХ В СРЕДЕ ВОДОРОДА

Д.С. Бритт, Г.В. Гаранин
Научный руководитель: ассистент кафедры общей физики М.С. Сыртанов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: D.S.Britt@yandex.ru

UBGRADE OF X-RAY DIFFRACTOMETER FOR STUDIES OF STRUCTURAL AND PHASE CHANGES IN MATERIALS UNDER HYDROGEN ATMOSPHERE

D.S.Britt, G.V.Garanin
Scientific Supervisor: assistant PhD M.S. Syrtanov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: D.S.Britt@yandex.ru

Abstract. *In this paper, the upgrade ofx-ray diffractometer for studies of structural and phase changes in materials under hydrogen atmosphere was carried out. The main components of the diffractometer were described. Also techniques for diffraction patterns obtaining in the in situ mode were worked out.*

Введение. В современной промышленности имеют большое значение конструкционные материалы, устойчивые к высоким температурам и агрессивным средам, что приводит к необходимости анализа свойств материалов в таких условиях. Одним из наиболее простых и распространенных методов изучения структурно-фазового состояния материалов является рентгеновская дифрактометрия [1]. Проведение *in situ* дифракционного анализа на источниках синхротронного излучения (СИ) затрудняется стационарностью источников СИ, большими размерами станций и их дороговизной. В связи с этим, существует необходимость создания установки, позволяющей проводить исследования структурно-фазовых материалов в лабораторных условиях.

Основные узлы модернизированного дифрактометра. Дифракционный комплекс разрабатывался на базе лабораторного дифрактометра Shimadzu XRD 7000S.Основными элементами комплекса являются: высокоскоростной матричный детектор, рентгеновская трубка с медным анодом и система подачи газов, соединённая с высокотемпературной газоразрядной камерой. Достижение высоких температур производится за счёт высокотемпературной камеры HTK 2000N. Нагревателем является металлическая пластина из вольфрама, нагрев осуществляется резисторным методом. Для регулировки температуры используют изменение величины пропускаемого тока, диапазон температур (25-2300)°С. Эксперименты в режиме *in situ* проводятся за счет использования высокоскоростного широкоугольного детектора OneSight. Данный детектор является линейным кремниевым мультиполосным 1280-канальным матричным детектором. со следующими характеристиками: ширина канала – 50 мкм, диапазон энергий – (5-30) кэВ, угловое разрешение – 0,0104°. Инертная и агрессивная среды создаются за счет контролируемой системы подачи газов. На рисунке 1 представлена схема дифракционного комплекса.

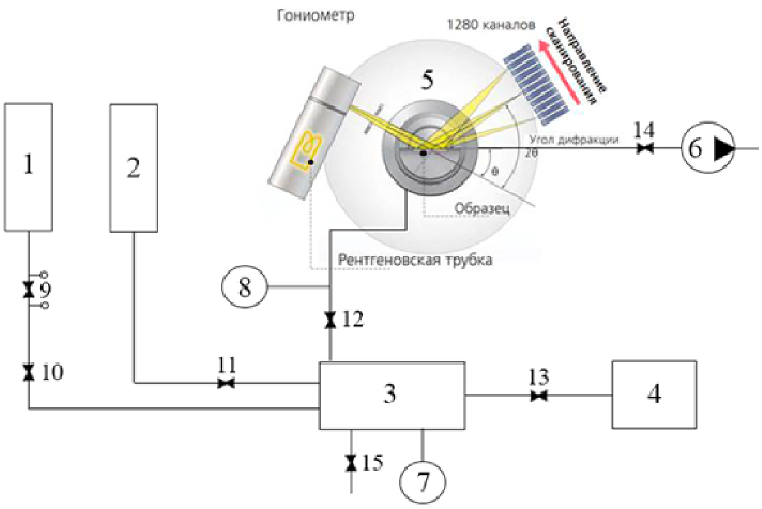


Рис. 1 – Принципиальная схема дифракционного комплекса: 1 – баллон инертного газа; 2 – генератор водорода; 3 – газовый смеситель; 4 – камера временного хранения газа; 5 – высокотемпературная камера; 6 – вакуумный пост; 7, 8 – датчики давления; 9 – газовый редуктор; 10, 11, 12, 13, 14, 15 – краны ручного управления

В газовую систему инертный газ вводят с помощью баллонов. Также в системе предусмотрен генератор водорода для проведения исследований в среде водорода. Имеется возможность проводить исследования в смеси двух различных газов, за счёт камеры временного хранения газа. Вакуум создают с помощью форвакуумного и турбомолекулярного насосов. Сочетание насосов позволяет достичь остаточного давления порядка $8 \cdot 10^{-3}$ Па.

Отработка методики получения дифрактограмм. Отработка методики получения дифракционных картин в режиме *in situ* была проведена в два этапа. Первый этап заключался в регистрации дифрактограмм стандартного образца порошка кремния. Нагрев порошка производился от 30 °С, со скоростью нагрева 5°/мин в вакууме, время экспозиции 2 мин/кадр, до 700 °С. Характер поведения рефлекса (311) представлен на рисунке2 (а).

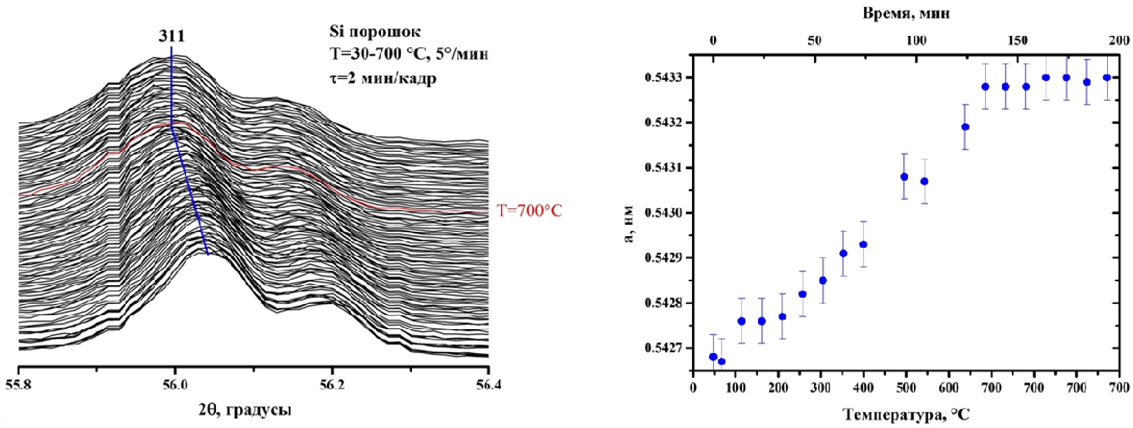


Рис. 2 – Характер поведения рефлекса в процессе линейного нагрева до 700°С (а) и зависимость параметра а элементарной решётки от температуры (б)

Изменение параметра a элементарной ячейки стандартного образца было определено по изменению положения рефлексов. Зависимость параметра a кремниевого образца представлена на рисунке 2 (б). В результате был расчитан коэффициент термического расширения (КТР). КТР составил $4{,}9\cdot10^{-6}$ C^{-1}. При сравнении с табличным значением, где КТР лежит в пределах от $2{,}4\cdot10^{-6}$ C^{-1} до $5{,}1\cdot10^{-6}$ C^{-1}, можно сделать вывод, что полученный результат лежит в допустимом интервале.

На втором этапе производились *in situ* дифракционные измерения, в ходе которых производилось восстановление ультрадисперсного порошка оксида меди в среде водорода в изотермических условиях. Давлением водорода составляло 0,5 атмосфер. Нагрев порошка до температуры 200 °С производился при давлении порядка $2\cdot10^{-2}$ Па, после чего осуществлялся напуск водорода. Регистрация дифрактограмм производилась в диапазоне углов по 2θ~(30÷53)° время экспозиции 1 мин/кадр. Серия дифрактограмм процесса восстановления меди представлена на рисунке 3.

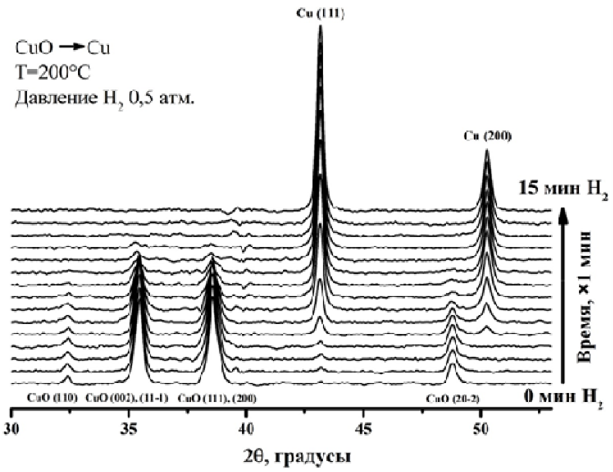


Рис. 3 – Серия дифрактограмм процесса восстановления меди из оксида меди под давлением водорода в изотермических условиях

В ходе эксперимента наблюдалось снижение интенсивности рефлексов оксида меди и рост интенсивности рефлексов металлической меди. Время полной конверсии оксида меди 13 минут.

Результаты. В ходе проделанной работы был модернизирован рентгеновский дифрактометер для *in situ* исследований фазовых превращений в газовой среде. Для проведения испытаний в инертной и агрессивной средах была разработана система подачи газов. Отработана методика получения дифрактограмм в процессах линейного нагрева и восстановления оксида меди в среде водорода. В ходе отработки был рассчитан КТР, который составил $4{,}9\cdot10^{-6}$ C^{-1}, соответствующий литературным данным, а также установлено, что время полной конверсия оксида меди при температуре 200 °С и давлении водорода 0,5 атм. составляет 13 минут.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Шмаков А.Н. // Рентгеновское синхротронное излучение, нейтроны и электроны для исследования наносистем и материалов. Нано-био-инфо-когнитивные технологии: Тез.докл. VII нац. конф. РСНЭ-НБИК 2009. 16-21 ноября 2009 г. М.:ИК РАН-РНЦКИ, 2009.С.559.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ В 3D-НАПЕЧАТАННЫХ ИЗДЕЛИЯХ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПЛАВЛЕНИЯ ПРОВОЛОКИ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V С ДОБАВЛЕНИЕМ ПОРОШКОВОЙ СМЕСИ Ti+TiC

А.О.Буйлук
Научный руководитель: д. ф-м. н. А.В. Панин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: buyluk97@mail.ru

MICROSTRUCTURE FORMATION CHARACTERISTIC IN 3D-PRINTED PRODUCTS OBTAINED BY ELECTRON-BEAM MELTING OF TITANIUM ALLOY Ti-6Al-4V WIRE WITH ADDITION OF Ti+TiC POWDER COMPOSITION

A.O.Buyluk
Scientific Supervisor: Dr. P-M. S. A.V. Panin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: buyluk97@mail.ru

Abstract. *Currently, 3D printing and additive technologies are receiving a lot of attention in research centers around the world. Since titanium is a chemically active metal, electron beam technologies seem to be the most promising for the development of technology for 3D surfacing of metals from titanium-based alloys. In this work, the microstructure and mechanical properties of samples obtained with simultaneous feeding of the wire of titanium alloy Ti-6Al-4V and powder mixture (Ti + TiC) in the process of 3D printing were investigated.*

Введение. Современные темпы развития промышленности требуют выбора технологий производства, требующих наименьших затрат и выполняемых в кратчайшие сроки [1]. Наряду с новыми и передовыми технологиями можно отметить быстрое развитие аддитивных технологий, позволяющих создавать металлические изделия уникальной формы. Методами аддитивных технологий создаются изделия за счет послойного добавления расходного материала, который сплавляют лазером или электронным лучом в зависимости от метода печати. Одним из наиболее распространенных методов аддитивных технологий является электронно-лучевое плавление проволоки (Electron Beam Freeform Fabrication – EBF_3). Преимуществами данного метода является дешевизна изготовления деталей, так как отходы во время печати практически отсутствуют, также довольно высокая, по сравнению с другими технологиями, скорость создания объекта [2]. Одним из недостатков данного метода является формирование неоднородной структуры со столбчатыми зернами, направление роста которых совпадает с направлением построения изделий. Последнее негативно сказывается на механических свойствах 3D-напечатанных изделий. Одним из возможных вариантов предотвратить рост зерна, а также сформировать однородную микроструктуру в процессе 3D-печати, а, следовательно, повысить механические характеристики изделий, является одновременная подача порошковой смеси в ванну расплава при создании 3D-напечатанных изделий методом электронно-лучевого плавления проволоки (EBF_3) из титанового сплава Ti-6Al-4V. Целью работы являлось исследование структуры и механических свойств образцов, полученных методом EBF_3 проволоки из титанового сплава Ti-6Al-4V с добавлением порошковой смеси Ti+TiC в процессе 3D-печати.

Материалы и методы. Формирование изделий, из которых в дальнейшем изготавливались образцы для исследования, осуществлялось на установке ЭЛУ-9 (ИФПМ СО РАН, г. Томск). Порошковые смеси состава Ti+TiC смешивали в двух пропорциях, с помощью шаровой мельницы 8000M Mixer/Mill (НИ ТПУ, г. Томск), объемная доля TiC составила (2 и 4% вес.). Микроструктуру образов изучали на оптическом микроскопе ZEISS AXIOVERT 40 MAT. Микротвердость измеряли на твердомере ПМТ-3 при нагрузке 50 грамм. Испытания на одноосное статическое растяжение проводили на испытательной машине INSTRON 5582 при комнатной температуре.

Результаты. Металлографический анализ образца, полученного методом электронно-лучевого плавления проволоки из титанового сплава Ti-6Al-4V показал, что микроструктура данного образца состоит из столбчатых зерен (рис.1а), поперечный размер которых составляет 1 мм, а их продольный размер ограничивается высотой создаваемого изделия. При электронно-лучевом плавлении проволоки из титанового сплава Ti-6Al-4V с добавлением порошковой смеси Ti+TiC в ванну расплава, формируется структура с равноосными зернами, поперечный размер которых варьируется от 400 до 800 микрон (рис.1 б.). Методом растромовой электронной микроскопии, было получено изображение микроструктуры образца, полученного методом EBF_3 проволоки титанового сплава Ti-6Al-4V с добавлением порошковой смеси Ti+TiC, которая напоминает классическую видманштеттовую структуру (рис.1 в), характерную для титановых $\alpha+\beta$ – сплавов, поперечный размер пластинок составляет 1 микрон.

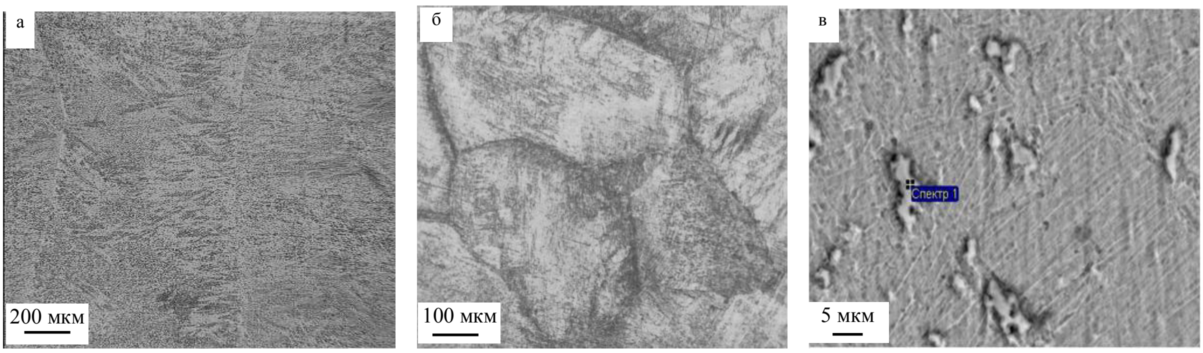


Рис. 1. – Оптические изображения микроструктуры 3D-напечатанных образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методом EBF_3 проволоки (а) и методом EBF_3 проволоки с добавлением порошковой смеси Ti+TiC (б), а также РЭМ-изображение образца, полученного методом EBF_3 проволоки с добавлением порошковой смеси Ti+TiC

Испытания на одноосное статическое растяжение показали, что для образца, полученного методом EBF_3 из проволоки титанового сплава Ti-6Al-4V, предел прочности составил 750 МПа, а относительное удлинение 7%. Одновременная подача проволоки титанового сплава Ti-6Al-4V и порошковой смеси (Ti+TiC) в процессе 3D-печати, приводит к увеличению значения предела прочности, но уменьшает пластичность образца. Как видно из рисунка 2, образец в котором объемная доля порошковой смеси (Ti+TiC) составила (2 % вес.), увеличивает предел прочности до 880 МПа и снижает пластичность до 4 %.

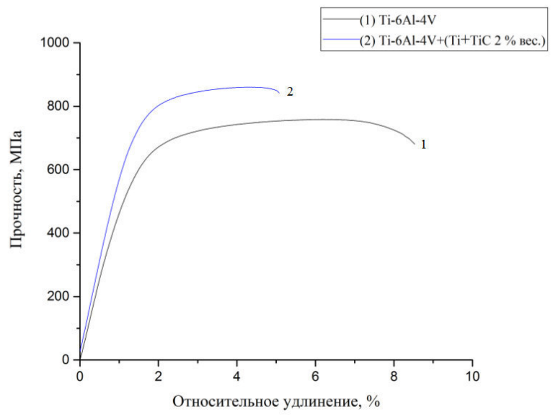


Рис. 2. – Кривые растяжения 3D-напечатанных образцов, полученных методом EBF$_3$ из проволоки титанового сплава Ti-6Al-4V (1) и титанового сплава Ti-6Al-4V с добавлением порошковой смеси Ti+TiC (2%.вес) (2)

В работе была экспериментально измерена микротвердость исследуемых образцов. Значение микротвердости для образца, полученного методом электронно-лучевого плавления проволоки из титанового сплава Ti-6Al-4V составило $H_\mu = 3800$ МПа. Добавление порошковой смеси Ti+TiC (2% вес.) и (4% вес.) при электронно-лучевом плавлении титанового сплава Ti-6Al-4V, приводит к увеличению значения микротвердости до $H_\mu = 6000$ МПа.

Заключение. Микроструктура 3D-напечатанного образца, полученного методом электронно-лучевого плавления проволоки из титанового сплава Ti-6Al-4V, характеризуется крупными столбчатыми зернами, поперечный размер которых (1 мм), добавление порошковой смеси Ti+TiC в ванну расплава, приводит к подавлению столбчатого роста зерна и формированию в 3D-напечатанных образцах равноосных зерен, с пластинчатой морфологией внутри. Минимальный размер зерен (400 мкм) достигается в образце с объемной доли TiC (2% вес.)

Добавление порошковой смеси состава Ti+TiC, приводит к увеличению механических характеристик 3D-напечатанных образцов. Микротвердость и предел прочности 3D-напечатанного образца, полученного методом EBF$_3$ проволоки из титанового сплава Ti-6Al-4V составляет 3800 МПа и 750 МПа, соответственно, в то время как после добавления порошковой смеси Ti+TiC (2% вес.) в ванну расплава значение микротвердости и предел прочности увеличиваются, до 6000 МПа и 880 МПа.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гончарова О.Н., Бережной Ю.М., Бессарабов Е.Н., Кадамов Е.А., Гайнутдинов Т.М., Нагопетьян Е.М., Ковина В.М. Аддитивные технологии – динамично развивающееся производство: Справочник: инженерный вестник № 4.2016.
2. Taminger, K.M.B. and Hafley, R.A., “Characterization of 2219 Aluminum Produced by Electron Beam Freeform Fabrication,” Proceedings of 13th SFF Symposium, 482-489, (2002).

ИССЛЕДОВАНИЕ ТОНКОЙ КРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ СПЕЧЁННЫХ КЕРАМИК ZrO_2 и ZrO_2-ZrB_2 ПОСЛЕ УДАРНО-ВОЛНОВОГО КОМПАКТИРОВАНИЯ

В. Н. Бурдуковский, А.С. Буяков
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. С.Н. Кульков
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: vladimirburdukovsky@gmail.com

THE STUDY THIN CRYSTALLINE STRUCTURES SINTERED CERAMICS ZrO_2 AND ZrO_2-ZrB_2 AFTER SHOCK-WAVE COMPACTION

V.N. Burdukovskiy, A.S. Buyakov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. S.N. Kulkov
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: vladimirburdukovsky@gmail.com

Abstract. *Research of influence of shock and wave compaction and agglomeration on thin crystal structure and phase structure ceramics on the basis of ZrO_2 and ZrO_2–ZrB_2 were conducted. The structure of ceramics was investigated by the X-ray diffraction analysis, the microstructure – on a scanning electronic microscope. During the researches it was revealed that shock compaction of powders leads to growth of a monoclinic phase of zirconia, and reduction of a phase of a zirconium diboride. It is shown that there is a growth of zirconium diboride microdistortions and reduction of zirconium oxide microdistortions, CDD grows in zirconium dioxide, and in a zirconium diboride decreases.*

Введение. Большой интерес к исследованию структуры и свойств керамических материалов на основе диоксида циркония и композиционного материала диборида циркония вызван набором исключительных физико-механических характеристик, химической стойкостью, высокой прочностью и износостойкостью. Данные материалы нашли практическое применение в электронике, медицине и в качестве различных деталей для машиностроения.

Диоксид циркония ZrO_2 и диборид циркония ZrB_2 обладают высокими значениями твёрдости, поэтому для их компактирования разумно применять методы ударно-волнового воздействия [1] которое обеспечивает, гораздо большее уплотнение по сравнению с традиционными методами нагружения. В настоящее время в литературе недостаточно данных о влиянии ударно-волнового компактирования на тонкую кристаллическую структуру материалов. Целью работы является исследование структуры керамик на основе ZrO_2 и ZrO_2-ZrB_2 полученных методом ударно-волнового компактирования.

Материалы и методы. В работе исследованы керамические материалы на основе ZrO_2 и ZrO_2-ZrB_2, которые были получены ударно-волновым компактированием. Исследуемые образцы были подвергнуты спеканию в воздушной печи при температуре 1600 ^{0}C с изотермической выдержкой в течение часа. Для исследования тонкой кристаллической структуры с керамик до и после спекания были сняты рентгенограммы на дифрактометре ДРОН-3 в условиях фильтрованного Cu-kα излучения (длина волны $\lambda = 1{,}5417$Å) и Co-k$_\alpha$ излучения (длина волны λ = 1,789 Å) в угловом диапазоне от 20^0 до 90^0 с шагом 0.05^0 и временем экспозиции 3 с. Для оценки параметров кристаллической решётки были взяты параметры из литературных данных [2], а также были вычислены параметры после ударно-волнового компактирования и спекания. Микроискажения и средний размер ОКР были найдены из графического построения зависимостей Вильямсона-Холла.

Результаты и их обсуждение. Рентгеноструктурный анализ показал, что после ударно-волнового компактирования ZrO_2 представлен кубической и моноклинной фазами, а после отжига при температуре 1600 ^{0}C только моноклинной фазой. Также значительно уменьшилось содержание диборида циркония в образце ZrO_2-ZrB_2 после отжига, если после ударно-волнового компактирования ZrB_2 был представлен 57 %, то после отжига его содержание составило 13%.

Параметры кристаллической решётки после ударно-волнового компактирования и спекания представлены в таблице 1 и 2.

Таблица 1

Полученные параметры после ударно-волнового компактирования

		Для ZrO_2			Для ZrO_2-ZrB_2		
Материал	Фаза	a(Å)	b(Å)	c(Å)	a(Å)	b(Å)	c(Å)
ZrO_2	кубическая	5,0655			5,0987		
ZrO_2	моноклинная	5,1233	5,2146	5,1993	5,1547	5,1672	5,282
ZrB_2	гексагональная				3,1566	3,1566	3,4684

Таблица 2

Полученные параметры после спекания при 1600 ^{0}C

		Для ZrO_2			Для ZrO_2-ZrB_2		
Материал	Фаза	a(Å)	b(Å)	c(Å)	a(Å)	b(Å)	c(Å)
ZrO_2	моноклинная	5,1432	5,221	5,2894	5,1257	5,1765	5,2909
ZrB_2	гексагональная				3,1491	3,1491	3,5263

Таким образом, полученные результаты показывают, что после ударно-волнового компактирования параметры кристаллической решётки меняются по-разному, а после спекания параметры кристаллической решётки уменьшаются относительно табличных значений [JCPDS #13-307], [JCPDS #34-423].

Микроискажения и размеры ОКР кристаллической решётки после ударно-волнового компактирования и спекания были найдены из графического построения Вильямсона-Холла, таблица 3.

Таблица 3

Микроискажения и размеры ОКР кристаллической решётки ZrO_2 и ZrO_2-ZrB_2

		После у-в компактирования		После спекания	
Материал	Фаза	$\varepsilon \cdot (10^{-3})$	D(нм)	$\varepsilon \cdot (10^{-3})$	D(нм)
ZrO_2	моноклинная	4	52	1,5	70
ZrO_2	кубическая	3	20		
ZrO_2-ZrB_2	моноклинная	6	50	2,5	65
ZrO_2-ZrB_2	кубическая	7	22		
ZrO_2-ZrB_2	гексагональная	3	94	6	40

Выводы. В работе показано влияние ударно-волнового компактирования на тонкую кристаллическую структуру спечённых керамических образцов ZrO_2 и ZrO_2-ZrB_2. В результате исследований было выявлено уменьшение ZrB_2 в образце ZrO_2-ZrB_2, это, по-видимому, связано с тем, что ZrB_2 устойчив к окислению только при температурах до 1000 ^{0}C [3, 4], следовательно, при температуре спекания в 1600 ^{0}C подвергся окислению.

Микроискажения кристаллической решётки диоксида циркония после спекания уменьшаются, это является признаком того, что происходит релаксация напряжений 2-го рода.

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

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Первухин Л.Б. и др. Компактирование взрывом керамических порошков // Письма о материалах – 2015. Т. 5. – № 1. – С. 57-60.
2. Hannink R. H. and Garvie R. C. Subeutectoid aged Mg-PSZ alloys with enhanced thermal up-shock resistance // J. Mater. Sci. –1982. – V. 1 – No. 7. –P. 2837-2843.
3. Получение порошка диборида циркония для спекания тонкой технической керамики / С. П. Андриец [и др.] // Вестник Нац. техн. ун-та "ХПИ": сб. науч. тр. Темат. вып. : Химия, химическая технология и экология. – Харьков: НТУ "ХПИ", 2007. – № 26. – С. 169-174.
4. Портнова Е. Н. Получение ультравысокотемпературных керамических материалов на основе диборидов циркония и гафния: канд. физ-мат. наук. – Пермь, 2016. – 27 с.

КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СВОЙСТВА YAG КЕРАМИКИ АКТИВИРОВАННОЙ ИОНАМИ TB, CE

В.А. Ваганов, В.Д. Пайгин, Р.Г. Калинин

Научный руководитель: профессор, к.ф-м.н. Д.Т. Валиев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: vav13@tpu.ru

CATHODOLUMINESCENT PROPERTIES OF YAG CERAMICS DOPED WITH TB, CE

V.A. Vaganov, V.D Paygin, R.G. Kalinin

Scientific Supervisor: Ph.D. D.T. Valiev

Tomsk Polytechnic University, Lenin avenue 30, 634050, Tomsk, Russia

E-mail: vav13@tpu.ru

Abstract. *The $Y_3Al_5O_{12}$: TB/CE luminescence ceramics were prepared by high-temperature solid-state reaction method under reducing atmosphere with addition different of BaF_2 flux concentration. The luminescence was excited by the pulsed electron accelerator with an average energy 250 keV. The results showed the influence of Tb, Ce, and BaF2 concentration to cathodoluminescent properties of YAG ceramics.*

Введение. Кристаллы YAG:Ce, благодаря механической и радиационной стабильности, быстрой реакции, высокой удельной светоотдаче используются в системах твердотельных люминесцентных дозиметров и детекторов с высоким разрешением [1].

Альтернативой применения кристаллам в качестве сцинтилляционного материала может стать *YAG* керамика, легированная редкоземельными ионами. В настоящее время, изготовление керамики - достаточно оптимизированный процесс, позволяющий получать люминесцентную керамику практически любой формы и размеров, с меньшими затратами, чем при выращивании кристаллов YAG:Ce [2].

Ионы трехвалентного тербия в составе кристаллической матрице, за счет своих уникальных оптических свойств, находят применение в оптическом приборостроении. Такие системы широко используется: в рентгенографии, в качестве детекторов тепловых нейтронов [3].

В данной работе представлены результаты измерений спектрально-кинетических свойств катодолюминесценции керамик YAG:Tb/Ce при различной концентрации Tb, Ce, BaF_2. При возбуждении ускоренными электронами энергия передается *YAG* матрице и создает электронное возбуждение, которое может захватываться ловушками и центрами свечения. Процессы переноса энергии возбуждения, излучательной и безызлучательной рекомбинации определяют кинетику затухания люминесценции, исследование кинетических характеристик катодолюминесценции может быть полезным для понимания процессов переноса энергии, структур центров люминесценции и ловушек.

Экспериментальная часть. Люминесцентная керамика YAG:TB/CE была синтезирована в два этапа методом высокотемпературной твердофазной реакции. Первый этап - получение люминофора. Все реагенты Al_2O_3 (99,99%), Y_2O_3 (99,99%), CeO_2 (99,99%), Tb_4O_7 (99,99%) были смешаны в желаемом соотношении Y3-x: Al_5: xTb и Y_3-x: Al_5: xCe, (x = 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,08 и 0,1) с добавлением 10% BaF_2 к общей массе. Для анализа влияния BaF_2 была синтезирована серия Y_3:Al_5:O_{12}:0,06Ce + x BaF_2 (x =

0; 2,5;5; 7,5; 10; 12,5% к общей массе). Далее полученная смесь подвергалась высокотемпературной обработке в печи при температуре 1600° С в течении 10 часов. Второй этап – синтез керамики из полученного люминофора. Компактирование порошка люминофора осуществлялось методом холодного статического одноосного прессования в стальных пресс-формах на автоматическом прессе ИП-500 АВТО (ЗИПО, Россия), под давлением 400 МПа. Дальнейшее спекание проводилось в высокотемпературной печи в воздушной атмосфере при температуре 1650 ºС в течение 8 часов. В результате были получены люминесцентные керамические образцы цилиндрической формы, высотой около 1 мм, диаметром около 5 мм.

Для возбуждения катодолюминесценции был применен импульсный электронный ускоритель со средней энергией 250 кэВ и длительностью импульса – 15 нс. Регистрация кинетики люминесценции осуществлялась фотоэлектронным умножителем ФЭУ-84-6 и ФЭУ-97 с использованием монохроматора МДР-3 и цифрового осциллографа TDS5052. Для регистрации интегральных спектров катодолюминесценции использовался спектрометр AvaSpec-2048.

Результаты. При возбуждении керамик потоком ускоренных электронов люминесценция Ce проявляется в видимом спектральном диапазоне с двумя максимумами на 540 и 570 нм. Появление второго максимума при возбуждении ускоренными электронами является результатом изменения соотношения интенсивностей двух компонент излучения, обусловленных разрешенными переходами в ионе Ce^{3+}. Как известно, полоса люминесценции ионов Ce^{3+} в *YAG* люминофорах обусловлена переходом 5d ($^2D_{3/5}$) на 4f ($^2F_{5/2}$) и переходом с 5d ($^2D_{3/5}$) на 4f ($^2F_{7/2}$) [4].

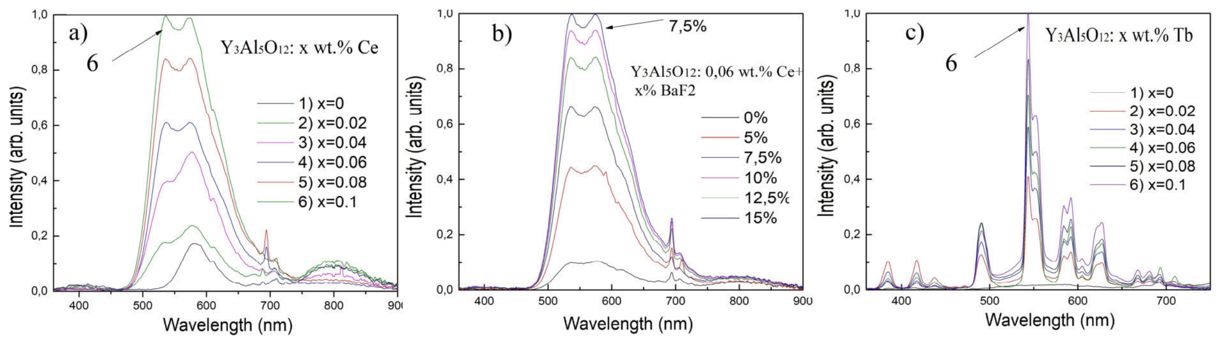


Рис. 1. – Интегральные спектры катодолюминесценции керамик серий: $Y_3Al_5O_{12}$:x wt.% Ce (a), $Y_3Al_5O_{12}$:0,06% wt.% Ce + x%BaF_2 (b), $Y_3Al_5O_{12}$:x wt.% Tb

Установлено, что интенсивность катодолюминесценции керамик $Y_3Al_5O_{12}$:Ce линейно зависит от концентрации Ce, рисунок – 1*a*. Добавление BaF_2, как модификатора в исходную смесь, при изготовлении керамик, оказывает влияние на формирование YAG:Ce в твердофазной реакции. Авторами [5] показано, что BaF_2 способствует началу твёрдо-жидкого фазового взаимодействия при сравнительно низких температурах, что приводит к получению однофазного кубического кристалла *YAG*. Однако, необходимо чтобы BaF_2 полностью испарился к завершению синтеза керамики, так как он не является основным центром свечения. Согласно нашим результатом добавка BaF_2 7,5-10% является оптимальной для данной методики синтеза керамик, рисунок – 1*b*. Tb в спектрах катодолюминесценции люминесцентных керамиках $Y_3Al_5O_{12}$:Tb проявляется при возбуждении электронным пучком в виде ряда полос свечения с λ_{max}=380, 414, 437, 490, 544, 588, 620 нм. Авторы [3], показали аналогичное проявление

Tb в спектре катодолюминесценции алюмосиликатных стекол. Данные полосы люминесценции обусловлены переходами в ионе тербия: $^5D_3$-$^7F_6$ (380 нм), $^5D_3$-$^7F_5$ (414 нм), $^5D_3$-$^7F_4$ (437 нм), $^5D_4$-$^7F_6$ (490 нм), $^5D_4$-$^7F5$ (544 нм), $^5D_4$-$^7F_4$ (588 нм), $^5D_4$-$^7F_3$ (620 нм) [5]. Установлено что интенсивность полос катодолюминесценции с D_4 уровня, напрямую зависят от концентрации примеси тербия в керамике, однако полосы свечения обусловленные уровнем D_3 при этом имеют обратную зависимость, рисунок -1*c*.

Для всех керамик были изучены кинетики затухания люминесценции в максимумах на 540 и 570 нм для $Y_3Al_5O_{12}$:Ce и в полосах на 380, 414, 437, 490, 544, 588, 620 нм для $Y_3Al_5O_{12}$:Tb. Было установлено что концентрация Ce не влияет на характеристическое время затухания катодолюминесценции и τ_1=60 нс в диапазоне от 450 до 750 нм, однако обнаружено что данное время может быть увеличено до τ_1=75 нс при увеличение BaF_2 до 15%. В полосах люминесценции Tb: λ_{max}=384, 418, 434 нм, τ_1=30 нс, в миллисекундной области обнаружено уменьшение характеристического времени затухания при увеличении концентрации тербия. Данное затухания можно представить, как функцию из суммы двух экспоненциальных τ_2 и τ_3 с τ_2 = 0,15 мс, τ_3 = 0,65 мс; τ_2 = 0,11 мс, τ_3 = 0,5 мс; τ_2 = 0,08 мс, τ_3=0,36 мс; τ_2 = 0,065 мс, τ_3=0,031 мс; τ_2 =0,062 мс, τ_3=0,26 мс для 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,1 wt%Tb. соответственно.

В полосах люминесценции Tb λ_{max}=625, 544, 490, 590 нм, характеристические времена затухания люминесценции миллисекундного компонента описываются экспоненциальным законом, где τ_2 =2,5±0,2 мс. Изменений длительности свечения люминесценции от концентрации в данных полосах люминесценции Tb не наблюдается.

Заключение. В результате синтеза была получена люминесцентная керамика, для которой выявлена оптимальная концентрация BaF_2 как 7,5-10 % к исходной массе реагентов. Установлено, что концентрация добавки BaF_2 приводит к изменению длительности затухания в полосе церия до τ_1=75 нс, повышение концентрации Tb в полосах λ_{max}=384, 418, 434 нм приводит к уменьшению τ_2 и τ_3.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Томской области в рамках научного проекта № 18-43-703014

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kamada K., Yanagida T., Pejchal J., Nikl M., Endo E., Tsutumi1 K., Fujimoto Y., A Fukabori & Yoshikawa A. (2011). Scintillator-oriented combinatorial search in Ce-doped $(Y,Gd)_3$(Ga,Al)5O12 multicomponent garnet compounds. Journal of Physics D: Applied Physics, v. 44, no. 50, pp.1–8.
2. Zorenko Yu ,.Zych E. & Voloshinovskii A. (2009). Intrinsic and Ce^{3+}-related luminescence of YAG and YAG:Ce single crystals,single crystalline films and nanopowders. Optical Materials, no. 31, pp. 1845–1848.
3. Caldiñoa U., Speghinib A, Álvarezc E., Berneschid S., Bettinellib M., Brencie M. &. Righin G.C. (2009). Spectroscopic characterization and optical waveguide fabrication in Ce^{3+}, Tb^{3+} and Ce^{3+}/ Tb^{3+} doped zinc-sodium-aluminosilicate glasses. Optical materials no. 33, pp. 1892–1897.
4. Nathan C. George, Kristin A. Denault, & Ram Seshadri. (2013). Phosphors for Solid-State White Lighting. Annual Review of Materials Research, no. 43, pp. 481–501.
5. Katsutoshi Ohno & Tomohiko Abe. The synthesis and particle-growth mechanism of bright green phosphor: YAG:Tb. The Electrochemical Society, Inc. v.141, no. 665, pp. 1252–1254.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОЛОСЫ $\nu_6+\nu_{11}$ МОЛЕКУЛЫ C_2D_4

Ван Шэнья
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. А.Л. Фомченко
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: 471480744@qq.com

DETERMINATION OF SPECTROSCOPIC PARAMETERS OF THE $\nu_6+\nu_{11}$ BAND OF C_2D_4 MOLECULE

Wang Shengya
Scientific Supervisors: associate professor A.L. Fomchenko
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: 471480744@qq.com

Abstract. *Structures and properties of molecules can be obtained by studying the high-resolution spectra. This work is devoted to the study of vibrational-rotational spectrum of polyatomic molecule C_2D_4. High-precision infrared Fourier spectra of the C_2D_4 molecule in the region of 3100–3300 cm^{-1} were analyzed. The rotational structure of the absorption band $\nu_6+\nu_{11}$ was analyzed using the method of ground state combination differences. This gave us the possibility to determine the rotational and centrifugal parameters of the ($\nu_6=\nu_{11}=1$) vibrational state.*

Введение. Строение и свойства молекул можно изучать путем исследования спектров, которые являются очень важным источником информации. Колебательно-вращательная спектроскопия является разделом молекулярной спектроскопии, изучающей инфракрасные и комбинационные спектры молекул в газовой фазе. Переходы, связанные с изменениями как колебательного, так и вращательного состояний, обычно называют ровибрационными переходами [1]. Так как изменения в уровнях вращательной энергии обычно намного меньше, чем изменения уровней колебательной энергии, то говорят, что изменения во вращательном состоянии дают так называемую тонкую структуру колебательного спектра.

Этилен представляет собой природное соединение в атмосферном воздухе, которое влияет на атмосферную химию и глобальный климат. В результате реакции с гидроксильным (OH) радикалом этилен играет важную роль в тропосферной химии и генерации озона. Этот вклад в химию атмосферы делает этилен климатически значимым следовым газом, а его концентрация, источники и поглотители воздуха представляют интерес для науки об атмосфере. Этилен является одним из самых изучаемых в астрофизике веществ, т.к. он был обнаружен в атмосферах планет Юпитер, Сатурн, Нептун и спутник Титан.

Этилен играет важную роль в структурной химии, а также в других областях науки; его можно рассматривать как прототип при исследовании спектров, динамики и потенциальных гиперповерхностей многих органических молекул. Поэтому в течение многих лет молекула этилена была предметом многочисленных спектроскопических исследований спектров высокого разрешения как в микроволновой, так и в инфракрасной областях спектра.

Что касается молекулы C_2D_4, которая является объектом исследования в представленной работе, данный изотополог, а также другие виды дейтерированного этилена должны быть всегда включены в анализ атмосфер других планет. Знание точной колебательно-вращательной структуры спектров молекулы C_2D_4 играет важную роль в такой задаче, как определение правильной многомерной внутримолекулярной потенциальной функции этилена.

Детали эксперимента. Два спектра молекулы C_2D_4 были зарегистрированы в диапазоне 3100-3300 см$^{-1}$ с помощью инфракрасного (FTIR) спектрометра Bruker IFS 120 в сочетании с ячейкой Уайта из нержавеющей стали с длиной основания 1 м. Использовался полупроводниковый детектор на основе антимонида индия (InSb). Экспериментальные условия, при которых были зарегистрированы исследуемые спектры, представлены в таблице 1.

Таблица 1

Экспериментальные условия для спектров молекулы C_2D_4

Спектр №	Диапазон, см$^{-1}$	Давление, мбар	Длина пути, м	Температура, К	Число сканов	Разрешение, см$^{-1}$
I	3100-3300	1,05	24	300	500	0,003
II	3100-3300	6,33	24	300	450	0,003

В пределах указанного спектрального диапазона имеется исследуемая комбинационная полоса поглощения $\nu_6+\nu_{11}$ с центром около 3202 см$^{-1}$ (см. рис. 1)

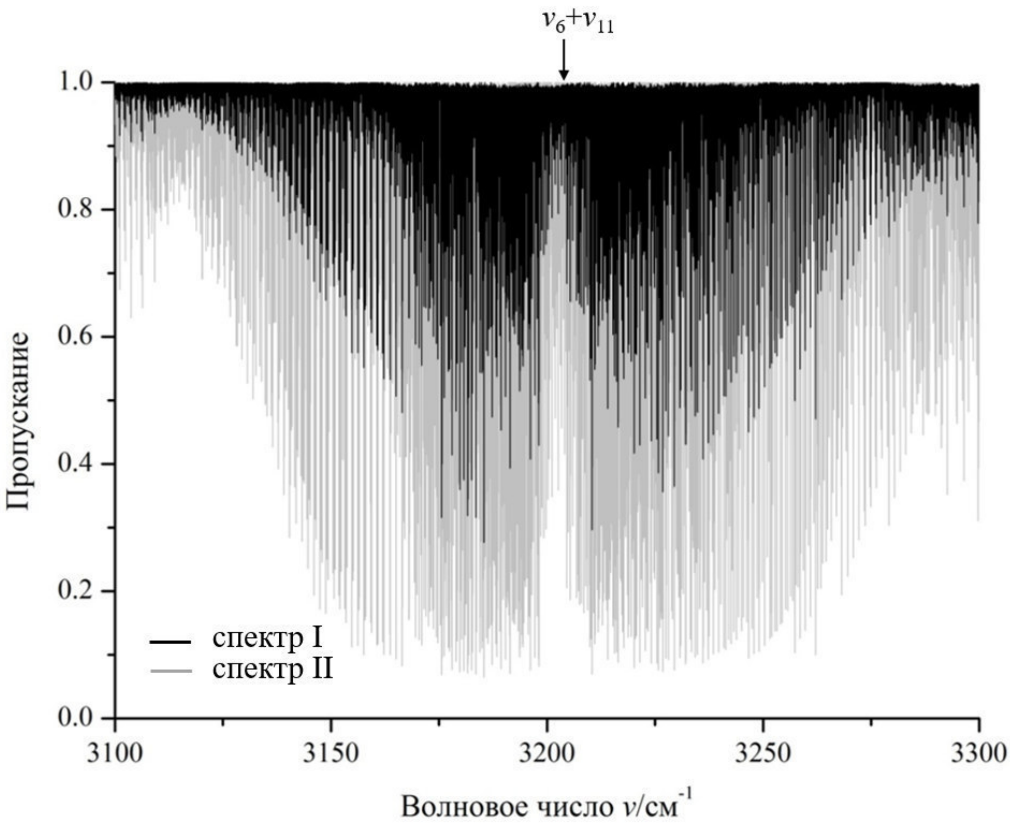


Рис. 1. Экспериментально зарегистрированный спектр молекулы C_2D_4 в районе полосы $\nu_6+\nu_{11}$

Метод исследования. Молекула C_2D_4 является молекулой типа асимметричного волчка и обладает группой симметрии, изоморфной точечной группе D_{2h} [2]. Эта группа имеет восемь неприводимых представлений, в то же время, в молекуле возможны переходы только трёх типов: с основного колебательного состояния (симметрия A_g) на колебательные состояния симметрии B_{1u}, B_{2u} или B_{3u}. Исследуемая молекула имеет двенадцать нормальных колебаний соответствующей симметрии: q_1, q_2, $q_3 \in A_g$, $q_4 \in A_u$, q_5, $q_6 \in B_{1g}$, $q_7 \in B_{1u}$, $q_8 \in B_{2g}$, q_9, $q_{10} \in B_{2u}$ и q_{11}, $q_{12} \in B_{3u}$. Таким образом, исследуемая полоса v_6+v_{11} имеет симметрию B_{2u} и, как следствие, для нее характерны следующие правила отбора: ΔJ=0, ±1, K_a – нечётные, K_c – нечётные.

Для теоретического анализа экспериментальных данных была использована модель колебательно-вращательного эффективного гамильтониана Уотсона в A-редукции, I^r представлении [3]:

$$H^{vv} = E^v + [A^v - \frac{1}{2}(B^v + C^v)]J_z^2 + \frac{1}{2}(B^v + C^v)J^2 + \frac{1}{2}(B^v - C^v)J_{xy}^2 - \Delta_K^v J_z^4$$
$$- \Delta_{JK}^v J_z^2 J^2 - \Delta_J^v J^4 - \delta_K^v [J_z^2, J_{xy}^2]_+ - 2\delta_J^v J^2 J_{xy}^2 + H_K^v J_z^6 + H_{KJ}^v J_z^4 J^2$$
$$+ H_{JK}^v J_z^2 J^4 + H_J^v J^6 + [J_{xy}^2, h_K^v J_z^4 + h_{JK}^v J_z^2 J^2 + h_J^v J^4]_+ + ...,$$

где $J_{xy}^2 = J_x^2 - J_y^2$ и $\left[A, B\right]_+ = AB + BA$, J_α (α = x,y,z) – компоненты оператора углового момента; E - колебательная энергия, центр полосы, A^v, B^v, C^v – вращательные постоянные, $\Delta_K^v, \Delta_{JK}^v, \Delta_J^v, \delta_K^v, \delta_J^v$ – параметры центробежного искажения.

Результат. Путем интерпретации спектра одной из изотопических модификаций молекулы этилена C_2D_4 удалось впервые определить спектроскопические параметры полосы (v_6=v_{11}=1). Для определения энергетических вращательных уровней возбужденного колебательного состояния использовался метод комбинационных разностей. В результате было проинтерпретировано более 1500 переходов исследуемой полосы, на основе которых было определено более 400 колебательно-вращательных энергий состояния (v_6=v_{11}=1).

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-02-00819 А.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hollas M.J. Modern Spectroscopy. – Wiley, 1996. – 452 с.
2. Герцберг Г. Колебательные и вращательные спектры многоатомных молекул. – М.: Издательство иностранной литературы, 1949. – 413 с.
3. Watson J.K.G. Determination of Centrifugal Distortion Coefficients of Asymmetric-Top Molecules // Journal of Chemical Physics. – 1967. – V. 46. – P. 1935–1949.

ВЛИЯНИЕ ГЕОМЕТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ФОТОННЫХ ПУЧКОВ ДОЗИМЕТРИЧЕСКОГО ПЛАНА ПРИ ТРЁХМЕРНОЙ ОЦЕНКЕ ДОЗОВОГО РАСПРЕДЕЛЕНИЯ

А.В.Вертинский[1,2], Е.С. Сухих[1,2], О.М. Стахова[3]
Научный руководитель: директор ИШФВП, д.ф-м.н. Л.Г. Сухих
[1]Томский Областной Онкологический Диспансер,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 115, 634009
[2]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
Многопрофильный клинический медицинский центр «Медицинский город»,
Россия, г г. Тюмень, ул. Барнаульская, 32, 625041
E-mail: a.v.vertinsky@tomonco.ru

INFLUENCE OF PHOTONBE BEAMS GEOMETRICAL PARAMETERS OF THE DOSIMETRIC PLAN AT THREE-DIMENSIONAL EVALUATION OF THE DOSE DISTRIBUTION

A.V.Vertinskiy[1,2], E.S.Sukhikh[1,2], O.M.Stahova[3]
Scientific Supervisor: Director of Research School of Physics, Dr. Sci. Phys-Math., L.G.Sukhikh
[1]Tomsk Regional Oncology Center, Tomsk, Lenin str., 115, 634009
[2]National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin ave., 30, 634050
[3]Multidisciplinary clinical medical center" Medical City, Tyumen, Barnaulskaya str.32, 625041
E-mail: a.v.vertinsky@tomonco.ru

Abstract. *The results of using a three-dimensional dosimetric system for evaluating plans with different geometrical parameters are presented in the article. The assessment was made on the basis of a comparison calculated in the treatment planning system and measured by dose loads on the target and the critical organ. The results of the study are presented in the table.*

Введение. Верификация планов лучевой терапии является неотъемлемой частью радиотерапевтической процедуры. Поскольку она позволяет убедиться, что рассчитанное в системе планирования дозовое распределение реализуется правильно. С внедрением в практику методики лучевой терапии с модуляцией по интенсивности фотонного излучения (IMRT/VMAT), характеризующиеся наличием областей с высоким градиентом дозы, для верификации вводились дозиметрические системы, состоящие из двумерных массивов измерительных датчиков (диоды/ионизационные камеры). Сравнение измеренных и рассчитанных дозовых распределений проводится по гамма-анализу, учитывающему одновременно дозовую погрешность и дистанцию. Основной недостаток гамма-анализа заключается в том, что он дает информацию только о точности реализации дозиметрического распределение в развертке массива детекторов, без возможности оценки распределения с клинической точки зрения, т.е. как дозовые ошибки сказываются на дозовую нагрузку в мишени опухоли и критических органах. В последующем появились системы, осуществляющие анализ дозового распределения в трёхмерном виде, предоставляя сведения о погрешности подведения дозы в органах пациента с помощью гистограммы «доза-объем» (Dose-volume histogram, DVH). Опираясь на эти сведения, оценка плана производится уже не только с технической части, но и клинической, поскольку первоначально рассчитанный план, полностью удовлетворяющий предписанию, может быть не точно воспроизведен. Целью данной работы является исследование влияние изменения технических характеристик планирующей системы на точность воспроизведения терапевтического плана с помощью трёхмерной дозиметрической системы ArcCHECK и программного обеспечения 3DVH (оба Sun Nuclear Corp.) по нескольким параметрам гистограммы «доза-объем».

Материалы и методы. Для исследования были взяты 12 случаев стереотаксического облучения рака предстательной железы в режиме гипофракционирования с разовой дозой 7,25 Гр до суммарной очаговой дозы 36,25 Гр. Все планы были созданы на планирующей станции MONACO v 5.10.02 (Elekta AB) с применением объемной модуляции по интенсивности фотонных пучков (VMAT) с энергией 10 МВ.

На каждый клинический случай было сделано два терапевтических плана с разными параметрами геометрии пучков. Оба варианта базируются на двух взаимообратных неполных арках с различным углом коллиматора. Два варианта основных технических характеристик геометрии пучков (арок), которые применяли в данном исследовании представлены в таблице 1.

Таблица 1

Основные геометрические параметры применяемых пучков (арок)

Параметр		Вариант №1	Вариант №2
Арка №1	Начальный угол гантри	240°	240°
	Угол поворота гантри	250°	250°
	Угол коллиматора	330°	10°
Арка №2	Начальный угол гантри	140°	140°
	Угол поворота гантри	250°	250°
	Угол коллиматора	315°	45°
Минимальная ширина сегмента		1 см	2 см

Для всех планов лечения были сгенерированы планы гарантии качества с применением дозиметрического фантома ArcCHECK с сохранением геометрии и мониторных единиц каждого пучка. Сравнительный анализ дозовых распределений осуществлялся с помощью программного обеспечения 3DVH.

Для расчёта действительного, а не спланированного, дозового распространения в исследуемых структурах использовалась программа 3DVH с функцией трёхмерного анализа дозового распределения на основе PDP-алгоритма (Planned Dose Perturbation). В 3DVH последовательно загружались DICOM файлы параметров и дозового распределения терапевтического плана, совместно с КТ-снимками и структурами пациента.

Анализ точности воспроизведения терапевтических планов осуществлялся на сравнении DVH покрытия мишени и критического органа, в данном случае прямая кишка. В идеальной ситуации дозовые показатели, например максимальная, минимальная и средняя дозы, между референсным значением и сравниваемым значением идентичны. Расхождение показателей в большую или меньшую сторону свидетельствует о существующем рассогласовании взаимосвязи ускорителя и планирующей системы (TPS). Пример обнаруженных расхождений одного из плана представлен на рисунке 1. В данном случае очевидно превышение измеренной над спланированной дозой. В качестве опорных статистических величин DVH учитывались $V_{95\%}$ (мишень)>95%, $V_{110\%}$ (мишень) <2%, и D_{max} (прямая кишка)<38,06 Гр.

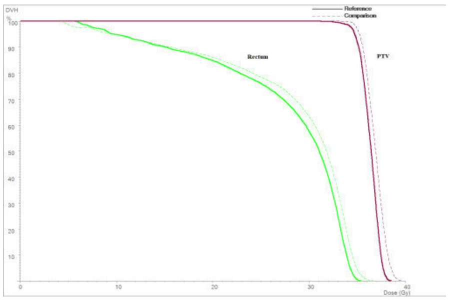


Рис 1. DVH представление анализа референсного (сплошная линия) и измеренного (пунктирная линия) дозовых распределений для мишени (PTV) и критического органа (Rectum/прямая кишка)

Результаты. В таблице 2 представлены средние значения параметров DVH для двух вариантов планов. Статистические данные $V_{95\%}$, $V_{110\%}$ и D_{max} , рассчитанные на станции планирования по обоим вариантам геометрических настроек пучков, полностью удовлетворяют предписанным требованиям, причем среднее дозовое покрытие мишени первого варианта лучше второго. Результаты 3DVH демонстрируют увеличение дозового покрытия мишени и максимальной дозы на прямую кишку по сравнению с данными TPS. Среднее значение D_{max} варианта 1 по 3DVH находится очень близко к критической 38,06 Гр. По факту же, превышение данного предела зафиксировано в 6 случаях из 12. При втором варианте превышения обнаружено не было и дозовая нагрузка на прямую кишку находится на приемлемом уровне.

Таблица 2

Средние значения статистических параметров дозового покрытия двух вариантов терапевтического плана

Параметр статистики		TPS	3DVH
$V_{95\%}$ (PTV), %	Вариант 1	99,97	100,00
	Вариант 2	97,73	99,67
$V_{110\%}$ (PTV), %	Вариант 1	0,00	0,58
	Вариант 2	0,00	0,27
D_{max} (прямая кишка) , Гр	Вариант 1	36,70	38,05
	Вариант 2	36,03	36,94

Заключение. Применение трёхмерной системы верификации планов позволило оценить влияние изменение геометрии пучков в системе планирования на качество воспроизведение планов на линейном ускорителе. Было обнаружено, что при первом варианте лечения, среднее значение максимальной дозы на прямую кишку находится на границе толерантного уровня, а в некоторых случаях даже превышает. Данный вариант лечения менее предпочтителен, относительно первого. В дальнейшем планируется произвести оптимизацию геометрических параметров относительно каждой локализации.

СОЗДАНИЕ МЕТОДОМ ДИФФУЗИОННОГО СПЕКАНИЯ ПОРИСТЫХ БИОСОВМЕСТИМЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА С РАЗВИТОЙ ТЕРРАСОВИДНОЙ МОРФОЛОГИЕЙ ПОВЕРХНОСТИ СТЕНОК ПОР

А.С. Гарин, С.Г. Аникеев, Н.В. Артюхова
Научный руководитель: с.н.с., к.ф.-м.н. С.Г. Аникеев
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: stik-020@mail.ru

CREATING BY THE DIFFUSION SINTERING OF POROUS BIOCOMPATIBLE TINI-BASED ALLOYS WITH THE DEVELOPED TERRAS-LIKE MORPHOLOGY OF THE SURFACE OF PORES

A.S. Garin, S.G. Anikeev, N.V. Artyukhova
Scientific Supervisor: Senior Researcher, Candidate of Physical and Mathematical Sciences S.G. Anikeev
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str. 36, 634050
E-mail: stik-020@mail.ru

Abstract. *As a result of the research, it was established that porous TiNi-based materials, obtained by the method of diffusional liquid-phase sintering by single sintering at* T_1 *= 1260 ° C and by double sintering at* T_2 *= 1250 ° C (*T_1 *= 1200 ° C) have the necessary macrostructural parameters to create implantable structures with rough terraced morphology of the surface of the pore walls.*

Введение. Сплавы, созданные на основе интерметаллида никелида титана (TiNi), получили широкое применение в медицине благодаря комплексу уникальных свойств: эффекту памяти формы, сверхэластичности, высокому уровню биосовместимости и коррозионной стойкости [1]. Особенно успешно в медицине применяются пористые конструкции на основе TiNi благодаря соответствию гистерезисного поведения материала биологическим тканям организма человека и развитой трехмерной пористо-проницаемой структуре, близкой к анатомическому строению тканей. Совокупность этих свойств обеспечивает благоприятные условия для внедрения имплантируемого устройства в организм человека. Методы порошковой металлургии позволили разработать пористые конструкции из никелида титана для использования в стоматологии, челюстно-лицевой хирургии, травматологии [1].

Ускорить процессы интеграции материала с клетками можно путем улучшения структуры поверхности стенок пор. Развитая шероховатая поверхность стенок пор имеет более высокие адгезионные свойства для биологических клеток, чем гладкая с низкой величиной шероховатости [2]. Модификация поверхности возможна при использовании метода диффузионного спекания порошка никелида титана, изготовленного методом гидридно-кальциевого восстановления. В работе представлен способ получения пористого сплава на основе TiNi с развитым террасовидным рельефом на поверхности стенок пор. Целью исследования является изучение условий и режимов создания пористых материалов на основе TiNi с террасовидной морфологией поверхности стенок пор в процессе жидкофазного диффузионного спекания гидридно-кальциевого порошка TiNi.

Экспериментальная часть. В работе изучены структурные параметры (макроструктура и морфология пористого пространства, фазово-химический состав) пористого сплава никелида титана, полученный методом однократного жидкофазного диффузионного спекания порошка TiNi марки ПВ–Н55Т45. Методом однократного спекания в кварцевых трубках получены образцы при температуре T_1=1260 ^{O}C и времени спекания t=15 мин, а также методом двукратного спекания при T_1=1200 ^{O}C и T_2=1250 ^{O}C, $t_{1,2}$=40 мин.

Микроструктуру поверхности стенок пор и металлической матрицы полученных образцов исследовали методами оптической и растровой электронной микроскопии (РЭМ) на системе с электронным и сфокусированным ионным пучками Quanta 200 3D при ускоряющих напряжениях от 20–30 кВ. Концентрационный состав фаз определяли с помощью энергодисперсионного спектрометра (ЭДС) EDAX ECON IV. В материалах с террасовидным рельефом поверхности стенок пор подготовлены cross-section образцы при помощи системы фокусируемого ионного пучка (ФИП) Hitachi FB-2100 для исследований методом просвечивающей электронной микроскопии на устройстве Hitachi HT-7700, оснащенном сканирующей приставкой и энергодисперсионным спектрометром Bruker X-Flash 6T/60

Результаты. Результаты исследований структурных характеристик исходного гидридно-кальциевого порошка TiNi представлены в работе [2], влияние температурно-временного режима спекания на макро- и микроструктурные характеристики подробно описаны в работе [3]. Установлено, что при спекании гидридно-кальциевого порошка TiNi марки ПВ–Н55Т45 во всех местах образования расплава TiNi+Ti_2Ni формируется развитый террасовидный рельеф на поверхности стенок пор (рис. 1). Террасы находятся на участках свободных от частиц вторичных фаз и распространяются по искривленной поверхности стенок пор в пределах одного зерна, сохраняя периодическую структуру. При переходе из одного зерна к другому направление террас может меняться или оставаться прежним в зависимости от ориентации зерна. Высота ступеней составляет величину до 0,25 мкм при ширине ступеней 0,4–0,5 мкм. В некоторых местах удается определить островок гексагональной формы размером от 1 до 2 мкм.

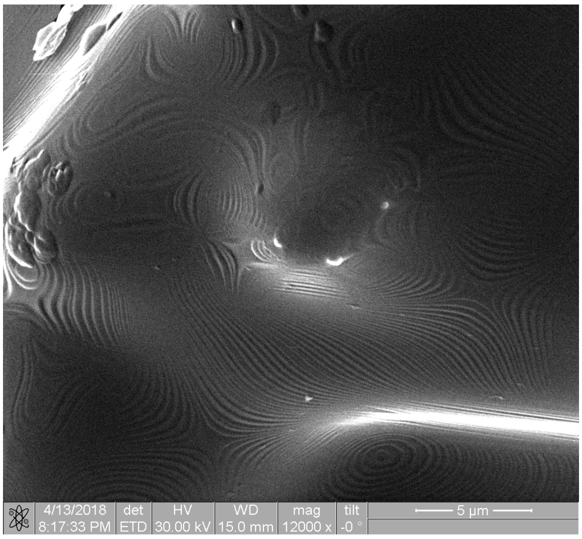


Рис. 1. Террасовидная морфология поверхности стенок пор в пористых сплавах TiNi

Величина центрального островка, как было установлено методом просвечивающей микроскопии при исследовании cross-section образцов, определяется расстоянием между пересекающимися кристаллами мартенсита B19′ пакетно-пирамидальной морфологии, в тех местах, где они имеют выход на поверхность стенки поры. Согласно модели «террас–ступеней–изломов» (ТСИ), образование рельефа идет посредством присоединения адатомов к поверхностям излома, которые находятся на поверхности кристаллических тел. Появление данного рельефа диктуется процессами поверхностной диффузии адатомов, объемной диффузии атомов и их взаимодействием с дефектами подложки при кристаллизации расплава $TiNi+Ti_2Ni$. Необходимо сделать замечание о том, что в процессе изотермической выдержки мартенситные кристаллы не могут присутствовать в материале согласно данным диаграммы мартенситных превращений соединения Ti–Ni, но исследования выполненные методами ПЭМ указывают на корреляцию расположения ступеней террас и кристаллов B19′. Кроме того, было установлено наличие мелкодисперсных когерентных фаз Ti_3Ni_4, которые вызывая внутренние напряжения в аустенитной фазе B2, способны приводить к образованию кристаллов мартенсита напряжения B19′, согласно уравнению Клапейрона-Клаузиуса.

Основными условиями для формирования террасовидных структур на поверхности стенок пор спеченных пористо-проницаемых материалах на основе никелида титана является:

– наличие мартенситной фазы B19′ в исходном порошке TiNi;

– активация процессов объемной и поверхностной диффузии за счет образования расплава $TiNi+Ti_2Ni$, смачивания и растворения им поверхности порошинок, при этом объем расплава должен быть умеренным во избежание высокой степени усадки и перекристаллизации тела частиц порошка, так как с повышением температур спекания установлено уменьшение доли мартенситной фазы B19′ в пористых материалах, полученных методом спекания;

– неоднородность концентрационного состава используемого для спекания порошка никелида титана и эффект деформации ползучести вносят вклад в процессы массопереноса при поверхностной и объемной диффузии. Рост ступеней подчиняется механизму послойно-слоевого роста ступеней террас;

Заключение. В результате проведенных исследований установлено, что пористые материалы на основе никелида титана, полученные методом диффузионного жидкофазного спекания путем однократного спекания при T_1 = 1260 °C и двукратного спекания при температурах T_2=1250 °C (T_1=1200 °C), имеют необходимые макроструктурные параметры для создания имплантируемых конструкций с шероховатой террасовидной морфологией поверхности стенок пор.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №17-79-10123).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Медицинские материалы с памятью формы. Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы. Т.1. / Под ред. В.Э.Гюнтера. – Томск: Издательство, «НПП «МИЦ», 2011. – 534 с.
2. Аникеев С.Г., Гарин А.С., Артюхова Н.В. и др. Структурные особенности биосовместимых пористых материалов на основе никелида титана с террасовидной морфологией поверхности стенок пор // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2018. – Т. 61., № 4. – С. 131-137.
3. Anikeev S.G., Artyukhova N.V., Khodorenko V.N. et. al. Production of Biocompatible TiNi-based Porous Materials with Terraced Surface of Pore Walls // Shape Memory Alloys. Materials Research Proceedings. – 2018. – Т. 9. – pp. 9-13.

МОДЕЛИРОВАНИЕ НЕКОГЕРЕНТНОГО ФОТОРОЖДЕНИЯ ПИОНОВ В ЭКСПЕРИМЕНТЕ «ДЕЙТРОН»

В.В. Гаузштейн, Б.И. Василишин, А.Ю. Логинов
Научный руководитель: проф., д.ф-м.н. Ю.Ю. Крючков
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: gauzshtein@tpu.ru

SIMULATION OF INCOHERENT PION PHOTOPRODUCTION IN THE EXPERIMENT «DEUTERON»

V.V. Gauzshtein, B.I. Vasilishin, A.Yu. Loginov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. Yu.Yu. Kryuchkov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: gauzshtein@tpu.ru

Abstract. *The paper presents the results of simulation of the photoproduction of pi-mesons on deuterons. The simulation was carried out for the "DEUTERON" at the INP SB RAS Budker using GEANT4.*

Введение. Эксперименты с внутренней тензорно-поляризованной дейтериевой мишенью ведутся на установке «ДЕЙТРОН» с 1987 года. Установка расположена на прямолинейном промежутке ускорительно-накопительного комплекса ВЭПП-3 в ИЯФ СО РАН им. Будкера. За это время был выполнен цикл экспериментальных работ по измерению поляризационных наблюдаемых в фотореакциях на дейтронах,в частности фоторасщепление дейтрона, когерентное и некогерентное фоторождение пионов на дейтронах. Однако все эти эксперименты сводились к измерению фотореакций на квазиреальных фотонах, поскольку электрон, вызывающий реакцию, не регистрировался. Это создает определенные трудности при восстановлении кинематики изучаемой реакции и увеличивает систематическую погрешность измерения. Для решения этой проблемы в 2009 году было принято решение о создании системы мечения фотонов, которая позволит восстанавливать энергию виртуального фотона. К настоящему времени система мечения сконструирована и была установлена на ВЭПП-3 для набора экспериментальной статистики. В данной работе представлено описание эксперимента на установке «ДЕЙТРОН» с системой мечения фотонов, а также показаны результаты моделирования возможности изучения некогерентного фоторождения пионов на дейтронах.

Постановка эксперимента. Эксперимент проектировался для регистрации фоторасщепления дейтрона, где нейтрон регистрируется верхним плечом, а протон нижним (рисунок 1). Для эффективной регистрации нейтрона установлен адронный сэндвич-калориметр, состоящий из 10 слоев.. Структура каждого слоя сэндвич-калориметра такова: слой железа, толщиной 16 мм, затем два слоя пластмассовых сцинтилляторов, толщиной по 7 мм. Железо играет роль конвертера для эффективной регистрации нейтронов с энергией выше 100 МэВ. Протоны регистрируются сцинтилляционным детектором, состоящим из 6 сцинтилляторов, установленных рядом друг с другом. Толщина каждого сцинтиллятора составляет 20 см. В каждом детектирующем плече (сверху и снизу) перед основными детекторами установлены по 2 тонких сцинтиллятора, толщиной 1 см каждый. Их основная функция – идентификация типа частицы (отделение заряженной от незаряженной). В нижнем плече сразу после мишени установлены дрейфовые камеры, необходимые для определения углов вылета заряженных частиц.

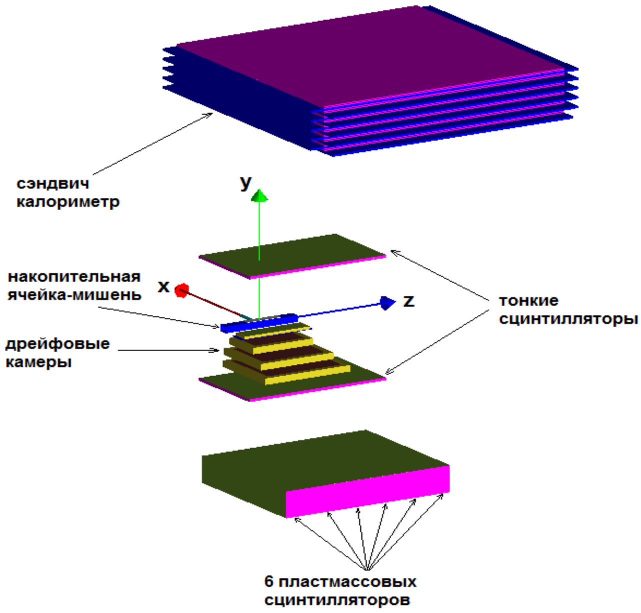


Рис. 1. Упрощенная схема эксперимента

В условиях проведения эксперимента энергия фотона находится в диапазоне (400 – 650) МэВ. Именно для таких энергий фотона и было проведено моделирование реакций фоторасщепления и фоторождения пионов с использованием GEANT4.

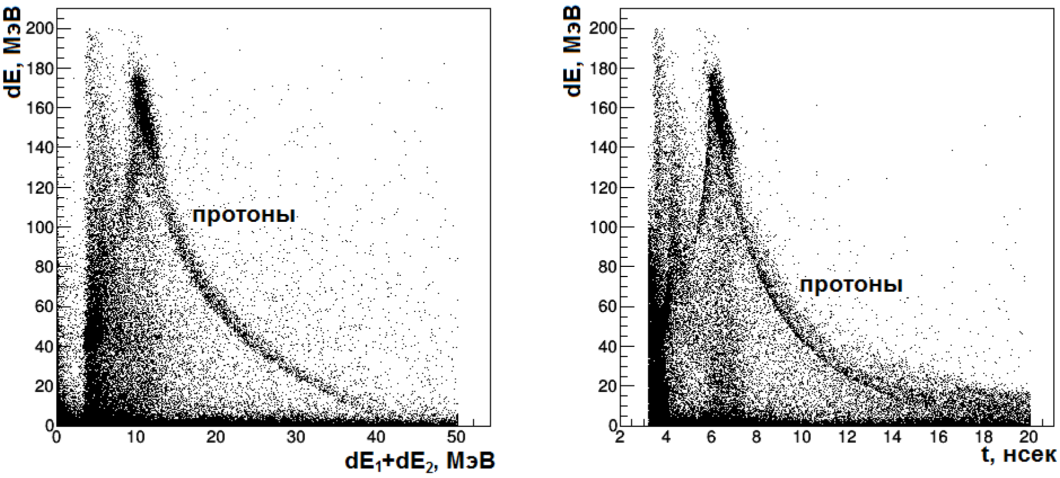


Рис. 2. Слева: зависимость между потерянной энергией в толстом пластмассовом сцинтилляторе и энергией, оставленной в тонких сцинтилляторах. Справа: зависимость между потерянной энергией в толстом сцинтилляторе и временем пролета до него

Результаты моделирования. В качестве генератора событий реакций фоторождения пи-мезонов на дейтроне была использована библиотека, разработанная в JLAB. На рисунке 2 приведены результаты моделирования для сцинтилляционных детекторов нижнего плеча. Слева по оси абсцисс приведена суммарная потерянная энергия в тонких сцинтилляторах, а по оси ординат – энергия в толстом сцинтилляторе. На рисунке справа по оси абсцисс приведено время пролета до толстого сцинтиллятора нижнего плеча. Как видно, для протонов наблюдается характерная зависимость.

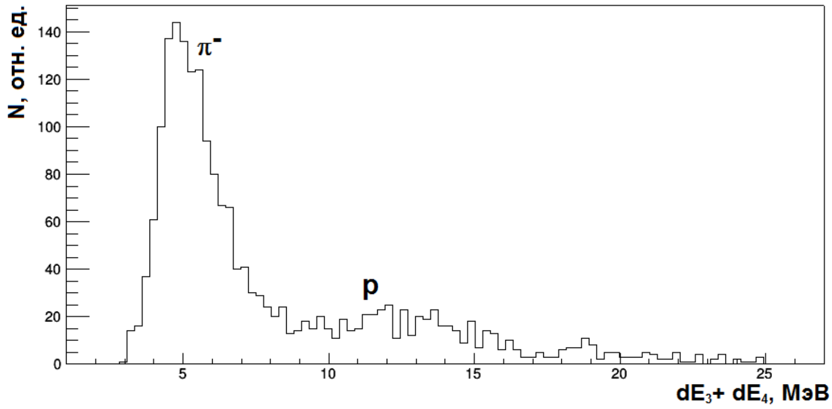


Рис. 3. Распределение по потерянной энергии в тонком сцинтилляторе верхнего плеча

На рисунке 3 приведено распределние по суммарной потерянной энегрии в двух тонких сцинтилляторах верхнего плеча. Как видно из рисунка, имеется пик, соответствующих пи-мезонам, а также пик, соответствующий протонам. Таким образом, выделяя протон в нижнем плече и пи-минус мезон или протон в верхнем плече, можно выделять события реакции $\gamma d \to pp\pi^-$. Для выделения нейтронов в верхнем плече следует выбирать события, где потерянная энергия в тонких счетчиках в верхнем плече не превышает 1 МэВ.

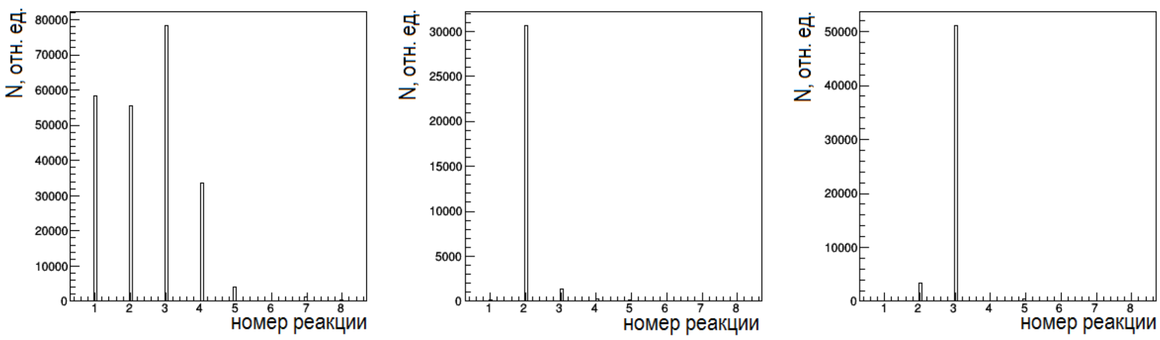


Рис. 4. Относительный выход реакций фоторождения пионов на дейтроне.
1 - $\gamma d \to nn\pi^+$, 2 - $\gamma d \to pn\pi^0$, 3 - $\gamma d \to pp\pi^-$, 4 - $\gamma d \to np\pi^0$, 5 - $\gamma d \to pn\pi^+\pi^-$, 6 - $\gamma d \to pn\pi^0 \pi^0$,
7 - $\gamma d \to nn\pi^+\pi^0$, 8 - $\gamma d \to pp\pi^-\pi^0$

На рисунке 4 приведено распределение по относительному выходу для разных реакций, полученное в результате моделирования. Рисунок слева показывает относительный выход без применения каких-либо критериев идентификации канала реакции. Рисунок в центре демонстрирует выход реакций, если в верхнем плече выделять нейтрон, а в нижнем протон. Для рисунка справа протоны выделены сверху и снизу.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №18-32-00013.

ДИНАМИКА НАГРЕВА ЧАСТИЦ КРЕМНЕЗЕМА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ МИКРОСФЕР ПЛАЗМЕННЫМ МЕТОДОМ

В.В. Шеховцов, Р.Е, Гафаров, В.А. Архипов
Научный руководитель: доцент, д.т.н. О.Г. Волокитин
Томский государственный архитектурно-строительный университет,
Россия, г. Томск, пл. Соляная, 2, 634003
E-mail: GreexRayne@gmail.com

HEATING DYNAMICS OF SILICA PARTICLES IN THE PROCESS OF OBTAINING MICROSPHERES BY PLASMA METHOD

V.V. Shekhovtsov, R.E. Gafarov, V.A. Arkhipov
Scientific Supervisor: Docent, Dr. O.G. Volokitin
Tomsk state university of architecture and building, Russia, Tomsk, Solyanaya str., 2, 634003
E-mail: GreexRayne@gmail.com

Abstract. *The results of mathematical modeling of heating and melting dynamics of porous silica particles in an electroplasma installation in the process of obtaining hollow microspheres are presented in this paper. On the basis of the available analytical and numerical solutions of the particle energy equation, laws of particle parameters evolution in the plasma flux was analyzed by varying their velocity in the range D = (250 ÷ 350) μm and volume porousity in the range P = (0 ÷ 0.6).*

Введение. Настоящая работа направлена на разработку математической модели процесса получения полых частиц кремнезема в плазменном потоке. Среди важнейших областей применения полых частиц можно отметить производство композиционных конструкционных и теплозащитных материалов, покрытий, катализаторов, адсорбентов, звукоизоляторов и радиопрозрачной керамики. Для выбора оптимальных режимных характеристик электроплазменной установки, обеспечивающих получение частиц с заданными контролируемыми параметрами, необходимо проведение экспериментальных исследований и численного моделирования эволюции частиц исходного порошка в плазменном потоке.

Экспериментальная часть. Рассмотрим процессы нагрева, плавления и испарения частиц кремнезема в зависимости от диаметра и пористости частиц. С учетом характерных времен динамической релаксации, выравнивания температуры и нагрева, температуру частицы можно считать одинаковой по ее объему. При этом уравнение теплового баланса выглядит следующим образом:

$$c_{\rm p} m_{\rm p} \frac{dT_{\rm p}}{dt} = \alpha S_{\rm p}(T_{\rm f} - T_{\rm p}), \tag{1}$$

где $c_{\rm p}$ — удельная теплоемкость пористой частицы, $m_{\rm p}$ — масса частицы, T_p — температура частицы, α — коэффициент теплоотдачи, $S_{\rm p}$ — площадь поверхности частицы, $T_{\rm f}$ — пленочная температура.

Для сферических частиц диаметром D уравнение (1) принимает вид:

$$\frac{dT_p}{dt} = \frac{6\lambda_g}{D^2 \rho_p c_p} \mathrm{Nu}(T_f - T_p), \tag{2}$$

где λ_g — коэффициент теплопроводности газа, D — диаметр частицы, ρ_g — плотность газа, Nu — число Нуссельта.

В уравнении (2) коэффициент теплопроводности газа определялся для пленочной температуры, т.е. $\lambda_g = \lambda_g(T_f)$. Уравнение решалось численным методом для периода прогрева частицы до температуры плавления. В дальнейшем предполагалось, что в процессе плавления $T_p = T_{melt} = \mathrm{const}$.

Динамика плавления частицы рассчитывалась с использованием уравнения

$$Q_{melt} m_p \frac{d\varphi}{dt} = \alpha S_p (T_f - T_{melt}), \tag{3}$$

где Q_{melt} — удельная теплота плавления материала частицы, m_p — масса частицы, φ — относительная доля расплавленной массы частицы, T_{melt} — температура плавления материала частицы.

Для сферических частиц уравнение (3) принимает вид

$$\frac{d\varphi}{dt} = \frac{\pi D \lambda_g}{m_p Q_{melt}} \mathrm{Nu}(T_f - T_{melt}).$$

Если после полного плавления частицы в потоке плазмы $T_f > T_{melt}$, то возможно испарение (сублимация) частицы. Динамика испарения частицы рассчитывалась в рамках модели приведенной пленки [1, 2] с использованием уравнения

$$\frac{d\psi}{dt} = \frac{\pi D \lambda_g \mathrm{Nu}}{m_p c_{vap}} \ln(1+\mathrm{B}). \tag{4}$$

где ψ — относительная доля испарившейся массы частицы, c_{vap} — удельная изобарическая теплоемкость паров кремнезема, B — число Сполдинга. В процессе испарения величина ψ изменяется от 0 до 1. При B << 1 уравнение (4) при разложении логарифма в ряд Тейлора (ln (1 + B) ≈ B) сводится к виду

$$\frac{d\psi}{dt} = \frac{\pi D \lambda_g}{m_p Q_{vap}} \mathrm{Nu}(T_f - T_{vap}).$$

Оценку времени полного испарения частицы при постоянной температуре равновесного испарения $T_{vap} = \mathrm{const}$ можно провести по формуле

$$t_{vap} = \frac{m_p Q_{vap}}{\pi D \lambda_g \mathrm{Nu}(T_f - T_p)}.$$

При расчете температуры газа в неизотермической затопленной осесимметричной дозвуковой струи использовалось соотношение [3]

$$\frac{T_g(\bar{x})}{T_{go}} = \begin{cases} 1, & \bar{x} < 4,76, \\ \sqrt{\dfrac{u_g(\bar{x})}{u_{g0}}}, & \bar{x} \geq 4,76, \end{cases} \qquad (5)$$

где $\bar{x}$ — безразмерное расстояние вдоль оси струи от выходного сечения сопла плазмотрона. Соотношение (5) удовлетворительно согласуются с результатами численного расчета струи, приведенными в работе [4].

С помощью математической модели, описывающей процессы нагрева, плавления и испарения частиц, проведены расчеты для частиц кремнезема диаметром D = (250÷350) мкм и объемной пористостью П = (0÷0,6).

Результаты. На рисунке 1 представлены результаты расчетов нагрева частиц кремнезема для различных значений объемной пористости. Видно, что сплошные частицы диаметром (300÷350) мкм не успевают нагреться до температуры плавления, однако частицы того же диаметра, но с пористостью П = 0,4, на расстоянии x = 40 мм нагреются до T_{melt}. Частицы диаметром 250 мкм независимо от пористости достигнут температуры плавления при движении на начальном участке струи.

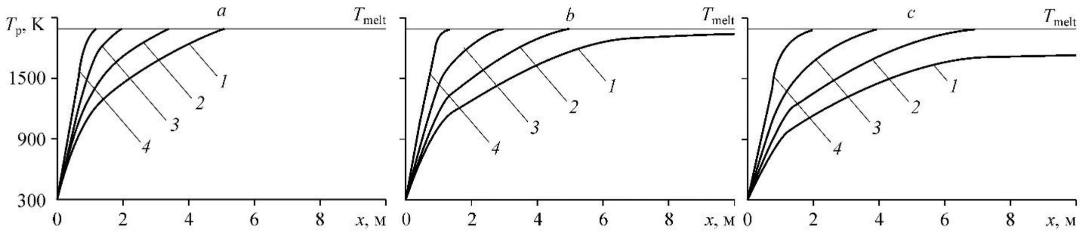


Рис. 1. Динамика нагрева частиц SiO_2 диаметром D = 250 (a), 300 (b), 350 (c) мкм и пористостью П = 0 (1), 0,2 (2), 0,4 (3), 0,6 (4)

Проведенная серия расчетов показала, что пористость частицы существенно влияет на динамику плавления при ее движении в плазменном потоке.

Заключение. Полученные результаты расчетов по нагреву частиц кремнезема были проанализированы совместно с результатами, полученными в работе [4] для частиц SiO_2. Анализ показал удовлетворительное согласование расчетных данных, из которых следует, что пористые частицы нагреваются более интенсивно, чем сплошные частицы того же диаметра.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кнорре Г.Ф., Арефьев К.М., Блох А.Г., Нахапетян Е.А., Палеев И.И., Штейнберг В.Б. Теория топочных процессов. – Л.: Энергия, 1966. – 492 с.
2. Померанцев В.В., Арефьев К.М., Ахмедов Д.Б. и др. Основы практической теории горения. – Л.: Энергоатомиздат, 1986. – 312 с.
3. Абрамович Г.Н. Прикладная газовая динамика. – М.: Наука, 1969. – 824 с.
4. Гуляев И.П., Солоненко О.П. Моделирование поведения полых частиц ZrO2 в плазменной струе с учетом их термического расширения // Теплофизика и аэромеханика. – 2013. – Т. 20, № 6. – С. 789-802.

ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ОГНЕЗАЩИТНЫХ СОСТАВОВ НА ОГНЕСТОЙКОСТЬ НЕКОТОРЫХ СТРОИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ДРЕВЕСИНЫ СОСНЫ

А.А. Герасимова, Д.П. Касымов, А.А. Шевлякова
Национальный исследовательский Томский государственный университет
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: sasha.gerasimova@mail.ru

ESTIMATION OF THE INFLUENCE OF WOOD-FIRE RETARDANTS ON FIRE BEHAVIOR OF SOME TYPES OF WOOD PINE CONSTRUCTION MATERIALS

A.A. Gerasimova, D.P. Kasymov, A.A. Shevlyakova
Tomsk State University, Russia, Tomsk, 36 Lenin Ave., 634050
Email: sasha.gerasimova@mail.ru

Abstract. *The effect of the various fire-retardant was experimentally analyzed to study the fire-hazard characteristics for the wood samples of various geometry (flat pineand wood building material for the imitation of a pine bar (Block House)).The use of the non-contact method allowed us to obtain the distribution of the temperature fields onthe surface of the sample subjected to the combustion source.The fire hazard characteristics of wood after fire retardant treatment showed a significant reduction in thesurface temperature and the resistance to fire for the chosen parameters of the experiment compared to the same untreated samples.*

Введение. Природные пожары наносят значительный материальный и экономический ущерб территориям, на которых они возникают. Как показывает практика, несмотря на усовершенствование методов прогноза пожарной опасности количество очагов возгорания не уменьшается, а наибольшую опасность пожары представляют для деревянных строений населенных пунктов.

В литературе имеется большое количество экспериментальных работ по исследованию пожарной опасности древесины [1-6]. Исследованы особенности пиролиза и термоокислительного разложения древесины, определены теплофизические характеристики, получены значения скоростей обугливания при различных температурных режимах. На основе этих данных в настоящее время можно судить о показателях огнестойкости деревянных конструкций.

Следует учесть тот факт, что до сих пор в литературе имеется достаточно мало сведений по результатам применения бесконтактных методов при огневых испытаниях фрагментов зданий и строительных конструкций [7], а также по применению ИК-термографии при исследовании городских и торфяных пожаров [8-9]. Традиционными же методами измерения температуры при проведении пожарно-технических испытаний строительных конструкций остаются контактные методы.

В данной работе оценивалось влияние различных огнезащитных составов при исследовании влияния фронта пожара на поверхность образцов древесных строительных материалов [9-11]. В качестве метода диагностики использовалась ИК-термография.

Лабораторное оборудование и методика проведения эксперимента. Для оценки влияния геометрии образцов древесины на вероятность воспламенения, а также воздействия огнезащитных составов на ее пожароопасные свойства, использовалась плоская строительная доска и древесный строительный материал для имитации бруса (Блок-хаус), выполненные из сосны. Размеры образцов в эксперименте составляли (Д×Ш×В): 0.25×0.02×0.11 м.

В качестве огнезащитных составов рассматривались: огне-био защитная пропитка для древесины «ФУКАМ, а также огнезащитная пропитка для древесины «Pirilax»-Classic.Расход огнезащитных составов, определенный технической документацией завода-изготовителя, обеспечивал II группу огнезащитной эффективности по ГОСТ Р 53292. После этого образцы выдерживались в течение суток, после чего помещались в сушильный шкаф с установленной температурой 70 ^{o}C до достижения абсолютно сухого состояния.

Для определения полей температуры на поверхности исследуемых образцов древесины в результате воздействия модельного лесного пожара бесконтактным методом использовалась методика, представленная в работах [10-12].

Результаты. Применение бесконтактного метода для оценки пожароопасных свойств рассматриваемых в настоящей работе древесных строительных материалов позволило получить распределение полей температуры на поверхности образцов после воздействия очага горения.

На рисунке 1 в качестве примера приведены термограммы необработанной древесины сосны (слева) и обработанной огнезащитным составом «ФУКАМ» (справа).

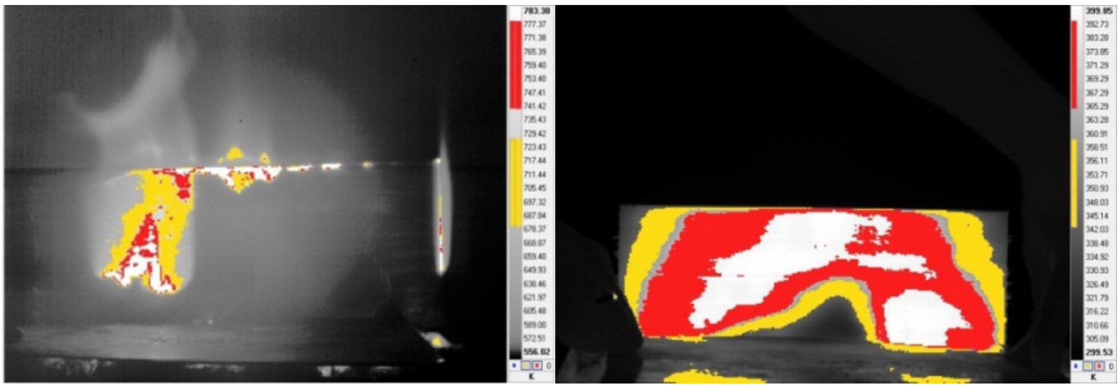


Рис. 1. Термограмма образца блок-хауса

Максимальная температура, которая достигалась на поверхности исследуемых образцов без покрытия, составляла: для лиственницы – 471 K, для осины – 800 K; для сосны – 820 K, а с покрытием: для лиственницы – 410 K, для осины – 506 K; для сосны – 456 K.

Сравнительный анализ показывает, в зависимости от сорта древесины эффективность обработки поверхностными огнезащитными пропитками разных производителей поверхностей выбранных строительных материалов существенно снижается температураповерхности образцов древесины. Установлено, что наличие огнезащитной пропитки на поверхности материала увеличивает время зажигания образца, но не исключает возможности появления пламени на поверхности. Это может быть обусловлено образованием на поверхности карбонизированного слоя, кокса, препятствующего быстрому прогреву образца.

Работа выполнена при финансовой поддержке Гранта Президента РФ № МК – 3885.2018.8 и Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 16-38-00190мол_а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Frangi, A., Fontana, M., Hugi, E., Jubstl, R. (2009). Experimental analysis of cross-laminated timber panels in fire.Fire Safety Journal, Vol. 44 No. 8, pp. 1078-1087.
2. Babrauskas, V. (2005). Charring rate of wood as a tool for fire investigations. Fire Safety Journal, Vol. 40 No. 6, pp. 528-554.
3. Grishin, A.M., Filkov, A. I., Loboda, E. L. et al. (2014). A field experiment on grass fire effects on wooden constructions and peat layer ignition. International Journal of Wildland Fire, Vol. 23, No. 3, p. 445-449.
4. Kuznetsov, V. T., Fil'kov, A.I. (2011) Ignition of various wood species by radiant energy. Combustion, Explosion and Shock Waves, Vol. 47 No. 1, pp. 65-69.
5. Асеева Р.М., Серков Б.Б., Сивенков А.Б. Горение и пожарная опасность древесины // Пожаровзрывобезопасность. – 2012. – № 21 (1). – С. 19–32.
6. Mel'nikov, V. S. et al. (2015) Thermography of building elements and building structures during fire tests. Пожарная безопасность, No. 3, pp. 83-90.
7. Vermesi, I. et al. (2017) Pyrolysis and spontaneous ignition of wood under transient irradiation: Experiments and a-priori predictions. Fire Safety Journal, Vol. 91, pp. 218-225.
8. Мельников В.С., Хасанов И.Р., Кириллов С.В., Васильев В.Г., Ванин С.А., Щербаков М.И., Гарсков Р.В. Термографирование при огневых испытаниях фрагментов зданий и строительных конструкций // Пожарная безопасность. – 2015. – № 3. – С. 83–90.
9. Prat-Guitart, Nuria.et al. (2015) Infrared image analysis as a tool for studying the horizontal smoldering propagation of laboratory peat fires. Coal and peat fires: A global perspective. Publisher Elsevier, pp. 121-139.ISBN 978-0-444-52858-2.
10. Zima, V.P., Kasymov, D.P. (2016) Investigation of the Effect of the Combustion Site on Wood Specimens with the Use of IR Diagnostics. Journal of Engineering Physics and Thermophysics, Vol. 89, No. 2,pp. 452-456.
11. Касымов Д.П., Агафонцев М.В., Перминов В.В. Оценка влияния огнезащитных составов на пожароопасные свойства некоторых типов строительных материалов из древесины/ Актуальные проблемы прикладной математики, информатики и механики:сборник трудов Международной научно-технической конференции. Воронежский государственный университет. – 2017. – С. 1316-1320.
12. Kasymov D., Agafontsev M. (2017) Studying the effect of fire retardant coating on the fire hazard characteristics of wood using infrared thermography // XIV All-Russian School-Conference of Young Scientists with International Participation "Actual Problems of Thermal Physics and Physical Hydrodynamics" EPJ Web Conf. V. 159. pp. 1 – 5. doi:10.1051/epjconf/201715900018.

ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА Ti-40 мас. % Nb ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

И.А. Глухов, А.М. Майрамбекова, М.А. Химич
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Ю.П. Шаркеев
Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук,
Россия, г. Томск. пр. Академический 2/4, 634055
E-mail: gia@ispms.ru

EVOLUTION of STRUCTURE and MECHANICAL PROPERTIES of Ti-40 wt. % Nb ALLOY after SEVERE PLASTIC DEFORMATION

I.A. Glukhov, A.M. Mairambekova, M.A. Khimich
Scientific Supervisor: Prof., Dr. Yu.P. Sharkeev
Institute of strength physics and materials science of Siberian Branch Russian Academy of Sciences,
Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii., 2/4, 634055
E-mail: gia@ispms.ru

Abstract. *Mechanical properties and sizes of structural elements of specimens produced via different methods of severe plastic deformation were studied and compared in present work. Optimal method of severe plastic deformation was chosen. Microstructure and phase analysis of specimens produced with selected method were studied. Presence of multiphase structure in the alloy after severe plastic deformation was shown.*

Введение. Сплавы системы Ti-Nb обладают такими уникальными свойствами, как биоинертность, эффект памяти формы, высокотемпературная сверхпроводимость, коррозионная стойкость, жаропрочность и др. Такой набор свойств позволяет использовать эти сплавы в различных сферах, в том числе, в медицине [1, 2]. При содержании ниобия 40-45 мас. %, эти сплавы обладают пониженным модулем упругости, что позволяет использовать их при изготовлении имплантатов [1,2]. Однако такие физико-механические характеристики сплавов Ti-(40-45) мас. % Nb как микротвердость, пределы текучести и прочности значительно меньше, чем в случае других сплавов, широко используемых при производстве имплантатов. Улучшить прочностные характеристики сплавов позволяют методы интенсивной пластической деформации (ИПД). Выбор режима ИПД, позволяющего улучшить механические свойства, не повышая существенно модуль упругости, является важной задачей.

Экспериментальная часть. Образцы сплава Ti-(40-45) мас. % Nb получали двухэтапным методом ИПД по трем режимам. Первым этапом ИПД являлось abc-прессование, вторым – многоходовая прокатка. На 1 и 2 режимах ИПД прессование было девяти кратным: свободным на 1 режиме и в «⊔-образной» пресс-форме на двух первых проходах – на 2м. В случае 3 режима прессование осуществлялось в три прохода в пресс-форму. Условия прокатки во всех случаях не изменялись.

Накопленную истинную (логарифмическую) деформацию рассчитывали по формуле:

$$\varepsilon_{ист}=\ln(S_0/S_k),$$

где S_0 – начальная высота образца перед прессованием; S_k –высота образца после прессования. Исследование микроструктуры проводили на электронном микроскопе JEOL JEM-2100 (центр коллективного пользования «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН). Средний размер структурных элементов образцов, полученных на указанных режимах ИПД, рассчитывался по электронно-микроскопическим изображениям. Измерение микротвердости по методу Виккерса проводилось на приборе ПМТ – 3М при нагрузке на индентор 100 г. Анализ фазового состава проводился на рентгеновском дифрактометре Philips APD–10 (Китай, Центральный институт цветных металлов) в CuK_{α}-излучении. Измерения модуля упругости проводились трехточечным изгибом на приборе SHIMADZU ES-SX (Германия, университет Дуйсбурга-Эссена).

Результаты. Зависимость среднего размера структурных элементов и микротвердости от степени деформации приведена на рисунке 1. Видно, что прессование приводит к существенному увеличению уровня микротвердости исследуемого сплава. Так, на 1 режиме ИПД среднее значение микротвердости сплава составило 2300±200 МПа, а средний размер элементов структуры – 0,65 мкм. На 2 режиме ИПД величина микротвердости достигла 2500±250 МПа, а средний размер элементов структуры – 0,48 мкм. Использование 3 режима ИПД приводит к более эффективному измельчению среднего размера структурных элементов до 0,39 мкм при одновременном росте микротвердости до 2800±300 МПа.

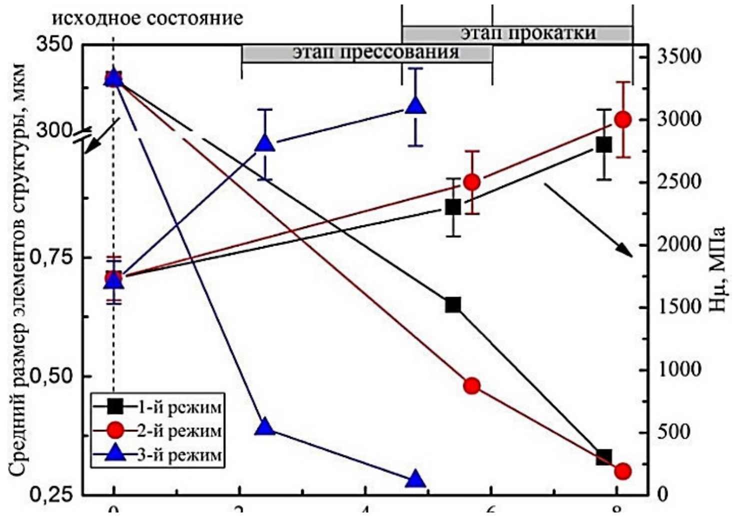


Рис. 1. Изменение среднего размера структурных элементов и микротвердости при разных режимах ИПД

Второй этап ИПД, прокатка, влечет за собой дополнительное измельчение структуры. Средний размер структурных элементов в поперечном сечении образца составил 0,39 мкм для 1 режима, 0,3 мкм – для 2 режима и 0,28 мкм – для 3 режима ИПД. Величина микротвердости при этом растет и после прокатки составляет 2800±250 МПа, 3000±300 МПа и 3100±300 МПа, для каждого режима соответственно. Приведенные результаты показывают, что из трех режимов ИПД, лучшее сочетание величины микротвердости и среднего размера элементов структуры позволяет получить 3 режим.

Более подробные исследования микроструктуры и фазового состава проводились в образцах, сформированных на 3 режиме ИПД. Результаты просвечивающей электронной микроскопии показали многофазность структуры исследуемого сплава; наблюдаются α- (ГПУ), β- (ОЦК) и ω- (ГП) фазы. Рентгенофазовый анализ позволяет идентифицировать только α- и β-фазы в сплаве. Это указывает на то, что содержание ω-фазы в исследуемом сплаве не превышает 5 об. %. Модуль упругости в исходном состоянии составил 50 ГПа, а после ИПД по 3 режиму – 58 ГПа.

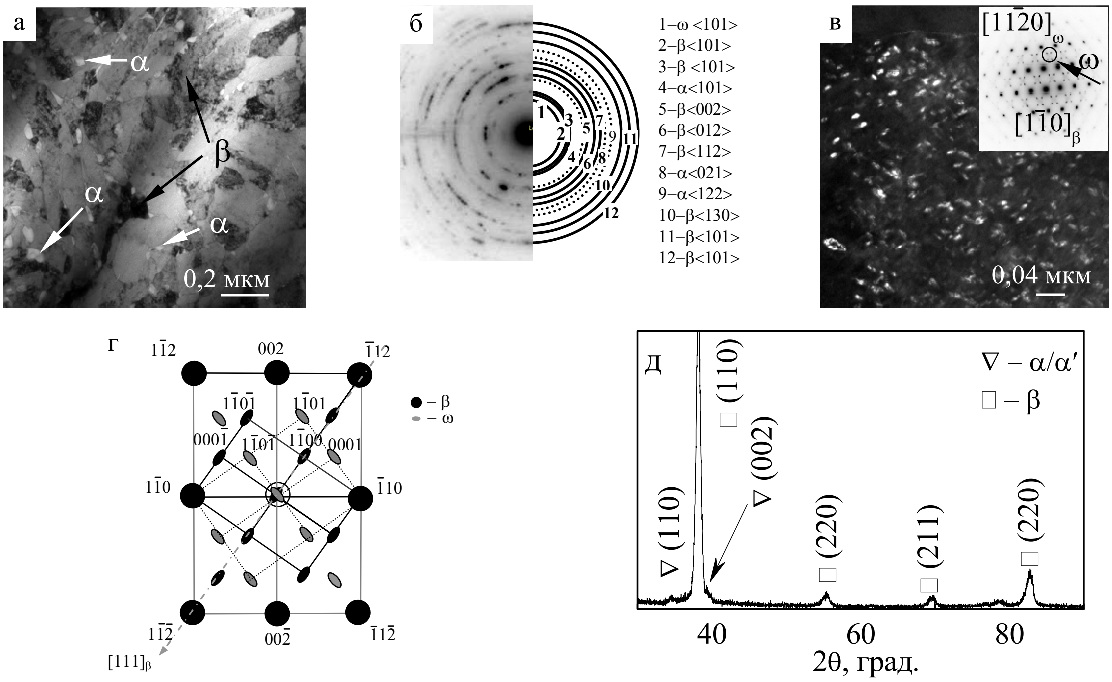


Рис. 2. Светлопольное (а), темнопольное (в) изображения микроструктуры с соответствующими микродифракционными картинами (б, г) и фрагментом рентгеновской дифрактограммы (д) образца после ИПД по 3-му режиму

Заключение. Из рассмотренных в работе режимов выбран метод ИПД, при котором наблюдается наибольшее увеличение микротвердости (3100±300 МПа) при незначительном росте модуля упругости (58 ГПа). Режим представляет собой три прессования в «⊥ - образной» пресс-форме с последующей прокаткой. Указанный режим ИПД приводит к формированию в исследуемом сплаве многофазного состояния, которое и обеспечивает высокий уровень микротвердости.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. K.M. Reyes, N.K. Kuromoto, A.P.R. Alves Claro and C.E.B. Marino. (2017). Electrochemical stability of binary TiNb for biomedical applications. Mater. Res. Express. V. 4, 075402. Doi: 10.1088/2053-1591/aa6ee4.
2. I.V. Okulov, A.S. Volegov, H. Attar, M. Bönisch, S. Ehtemam-Haghighi, M. Calin, J. Eckert. (2017). Composition optimization of low modulus and high-strength TiNb-based alloys for biomedical applications. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. V. 65, pp. 866–871. Doi: 10.1016/j.jmbbm.2016.10.013.

ВЛИЯНИЕ ИНДУКЦИИ МАГНИТНОГО ПОЛЯ В ОБЛАСТИ ПОДЛОЖКИ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КРЕМНИЙ-УГЛЕРОДНЫХ ПЛЁНОК

А.С. Гренадёров
Научный руководитель: зав. лаб., к.т.н. А.А. Соловьёв
Институт сильноточной электроники СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/3, 634055
E-mail: 1711Sasha@mail.ru

EFFECT OF THE INDUCTION OF A MAGNETIC FIELD NEAR THE SUBSTRATE ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF SILICON-CARBON FILMS

A.S. Grenadyorov
Scientific Supervisor: head of laboratory, PhD A.A. Soloviev
Institute of High Current Electronics SB RAS,
Russia, Tomsk, Akademichesky Avenue, 2/3, 634055
E-mail: 1711Sasha@mail.ru

Abstract. *This work is devoted to the deposition and studied of the a-C:H:SiO$_x$ films mechanical properties formed by the PACVD method using impulse bipolar bias voltage. It is shown that an increase in the magnetic field induction in the substrate region from 0 to 13 G leads to an increase in the ion current density on it. More intensive ionic impact leads to a change in the a-C:H:SiO$_x$ films mechanical properties. The maximum mechanical characteristics of the films (hardness, plasticity index and plastic resistance) are observed when the magnitude of the magnetic field is 3-6 G.*

Введение. В последнее время весьма востребованным становится вопрос модификации поверхности с целью изменения ее свойств, в частности нанесение на поверхность различных материалов функциональных слоев и покрытий (толщиной от единиц нанометров до единиц-десятков микрометров), обеспечивающих широкий спектр физико-механических, трибологических, оптических и электрофизических характеристик поверхности. Уникальным набором свойств обладают алмазоподобные углеродные пленки (DLC), которые имеют высокую твердость, низкий коэффициент трения, низкую скорость износа [1, 2] и т.д. Несмотря на указанный ряд преимуществ, такие пленки обладают серьезными недостатками: высокие внутренние напряжения, приводящие к отслаиванию и разрушению пленок и низкая термостабильность, проявляющаяся в деградации механических и трибологических свойств при температуре 250-300 ^{o}C.

Одним из способов устранения этих недостатков является легирование DLC пленок различными элементами, например Si и O. В результате получается структура, состоящая из 2-х взаимопроникающих матриц: a-C:H и SiO. В литературе такие пленки упоминаются как кремний-углеродные, алмазоподобный нанокомпозит, a-C:H:SiO$_x$ и др. Для данных структур характерны низкие внутренние напряжения (менее 1 ГПа) [3], что обеспечивает отличную адгезию ко многим типам подложек и дает возможность формировать пленки толщиной десятки микрометров. При сохранении отличных механических и трибологических характеристик.

Наиболее распространенным методом осаждения кремний-углеродных пленок является плазмохимический с использованием высокочастотного напряжения смещения (RF PACVD), поскольку плёнка не проводящая. Но данный метод имеет ряд существенных недостатков: высокая стоимость ИП, необходимость согласования нагрузки и серьезные трудности при масштабировании технологии.

В наших работах по нанесению и исследованию a-C:H:SiO_x плёнок показана перспективность использования импульсного биполярного смещения [4, 5]. Преимуществом этого вида электропитания, по сравнению с высокочастотным, является отсутствие ограничений по мощности и по размеру обрабатываемых изделий, необходимости в устройстве согласования, большее количество варьируемых параметров импульсов (частота, амплитуда и длительность).

Цель настоящей работы состоит в исследовании влияния индукции магнитного поля на в области подложки на свойства a-C:H:SiO_x плёнок, формируемых в смеси аргона и полифенилметилсилоксана с использованием импульсного биполярного смещения подложки.

Экспериментальная часть. Формирование a-C:H:SiO_x плёнок осуществлялось на вакуумной установке размером 600x600x600 мм методом плазмохимического осаждения в смеси аргона и паров полифенилметилсилоксана с приложением к подложке импульсного биполярного смещения. Более подробно технологическое оборудование и основные узлы вакуумной установки описаны в работе [5]. В качестве подложек выступал монокристаллический кремний (100) толщиной 500 мкм и стекло толщиной 2 мм. Перед загрузкой в вакуумную камеру подложки подвергались ультразвуковой очистке в спирте и ацетоне. Подложки закреплялись на проводящий держатель образцов, расположенный на расстоянии 150 мм относительно нити накала. Перед нанесением a-C:H:SiO_x плёнок осуществлялась очистка подложек ионами аргона в течение 10 минут. В этом случае в камеру напускался аргон до давления 0,3 Па, зажигался несамостоятельный дуговой разряд с напряжением горения 100 В (10±1 А), а на держатель образцов подавалось импульсное биполярное смещение амплитудой отрицательного импульса 1000 В (350 мА), частотой следования импульсов 100 кГц и коэффициентом заполнения 60%. Индукция магнитного поля в области подложки составляла 9 Гс.

Процесс осаждения составлял 60 минут. При этом давление аргона составляло 0,1 Па, расход полифенилметилсилоксана составлял 0,1 мл/мин, а на держатель образцов подавалось импульсное биполярное смещение амплитудой отрицательного импульса 500 В, частотой следования импульсов 100 кГц и коэффициентом заполнения 60%. Индукция магнитного поля в области подложки изменялась от 0 до 11 Гс.

Результаты. Показано, что индукция магнитного поля в области подложки, создаваемая электромагнитной катушкой, также позволяет управлять механическими свойствами a-C:H:SiO_x пленок за счет регулирования уровня ионного воздействия на плёнку. С увеличением индукции магнитного поля в области подложки плотность ионного тока j_i на нее увеличивается с 0,1 до 4,1 мкА/см^2. Измерения j_i проводились плоским зондом с охранным кольцом, плоскость которого была параллельна оси плазмогенератора, чтобы уменьшить запыление зонда непроводящей пленкой.

Из табл. 1 можно увидеть, что существует оптимальная величина индукции магнитного поля, которая находится в диапазоне от 3 до 6 Гс и при которой обеспечивается максимальная твердость пленок (~13 ГПа), индекс пластичности ~0,1 и сопротивление пластической деформации ~130 МПа. Скорее всего, повышение индукции магнитного поля в области подложки вплоть до 3 Гс способствует увеличению количества sp^3 гибридизированных атомов углерода, что сказывается на повышении твердости. Дальнейшее повышение индукции магнитного поля вплоть до 9 Гс приводит к снижению твердости за счет преобладания sp^2 гибридизированных атомов углерода, образованных за счет повышения энергии, приходящейся на отдельный атом углерода в процессе осаждения.

Таблица 1

Механические и упруго-пластические параметры a-C:H:SiO_x плёнок, полученных при различной индукции магнитного поля в области подложки

B, Гс	*H*, ГПа	*E*, ГПа	*H/E*	H^3/E^2, МПа
-	8,73	90,2	0,097	82
3	12,46	125,0	0,099	124
6	12,14	116,8	0,104	131
9	11,69	118,9	0,098	113

где B – индукция магнитного поля в области подложки, H – твердость, E – модуль упругости, H/E – индекс пластичности, H^3/E^2 – сопротивление пластической деформации.

Заключение. В результате проведенных исследований было показано, что увеличение индукции магнитного поля в области подложки от 0 до 13 Гс приводит к повышению плотности ионного тока на нее. Более интенсивное ионное воздействие приводит к изменению механических свойств a-C:H:SiO_x плёнок. При величине индукции магнитного поля – 3÷6 Гс наблюдаются максимальные механические характеристики плёнок, в частности твердость, индекс пластичности и сопротивление пластической деформации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zavaleyev V., Walkowicz J., Kuznetsova T., Zubar T. The dependence of the structure and mechanical properties of thin ta-C coatings using electromagnetic venetian blind plasma filter on their thickness // Thin Solid Films. – 2017. – V. 638. – P. 153-158.
2. Ankit K., Ashish Varade, Niranjan Reddy K. et al / Synthesis of high hardness IR optical coating using diamond-like carbon by PECVD at room temperature // Diamond and Related Materials. – 2017. – V. 78. – P. 39-43.
3. Koshigan K., Mangolini F., McClimon J.B. et al Understanding the Hydrogen and Oxygen Gas Pressure Dependence of the Tribological Properties of Silicon Oxide-Doped Hydrogenated Amorphous Carbon Coatings // Carbon. – 2015. – V. 93. – P. 851-860.
4. Grenadyorov A.S., Solovyev A.A., Oskomov K.V., Sypchenko V.S. Influence of deposition conditions on mechanical properties of a-C:H:SiO_x films prepared by plasma-assisted chemical vapor deposition method // Surface and Coatings Technology. – 2018. – V. 349. – P. 547–555.
5. Grenadyorov A.S., Solovyev A.A., Oskomov K.V., Rabotkin S.V., Elgin Yu.I., Sypchenko V.S., Ivanova N.M. Effect of substrate bias and substrate/plasma generator distance on properties of a-C:H:SiO_x films synthesized by plasma-assisted chemical vapor deposition // Thin Solid Films. – 2019. – V. 669. – P. 253-261.

МИКРОСТРУКТУРА И МИКРОТВЕРДОСТЬ НАНОЛАМИНАТА СИСТЕМЫ Cu-Al, ПОЛУЧЕННОГО ПУТЕМ КОМБИНИРОВАННОЙ ОБРАБОТКИ

К.В. Гриняев, И.В. Смирнов, Д.А. Осипов
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. И.А. Дитенберг
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, Томск, пр. Академический, 2/4, 634021
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: kvgrinyaev@inbox.ru

MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF Cu-Al SYSTEM NANOLAMINATE OBTAINED BY COMBINED TREATMENT

K.V. Grinyaev, I.V. Smirnov, D.A. Osipov
Scientific Supervisor: Assoc. Prof., Dr. I.A. Ditenberg
Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii, 2/4, 634021
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: kvgrinyaev@inbox.ru

Abstract. *The results of study of microstructure features and microhardness of Cu-Al-system nanolaminate, obtained by mechanical activation of powder mixture and consequent consolidation by torsion under pressure, are presented. It is shown that the formation of alternating nanolayers of copper and aluminum provides an increase in microhardness to 4 – 5 GPa.*

Введение. Многослойные металлические композиты представляют большой интерес, как с точки зрения формирования уникальных наноструктурных состояний, так и комплекса приобретаемых физико-механических свойств. На сегодняшний день продемонстрирована возможность получения многослойных наноламинатов на разнообразных металлических системах, исходные компоненты которых могут существенно различаться прочностными характеристиками, взаимной растворимостью, температурами плавления и химическим сродством.

Для получения многослойных нанокомпозитов применяются как способы осаждения так и методы, базирующиеся на реализации больших степеней пластической деформации. Среди последних наиболее часто используются многократная пакетная прокатка в вакууме, механическая активация с последующей консолидацией прокаткой или кручением под давлением

В настоящей работе проведено исследование влияния предварительной механической активации на микроструктуру и микротвердость многослойного композита на основе никеля и алюминия после консолидации методом кручения под давлением.

В настоящей работе проведено исследование микроструктуры и микротвердости наноламината системы Cu-Al, полученного путем механической активации (МА) порошковой смеси с последующей консолидацией методом кручения под давлением.

Экспериментальная часть. Использовались порошки Cu (чистота 99,5 %) и Al (марки ПА-4, чистота не менее 98 %). Смесь порошков 70 масс. % Cu и 30 масс. % Al была подвергнута МА продолжительностью 3 минуты в планетарной шаровой мельнице АГО-2. При обработке использовалась стальная оснастка, атмосфера Ar, центробежное ускорение шаров составляло 400 м/с^2. Консолидация и деформация механоактивированной смеси осуществлялось методом кручения под давлением 7 ГПа при 20 °С. Величина относительного поворота наковален составила 2 оборота. В результате были получены образцы в форме дисков диаметром 8 мм и толщиной 0,2 мм. На расстоянии 3 мм от оси кручения степень деформации составила $\gamma \approx 188$.

Результаты. После механической активации размер порошинок находится в диапазоне от субмикронных до 200 мкм (Рисунок 1). На рисунке 2 приведены светлопольные изображения микроструктуры и соответствующая картина микродифракции механоактивированной смеси после компактирования и деформации методом кручения под давлением в сечении, перпендикулярном плоскости наковален.

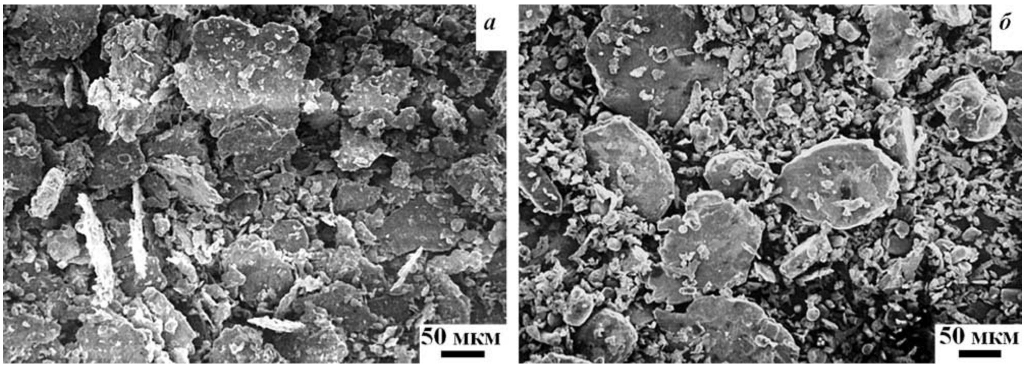


Рис 1. Морфология смеси Cu-Al после 30 секунд (а) и 3 минут (б) МА в шаровой мельнице

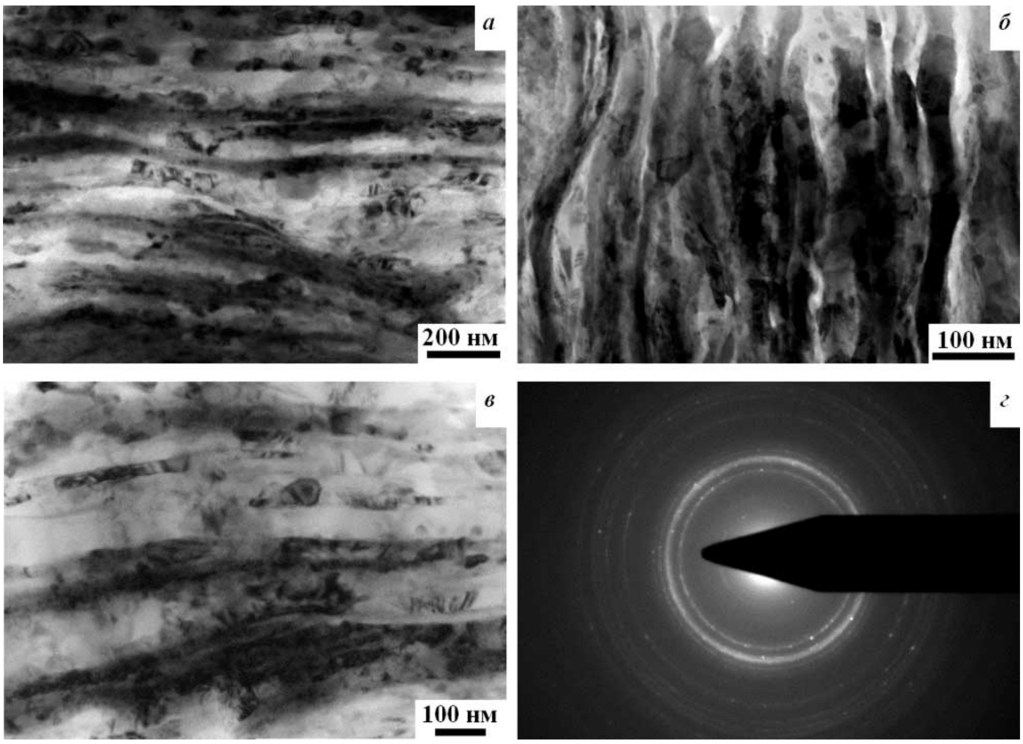


Рис. 2. Светлопольные изображения микроструктуры консолидированного композита Cu-Al в поперечном сечении (а-в) и картина микродифракции (г)

Микроструктура сформировавшегося наноламината представлена чередующимися полосами Cu и Al, а также полосами или частицами интерметаллических соединений (преимущественно Al_2Cu). Ширина полос, разделенных как межфазными, так и межзеренными границами составляет, как правило, от 10 до 100 нм (рис. 3). Согласно проведенным на основе полученных результатов оценкам, удельная площадь межфазных границ в данном материале составляет порядка 3,5 м^2/г, что свидетельствует о высокой реакционной способности композита. Микротвердость механокомпозита на этапе механической активации возрастает до 3 ГПа, а на этапе компактирования – до 4 – 5 ГПа.

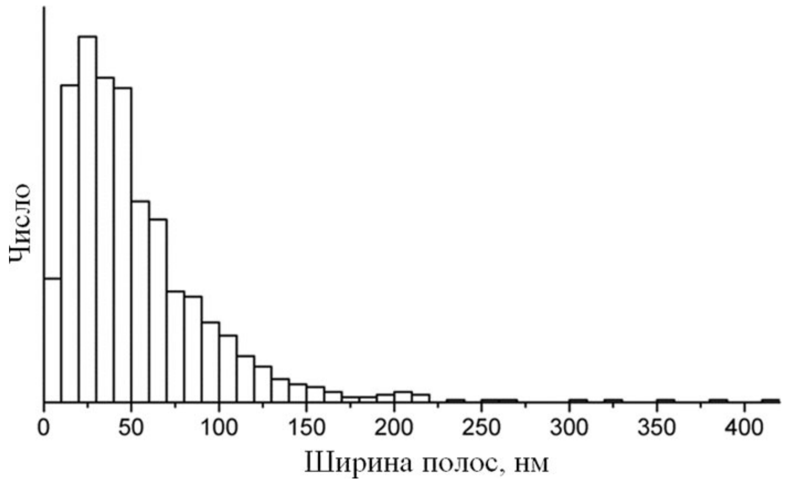


Рис. 3. Ширина полос в композите Cu-Al после консолидации

Важной особенностью структурных состояний, полученных настоящим способом, является фрагментация полос на зерна и субзерна с высокой плотностью дефектов кристаллического строения в их объеме и на межзеренных границах, что обеспечивает как дополнительные возможности повышения механических характеристик композита (деформационное упрочнение), так и изменение теплофизических свойств материала за счет аккумулированной энергии деформации.

К преимуществам такого способа получения наноламината системы Cu-Al следует отнести технологическую простоту обработки, отсутствие требования дополнительного нагрева материала в процессе обработки, малую продолжительность цикла обработки, формирование в материале наноструктурного состояния с шириной полос несколько десятков нанометров, увеличение реакционной способности компонентов композита в связи с увеличением площади межфазных границ, реализацию деформационного и дисперсного упрочнения материала.

Заключение. Представлены результаты исследования особенностей микроструктуры и микротвердости наноламината системы Cu-Al, полученного путем механической активации порошковой смеси с последующей консолидацией методом кручения под давлением. Показано, что формирование чередующихся нанослоёв меди и алюминия обеспечивает повышение микротвердости до 4 – 5 ГПа.

Авторы выражают благодарность д.х.н. Корчагину М.А. и Денисову К.И. за содействие в научной работе и обсуждение полученных результатов.

Исследования проведены на оборудовании ТМЦКП ТГУ. Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

ПЕРВОПРИНЦИПНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМОВ МЕЖАТОМНОГО ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ НА ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА ТИТАН-КЕРАМИКА НА ОСНОВЕ ФОСФАТОВ КАЛЬЦИЯ

И.Ю. Грубова, М.А. Сурменева
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. Р.А. Сурменев
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: rodeo_88@mail.ru

MECHANISMS OF INTERATOMIC INTERACTION AT THE TITANIUM-CERAMIC INTERFACE: FIRST-PRINCIPLES STUDY

I.Yu. Grubova, M.A. Surmeneva
Scientific Supervisor: associate Prof., Dr. R.A. Surmenev
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: rodeo_88@mail.ru

Abstract. *First-principles study to investigate the effect of substitutional Si doping in the amorphous calcium-phosphate (aHA) structure on the work of adhesion, integral charge transfer, charge density difference (CDD) and theoretical tensile strengths between an aHA coating and amorphous titanium dioxide ($aTiO_2$) substrate will be presented. Our calculations demonstrate that substitution of a P atom by a Si atom in each of the six PO_4 groups in aHA with the creation of OH-*vacancies *as charge compensation results in a significant increase of the bonding strength of the coating to the substrate. The work of adhesion of the optimized Si-doped interfaces reaches a value of up to -2.52 $J{\cdot}m^{-2}$, which is significantly higher than for the stoichiometric aHA / $aTiO_2$. CDD analysis indicates that the dominant interactions at the interface have significant covalent character. Thus, our calculations therefore demonstrate that the presence of Si in the aHA structure strongly alters not only the bioactivity and resorption rates, but also the mechanical properties of the aHA/$aTiO_2$ interface.*

Введение. Известно, что керамика на основе гидроксиапатита [$Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$, ГА] занимает лидирующее место среди материалов для получения биосовместимых покрытий на поверхности внутрикостных имплантатов за счёт его близкого химического и кристаллического сходства с естественным минеральным составом костной ткани [1]. В качестве материала-основы для формирований биосовместимых покрытий широко применяются титан (Ti) и сплавы на его основе. Ti имплантаты с ГА покрытием до сих пор остаются одними из самых эффективных для ортопедии и стоматологии и показывают отличную биосовместимость и удовлетворительные механические свойства при кратковременной фиксации имплантата в кости. Однако сформированным на Ti каркасе ГА покрытиям присущи дефекты структуры, такие как большой разброс показателей физических свойств, низкая адгезия покрытия к подложке, низкая прочность на сдвиг, трещины на поверхности границы раздела, которые ограничивают их долговременную стойкость в процессе эксплуатации [2]. Критическим фактором продления срока службы таких металлокерамических медицинских изделий является усиление прочности сцепления между поверхностями ГА покрытия и Ti основы. Обзор литературных данных показал, что анионные и/или катионные замещения в структуре ГА могут повлиять не только на термическую стабильность, поверхностную реактивность, биологические и антибактериальные свойства, но также и на прочность сцепления на границе раздела ГА/Ti. Так как кремний играет важную роль в здоровье соединительной ткани, значительный интерес исследователей в области анионных замещений вызывает изучение ГА, допированного ионами SiO_4. Хотя в настоящее время достигнут существенный прогресс как в экспериментальном, так и в теоретическом изучении физических процессов, объясняющих механизмы замещения, тем не менее, детальное понимание характера влияния замещённой подсистемы на поверхностные и интерфейсные свойства остается актуальной задачей. Таким образом, целью данной работы являлось установление на основе первопринципных методов исследования влияния замещения фосфатных групп анионами кремния в структуре ГА на прочность сцепления на границе раздела аморфного ГА (аГА) и аморфного диоксида титана (аTiO_2).

Метод расчета. Все вычисления проводились в программном пакете VASP-4.6 в рамках функционалов метода обобщённого градиента в параметризации PBE. В качестве базиса был использован метод PAW. Величина энергии обрезания для изучаемых систем интерфейсов была равна 500 эВ. Для всех ионов были использованы следующие конфигурации валентных электронов: $1s^1$ для водорода, $3s^2 3p^3$ для фосфора, $3s^2 3p^6 4s^2$ для кальция, $2s^2 2p^4$ для кислорода, $3s^2 3p^2$ для кремния и $3d^3 4s^1$ для титана. Интегрирование по зоне Бриллюэна проводилось с использованием сетки k-точек 6 × 6 × 1, полученной по схеме Монхорста-Пака. Атомные структуры в работе были визуализированы с помощью программы VESTA-3.

а) б)

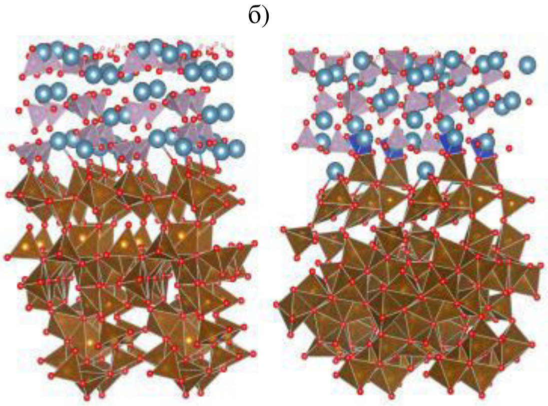


Рис.1. Вид сбоку после релаксации моделей состыковки между аTiO_2 и аГА без замещения (а) и с замещением анионами кремния (б). Красные шарики – O, голубые – Ca, белые – H, фиолетовые – P, оранжевые – Ti

Результаты. На рисунке 1 представлены изучаемые модели интерфейсов после релаксации позиций атомов. Исследование влияния стехиометрии интерфейса на работу адгезии и атомную структуру в межфазной зоне показало, что замещение приводит к существенным изменениям в значениях работы адгезии (таблица 1), а разница в сравнении с данными для чистого аГА, в среднем составляет 30%.

Таблица 1

Рассчитанные значения работы адгезии и интегрального переноса заряда (ИПЗ) для изучаемых моделей

Система	W_{ad}, Дж/м^2	ИПЗ, электрон
аГА/аTiO_2	–2,429	–0,467
аSiГА/аTiO_2	–2,785	–0,346

Увеличение работы адгезии, вероятно, обусловлено образованием новых прочных связей на границе раздела при замещении структуры аГА кремнием (аSiГА). Изображение распределения плотности заряда валентных электронов со значениями величины изоповерхности ±0,005 е/Å^3 способствовали пониманию механизма химических связей на границе раздела aSiГА/aTiO$_2$ и aГА/aTiO$_2$ (рис. 2).

Участки синего и желтого цвета представляют собой накопление и истощение электронов, соответственно. Как видно из рисунка 2, а и б перераспределение заряда валентных электронов в основном происходит на границе раздела двух структур. Видно, что существует истощение заряда вблизи атомов O из пластины aTiO$_2$ и накопление заряда вблизи Ca вдоль направления Ca–O. Это указывает на то, что происходит перенос заряда от O к Ca, что приводит, в свою очередь, к образованию ковалентной связи между данными атомами. Существует тот же характер переноса заряда между атомами O из групп PO$_4$ и Ti вдоль направления Ti–O на границах раздела. Таким образом можно заключить, что атомы Ti действуют как акцепторы электронов (кислота Льюиса) по отношению к атомам O из молекул PO$_4$. Исследование распределения валентных электронов помогло определить образовавшиеся на границе раздела двух структур химические связи и оценить их интенсивность: две ковалентные связи Ti–O (1,90 и 2,22 Å) и три ковалентные связи Ca–O (2,34, 2,44 и 2,46 Å)) для aSiГА/aTiO$_2$, а также 3 связи Ca–O (2,43 ± 0,07 Å) и одна сильная связь Ti–O (1,83 Å) в случае aГА/aTiO$_2$. Связь Ti–O является доминирующей и самой интенсивной. Завершающим анализом было определение ИПЗ методом Бейдера (таблица 1). Расчёт ИПЗ показал, что на aSiГА/aTiO$_2$ интерфейсе aTiO$_2$ принимает электроны от aГА в количестве равном 0,467 е и 0,346 е для чистого и замещённого aГА, соответственно, т.е поверхность aГА становится более положительно заряженной после взаимодействия за счёт донорства электронов диоксиду титана для обеих моделей интерфейсов.

а) б)

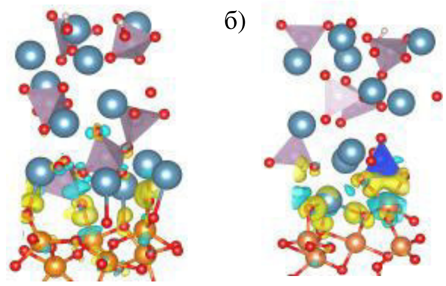


Рис.2. Распределение разности зарядовых плотностей для aГА/aTiO$_2$ (а) и aSiГА/aTiO$_2$ (б). Белые, красные, сиреневые, фиолетовые, синие и оранжевые шарики соответственно представляют следующие атомы H, O, P, Si, Ca, и Ti

Выводы. Изучено влияние замещения в структуре aГА фосфатных групп силикат-ионами на химическую связь и адгезию на межфазной границе раздела aГА/aTiO$_2$. Выявлено, что внедрение биосовместимых силикат-ионов в кристаллическую решетку aГА приводит к росту адгезии на ~ 13% за счёт увеличения количества межфазных связей.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта президента РФ для поддержки молодых ученых кандидатов наук МК-6287.2018.8.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. House, W.A. The physico-chemical conditions for the precipitation of phosphate with calcium // Environmental Technology. – 1999. – Vol. 20, № 7. – pp. 727–733.
2. Early failure of hemispheric hydroxyapatite-coated acetabular cups / S. Y. Kim, D. H. Kim, Y. G. Kim [et al.] // Clinical Orthopaedics and Related Research. – 2006. – Vol. 446. – pp. 233–238.

ФОРМИРОВАНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛЕЙ МЕТОДОМ ПРОВОЛОЧНОЙ АДДИТИВНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ТЕХНОЛОГИИ

Д.А. Гурьянов[1,2], К.Н. Калашников[2], В.Р. Утяганова[2]
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. С.Н. Кульков[1,2]
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634021
E-mail: desa-93@mail.ru

FORMATION OF METALLIC COMPONENTS BY WIRE FEED ELECTRON BEAM ADDITIVE MANUFACTURING METHOD

D.A. Gurianov[1,2], K.N. Kalashnikov[2], V Utyaganova[2]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. S.N. Kulkov
[1]Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science, Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii, 2/4, 634021
E-mail: desa-93@mail.ru

Abstract. *Investigation of the macro- and microstructure of metallic (Ni-based and Ti-based alloys) samples obtained by the method of wire feed electron beam additive manufacturing has been carried out. The results of the research show that grains (for titanium) and dendrites (for nickel) grow epitaxial in the direction of temperature gradient. Furthermore, it was revealed that directional solidification occurs only in bulk of samples due to nondirectional dissipation of heat on the edge of the sample.*

Введение. Аддитивные технологии – это метод получения изделий по их трехмерным моделям, путем послойного формирования структуры материала. Аддитивные технологии классифицируют по типу используемого материала (порошок или проволока) и тепловому источнику (лазер, электронный луч, дуговой источник). Исходным материалом могут служить металлы, полимеры, керамика и композиты. Процесс аддитивного производства характеризуется локальным послойным выращиванием материала за счет чего создается монолитное изделие. Наиболее важными условиями для получения прочного изделия являются гомогенность плавления и кристаллизации материала. Процесс послойного выращивания – это сложная система тепло- и массопереноса, что, как правило, приводит к появлению дефектов, таких как растрескивание в процессе кристаллизации, расслоение и образование пор из-за не полного расплавления и деформации, обусловленных рабочей температурой и различием коэффициентов теплового расширения материала проволоки и подложки [1]. Для всех типов аддитивного производства наиболее важным параметром процесса кристаллизации является геометрия ванны расплава, которая в свою очередь зависит от плотности энергии, скорости процесса выращивания, скорости подачи филамента (в случае проволочной технологии). Подбор оптимальных параметров необходим для получения изделий с механическими свойствами, сопоставимыми или превосходящими свойства изделий, полученными традиционными методами.

В связи с тем, что микроструктура материала оказывает определяющее влияние на механические свойства материалов, её контроль и оптимизация представляют собой актуальную проблему [2]. И целью настоящего исследования было выявление особенностей формирования макро- и микроструктуры материала металлических изделий, полученных методом проволочной аддитивной электронно-лучевой технологии.

Экспериментальная часть. Исходным (наплавочным) материалом служили филаменты в виде проволоки из титанового сплава ВТ6 и прутков жаропрочного никелевого сплава ЖС6У. Формирование изделий, имеющих форму вертикальных стенок, происходило в вакууме с заданными значениями ускоряющего напряжения (25-35 кВ), тока пучка электронов (30-50 мА) и частоты развертки электронного пучка (1000 Гц). Стенка титанового сплава состояла из 20 слоев при высоте 23 мм. Стенка никелевого сплава состояла из 16 слоев и имела высоту 19 мм. Для исследования макро- и микроструктуры материала стенок, изготавливались продольные и поперечные полированные и травленые металлографические шлифы. Шлифы изделий из сплава ЖС6У травили в растворе Марбле, длительность 10 с. Шлифы изделий из сплава ВТ6 травили в растворе Кролла в течении 15 с. Металлографические исследования проводили на лазерном конфокальном сканирующем микроскопе Olympus LEXT OLS 4100. Микроструктуру изучали при помощи растрового электронного микроскопа LEO EVO 50.

Результаты. Макроструктура материала стенки из титанового сплава в продольном сечении, представлена на рисунке 1. Как видно на рисунке, эпитаксиальный рост столбчатых зерен происходит практически по всей длине стенки, концентрация зерен, близких по форме к равноосной, увеличивается по мере приближения к краям образца. Данное явление можно объяснить тем, что у границы каждого из наплавляемых слоев происходит всестороннее рассеяние тепла, в том числе за счет радиационного охлаждения. В нижних же слоях радиационная составляющая охлаждения вносит меньший вклад. В этом случае направление отвода тепла сонаправлено с температурным градиентом к подложке, из-за чего формируются столбчатые зерна. В [3] приводятся зависимости морфологии зерен и микроструктуры от соотношения величины температурного градиента (G) к скорости кристаллизации (R). Так, по мере уменьшения значения G и увеличения значения R морфология микроструктуры меняется в следующем порядке: планарная, ячеистая, ячеистые дендриты, столбчатые дендриты, равноосные (для сплавов на основе титана: столбчатые, смешанные, равноосные зерна). Исходя из этого, можно предположить, что во вновь нанесенных слоях при $G/R<1$, аналогичное соотношение справедливо для краев выращенной стенки. Направленный рост зерен происходит при $G/R>1$. Столбчатые зерна имеют среднюю длину 16,07±4,63 мм и ширину 2,39±0,77 мм. Зерна с морфологией близкой к равноосной имеют средний диаметр 0,86±0,29 мм.

Изображения микроструктуры жаропрочного никелевого сплава ЖС6У представлены на рисунке 2. Анализ всей площади поперечного сечения стенки показывает, что на границе с подложкой находится тонкий слой с зернами равноосной формы, а затем начинается рост дендритов в направлении аддитивного выращивания. Растут дендриты в одном направлении группами по 5-30 штук, разница в направлении роста групп может достигать 90°. Как и в случае с титаном по мере приближения к краю, морфология структуры переходит от направленной к равноосной. Такой же переход можно наблюдать на границе слоев. На СЭМ изображениях сплава ЖС6У можно выделить такие структуры как дендритные области, междендритные области без и с выделением γ/γ' эвтектики. Элементный анализ говорит о пониженном содержании Al и Ti в дендритах и повышенное содержание Co. Тогда как в γ/γ' эвтектике выявляется повышенное содержание Ti, W и Nb.

Рис. 1. Макроструктура материала в продольном сечении титановой стенки, полученной методом проволочной аддитивной электронно-лучевой технологии

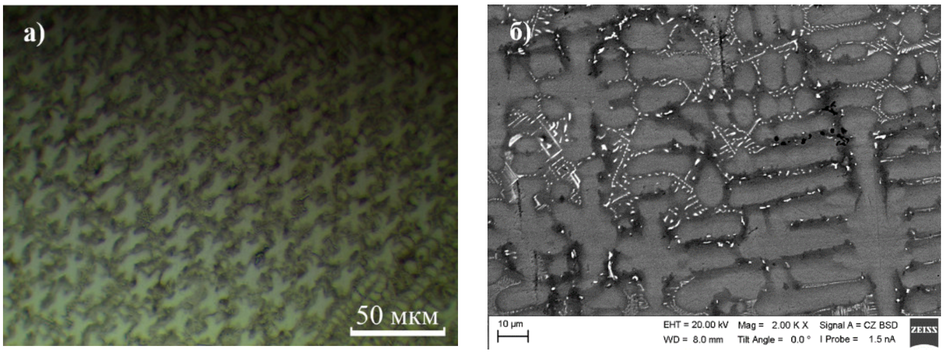


Рис. 2. Микроструктура стенки из сплава ЖС6У, полученной методом проволочной аддитивной электронно-лучевой технологии. Металлографическое изображение поперечного травленого шлифа – а, СЭМ изображение поперечного полированного шлифа - б

Заключение. Были исследованы макро- и микроструктура изделий из сплавов ВТ6 и ЖС6У, полученных методом проволочной аддитивной электронно-лучевой технологией. Результаты исследования показывают, что зерна β-фазы титана и дендриты в никелевом сплаве растут эпитаксиально в направлении температурного градиента через слои. Кроме того, было показано, что направленная кристаллизация происходит только в объеме образцов. Причиной данного эффекта является ненаправленное всестороннее рассеяние тепла на границе образца, в том числе за счет радиационного охлаждения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Vastola G., Zhang G., Pei Q.X., Zhang Y.W. Modeling and control of remelting in high-energy beam additive manufacturing // Additive Manufacturing. – 2015. – V. 7. – P. 57–63.
2. Sahoo S., Chou K. Phase-field simulation of microstructure evolution of Ti–6Al–4V in electron beam additive manufacturing process // Additive Manufacturing. – 2016. – V. 9. – P. 14–24.
3. Karimi P., Sadeghi E., Åkerfeldt P., Ålgårdh J., Andersson J. Influence of successive thermal cycling on microstructure evolution of EBM-manufactured alloy 718 in track-by-track and layer-by-layer design // Materials and Design. – 2018. - V. 160. - P. 427-441.

УГЛОВОЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЕ КОГЕРЕНТНОГО ОПТИЧЕСКОГО ПЕРЕХОДНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В БЛИЖНЕЙ ЗОНЕ

Т.М. Гусвицкий
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н А.П. Потылицын
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: tmg3@tpu.ru

ANGULAR DISTRIBUTION OF COHERENT OPTICAL TRANSITION RADIATION IN THE NEAR FIELD ZONE

T.M. Gusvitskii
Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.P. Potylitsyn
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: tmg3@tpu.ru

Abstract. *The influence of the near field zone condition on the angular distribution pattern of coherent optical transition radiation was studied. The correlation between the form of mentioned distribution and transverse size of the electron beam was defined. The comparison of calculation results for the coherent optical transition radiation for two different formula one of which takes into account the near field zone condition and the other doesn't was carried out. It is shown that the difference between two of them is sufficient only when the certain conditions are met (when the transverse size of the beam approaches to $\gamma\lambda/2\pi$).*

Введение. Диагностика электронных пучков по оптическому переходному излучению (ОПИ) является основным методом измерения поперечного профиля пучка. В современных ускорительных установках удается получить электронные сгустки с фемтосекундной и аттосекундной длительностью и поперечным размером порядка длин волн видимого света. При рассмотрении ОПИ от таких пучков нельзя пренебрегать когерентностью этого излучения. Повышенный интерес к использованию когерентного ОПИ обусловлен ещё и тем, что усиление интенсивности от эффекта когерентности, пропорциональное числу частиц в сгустке, может достигать нескольких порядков, что приводит к тому, что ОПИ становится возможным наблюдать от каждого сгустка в пучке, что в случае с некогерентным ОПИ было невозможным из-за низкой интенсивности. Другая проблема, связанная с ПИ, заключается в том, что не всегда можно считать источник излучения на мишени точечным. Дело в том, что область мишени, участвующая в генерации ПИ, определяется величиной $\gamma\lambda$ [1]. Учитывая то, что раствор конуса ПИ приблизительно равен γ^{-1}, получаем, что источник на поверхности мишени можно считать точечным с расстояний порядка $\lambda\gamma^2$. Но в условиях некоторых экспериментов величина $\lambda\gamma^2$ может достигать таких величин, что расположение детектирующего оборудования становится возможным только в области ближней волновой зоны. Поэтому, в данной работе проводится исследование влияния условий ближней волновой зоны на характер пространственного распределения когерентного ОПИ и определения его зависимости от поперечного размера электронного пучка.

Методы исследования. Моделирование распределения когерентного оптического переходного излучения проводился в программе Wolfram Mathematica. Для наглядности расчеты проводятся только для x-компоненты излучения. Распределение когерентного ПИ рассматривается в плоскости предположительного расположения линза, так как, зачастую, в экспериментах между мишенью и детектором помещают оптическую систему в виде, например, линзы. Геометрия эксперимента изображена на рис 1.

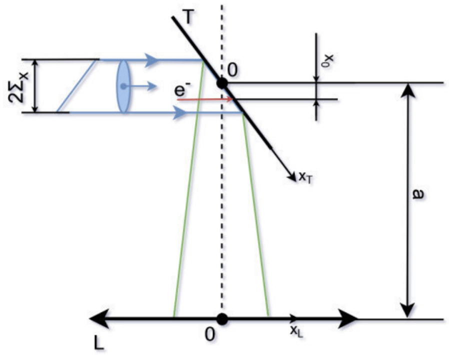


Рис. 1. Геометрия опыта для наблюдения распределения когерентного ПИ на линзе L, расположенной от мишени T на расстоянии a, от пучка электронов размером Σ_x.

Расчет поля ПИ для x-компоненты с учётом влияния ближней волновой зоны проводился по следующей формуле [2]:

$$E_x^L(x_L, y_L, x_0) = const \int dx_T dy_T \, (x_T - x_0) \frac{K_1\left(\sqrt{(x_T-x_0)^2+y_T^2}\right)}{\sqrt{(x_T-x_0)^2+y_T^2}} \cdot exp\left[i\frac{x_T^2+y_T^2}{4\pi R}\right] \cdot \exp[-i(x_T x_L + y_T y_L)]. \quad (1)$$

В формуле (1) используются безразмерные переменные: $x_T = \frac{2\pi}{\gamma\lambda} * X_T$ – размер мишени по X; $y_T = \frac{2\pi}{\gamma\lambda} * Y_T$ – размер мишени по Y; $x_L = \frac{\gamma}{a} * X_L$ – координата X линзы; $y_L = \frac{\gamma}{a} * Y_L$ - координата Y линзы; $R = \frac{a}{\lambda\gamma^2}$ – расстояние до оптической системы; $x_0 = \frac{2\pi}{\gamma\lambda} * X_0$ - смещение электрона от центра мишени по x. Для расчета когерентного переходного излучения нужно произвести свертку этого поля с выражением для распределения электронов в поперечном сечении сгустка. Зачастую это распределение описывается Гауссианом:

$$F(x_0) = \frac{1}{\sigma_x\sqrt{2\pi}} exp\left[-\frac{x_0^2}{2\sigma_x^2}\right],$$

где $\sigma_x = \frac{2\pi}{\gamma\lambda} * \Sigma_x$ - размер пучка по x, выраженный в безразмерных единицах.

Свертка распределения электронов с полем ПИ для получения поля от всего сгустка:

$$Ecoh_x^L(x_L, y_L) = \int_{-3,5\sigma_x}^{3,5\sigma_x} E_x^L(x_L, y_L, x_0) \cdot F(x_0)\, dx_0\,.$$

Интенсивность когерентного ПИ вычисляется следующим образом:

$$Icoh_x^L(x_L, y_L) = |Ecoh_x^L(x_L, y_L)|^2. \quad (2)$$

Выражение для углового распределения интенсивности когерентного переходного излучения в дальней зоне при $y_L = 0$ с использованием форм-фактора пучка записывается следующим образом [3]:

$$Icoh_x(x_L) = const * exp\left[-\frac{4\pi^2}{\gamma^2\lambda^2} * {x_L}^2 * \Sigma_x^2\right] * \frac{{x_L}^2}{(1+{x_L}^2)^2} \quad (3)$$

где Σ_x – характерный размер пучка; $x_L = \theta_x\gamma$.

Результаты. На рисунке 2а приведены результаты расчета по формуле (2), иллюстрирующие зависимость распределения когерентного ОПИ от поперечного размера пучка. На рисунке 2б приведена зависимость расстояния между пиками распределения d от размера пучка Σ_x.

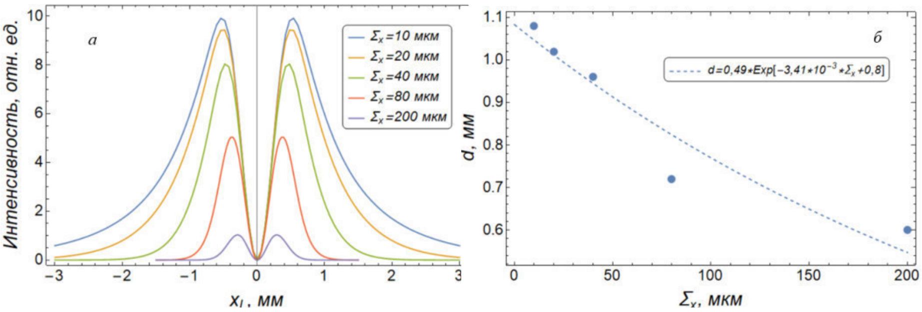


Рис. 2. Распределение интенсивности когерентного ОПИ в плоскости предполагаемой линзы для различных размеров пучка электронов (а) и зависимость ширины между пиками этого распределения d от размера пучка, аппроксимированная экспоненциальной функцией (б). Параметры моделирования: Лоренц-фактор электронов γ = 1000; длина волны ПИ λ = 0,5 мкм; расстояние от мишени до плоскости наблюдения ПИ a = 500 мм

На рисунке 3 приведено сравнение расчётов распределения когерентного ОПИ по формулам (2) и (3).

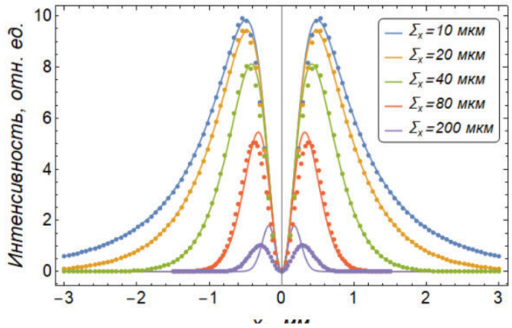


Рис. 3. Сравнение результатов расчёта когерентного ОПИ по формулам (2) и (3). Сплошные кривые отвечают за расчёт ОПИ по формуле (3), точечные графики – за расчёт по формуле (2). Параметры моделирования соответствует параметрам, указанным под рисунком 2

Заключение. Как можно видеть из приведенных выше результатов при увеличении размера пучка электронов распределение когерентного ОПИ сужается, а его интенсивность понижается. К тому же, различие подходов к описанию углового распределения когерентного ОПИ по формулам (2) и (3) становится значительным тогда, когда поперечный размер электронного пучка приближается к значению величины $\gamma\lambda/2\pi$, характеризующей область мишени, участвующую в генерации ПИ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. V.A. Verzilov, Transition radiation in the pre-wave zone // Physics Letters A 273, 1-2, 135-140 (2000).
2. Potylitsyn A., “Image of Optical Diffraction Radiation (Odr) Source and Spatial Resolution of Odr Beam Profile Monitor”, *Advanced Radiation Sources and Applications*, NATO Science Series, Series II: Mathematics, Physics and Chemistry, **199**, ed. Wiedemann H., Springer, 2006, 149–163.
3. А. П. Потылицын, “Пространственная когерентность в переходном излучении коротких электронных сгустков”, *Письма в ЖЭТФ*, 103:11 (2016), 762–766; *JETP Letters*, 103:11 (2016), 669–673.

КИНЕТИЧЕСКИЕ ПАРАМЕТРЫ СВЕЧЕНИЯ LiF-WO$_3$ ЛЮМИНОФОРА ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТИПАХ ВОЗБУЖДЕНИЯ

А.В.Данилов, Л.А.Лисицына
Научный руководитель: доктор физ.-мат. наук Л.А.Лисицына
Томский государственный архитектурно-строительный университет
Россия, Томск, пл. Соляная 2, 634003
E-mail: ad15052003@bk.ru

EMISSION KINETICS PARAMETERS IN LiF-WO$_3$ PHOSPHORUS UNDER DIFFERENT ECXITATION TYPES

A.V.Danilov, L.A.Lisitsyna
Scientific Supervisor: Dr. L.A.Lisitsyna
Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, 2, Solijnaji sq., 634003
E-mail: ad15052003@bk.ru

Abstract. *The results of a comparative analysis of emission kinetics in crystals of LiF-WO$_3$ under different excitation: by photons with energy less than phosphorus width band gap (Eg=13 eV) and by an electron pulse with energy 250 keV>>Eg were presented.*

Введение. Разработка новых сцинтилляционных материалов всегда мотивировалась областью их использования: медицинская диагностика, неразрушающий контроль в промышленности и таможенном досмотре, в качестве сцинтилляционных болометров, детекторов излучения и т.д.

Люминесцирующие материалы, как правило, содержат в качестве центров свечения ионы примеси. Подбирая примесь, тип матрицы и тип возбуждения можно получить излучение в необходимой области спектра и с необходимой длительностью излучения. Эти параметры фосфора определяются как свойствами иона активатора, так и свойствами матрицы, в которую введен активатор. Так для внутрицентрового перехода длительность свечения одного порядка с величиной коэффициента затухания и совпадает с временем жизни центра свечения в возбужденном состоянии. Свойства матрицы ее энергия решетки, структура определяет механизм передачи энергии центру свечения.

Цель настоящих исследований является выяснение влияния матрицы на длительность активаторного свечения в люминофоре LiF-WO$_3$.

Экспериментальная часть. Чистый не активированный кристалл LiF не люминесцирует. Введение триоксида вольфрама в процессе роста приводит к изменению свойств. Материал становится фосфором – преобразователем энергии, сообщенной извне, в энергию видимого диапазона.

В настоящей работе эмиссия люминофора возбуждалась при выполнении двух различных условий: $E_{воз}$<<E_g при возбуждении свечения материала импульсом от Nd-лазера с энергией кванта 4.66 эВ, длительностью импульса 5 нс и $E_{воз.}$>>E_g, где Eg - ширины запрещенной зоны материала (E_g=13 эВ). Второе неравенство выполнялось при возбуждении кристалла импульсом электронов с энергией 250 кэВ длительность импульса 10 нс.

Для определения параметров затухания кинетические кривые затухания на выбранной длине волны и температуре возбуждения были записаны на LeGroy-WP-6030a осциллоскопе во временном интервале 1.10^{-8}–1.10^{-3} с. В общем случае для описания релаксации свечения первого порядка по окончанию возбуждения производится разложение экспериментально полученной кинетики путем перестройки зависимости A(t)=f(t) в зависимость вида lnA(t)=f(t), тогда количество линейных участков на такой зависимости будет характеризовать количество экспонент с соответствующими значениями постоянных затухания.

Результаты исследований. Спектры эмиссии LiF-WO_3 кристаллов не зависят от метода возбуждения и состоят из полосы с максимумом на 2.6 эВ полушириной 0.6 эВ как при возбуждении лазером, так и при возбуждении импульсом электронов. (Рис.1, а).

Эмиссия при оптическом возбуждении кристалла. Оптическое возбуждение осуществляется с энергией 4.6 эВ<<Eg -ширины запрещенной зоны кристалла. В этой спектральной области решетка матрицы прозрачна и не поглощает фотоны. При таком условии возбуждаемое свечение - есть результат поглощение энергии возбуждения самим центром свечения, структура которого представляет собой искаженный октаэдр WO_6, с числом координированных ионов кислорода O^{2-} меньше шести.

Кинетика затухания в полосе излучения при 300 К имеет первый порядок (Рис.1, b) и может быть описана набором трех экспонент постоянными затухания τ_1=0.2 и τ_2=3 мкс и τ_3=30 мкс при 300 К.

При разложении кинетики затухания получены сопоставимые значения A_i всех трех компонентов, следовательно, величина светосуммы S определяется, в основном, долгоживущим компонентом τ_3.

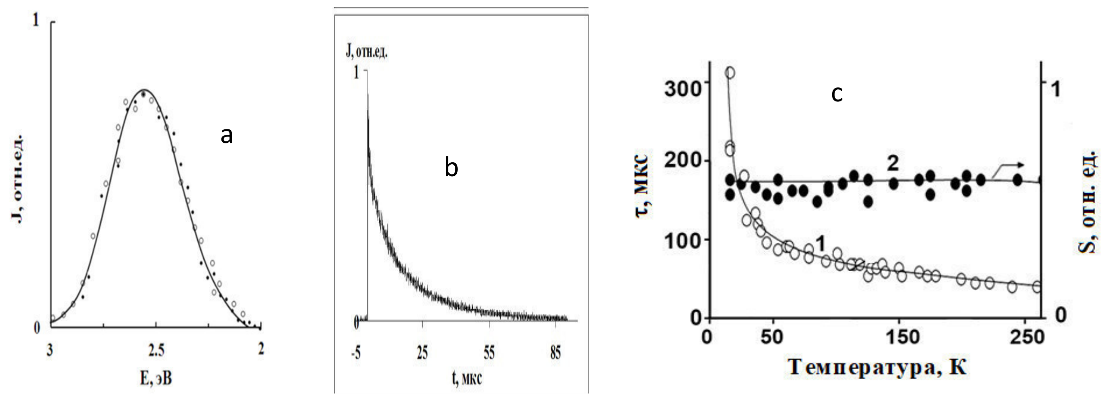


Рис.1 Спектр эмиссии (а), кинетика затухания эмиссии на 300 К (b), температурная зависимость долгоживущего компонента затухания (1,с) и запасенной светосуммы (2,с) при возбуждении кристалла LiF-WO_3 импульсом лазерного излучения с энергией кванта 4.6 эВ

При исследовании температурной зависимости долгоживущего компонента τ_3 и световыхода S в области 15−250 К обнаружена аномальная зависимость параметров эмиссии: уменьшение длительности τ_3 при неизменном значении величина светового выхода. (Рис. 1, с). Для математического описания наблюдаемого эффекта мы воспользовались моделью, предложенной в [1]. В рамках этой модели, нами рассчитана величина расщепления верхнего возбужденного уровня ΔE (Рис. 2, а), равная 3.6 мэВ.

Эмиссия при возбуждении импульсом электронов с энергией 250 кэВ. Энергия больше ширины запрещенной зоны (13 эВ) полностью поглощается решеткой матрицы. Эмиссия, возбуждаемая электронами, есть результат передачи поглощенной матрицей энергии центру свечения.

Установлено, что в области температур T<250 K кинетики в микросекундном временном интервале при возбуждении как импульсом лазерного излучения, так и ипульсом электронов, совпадают.

В области T≥250 K кинетика релаксации свечения представляет собой наложение двух процессов: разгорания свечения (Рис.2. (b)), и последующего его затухания. Постоянная затухания при электронном возбуждении возросла в 3 раза по сравнению с оптическим возбуждением и стала равной 100 мкс при 300 К. (Ср. Рис.1.b и Рис.2 b). Постоянная разгорания τ_4 равна 5 мкс при 300К.

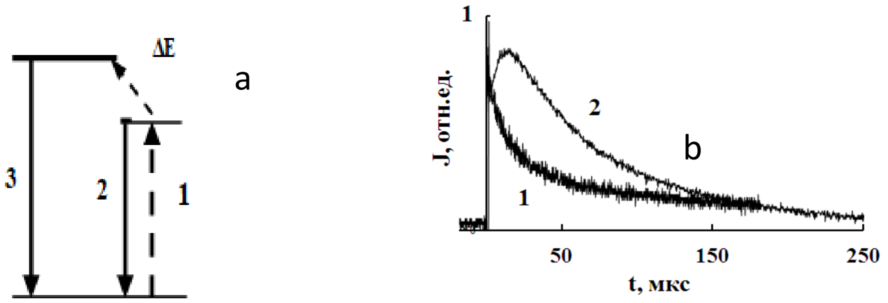


Рис.2 Трехуровневая схема энергетических переходов в центре свечения (a) и кинетики затухания эмиссии при возбуждении кристалла LiF-WO$_3$ импульсом электронов при 250 K (1b) и 300 K (2 b)

Нами установлено, что спектр свечения разгорающегося компонента совпадает со спектром люминесценции люминофора. Следовательно, этап разгорания свечения возникает при реализации дополнительного термоактивированного механизма передачи энергии центру свечения в процессе диффузионного движения радиационных дефектов решетки к центру свечения. В пользу высказанного предположения свидетельствуют данные, приведенные в [2], где установлено, что в кристаллах $ZnWO_4$ с решеткой вольфрамита, содержащих центры свечения такой же структуры, как и кристаллы LiF-WO$_3$, кинетика затухания свечения одинаковая при оптическом и электронном возбуждении материала.

Заключение. Установлено, что длительность свечения люминофора при одинаковой структуре центров свечения зависит от условий возбуждения свечения, которые в свою очередь определяют временные параметры механизма доставки энергии центру свечения, а следовательно и результирующую длительность эмиссии фосфора. Полученная информация необходима при определении области применения данного фосфора.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Van Loo. W. Luminescence decay of lead molybdate and lead tungstate - a descriptive model // J. Lumines. − 1975 − 10. – pp. 221−235.
2. Lisitsyna L. A., Tupitsyna I. A., Trefilova L. N. Spectral and kinetic characteristics of the luminescence center in LiF-WO$_3$ and $ZnWO_4$ crystals. // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 81 (2015) 012024, doi:10.1088/1757-899X/81/1/012024.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНОГО КОЛИЧЕСТВА УГЛОВ СКАНИРОВАНИЯ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ПОТОКА ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА

И.Б. Данилова, А.А. Красных, И.А. Милойчикова
Научный руководитель: к.ф.-м.н. С.Г. Стучебров
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: irisna2809@gmail.com

DETERMINATION OF OPTIMAL SCANNING ANGLES NUMBER TO MEASURE ELECTRON BEAM FLUX DENSITY DISTRIBUTION

I.B. Danilova, A.A. Krasnykh, I.A. Miloichikova
Scientific Supervisor: PhD S.G. Stuchebrov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: irisna2809@gmail.com

Abstract. *This paper presents the possibility of the electron beam cross-sectional flux density reconstruction using the inverse Radon transform. Based on obtained data we determine optimum number of the projections for a reliable reconstruction.*

Введение. При использовании ионизирующего излучения в медицинских целях, а также для плавки сверхчистых металлов и для решения других задач, существует необходимость контроля пространственных характеристик пучка [1, 2]. Наиболее полное представление о таких параметрах электронного пучка можно получить с помощью измерения распределения плотности потока частиц в поперечном сечении. Существует несколько общепринятых подходов к определению данной характеристики. Один из них основан на использовании матричных детекторов, которые позволяют измерять пространственные характеристики пучка мгновенно. Недостатком такого определения распределения плотности потока частиц является низкое разрешение получаемых данных [3]. Другой подход основан на использовании дозиметрических пленок, которые позволяют получать пространственные характеристики пучка с высокой точностью, однако, они ограничены дозовыми характеристиками пучка и являются одноразовыми, что ограничивает возможность их повсеместного применения [4]. В работе [5] был предложен метод математической реконструкции распределения плотности потока электронов в поперечной плоскости при помощи обратного преобразования Радона на основе данных многоуглового сканирования пучка тонким детектирующим элементом. Целью данной работы стало определение минимального количества углов сканирования пучка для оптимизации проведения измерений распределения плотности потока электронов в поперечной плоскости предложенным методом.

Материалы и методы. Качество реконструкции зависит от количества исходных данных. Однако при увеличении количества направлений сканирования, также увеличивается время и сложность обработки данных. Поэтому необходимо определить минимальное количество направлений сканирования пучка, достаточное для измерения распределения плотности потока частиц в поперечном сечении. Для этого проводится математическая реконструкция тестовых изображений при помощи обратного преобразования Радона в программном пакете *MatLab*.

Результаты и обсуждения. На первом этапе работы для проверки результатов математической реконструкции, осуществляемой обратным преобразованием Радона, было сформировано тестовое изображение, состоящее из двух прямоугольников различной яркости. Далее с учетом того, что полный угол смещения должен быть не менее 180°, были получены проекции тестового изображения, из которых при помощи обратного преобразования Радона реконструировались исходные данные. Результаты реконструкций, полученные с разным шагом и под разными углами, представлены на рисунке 1.

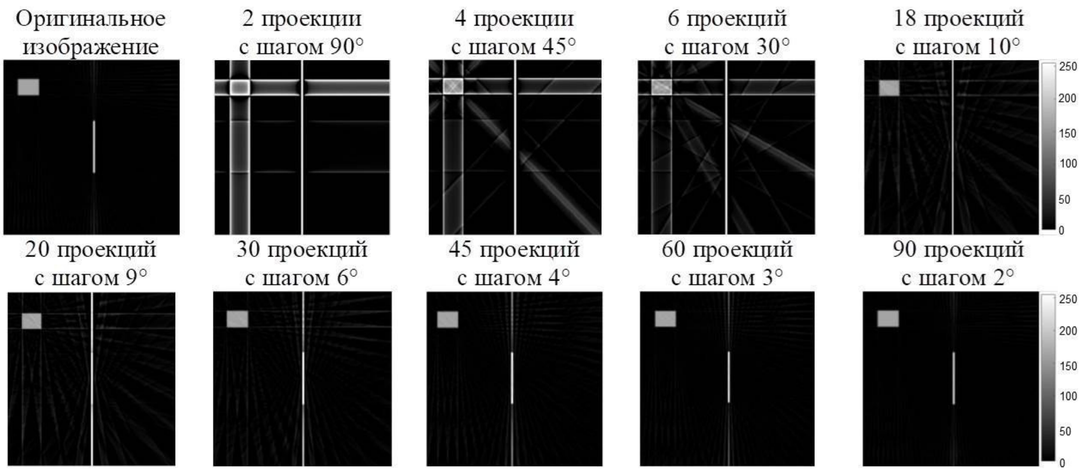


Рис. 1. Реконструкция простого изображения обратным преобразованием Радона

Из полученных распределений видно, что в программном пакете *MatLab* существует возможность получать проекционные изображения, задавая направления и углы сканирования, и на их основе восстанавливать изображение, используя обратное преобразование Радона.

На втором этапе работы для реконструкции было выбрано тестовое распределение, формула которого представлена ниже.

$$f(x, y) = x \cdot e^{-x^2-y^2}.$$

На рисунке 2 представлен график функции двух переменных в трехмерном и в преобразованном для дальнейшей работы двухмерном виде.

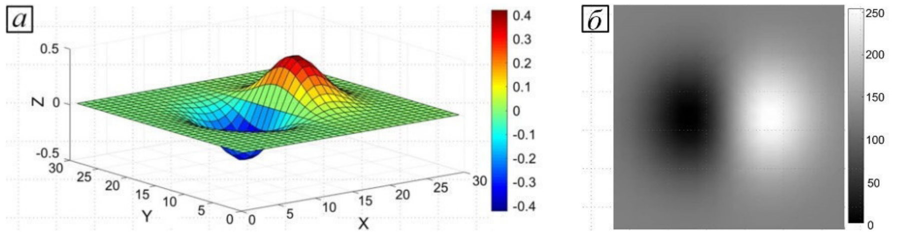


Рис. 2. График функции двух переменных в а) трехмерном и б) двухмерном виде

Из данных, представленных в двухмерном виде (рисунок 2б), были получены проекции на выбранной плоскости, в которых угол смещения направлений проецирования определялся выбранным количеством проекций и с полным углом смещения 180°. Затем из полученных проекций при помощи обратного преобразования Радона реконструировались данные. Результаты реконструкций, полученных из разного количества проекций, представлены на рисунке 3.

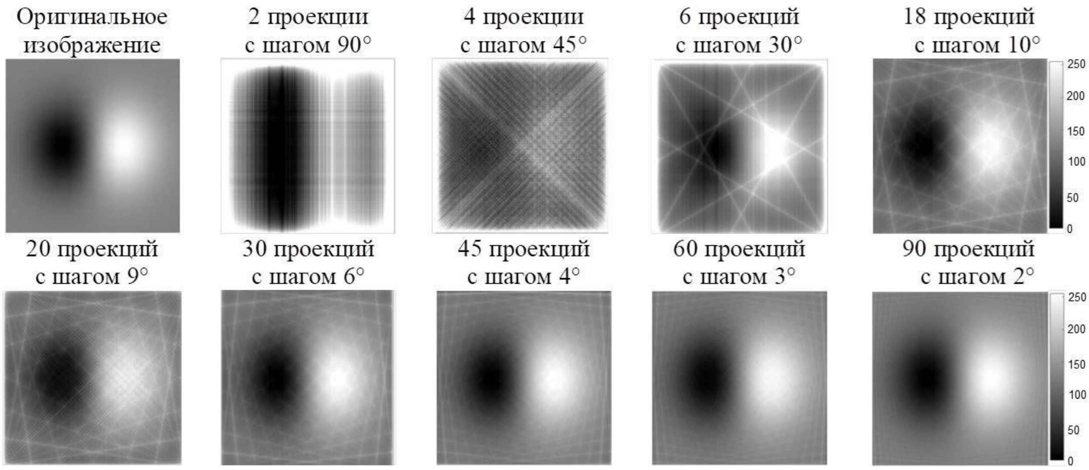


Рис. 3. Результаты реконструкции простого распределения обратным преобразованием Радона

Видно, что при уменьшении количества проекций результат реконструкции резко ухудшается, из чего можно сделать вывод, о том, что минимальное количество проекций для сложных распределений должно быть не меньше 10. На основе полученных данных и в соответствии с необходимой точностью измерений, для дальнейшей работы предлагается разрабатывать устройство сканирования, позволяющее получать данные в 20 направлениях с шагом смещения 9° и полным углом смещения 180°.

Заключение. В данной работе определено оптимальное количество сканирований распределения плотности потока электронов в поперечной плоскости необходимое для качественной математической реконструкции, осуществляемой обратным преобразованием Радона, которое составило 20 сканирований с шагом смещения 9° и полным углом смещения 180°. Расчетные данные показывают возможность создания устройства для многоуглового сканирования пучка электронов без использования расходных материалов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Агафонов А.В. Ускорители в медицине [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://web.ihep.su/library/pubs/aconf96/ps/c96-198.pdf
2. Бочаров А.Н. Контроль геометрических параметров электронного пучка при электронно-лучевой сварке: Автореф. дис. канд. тех. наук. – Красноярск, 2005. – 20 с.
3. StarTrack Detector with OmniPro Advance Software [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.meditron.ch/radiation-therapy/index.php/hikashop-menu-for-categories-listing/product/84-startrack-detector-with-omnipro-advance-software
4. Технология пленочной дозиметрии GAFCHROMIC [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.gafchromic.ru/?yclid=1135545137855466433
5. Stuchebrov S.G., Miloychikova I.A., Batranin A.V., Danilova I.B., Krasnykh A.A., Kudrina V.A. Development of the method for the electron beam spatial distribution determination in the transverse plane // AIP Conference Proceedings. - 2016 - Vol. 1772, Article number 060016. - p. 1-7.

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА СОЧЕТАНИЕ ПРОЧНОСТИ И ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ ЧИСТОГО АЛЮМИНИЯ

Д.Б. Даутбаева, А.Е. Матвеев, И.А. Жуков
Научный руководитель: к.ф.-м.н. А.А. Козулин
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: dtbv2018@gmail.com

THE INFLUENCE OF DEFORMATION TREATMENT ON THE COMBINATION OF STRENGTH AND ELECTRICAL CONDUCTIVITY OF PURE ALUMINUM

D.B. Dautbaeva, A.E. Matveev, I.A. Zhukov
Scientific Supervisor: PhD A.A. Kozulin
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: dtbv2018@gmail.com

Abstract. *The results of investigations of physicomechanical properties of specimens made from pure aluminum (Russian grade A0) before and after deformation treatment are presented. The results of the studies show significant influence of deformation processing of pure aluminum using the severe plastic deformation method on its electrical conductivity and strength properties. It has been established that after fourfold equal-channel angular pressing of aluminum billets microhardness increases from 308 to 542 MPa, yield strength from 40 to 100 MPa, ultimate tensile strength from70 to 149 MPa, and electrical conductivity from 54 to 64 % IACS.*

Введение. Известно, что чистый алюминий, не содержащий растворенных примесных металлов в кристаллической решетке, имеет хорошие показатели электропроводности ~ 65 % IACS. В тоже время в отлитом состоянии алюминиевые сплавы обладают большой пластичностью и низкими показателями прочности. В электротехнических приложениях к сплавам алюминия предъявляются требования высоких значений электропроводности и прочности. Часто, для повышения физико-механических свойств алюминиевые сплавы подвергают легированию и деформационной обработке, после чего в материале повышаются значения твердости, условного предела текучести, временного сопротивления и уменьшается пластичность. Не всегда получается достичь сочетания механических свойств и электропроводности на приемлемом уровне, используя оба метода упрочнения одновременно. Остается открытым вопрос о сохранении требуемых показателей электрофизических свойств алюминиевых сплавов при модификации их структуры различными деформационными методами. В настоящее время получили широкое распространение методы интенсивной пластической деформации (ИПД) для измельчения внутренней структуры металлов и сплавов. Данные методы дают возможность многократно улучшить физико-механические свойства материалов без внесения изменений в их химический состав. В работе предложен подход изменения зеренной структуры чистого алюминия по схеме равноканального углового прессования (РКУП), ставилась целью оценка влияния количества циклов прессования и степени накопленной пластической деформации на изменение электрофизических свойств технически чистого алюминия [1].

Материалы и методы исследования. На первой стадии работы методом литья с одновременным воздействием ультразвукового поля на расплав были получены цилиндрические отливки алюминиевого сплава А0. Далее из центральной части цилиндрических отливок были вырезаны призматические заготовки (размеры 8x8x45 мм^3) для деформационной обработки и последующих исследований. Главная ось заготовок была ориентирована вдоль главной оси цилиндрической отливки. Обработку ИПД по схеме РКУП [2] призматических заготовок проводили в специально подготовленных стальных пресс-формах с примыкающими друг к другу под углом 90 градусов каналами. Многократные прессования заготовок проводили до 2 и 4 проходов по маршруту B_c, заключающемуся в повороте образца вокруг продольной оси на 90 градусов при каждом повторении, при температуре 200 °С и скорости прессования 15 мм/мин с применением высокотемпературной смазки на основе дисульфида молибдена. При проведении обработки заготовок из исследуемых сплавов использовали универсальный сервогидравлический стенд INSTRON 8801, оборудованный термошкафом. Использование данного оборудования дает возможность поддержания требуемой температуры, точной регулировки скорости прессования и нагружающего усилия до 50 кН.

Внутреннюю структуру сплава исследовали с помощью методов оптической микроскопии на металлографическом микроскопе Olympus GX-71 в светлопольном и поляризованном отраженном свете. Для выявления границ зёрен производиться электрохимическое оксидирование поверхности металлографического шлифа в 5 % растворе фторборводородной кислоты (HBF_4) при напряжении 20 В и силе тока 2 А. Размеры зерен определяли методом случайных секущих по электронным фотографиям структуры. Удельное электрическое сопротивление (Ω) сплавов измеряли с точностью измерения свыше 0,0001 Ом*м. Из полученных данных рассчитывалась удельная проводимость ω (СМ/м) и электропроводность International Annealed Copper Standard (IACS). Эксперименты по измерению микротвердости HV (по Виккерсу) проводили при усилии вдавливания 0,5 Н и выдержкой 10 с на твердомере HMV G21ST Shimadzu. Микрообразцы для растяжения в форме плоских двухсторонних лопаток с размером рабочей части 10 мм, толщиной 1 мм, шириной 3 мм и радиусом скругления 2,5 мм были вырезаны из призматических заготовок вдоль оси прессования с использованием метода электроэрозионной резки. Эксперименты на одноосное растяжение проводились на универсальной электромеханической испытательной машине Instron 3369 при скорости деформации 0,001 1/с и температуре испытания 25 ºС.

Результаты. Предполагалось, что выбранная схема деформационной обработки является благоприятной с точки зрения развития равномерной в объеме материала образца равноосной ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры и обеспечения изотропии механических свойств. В результате использования данной схемы прессования максимальная степень накопленной пластической деформации в центральной части заготовок составила ~ 230 % для 2 проходов и ~ 460 % для 4 проходов. Исходная микроструктура литого сплава представлена дендритной структурой со средним размером ячейки 50 мкм. После четырех проходов РКУП дендритная структура изменяется на вновь сформированную ярко выраженную УМЗ структуру со средним размером зерна 3-5 мкм. Зерна вытянуты преимущественно вдоль действия сдвиговых деформаций – под углом к главной оси заготовки.

В таблице 1 представлены результаты исследований физико-механических свойств исследуемого сплава после отливки (0 пр.) и обработки РКУП после двух и четырех проходов (2 пр. и 4 пр.), соответственно.

Таблица 1

Физико-механические свойства исследуемых сплавов

Режим обработки	HV (MPa)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	$\sigma_в$ (MPa)	ε_p	ω, МСм/м	IACS, %
0 пр.	308±9,1	40	70	0,4	26,65	54,1
2 пр.	468±8,7	90	119	0,12	24,3	58,1
4 пр.	542±28,3	100	149	0,10	21,4	63,1

где HV – микротвердость по Виккерсу; $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести; $\sigma_в$ – временное сопротивление; Ω – удельная электрическая проводимость; IACS – отношение величины электрической проводимости исследуемого образца к данным эталонного образца отожженной меди.

Как видно из экспериментальных данных, представленных в таблице, после обработки РКУП идет значительное повышение физико-механических свойств исследуемых алюминиевых образцов, как микротвердости, предела текучести и временного сопротивления, так и электропроводности. Причиной изменения свойств могут являться процессы рекристаллизации внутренней структуры материала. При больших степенях накопленной пластической деформации переход от дендритной структуры к УМЗ повлиял на увеличение прочностных свойств при растяжении при одновременном снижении пластичности, что может быть благоприятным фактором использования данного сплава в электротехнических приложениях.

Заключение Результаты проведенных исследований показали положительное влияние ИПД на изменение физико-механических свойств. Обработка ИПД повлияла на уменьшение электрического сопротивления сплава. Соответственно величина электропроводности близко приблизилась к теоретическому значению. Этот эффект объясняется характером внутренней структуры, измельчением зерна и выходом примесных элементов из кристалла на границы, что является благоприятным фактором для свободного пробега электронов.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ 18-38-20081мол_а_вед.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhukov I.A., Kozulin A.A., Khrustalev A.P., Matveev A.E., Platov V.V., Vorozhtsov A.B., Zhukova T.V., Promakhov V.V. The impact of particle reinforcement with Al_2O_3, TiB_2, and TiC and severe plastic deformation treatment on the combination of strength and electrical conductivity of pure aluminum // Metals. - 2019. - 9(1). – P. 65.
2. Krasnoveikin V.A., Kozulin A.A., Skripnyak V.A. Detection of structural changes and mechanical properties of light alloys after severe plastic deformation // В сборнике: Journal of Physics: Conference Series 6. Сер. "6th International Conference Current Issues of Continuum Mechanics and Celestial Mechanics, CICMCM 2016" 2017. 919. P. 012012.

YAG:CE КЕРАМИКА ИЗГОТОВЛЕННАЯ МЕТОДОМ СПАРК-ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ: ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ

Ч.Е. Джаныбеков
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. С.А. Степанов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: stepanov_s@sibmail.com

YAG: CE CERAMICS FABRICATED BY SPARK PLASMA SINTERING: PHOTOLUMINESCENCE

Ch.E. Dzhanybekov
Scientific Supervisor: Associate Professor, Ph.D. S.A. Stepanov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: stepanov_s@ sibmail.com

Abstract. *In this work, we investigated the luminescent properties of yttrium aluminium garnet ceramics doped with Ce (YAG:Ce). The polycrystalline YAG:Ce ceramics was consolidated by SPS technique. The integrated photoluminescence spectra and decay kinetics were investigated with the pulsed optical spectrometer based on a SRS NL100 Nitrogen Laser. Nature of luminescent centers and mechanisms of luminescence are discussed.*

Введение. Одним из последних направлений в области технологии преобразования излучения при изготовлении белых СИД является использование люминесцирующей керамики [1, 2]. Используя в качестве преобразователя излучения люминесцентную керамику можно достаточно точно ранжировать светодиоды по цветовой температуре. Это возможно благодаря гораздо более точному дозированию количества люминофора. Другое преимущество керамических материалов заключается в получение светодиодов с высокой однородностью цвета, термической стойкостью и повышенной временной стабильностью. Преимущества керамических оптических преобразователей, как твердотельных источников излучения, основаны на возможностях варьирования тепловых, оптических и механических свойств. Это важно для «жестких» условий эксплуатации: высокие потоки накачки, высокие температуры при продолжительном сроке службы. Например, теплопроводность плотной керамики составляет почти 100% от теоретической, что существенно выше, чем у преобразователей из порошков-люминофоров в таких матрицах, как эпоксидная смола и силикон [3]. Это позволяет быстрее, эффективнее преобразовывать падающий свет с минимальными потерями энергии в материале.

Для формирования керамики перспективным является метод спарк-плазменного спекания (или искровое плазменное спекание). Формирование совершенных межзёренных границ в процессе спарк-плазменного спекания при равномерном распределении плотности в объеме спекаемой керамики являются условиями получения качественных, конкурентоспособных изделий с комплексом высоких оптических и физико- механических свойств.

Целью данной работы является синтез и исследование фотолюминесцентных свойств полупрозрачной YAG:Ce керамики изготовленной методом спарк-плазменного спекания.

Экспериментальная часть. Люминесцентная керамика YAG: Ce была изготовлена из механической смеси порошков оксида алюминия, оксида иттрия и оксида церия. (Университет науки и искусств Чунциня, Китай). Изготовление керамики осуществлялось на установке SPS-515S (Syntex Inc., Япония). Также, в качестве допанта был использован фторид лития (2 вес.%). В результате спекания были получены керамические образцы цилиндрической формы, высотой 1 мм, диаметром 8 мм.

Для возбуждения фотолюминесценции использовался азотный лазер *SRS NL100* (длительность импульса на полувысоте ~7 нс, энергия в импульсе 170 мкДж). Кинетика затухания свечения регистрировались посредством приемного устройства Hamamatsu h10720-20 и цифрового осциллографа Tektronix DPO3034 (300 МГц) с использованием монохроматора MDR-204 (спектральный диапазон 200-2000 нм, линейная дисперсия 1,3 нм/мм). Регистрация интегральных спектров свечения фотолюминесценции осуществлялась оптоволоконным спектрометром AvaSpec-3648 (200 – 1100 нм, обратная линейная дисперсия 1,2 нм/мм). Спектр оптического поглощения для керамики был измерен при комнатной температуре на спектрофотометре Lomo-Photonics SF-256 UVI в спектральном диапазоне 290 - 800 нм.

Результаты. На рис 1 приведены спектры оптического поглощения для YAG: Ce керамики с фторидом лития и без него.

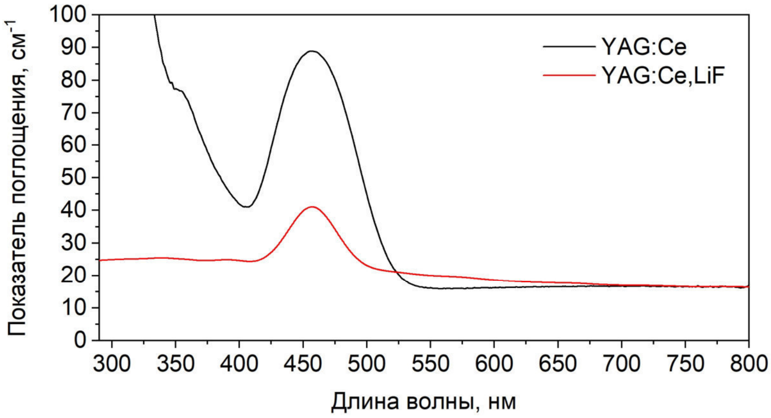


Рис. 1. Спектры оптического поглощения YAG: Ce керамики изготовленной методом спарк-плазменного спекания

Из результатов, представленных на рис.1, видно, что введение фторида лития приводит к уменьшению поглощения в области 290 - 500 нм. Поглощение в данной спектральной области обусловлено преимущественно широкой полосой поглощения иона Ce^{4+} с максимумом около 240 нм. Положение и ширина данной полосы поглощения объясняется переносом заряда от иона O^{2-} к иону Ce^{4+}. В работе [4] показано взаимное положение полос поглощения ионов Ce^{3+} и Ce^{4+} в кремниевой стеклянной матрице. Отмечается, что положение полосы поглощения иона Ce^{3+} может несколько меняться (330-370 нм). В связи с этим, возможным объяснением донному изменению поглощения с введением фторида лития в YAG: Ce керамику является уменьшение концентрации ионов Ce^{4+}. При этом, стоит отметить, что полоса поглощения иона Ce^{3+} сохраняется.

В спектре фотолюминесценции (рис. 2) при возбуждении азотным лазером (λ= 337,1 нм) образца синтезированной керамики регистрируется выраженный максимум на 535 нм. Можно отметить, что спектр является характерным для YAG: Ce систем [5].

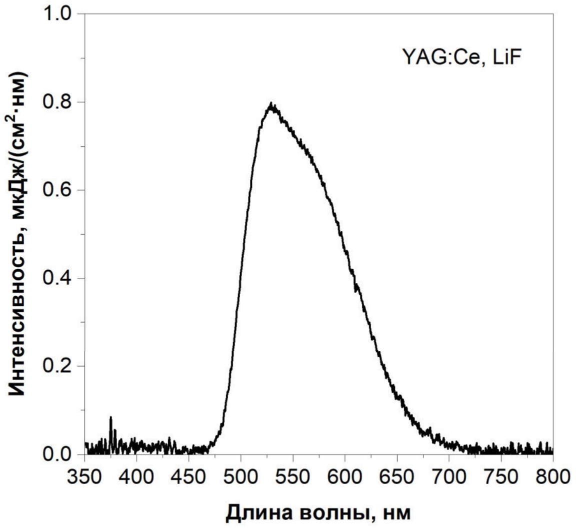


Рис. 2. Интегральные спектры фотолюминесценции (время интегрирования 1 секунда) образцов YAG: Ce керамики

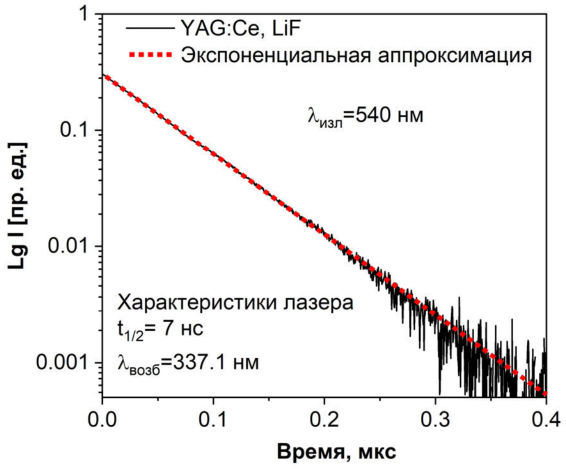


Рис. 3. Кинетические характеристики затухания люминесценции на λ = 540 нм

Исследования кинетики затухания фотолюминесценции показали, что затухание синтезированного образца может быть удовлетворительно описано одной экспонентой. Характеристическое временя затухания составляет τ ~ 63 нс (рис. 3). По спектру свечения существенных различий кинетики затухания не обнаружено.

Заключение. Из полученных результатов было выявлено, что при синтезе керамики на основе YAG: Ce, LiF спектр фотолюминесценции не меняется, подобен спектрам свечения без фторида лития. Анализ спектров поглощения показал значительное изменение поглощения в УФ области спектра («просветление керамики»), что возможно объясняется уменьшение концентрации иона Ce^{4+}.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, проект № 18-43-703014 р_мол_а.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chen Yi-C., Nien Y.-T. Microstructure and photoluminescence properties of laser sintered YAG:Ce phosphor ceramics // Journal of the European Ceramic Society.– 2017. – V.37. – pp. 223–227.
2. Bodiˇsová K., Klement R., Galusek D., Pouchl´y V., Drdlík D., Maca K. Luminescent rare-earth-doped transparent alumina ceramics //Journal of the European Ceramic Society.– 2016. – V.36. – pp. 2975–2980
3. Kottaisamy M., Thiyagarajan P., Mishra J., Ramachandra Rao M.S. Color tuning of Y3Al5O12:Ce phosphor and their blend for white LEDs // Materials Research Bulletin.– 2008. – V.43. – pp. 1657–1663.
4. Brandily-Anne M.-L., Lumeau J., Glebova L., Glebov L. Specific absorption spectra of cerium in multicomponent silicate glasses // J of Non-Cryst. Solids. .– 2010. – V.356. – pp. 2337 – 2343.
5. Valiev D., Han T., Vaganov V., Stepanov S. The effect of Ce^{3+} concentration and heat treatment on the luminescence efficiency of YAG phosphor // Journal of Physics and Chemistry of Solids.– 2018. – V.116. – pp. 1–6.

ВЕРИФИКАЦИЯ И СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ЧИСЛЕННОГО КОДА ДЛЯ РАСЧЁТА ХАРАКТЕРИСТИК ДИФРАКЦИОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

А.А. Дышеков, М.М. Токтаганова
Научный руководитель: к.ф.-м.н. Д.А. Шкитов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: aad52@tpu.ru

VERIFICATION AND IMPROVEMENT OF NUMERICAL CODE FOR THE CALCULATION OF DIFFRACTION RADIATION CHARACTERISTICS

A.A. Dyshekov, M.M. Toktaganova
Scientific Supervisor: PhD D.A. Shkitov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: aad52@tpu.ru

Abstract. *In the present study, we have calculated diffraction radiation using previously written numerical code. The simulation result (angular distribution) was compared with experimental data. The descriptions of the last code improvements are also presented.*

Введение. Дифракционное излучение (ДИ) [1] это один из видов поляризационного излучения, которое возникает в результате динамической поляризации атомов вещества посредством воздействия кулоновским полем заряженной частицы. Это излучение называется широко известным переходным излучением, в случае, когда частица пересекает границу раздела двух сред, и дифракционным излучением, когда частица пролетает рядом с мишенью и только поле взаимодействует с ней. Сейчас ДИ применяется для диагностики [2, 3] пучков заряженных частиц в ускорителях, а также для создания источников [4] электромагнитного излучения. Однако в настоящее время у экспериментаторов существует возможность использовать для расчёта характеристик ДИ либо аналитические формулы (с многочисленными допущениями), либо коммерческие пакеты моделирования (требующие времени на освоение и опыта применения). Поэтому есть необходимость создать простое и понятное в использовании программное обеспечение для расчёта характеристик ДИ [5].

В настоящей работе изложены ограничения разрабатываемого численного кода, связанные с подходами электродинамики и допущениями используемого метода [6, 7]. Помимо этого в работе приведены описания последних изменений функционала, по сравнению с предыдущими версиями [5, 8], и сделано сравнение результатов моделирования с экспериментальными данными.

Методы исследования. Разрабатываемый численный код основан на математической модели, полученной с помощью обобщённого метода поверхностных токов (является частным случаем метода поляризационных токов для мишеней с идеальной проводимостью), и написан на языке Wolfram Language [5, 8]. Метод поляризационных токов основывается на макроскопических уравнениях Максвелла, поэтому на него накладываются ограничения макроскопического подхода. Метод не применим при нерелятивистских энергиях или при условии скользящего пролёта. Также метод не применим: для сверхпроводников при низких температурах, для веществ под высокими температурами, для сред с высокочастотными электромагнитными полями, для плазмы, для газа и для неоднородных сред. Ограничения накладываются и на толщину границы поверхности мишени, она должна быть во много раз меньше длины волны излучения [6]. В настоящее время код не учитывает переотражения излучения, генерируемого от предыдущих пластин на последующих в мишени. Точность численных расчетов определяются внутренними алгоритмами функции NIntegrate.

Поле излучения в модели имеет вид:

$$E_R^D\left(r_D,\lambda\right)=\frac{1}{2\pi}\iint\delta\left(\lambda\right)\left[\left[n\left(r_T-r_S\right),E_e^T\left(r_T-r_S,\lambda\right)\right],\nabla G\left(r_T-r_S,r_D,\lambda\right)\right]dS_T$$

где n – единичный вектор нормали к поверхности мишени, E_e^T – поле электрона, ∇G – градиент функции Грина, $r_T=\left\{x_T,y_T,z_T\right\}$ – координаты точки на поверхности мишени, $r_D=\left\{x_D,y_D,z_D\right\}$ – координаты точки на поверхности детектора (точки наблюдения), dS_T – элементарная площадь поверхности мишени, δ – коэффициент учитывающий чувствительность детектора на определенной длине волны. Для учёта сдвига частиц относительно оси Z, достаточно задать вектор сдвига $r_S=\left\{x_S,y_S,0\right\}$. Определив поле излучения, можно рассчитать его спектрально-угловое распределение интенсивности от одного электрона: $\frac{d^2W_e}{d\omega d\Omega}=cL^2\left|E_R^D\left(r_D,\lambda\right)\right|^2$, где L – расстояние от мишени до точки наблюдения.

Для проведения моделирования сначала нужно задать геометрию мишени. На рис. 1а, в качестве примера, изображена щелевая мишень, где $a_{y,x}$ – размеры пластин, $\psi_{y,x}$ – углы наклона, h – ширина щели. Для удобства и наглядности представления и подбора необходимых параметров различных геометрии мишеней к коду прилагается *CDF* файл, который содержит визуализированные интерактивные схемы мишеней с возможностью регулирования параметров (см. рис. 1б).

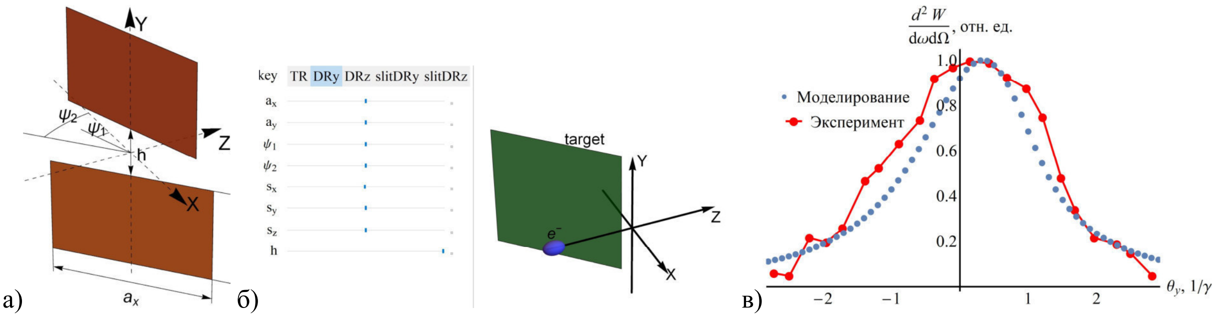


Рис. 1. Пример щелевой мишени с обозначением параметров (а), вид CDF (б), сравнение результатов моделирования с экспериментальными данными (в)

Результаты и обсуждения. В последней версии кода добавлен параметр учитывающий зависимость чувствительности детектора от длины волны излучения $\delta\left(\lambda\right)$. Данный коэффициент задается, исходя из характеристик конкретного детектора. Также добавлен учет когерентности. Полное спектрально-угловое распределение излучения вычисляется через форм-фактор сгустка $F\left(k\right)$ по следующей формуле [1]: $\frac{d^2W}{d\omega d\Omega}=\left[N+N\left(N-1\right)F(k)\right]\frac{d^2W_e}{d\omega d\Omega}$, где $\frac{d^2W}{d\omega d\Omega}$ – полное спектрально-угловое распределение излучения, N – число электронов в сгустке, k – волновой вектор излучения и $F\left(k\right)=\exp\left\{-4\pi^2\lambda^{-2}\left[\sigma_x^2\left(\cos\theta_y\cos\theta_x+(\cos\theta_y\sin\theta_x-\beta^{-1})/tg\psi\right)^2+\sigma_y^2\sin^2\theta_y+\sigma_z^2\beta^{-2}\right]\right\}$, где $\sigma_{x,y,z}$ – размеры сгустка, $\theta_{y,x}$ – углы, задающие направление вектора k, ψ – угол наклона мишени [1].

Для верификации кода было проведено сравнение результатов моделирования дифракционного излучения с экспериментальными данными, представленными в статье. Для этого были рассчитаны угловые распределения интенсивности ДИ для 4 различных длин волн (300, 400, 500, 600 нм), после чего с учётом чувствительности детектора было получено среднее распределение. На рис. 1в представлено сравнение результатов моделирования с экспериментальными данными. Из сравнения видно, что максимумы интенсивности излучения в эксперименте и в моделировании практически совпадают. Характер поведения графиков идентичны друг другу. Отличие лишь заключается в ширине кривых, экспериментальная кривая более широкая в отличие от кривой моделирования. Это объясняется тем, что в модели не учитывается апертура детектора, то есть детектор являлся точечным. Так как в реальности детектор имеет размеры, то это приводит к уширению углового распределения интенсивности ДИ. Ширина на полувысоте в эксперименте составила 2.7, а в расчете 2.1 (76% от экспериментальной).

Заключение. Из проведённого сравнительного анализа результатов моделирования и данных эксперимента можно заключить, что численный код позволяет осуществить моделирование, правильно описывающее характеристики дифракционного излучения. Положительные результаты сравнения позволяют и дальше совершенствовать код, в том числе учесть апертуру детектора.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Потылицын А.П. и др. Дифракционное излучение релятивистских частиц: учебное пособие. – Томск: Изд-во ТПУ, 2008. – 347 с.
2. Beam Diagnostics // Proceedings of the CERN Accelerator School Course. http://cdsweb.cern.ch/record /1071486/files/cern-2009-005.pdf
3. L. Bobb et al. Feasibility of diffraction radiation for noninvasive beam diagnostics as characterized in a storage ring // Journal of physical review accelerators and beams. – 2018. – V. 21. – P. 032801.
4. Забаев В.Н. Применение ускорителей в науке и промышленности: учебное пособие. – Томск: Изд-во ТПУ, 2008 – 195 с.
5. Shkitov D.A. Code for simulation of diffraction radiation from flat finite surfaces // Proceedings of RuPAC2018, Protvino. – 2018. – P. 510.
6. Коньков А.С. Характеристики поляризационного излучения заряженных частиц и магнитных моментов: диссертация на соискание уч. ст. кандидата физ.-мат. наук. – Томск, 2015. – 134 с.
7. Karlovets D.V., Potylitsyn A.P. Generalized surface current method in the macroscopic theory of diffraction radiation // Physics Letters A. – 2009. – V. 373. – P. 1988.
8. Дышеков А.А. Оптимизация и тестирование численного кода для расчёта характеристик дифракционного излучения от плоских // Сборник трудов XVI Международной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых – Томск, 2018 – С. 46.

ВЛИЯНИЕ ПЛОТНОСТИ ЭНЕРГИИ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА НА ИЗМЕНЕНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ НИКЕЛИДА ТИТАНА

Ф.А. Дьяченко[1], С.Н. Мейснер[1], Е.В. Яковлев[2]
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Л.Л. Мейснер
[1]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
[2]Институт сильноточной электроники СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/3, 634055
E-mail: frozennonetroll@mail.ru

CHANGE OF PHYSICOMECHANICAL PROPERTIES OF THE SURFACE LAYER OF NiTi ALLOY DEPENDING ON THE ELECTRON BEAM DENSITY ENERGY

F.A. D'yachenko[1], S.N. Meisner[1], E.V. Yakovlev[2]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. L.L. Meisner
[1]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii, 2/4, 634055
[2]Institute of High Current Electronics SB RAS, Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii, 2/3, 634055
E-mail: frozennonetroll@mail.ru

Abstract. *This work shows a study of the influence of the density energy of low-energy high-current pulses electron beam (LEHCPEB) exposure on the physicomechanical properties of the modified surface of NiTi alloy. Number of pulses of electron beam was constant at n = 5; energy density* E_s *were changeable: 1.1 J/cm*^{2}*, 1.7 J/cm*^{2}*, 2.7 J/cm*^{2}*, and 3.7 J/cm*^{2}*. Experimental investigation of physicomechanical properties of the modified surface of NiTi alloy was performed by method of nanoindentation. Our data suggest that LEHCPEB-modification changed the value of hardness of surface layer of ~500 nm thickness. Beneath this surface layer the value of hardness is close to initial NiTi-substrate.*

Введение. На сегодняшний день использование методов электронно-пучковой обработки позволяют модифицировать структуру и соответственно изменять физико-механические свойства поверхностных слоёв у большинства металлических материалов [1]. В исследовании [2] было установлено, что предварительная обработка в режиме поверхностного плавления низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) образцов сплава TiNi обеспечивает гомогенность на поверхности (по химическому/фазовому составам) и её выглаживание. Однако, как было обнаружено в работе [3], повышенное число импульсов воздействия n приводит к изменению структуры на глубину h более 2 мкм, что может негативно повлиять на функциональные свойства (эффекты памяти формы и сверхэластичности, ЭПФ-СЭ) миниатюрных изделий из сплава TiNi.

Можно предположить, что изменение плотности энергии электронного пучка E_s и постоянное невысокое число импульсов воздействия n позволит достичь выглаженной морфологии поверхности и гомогенной структуры поверхностных слоёв без критических изменений физико-механические свойств TiNi сплава.

Цель данной работы – исследовать влияние плотности энергии электронного пучка на изменение физико-механических свойств поверхностного слоя никелида титана.

Материалы и методы исследования. В данной работе использовались образцы размерами 10×10×1 мм, которые были вырезаны методом лазерной резки из горячекатаного листового проката, изготовленного из промышленного сплава на основе TiNi марки ТН1 (ООО «Промышленный центр МАТЕК-СПФ», Россия). Сплав выплавлен методом вакуумной индукционной плавки в печи с графитовым тиглем. Химический состав сплава: Ti-55.08 Ni-0.051 C-0.03 O-0.002 N (вес. %).

Исходные поверхности всех образцов перед облучением подготовлены следующим образом:

1) – снятие шлака после лазерной резки на алмазном диске;

2) – пошаговая механическая шлифовка/полировка до «зеркального блеска» на шлифовально-полировальном станке Saphir 550 (ATM GMBH, Германия) с постепенным уменьшением зернистости абразива (P120, P320, P600, P1200);

3) – электролитическая полировка в растворе кислот (3 ч. CH_3COOH + 1 ч. $HClO_4$);

4) – промывка в ультразвуковой ванне с дистиллированной водой (t = 15 мин).

Модификация поверхности образцов TiNi сплава проводилась на автоматизированной электронно-пучковой установке «РИТМ-СП» (ООО «Микросплав, Россия) [4]. Число импульсов воздействия n = 5; длительность импульса τ = 2–2,5 мкс; величина плотности энергии электронного пучка E_s изменялась и составляла: 1,1 Дж/см^2; 1,7 Дж/см^2; 2,7 Дж/см^2; 3,7 Дж/см^2. Далее представленные режимы обозначены как: Р-1, Р-2, Р-3 и Р-4, соответственно.

Исследование физико-механических свойств поверхностных слоёв образцов сплава TiNi до и после НСЭП-обработки проведено методом наноиндентирования на установке Nano Hardness Tester (CSM NHT, Швейцария) ЦКП НИИ ЯФ ТПУ (Россия, Томск). Исследование представлено в виде анализа зависимостей величины динамической («невосстановленной») твёрдости H_{OP} от максимальной глубины проникновения индентора h_{max}, рассчитанных из диаграмм «нагружения-разгрузки» P-h по методике, представленной в работе [5].

Результаты. Физико-механические свойства приповерхностных слоёв материала подложки и образцов после НСЭП-модификации поверхности представлены на рисунке 1 в виде зависимостей величины динамической твёрдости H_{OP} от максимальной глубины проникновения индентора h_{max}.

Величина параметра твёрдости вблизи поверхности образца сплава TiNi до НСЭП-обработки принимает значение $H_{OP} \approx 4000$ МПа (рисунок 1, *пунктирная кривая*). Этот параметр линейно изменяется до значений $H_{OP} \approx 2500$ МПа на глубине h более ~1,5 мкм. Увеличение значения твёрдости в приповерхностной области связан с механическим наклёпом, вызванный предварительной подготовкой поверхности образцов.

Анализ параметра твёрдости образцов TiNi сплава после электронно-пучковой обработки показал, что модификация поверхности приводит к градиентному изменению параметра по глубине от поверхности облучения. Видно, что НСЭП-модификация привела к упрочнению поверхности на глубину до ~500 нм во всех представленных режимах обработок до разных значений величины твёрдости H_{OP}: ~7500 МПа (Р-1); ~6000 МПа (Р-2, Р-4); 4000 МПа (Р-3). Однако, при достижении глубины h более ~500 нм величина твёрдости понижается до 2000 МПа во всех представленных режимах НСЭП-модификации, которая соответствует её значению без обработки.

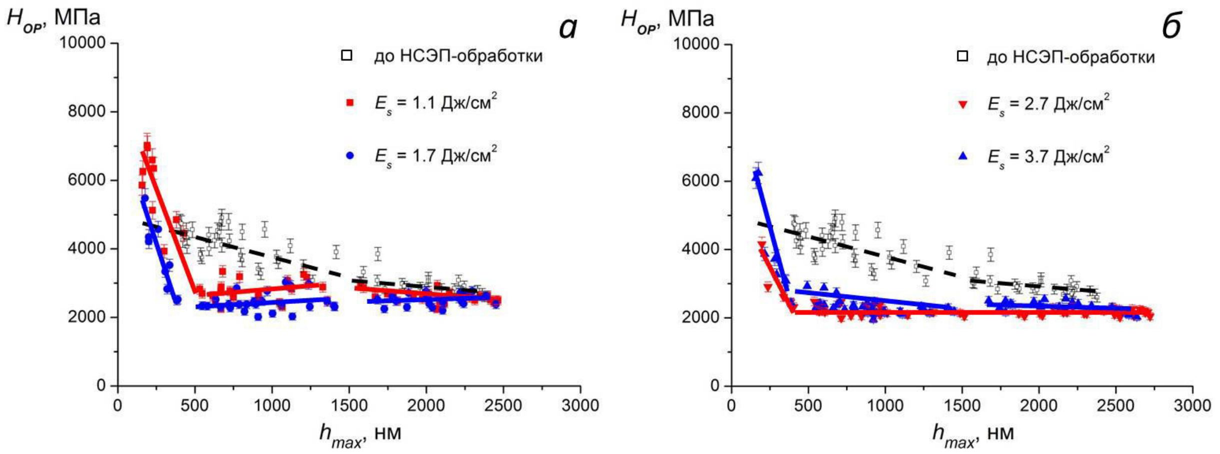


Рис. 1. Зависимости динамической твёрдости H_{OP} от максимальной глубины проникновения индентора h_{max} в образцах TiNi до и после НСЭП-обработки при n = 5 и изменении плотности энергии электронного пучка E_s: 1,1 Дж/см^2, 1,7 Дж/см^2 (а); 2,7 Дж/см^2, 3,7 Дж/см^2 (б)

Заключение. В результате проведённых исследований установлено, что физико-механические свойства НСЭП-модифицированных образцов сплава TiNi, для характеристики которых в данной работе использовали величину динамической твёрдости H_{OP}, соответствуют свойствам материала до обработки на глубине более 500 нм. Результат оценки физико-механических свойств по характеру изменения твёрдости H_{OP} в зависимости от плотности энергии электронного пучка позволяет сделать предварительное заключение, что подобранные режимы не будут оказывать критического влияния на функциональные свойства сплава в масштабе размеров образца.

Электронно-пучковые обработки проведены при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РНФ №18-19-00198 от 26.04.2018); механические испытания образцов TiNi до и после модификации поверхности выполнены в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Грибков В.А., Григорьев Ф.И., Калин Б.А. Перспективные радиационно-пучковые технологии обработки материалов. – М.: Изд-во. Дом «Круглый стол», 2001. – 527 с.
2. Мейснер С.Н., Дьяченко Ф.А., Яковлев Е.В., Мейснер Л.Л. Влияние числа импульсов воздействий электронным пучком на изменение физико-механических свойств поверхностного слоя никелида титана // Изв. вузов. Физика. – 2016. – Т. 59. – № 7/2. – С. 159–163.
3. Meisner S.N., Yakovlev E.V., Semin V.O., Meisner L.L., Rotshtein V.P., Neiman A.A., D'yachenko F.A. Mechanical behavior of Ti-Ta-based surface alloy fabricated on TiNi SMA by pulsed electron-beam melting of film/substrate system // Appl. Surf. Sci. – 2018. – Vol. 437. – P. 217–226.
4. Марков А.Б., Миков А.В., Озур Г.Е., Падей А.Г. Установка РИТМ-СП для формирования поверхностных сплавов // ПТЭ. – 2011. – №6. – С. 122–126.
5. Pharr G.M., Oliver W.C. Measurement of thin film mechanical properties using nanoindentation // MRS Bulletin. – 1992. – Vol. 17. – P. 28–33.

КРИТЕРИИ ДЕФОРМИРУЕМОСТИ МЕТАЛЛОВ ПРИ ОДНООСНОМ РАСТЯЖЕНИИ

А.М. Жармухамбетова
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. С.А. Баранникова
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: zharmukhambetova@gmail.com

DEFORMABILITY CRITERIA OF METAL AT UNIAXIAL TENSION

A.M. Zharmukhambetova
Scientific Supervisor: Prof., Dr.Sci. S.A. Barannikova
Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS,
Russia, Tomsk, Akademicheskii pr., 2/4, 634055
E-mail: zharmukhambetova@gmail.com

Abstract. *In the present study, we performed distribution analysis of metal of various strength grade for strain resistance, as well as evaluation deformability criteria of metal with using values of deformation work, which is determined by area of stress-strain diagram under standard mechanical tests.*

Введение. Расчетные методы оценки напряженно деформированного состояния материалов и изделий из них зачастую оказываются сложными при решении задач о распределении напряжений и деформаций в образцах или реальных изделиях сложной формы в тех случаях, когда материал имеет внутреннюю структуру. Эта структура может меняться в ходе деформации за счет последовательных процессов образования и релаксации концентраторов напряжений. В результате механических испытаний получают кривые растяжения, которые качественно и количественно характеризует реакцию материала на нагружение, и определяют показатели прочности и пластичности материалов. Настоящая работа посвящена исследованию закономерностей деформационного поведения металлов, определяемых в стандартных испытаниях на одноосное растяжение. Основой для оценки критериев деформируемости металлов будет выступает величина работы деформирования, определяемая площадью диаграммы растяжения.

Экспериментальная часть. Механические испытания на одноосное растяжение были проведены на испытательной машине «Instron-1185» при постоянной скорости перемещения подвижного захвата V_m = 0,2 мм/мин на широком круге металлов и сплавов (*Cu;* $\gamma - Fe$*;Ni; Sn; Nb; Zn; Mg; V; α-Fe; Zr; Al; Ti; Mo)* с различными характеристиками прочности и пластичности. Кривые нагружения исследуемых материалов представлены на рис. 1. Макроскопический результат деформации металла (изменение формы и размеров) в термодинамическом представлении является диссипативным процессом, т.е. представляет собой переход части кинетической энергии от внешнего механического воздействия нагружающего устройства во внутреннюю энергию деформируемого металла, реализуемую в формировании определенной внутренней структуры [1 – 3]. При этом количество энергии, поглощенной при деформации, определяется работой деформации, а темп поглощения определяет сопротивление металла деформированию [4]. При испытании растяжением работа деформации численно равна площади, заключенной между диаграммой растяжения и осью абсцисс, и является суммой работ упругой и пластической деформации.

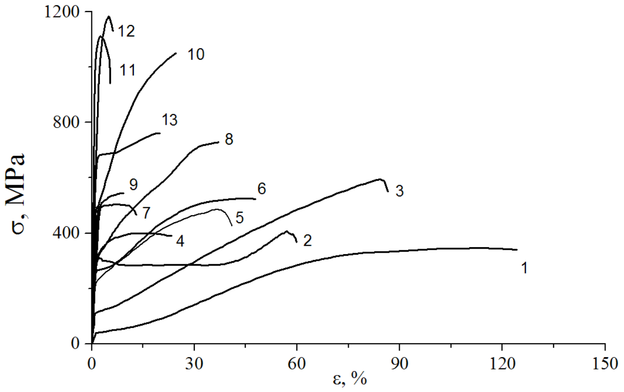
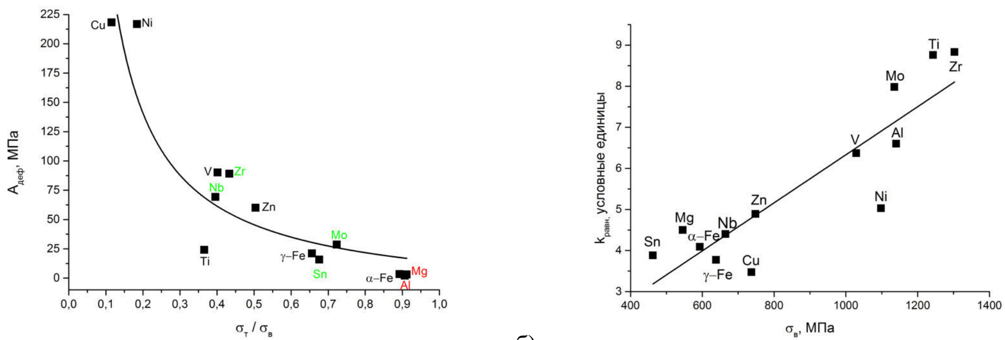


Рис. 1. Деформационные кривые исследованных материалов: 1 – Cu; 2 – $\gamma - Fe$; 3 – Ni; 4 – Sn; 5 – Nb; 6 – Zn; 7 – Mg; 8 – V; 9 – α-Fe; 10 – Zr; 11 – Al; 12 – Ti; 13 – Mo

Результаты. Кривые растяжения (рис. 1), полученные в результате механических испытаний, подвергали компьютерной обработке с аппроксимацией графиков в виде многочленов четвертого порядка $\sigma_i = a_0 + a_1 * \Delta\,\varepsilon_i + a_2 * \Delta\,\varepsilon_i^2 + a_3 * \Delta\,\varepsilon_i^3 + a_4 * \Delta\,\varepsilon_i^4$, используя для этого не менее 15 точек. Полученный многочлен использовали как подынтегральную функцию при вычислении интегральной площади для вычисления работы деформации. Установлена обратно пропорциональная зависимость работы деформации на участке равномерной пластической деформации от отношения предела текучести к пределу прочности исследуемых материалов с коэффициентом корреляции 0,83 (рис. 2 а).



а) б)

Рис.2. Зависимость работы деформации от отношения предела текучести σ_T к пределу прочности σ_B (а) и зависимость коэффициента $k_{равн}$ от предела прочности σ_B (б)

Для оценки механической деформируемости металлов определяли работу деформации на участках кривых нагружения равномерной пластической деформации (от предела текучести до предела прочности материалов), отнесенную к объему деформируемого материала, рассчитанному в виде произведения начальных значения площади и рабочей длины каждого образца. Тем самым определяли значения удельных работ равномерной пластической деформации $\alpha_{равн} = A_{равн} / V_{деф}$. Удельные работы деформации отражают деформируемость материала в виде предельных для данного металла работ, необратимых для формоизменений на отдельных этапах [4], и в этом качестве они фактически количественно отражают диссипацию энергии. Другим отражением деформируемости материала может являться "податливость", предложенная в работе [5] как сопротивление деформации при ее возрастании от внешнего механического воздействия. Это качество металла определятся как отношение удельной работы к соответствующей деформации до предела прочности $\kappa_{равн} = \alpha_{равн} / \varepsilon_B$, которое фактически характеризуют темп диссипации энергии при одноосном растяжении.

Установлена линейная зависимость между нормированной удельной работой $\kappa_{равн}$ и пределом прочности исследуемых металлов σ_B с высоким коэффициентом корреляции 0,9 (рис. 2 б). В качестве условных единиц измерения коэффициента $\kappa_{равн}$ принимается количество удельной энергии мДж/мм^3, требуемое для увеличения деформации при растяжении на 1 %.

Заключение. В результате проведенных исследований проведен анализ распределения материалов различного класса прочности по сопротивлению деформации. При этом для исследованных материалов, применяемых для изготовления изделий различного конструкционного назначения, диапазон предела текучести составлял 40 – 1050 МПа, предела прочности 460 – 1240 МПа. Установлено, что удельная работа сосредоточенной деформации нормированная на соответствующую деформацию, $\kappa_{равн}$ линейно возрастает с увеличением прочности. В прикладном аспекте численные значения величин $\kappa_{равн}$ можно использовать для прогнозирования распределения материалов различной прочности по поведению в эксплуатации и механической обработке (давлением и резание). Учитывая широкий диапазон прочности материалов, критерий деформируемости на рис. 2б, можно считать достаточно универсальным для черных и цветных металлов и оценивать величину $\kappa_{равн}$ по известным значениям предела прочности.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Костина А.А., Баяндин Ю.В., Плехов О.А. Модекирование процесса накопление и диссипации энергии при пластическом деформировании металлов // Физическая мезомеханика. – 2014. – Т. 17. – С. 44–48.
2. Пашинская Е.Г., Ткаченко В.М., Завдовеев А.В. Диссипация энергии при растяжении стали Ст3, полученной интенсивной пластической деформацией путем прокатки со сдвигом // Физика и техника высоких давлений. – 2016. – №1. – С. 20-26.
3. Бугров Ю.В. Определение удельной работы пластической деформации при растяжении металлов // Заводская лаборатория. Диагностика металлов. – 2012. - № 3. – С. 66-68.
4. Глинер Р.Е., Дубинский В.Н., Катюхин Е.Б., Пряничников В.А. Оценки механической деформируемости сталей различной прочности с позиций энергетической диссипации // Известия высший учебных заведенной. Черная металлургия. - 2017. – Т. 60, № 9. – С. 739-744.
5. Смирнов-Аляев Г.А. Сопротивление материалов пластическому деформированию. – Л.: Машиностроение, 1978. - 54 с.

ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СВОЙСТВА YSZ КЕРАМИКИ АКТИВИРОВАННОЙ ЕВРОПИЕМ

П.Д. Жвакина

Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. С.А. Степанов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: zhvakinapd@gmail.ru

PHOTOLUMINESCENT PROPERTIES OF YSZ CERAMICS ACTIVATED BY EUROPIUM

P.D. Zhvakina

Scientific Supervisor: Associate Professor, Ph.D. S.A. Stepanov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: zhvakinapd@gmail.ru

Abstract. *In the present study in search of optimal conditions for the synthesis by the method of spark-plasma sintering of YSZ ceramics with REE dopants in various concentrations, in order to achieve a complex of the best optical-luminescent properties, a series of samples synthesized under similar conditions with variations in atmospheric annealing temperatures from 700°C to 1300°C were investigated. Photoluminescence and photoexcitation of ceramic samples were measured at room temperature using a fluorescence spectrophotometer using a 150 W Xe lamp as an excitation source.*

From the photoluminescence spectra of YSZ ceramics with REE dopants, we can conclude that in samples subjected to atmospheric annealing at 700 ° C in the region of 450 nm there is an intense intrinsic luminescence of zirconium dioxide, and in samples subjected to atmospheric annealing at 1100 ° C in the region of 600 nm there is a characteristic emission band of europium ion. From the photoexcitation spectra of YSZ ceramics with REE dopants, it can be noted that in samples subjected to atmospheric annealing at 1300 ° C, the maximum luminescence intensity is observed, also the maximum luminescence intensity is mainly observed in the sample with a REE content (Eu_2O_3) of 0.5 mass%.

Введение. Керамика, легированная Eu^{3+}, в последние годы изучалась как излучающий материал, используемый в качестве сцинтилляционных материалов в медицинских приборах [1,2]. Однако, оптические характеристики редкоземельных ионов определяются главным образом основными материалами-хозяевами [3]. Один из основных материалов, который сочетает в себе такие преимущества как отличная химическая стабильность, высокая теплопроводность и относительно низкая энергия фононов [4–6], является керамика Y_2O_3.

Люминесцентные свойства ZrO_2, легированного ионами редкоземельных металлов, изучались рядом исследователей [7]. Катион иттрия, добавленный к ZrO_2 для стабилизации тетрагональной и кубической фазы, может влиять на люминесценцию редкоземельных ионов.

На данный момент более изучены центры люминесценции в монокристаллах или порошках стабилизированного оксида циркония. Люминесценция ZrO_2 стабилизированного иттрием в поликристаллическом состоянии изучена слабо.

Экспериментальная часть. В рамках формирования оптимальных условий синтеза методом СПС керамических YSZ образцов с допантами РЗЭ в различных концентрациях с целью достижения комплекса наилучших оптико-люминесцентных свойств были исследованы серии образцов синтезированных в аналогичных условиях при вариации температур атмосферного отжига 700 – 1300 ^{o}C. Был использован коммерческий гранулированный нанопорошок иттрий стабилизированного диоксида циркония марки TZ-10YS (TOSOH, Япония). Доля стабилизатора Y_2O_3 составляла 10 мол.%. Изготовление керамики осуществлялось на установке SPS-515S (Syntex Inc., Япония). В качестве допанта был использован оксида европия Eu_2O_3 (Неваторг, Россия). В результате спекания были получены керамические образцы цилиндрической формы, высотой 2 мм, диаметром 14 мм. Измерение фотолюминесценции и фотовозбуждения образцов проводили при комнатной температуре с помощью флуоресцентного спектрофотометра Agilent Cary Eclipse с использованием Xe лампы 150 Вт в качестве источника возбуждения (спектральный диапазон 190-1100 нм).

Результаты. Результаты исследования фотолюминесценции серии образцов YSZ керамики отожженных при 700 – 1300 °C представлены на рис. 1-3. Сложный состав спектра фотолюминесценции свидетельствует в пользу богатого дефектного состава.

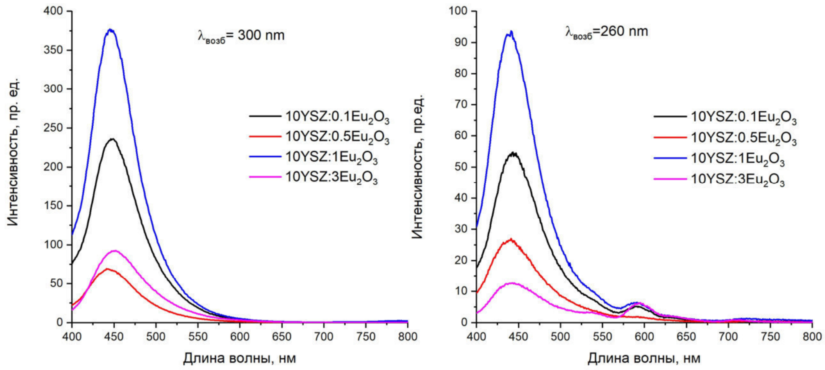


Рис. 1. Спектры фотолюминесценции образцов YSZ керамики (длина волны возбуждения 260 нм и 300 нм) с различным содержанием Eu_2O_3 после атмосферного отжига при 700°C

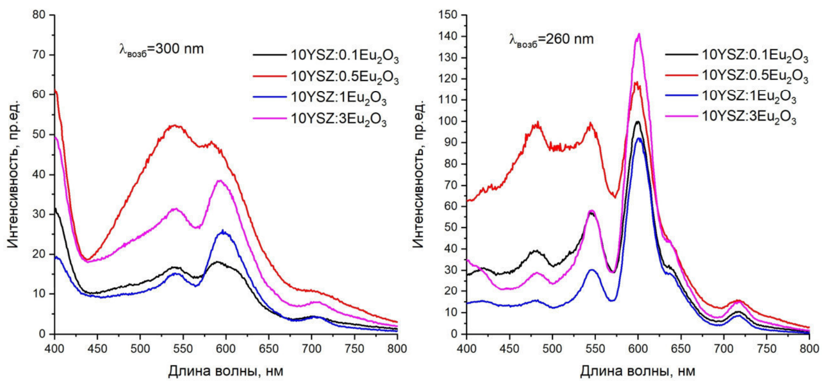


Рис.2. Спектры фотолюминесценции образцов YSZ керамики (длина волны возбуждения 260 нм и 300 нм) с различным содержанием Eu_2O_3 после атмосферного отжига при 1100 °C

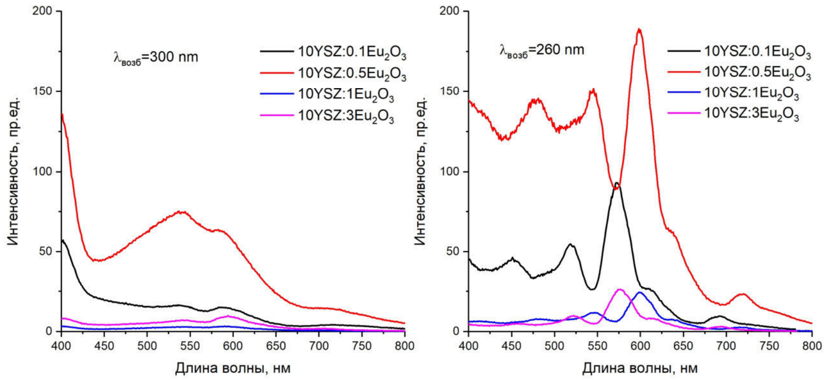


Рис.3. Спектры фотолюминесценции образцов YSZ керамики (длина волны возбуждения 260 нм и 300 нм) с различным содержанием Eu_2O_3 после атмосферного отжига при 1300 °C

Заключение. В результате исследования фотолюминесцентных свойств образцов YSZ керамики, активированной европием при вариации температур атмосферного отжига и содержания РЗЭ, можно сделать вывод, что в образцах, подвергавшихся атмосферному отжигу при температуре 700°C наблюдается интенсивное собственное свечение диоксида циркония, в то время как в образцах, с температурой атмосферного отжига 1100 °C наблюдается характерная полоса свечения Eu^{3+}.

Для образцов, подвергавшихся атмосферному отжигу при температуре 1300 °C наблюдается максимальная интенсивность люминесценции. Таким образом для получения наилучших фотолюминесцентных свойств для каждой длины возбуждения температуру атмосферного отжига необходимо варьировать.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, проект № 17-13-01233.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Kostler W., Winnacker A., Rossner W. Effect of Pr-codoping on the X-ray induced afterglow of $(Y,Gd)_2O_3$:Eu // J. Phys. Chem. Solids. – 1995. – V. 56. – P. 907–913.
2. Kim Y.K., Kim H.K., Cho G., Kim D.K. Effect of yttria substitution on the light output of $(Gd,Y)_2O_3$:Eu ceramic scintillator // Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. Sect. B. – 2004. – V. 225. – P. 392–396.
3. Lu Q., Yang Q.H., Yuan Y., Jiang C., Wang Y.G. Fabrication and luminescence properties of Er^{3+} doped yttrium lanthanum oxide transparent ceramics // Ceram. Int. – 2014. – V. 40. – P. 7367–7372.
4. Yi G.S., Sun B.Q., Yang F.Z., Chen D.P., Zhou Y.X., Cheng J. Synthesis and characterization of high-efficiency nanocrystal up-conversion phosphors: ytterbium and erbium co-doped lanthanum molybdate // Chem. Mater. – 2002. – V. 14. – P. 2910–2914.
5. Silver J., Martinez-Rubio M.I., Ireland T.G., Fern G.R., Withnall R. The effect of particle morphology and crystallite size on the upconversion luminescence properties of erbium and ytterbium co-doped yttrium oxide phosphors // J. Phys. Chem. B. – 2001. – V.105. – P. 948–953.
6. Hirai T., Orikoshi T., Komasawa I. Preparation of Y_2O_3: Yb, Er infrared-to-visible conversion phosphor fine particles using an emulsion liquid membrane system // Chem. Mater. – 2002. – V. 14. – P. 210–211.
7. Smits K., Grigorjeva L., Millers D., Sarakovskis A., Opalinska A., Fidelus J. D., Lojkowski W. Europium doped zirconia luminescence // Optical Materials. – 2010. – V. 32. –P. 827–831.

ВЛИЯНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОЙ ПОВЕРХНОСТНОЙ ОБРАБОТКИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И НАНОТВЕРДОСТЬ УПРОЧНЕННОГО СЛОЯ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

Е.А. Загибалова[1], В.А. Москвина[2]
Научный руководитель: д.ф.-м.н., доцент Е.Г. Астафурова[2], аспирант В. А. Москвина[2]
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
E-mail: zagibalova-lena99@mail.ru

THE EFFECT OF SURFACE ION-PLASMA TREATMENT ON PHASE COMPOSITION AND NANOHARDNESS OF HARDENED LAYER IN AUSTENITIC STAINLESS STEEL

E.A. Zagibalova[1], V.A. Moskvina[2]
Scientific Supervisors: Doctor of Sciences E.G. Astafurova[2], PhD student V.A. Moskvina[2]
[1]National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademichesky pr. 2/4
E-mail: zagibalova-lena99@mail.ru

Abstract. *Phase composition and a nanohardness of the surface layers of austenitic stainless steel with grain-subgrain and coarse-grain structures subjected to ion-plasma treatment were investigated. Ion-plasma treatment of steel specimens facilitates a surface hardening and formation of inhomogeneous surface layer ≈ 18-25 μm in thickness. The differences in the initial structure of the steel and subsequent ion-plasma hardening affect the nanohardness characteristics of the surface layers. The surface layers of the specimens underwent phase transformations and changed phase composition from austenite to expanded austenite+carbonitrides+ferrite under ion-plasma treatment.*

Введение. Аустенитные нержавеющие стали весьма востребованы в современной промышленности благодаря высокой пластичности, формуемости и коррозийной стойкости. Несмотря на эти свойства, использование данных сталей в узлах трения и конструкциях ответственного назначения не оптимально, а в некоторых случаях недопустимо из-за низкой поверхностной твердости и недостаточной износостойкости. Одним из вариантов устранения данных недостатков является ионно-плазменное насыщение поверхностного слоя сплава атомами внедрения в смеси газов различного состава. Условия обработки (продолжительность процесса, температура, давление в рабочей камере и состав насыщаемого газа) оказывают значительное влияние на поверхностные свойства упрочняемого материала. Немаловажную роль также оказывает термомеханическая обработка, предшествующая ионно-плазменному упрочнению, которая формирует микроструктурные характеристики стали (такие как размер зерна, плотность границ зерен, плотность деформационных дефектов, фазовый состав и т. д.) и определяет механические и пластические свойства материала.

Цель данной работы исследовать влияние дефектной и зеренной структуры, создаваемой при термомеханических обработках, на фазовый состав и нанотвердость поверхностного слоя аустенитной нержавеющей стали 01Х17Н13М3, формируемые при ионно-плазменном упрочнении в смеси газов аргона, азота и ацетилена.

Материалы и методы исследования. Две партии закаленных заготовок стабильной аустенитной стали 01Х17Н13М3 (Fe-16,8Cr-13,3Ni-2,7Mo-1,7Mn-0,6Si-0,01C масс. %) подвергали плоской прокатке при комнатной температуре до степени осадки ε≈80% и ε≈40%. Дальнейшие исследования первой партии образцов проводили в состоянии прокатки до 80% (Режим 1 – Р1). Прокатанные до 40% заготовки отжигали в среде инертного газа в течение 5 ч при температуре T=1050°С (Режим 2 – Р2) с охлаждением в воду. Ионно-плазменную обработку (ИПО) образцов Р1 и Р2 осуществляли при температуре T=540 °С в течение 12 часов в смеси газов Ar(70%) + N_2(25%) + C_2H_2(5%) при давлении P=300 Па. Микроструктуру образцов стали исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии (микроскоп JEM 2100) и оптической микроскопии (микроскоп Altami MET 1C). Наноиндентирование образцов осуществляли с использованием нанотвердомера CSEM Nano Hardness Tester с помощью индентора Виккерса при нагрузке 3 мН. Рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализ образцов был проведен на дифрактометре ДРОН-7 в Co-Kα-излучении.

Экспериментальные результаты. На рисунке 1 представлены изображения микроструктуры стали после обработки по режиму 1 (а) и по режиму 2 (б). Прокаткой по режиму 1 в стали была сформирована высоконеравновесная разориентированная зеренно-субзеренная структура (средний размер элементов D=330±190 нм) с высокой плотностью дефектов кристаллического строения: высокоугловых и малоугловых границ, субграниц, двойников, дислокаций (ρ=3,70×10^{14} м$^{-2}$). Отжиг стальных образцов по режиму 2 способствовал формированию равновесной крупнозернистой структуры со средним размером зерна d=70±18 мкм и плотностью дислокаций, меньшей на порядок, чем для режима 1 (ρ=1,65×10^{13} м$^{-2}$).

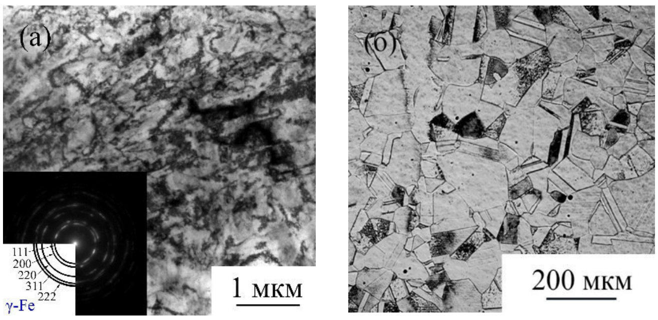


Рис.1. Электронно-микроскопическое (а) и оптическое (б) изображения структуры стали после обработок по режиму 1 и режиму 2 соответственно

На рисунке 2 (а, б) представлены рентгенограммы для стали после термомеханических обработок по режиму 1 и 2 и ионно-плазменной обработки. Независимо от режима термомеханической обработки, в исходном состоянии образцы имеют аустенитную структуру с параметром решетки аустенита a=0,3596±0,0002 нм. Рентгенограммы для Р1 и Р2 образцов, подвергнутых ИПО свидетельствуют о фазовых превращениях, происходящих в поверхностном слое – образуется гетерофазный композиционный слой состоящий из легированного азотом и углеродом аустенита, небольшой доли феррита с твердорастворным упрочнением, а также нитридов и карбонитридов различного состава Cr(N,C), Fe_4(N,C). Для образцов с зеренно-субзеренной структурой (Р1) наблюдали сильные отражения (с высокой интенсивностью) от нитрида хрома с параметром решетки a=0,4111–0,4181 нм. Для крупнозернистых образцов отражения от частиц Cr(N,C) имеют меньшую интенсивность, однако присутствуют сильные линии от нитрида $Fe_4(N,C)$ (a=0,3774–0,3788 нм). Образование феррита и фазы Cr(N,C) связано с тем, что температура ИПО превышала 450 °C, что способствовало частичному распаду легированного аустенита, для зеренно-субзеренной структуры наличие высокой плотности дефектов и границ зерен служило дополнительной движущей силой для реализации этого фазового превращения.

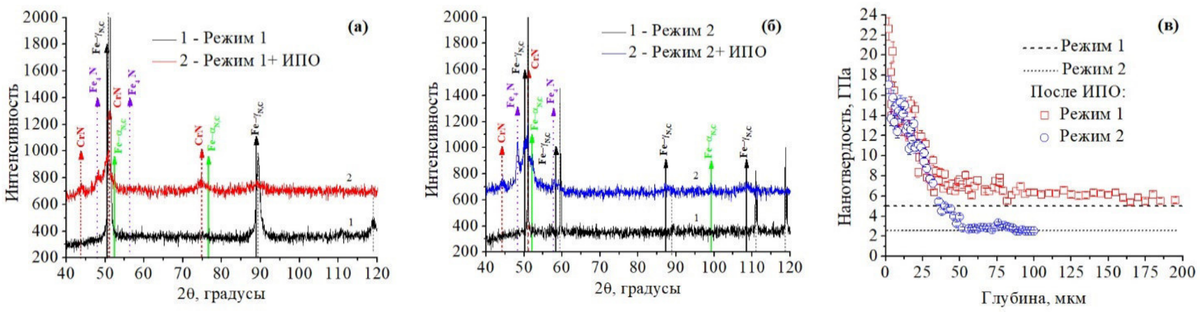


Рис.2. Рентгенограммы для стали до и после ИПО: (а) – режим 1, (б) – режим 2. Профили распределения нанотвердости (в) по глубине образцов после ИПО

На рентгенограммах также наблюдали снижение интенсивности, уширение и смещение пиков легированного азотом и углеродом аустенита относительно положения исходных пиков (до ИПО). Смещение пиков и их уширение происходит из-за изменения параметра решетки этой фазы. В большей степени это проявляется для крупнозернистых образцов, параметр решетки аустенита находится в интервале a=0,3653–0,3674 нм, для образцов с зеренно-субзеренной структурой значение меньше и составляет a=0,3617–0,3621 нм. Эти экспериментальные данные свидетельствуют в пользу того, что диффузия азота и углерода в зеренно-субзеренной структуре происходит преимущественно по многочисленным (суб)границам и дефектам кристаллического строения с образованием дисперсных нитридов и карбонитридов, тогда как для крупнозернистой структуры с малой долей зеренных границ диффузия происходит по телу зерен с преимущественным образованием твердого раствора азота и углерода в аустените и нитрида Fe_4N.

В результате ИПО Р1 и Р2 образцов образуется упрочненный композиционный слой толщиной ≈18-25 мкм (рис. 2в). Поверхностные композиционные слои обладают высокими значениями нанотвердости, однако для Р1 образцов значения выше (23 ГПа) по сравнению с Р2 образцами (17 ГПа). Профили распределения нанотвердости по глубине изменяются нелинейно вдоль поперечного сечения образцов от поверхности к центру (рис. 2в). Распределение нанотвердости по глубине в значительной степени зависит от исходной микроструктуры стальных образцов и фазового состава после ИПО. Р1 образцы имеют тонкий (≈5 мкм) упрочненный слой с высокими значениями нанотвердости. Для крупнозернистых образцов значения нанотвердости упрочненного слоя (до ≈25 мкм) соответствуют таковым для Р1 образцов с после ≈5 мкм. Для Р1 образцов характерна более протяженная зона диффузионного насыщения (до ≈150 мкм) по сравнению с Р2 образцами, для которых диффузионная зона достигает ≈55 мкм.

Заключение. Ионно-плазменное насыщение стальных образцов с зеренно-субзеренной и крупнозернистой структурой способствует поверхностному упрочнению и образованию неодородного композиционного слоя толщиной ≈ 18-25 мкм. Различия в исходной структуре образцов оказывают значительное влияние на нанотвердость и фазовый состав образцов после ионно-плазменной обработки. Фазовый состав упрочненных слоев состоит из легированных азотом и углеродом аустенита и феррита, а также карбонитридов различного состава.

АНАЛИЗ УПРУГО-НАПРЯЖЕННОГО СОСТОЯНИЯ ДИСКЛИНАЦИОННЫХ КОНФИГУРАЦИЙ ГРАНИЦ В НАНОКРИСТАЛЛАХ

Д.С. Зайцев, И.И. Суханов
Научный руководитель: профессор, д. ф.-м. н. А.Н. Тюменцев
Национальный исследовательский Томский Государственный университет,
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: deserza@gmail.com

ANALYSIS OF THE ELASTICALLY STRESSED STATE OF DISCLINATION CONFIGURATIONS IN NANOCRYSTALS

D.S. Zaytsev, I.I. Sukhanov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.N. Tyumentsev
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 36, 634050
E-mail: deserza@gmail.com

Abstract. *Equidistance and exponential disclination models of grain boundaries in crystals are considered. The estimate of the energy of the configurations based on the calculations in a wide range of values of the bending-torsion tensor 0,002…0,010 rad/nm was obtained. It's shown that the energy of the equidistant model is slightly higher than the exponential one, it indicates the stability of the exponential model*.

Введение. В настоящее время одним из перспективных направлений физики прочности и пластичности является изучение нанокристаллических материалов. Наличие в таких материалах уникальных физико-механических свойств во многом определяются особенностями формирующихся в них неравновесных структурных состояний. Такие дефектные структуры с учетом их масштабного фактора следует описывать в рамках дисклинационных методов и подходов.

Известно, что ключевым элементом дефектной структуры являются границы зерен [1]. Именно они во многом определяют важнейшие свойства металла как прочность и пластичность. Особый интерес представляют неравновесные границы зерен в нанокристаллических материалах. Несмотря на достаточное количество экспериментальных данных к настоящему времени имеется небольшое число работ, посвященных теоретическому исследованию таких неравновесных структурных состояний. В данной работе на основе электронно-микроскопического анализа [2] проведено моделирование и аналитическое исследование особенностей неравновесных границ зерен дисклинационного типа в нанокристаллических материалах.

Материалы и методы исследования. Вычислительный эксперимент проводился в программной среде Maple 17. Упругие свойства моделируемой среды характеризовались модулями упругости чистого никеля (E=204 ГПа G=79 Гпа, где E – модуль Юнга, G – модуль сдвига). В рамках континуального метода рассматривались дисклинационные конфигурации одного знака, носителем заряда в которых является частичная клиновая дисклинация. Для моделирования полей напряжения и энергии использовался явный вид компонентов тензора напряжений [1].

Результаты. В данной работе рассматривались две схемы распределения дисклинационного заряда, которые описывают структуру границ нанозерен. В первой дисклинационной конфигурации расположение дефектов имело эквидистантный характер, при котором расстояние между двумя соседними дисклинациями постоянно (рис 1 а). Во второй конфигурации расстояние между дисклинациями носило нерегулярных характер, подчиняющийся экспоненциальному закону (рис 1 б). Мощность дисклинаций зависела только от их количества N как $\omega_i = \frac{\Omega}{N}$. Размеры плоских скоплений не превышали размера нанозерна R=100нм.

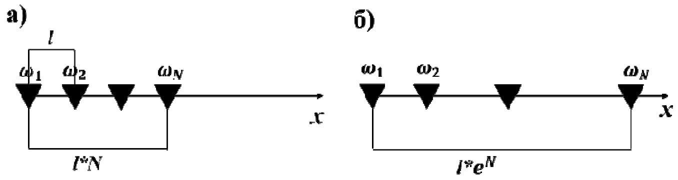
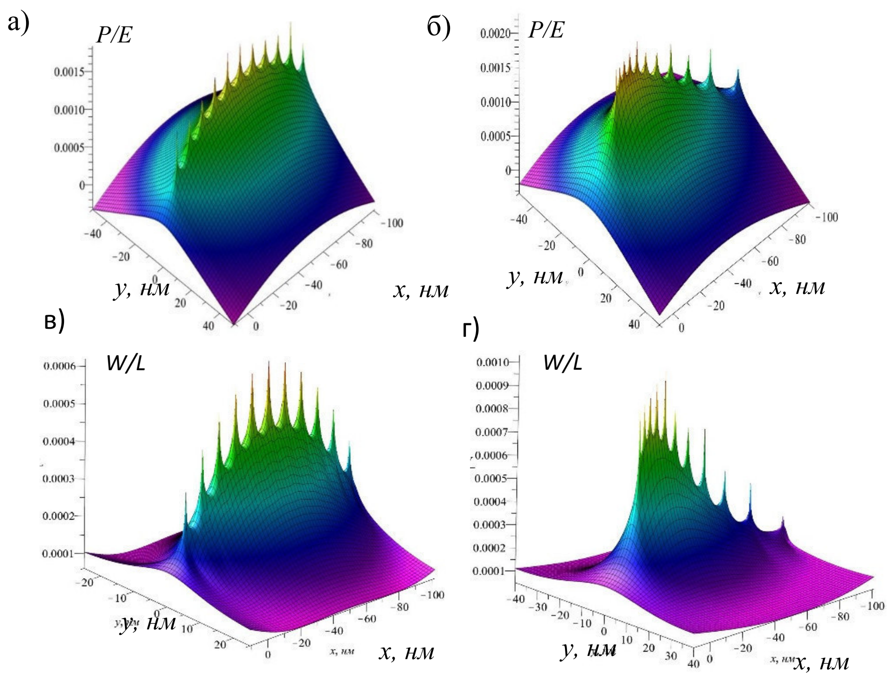


Рис 1. Схемы дисклинационных конфигураций: эквидистантная (а), экспоненциальная (б)

На основе анализа полей напряжений было выявлено, что поля напряжений преимущественно локализованы в плоскости залегания дисклинаций (рис. 2 а, б). В случае равномерного распределения заряда благодаря суперпозиции полей напряжений максимальные значения давления достигаются в центре дисклинационной конфигурации и составляют $P \approx E/550$ (рис. 2 а). В свою очередь в экспоненциальной дисклинационной схеме, характеризующейся неравномерным распределением дисклинаций, значительная часть напряжений локализована в области с максимальной плотностью дисклинационного заряда $P \approx E/260$ (рис. 2 б). Рассматриваемые конфигурации являются нескомпенсированными, так как они состоят из дисклинаций одного знака, и в них не наблюдается релаксации полей напряжений на всем размере зерна.

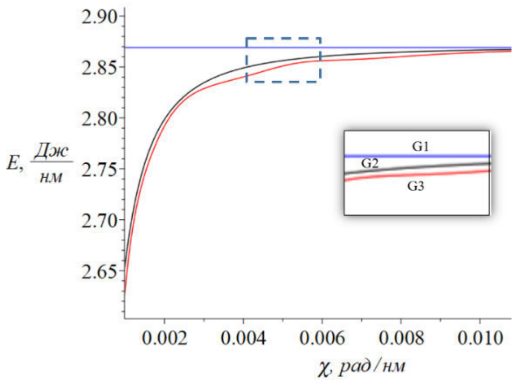


Количество дисклинаций N=11, вектор Франка ω≈1/11°.

Рис. 2. Пространственное распределение полей напряжений и удельной упругой энергии эквидистантной (а, в) и экспоненциальной конфигурации (б, г)

Исследование пространственного распределения упругой энергии показало, что большая часть энергии сконцентрирована вблизи линий дефектов дисклинационного типа (рис. 2). В отличие от эквидистантного случая, в экспоненциальном особенности суперпозиции полей напряжений обеспечивают высокую плотность упругой энергии в области высокой плотности дисклинаций (рис. 2 г). Эта особенность отражается в том, что энергия экспоненциальной конфигурации несколько выше энергии эквидистантной в широком интервале значений тензора изгиба-кручения (рис. 3).

Следует отметить, что в обоих конфигурациях в случае сильного увеличения расстояния между дисклинациями ($\chi \to 0$) доля обменного взаимодействия (суперпозиция) уменьшается, что приводит к вырождению этих конфигураций в систему индивидуальных невзаимодействующих дисклинаций. А в случае увеличения плотности дисклинационного заряда ($\chi \to +\infty$) проявляется асимптотическое стремление общей энергии конфигураций к энергии дисклинации с вектором Франка $\omega \approx 1°$.



G1 – энергия клиновой дисклинации с вектором Франка $\omega = 1°$, G2 – график энергии для экспоненциальная конфигурации, G3 – график энергии для эквидистантная конфигурации.

Рис. 3. Сравнение энергий дисклинационных конфигураций в зависимости от величины компоненты тензора изгиба-кручения

Заключение. При исследовании упруго-напряженного состояния дисклинационных конфигураций, моделирующих границы в нанокристаллических материалах, выявлены особенности пространственного распределения полей напряжений. На основе проведенных вычислений была получена оценка энергий двух конфигураций в широком интервале значений тензора изгиба-кручения 0,002…0,010 рад/нм, которая показала, что энергия эквидистантной модели немного выше экспоненциальной, что свидетельствует об устойчивости эквидистантной модели.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №17-19-01374).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Владимиров В. И. Дисклинации в кристаллах / В.И. Владимиров, А.Е. Романов // – Л.: наука, 1986. – 223 с.
2. Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А., Коротаев А.Д., Денисов К.И. Эволюция кривизны кристаллической решетки в металлических материалах на мезо- и наноструктурном уровнях пластической деформации // Физическая мезомеханика. – 2013. – Т. 16, № 3. – С. 63–79.

ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАЗМЫ НА ПОВЕРХНОСТНУЮ СТРУКТУРУ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ ПОЛИМОЛОЧНОЙ КИСЛОТЫ

Н.М. Иванова, Е.О. Филиппова
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. В.Ф. Пичугин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: ivanovanina91@mail.ru

INFLUENCE OF LOW-TEMPERATURE PLASMA ON THE SURFACE STRUCTURE OF FILMS ON THE BASIS OF POLYLACTIC ACID

N.M. Ivanova, E.O. Filippova
Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.F. Pichugin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: ivanovanina91@mail.ru

Abstract. *The effect of low-temperature plasma (exposure time 30, 60 and 90 s) on the surface of films based on polylactic acid was investigated in this work. Films poured from a solution into a Petri dish have topographically different sides: more relief - external side and smooth internal one. This is reflected in the roughness parameters: Ra of the internal side is 4.9 nm, and Ra of the outer side is 7.4 nm. Treatment with low-temperature atmospheric plasma for 30 seconds leads to a decrease in roughness.*

Введение. Полимолочная кислота (*ПМК*) является одним из широко применяемых биоразлагаемых и биосовместимых материалов в медицине: в качестве костных пластинок, рассасывающегося шовного материала, скэффолдов, имплантатов для восстановления тканей [1-3]. На сегодняшний день *ПМК* рассматривается в роли кератоимплантата для лечения буллезной кератопатии. В основе заболевания лежит повреждение эндотелиального слоя роговицы, гидратация стромы, как следствие, нарушение прозрачности роговой оболочки и снижение зрения [4].

Важнейшей характеристикой имплантируемых медицинских изделий является их стерильность. Одним из перспективных методов, позволяющих осуществлять стерилизацию полимеров без изменения их объемных характеристик и применения токсических веществ является низкотемпературная плазма [6]. Однако стерилизация плазмой может повлиять на поверхность материала, и привести к изменению физико-химических и поверхностных характеристик пленок на основе *ПМК* [5].

Целью настоящей работы является получение данных о влиянии низкотемпературной плазмы на изменение поверхностных свойств, топографию поверхности пленок на основе полимолочной кислоты.

Материалы и методы исследования. Для получения исходных пленок был использован 1% -й раствор полимолочной кислоты с молекулярным весом, M_w=121000 г/моль (PURASORB, Нидерланды) в трихлорметане ($CHCl_3$) (Экрос, Россия), который разливали по чашкам Петри в количестве (10±1)грамм. После полного испарения растворителя, пленки помещались в вакуум на 24 часа (давление 10^{-3} Торр, температура 25°C).

Толщина пленок измерялась с помощью оптиметра «ИКВ-3» и составила (20,0±0,1) мкм.

Модификация и стерилизация поверхности проводилась с помощью экспериментальной установки атмосферной низкотемпературной плазмы (ТПУ). Обработка пленок из ПМК производилась в следующем режиме: частота - 5 кГц, напряжения импульса - 25 кВ, плотность мощности - 2 Вт/см2. Время обработки: 30,60 и 90 секунд.

Исследование топографии поверхности пленок проводилось с помощью атомно-силового микроскопа (АСМ) «Solver-HV» (NT-MDT, Россия) в полуконтактном режиме работы. Область сканирования составила 30х30мкм. Обработка полученных результатов АСМ-измерений осуществлялась с использованием программы Gwyddion 2.47 согласно ГОСТ 2789–73.

Результаты. Исследование поверхности образцов методом атомно-силовой микроскопии проводили с двух сторон: внутренней (контакт с Чашкой Петри) и внешней (контакт с атмосферой). Согласно полученным данным таблицы 1, внутренняя сторона поверхности исходных пленок менее шероховатая по сравнению с внешней, что обусловлено методикой получения. Анализ данных представленных в таблице 1, показывает, что воздействие плазмой в течение 30 секунд приводит к уменьшению средней шероховатости обеих сторон. Среднеквадратичная шероховатость внешней стороны пленок (Rq) уменьшается с 7,4 нм до 3,4нм, а образцы обладает левосторонней асимметрией (R_{sk}). Увеличение времени воздействия до 90 секунд приводит к резкому увеличению средней шероховатости до 18нм.

Анализ АСМ изображений (рис.1) показывает, что увеличение шероховатости происходит из–за увеличения отдельных микрометрических структур с увеличением времени обработки плазмой, что связано с модификацией поверхности плазменным травлением.

Таблица 1

Параметры шероховатости поверхности пленок ПМК, полученные методом атомно-силовой микроскопии в области сканирования 30х30мкм^2

Параметры	Обозначение / размерность	Образцы/ время обработки плазмой							
		Исходные		30 секунд		60 секунд		90 секунд	
		Внутренняя сторона	Внешняя сторона	Внутренняя сторона	Внешняя сторона	Внутренняя сторона	Внешняя сторона	Внутренняя сторона	Внешняя сторона
Средняя шероховатость	(R_a): нм	4,9 ± 2,0	7,4 ± 3,0	1,3 ± 0,2	3,4 ± 1,1	3,0 ± 1,0	12,1 ± 3,4	14,9 ± 5,0	18,0 ± 9,0
Средне-квадратичная шероховатость	(R_q): нм	7,0 ± 3,1	11,5 ± 5,0	1,8 ± 0,4	6,3 ± 2,4	4,5 ± 1,5	21,4 ± 8,1	20,6 ± 8,9	35,9 ± 18,2
Коэффициент асимметрии	(R_{sk}):	-0,09	-0,54	-0,13	-0,01	-0,26	-0,13	-0,52	-0,57

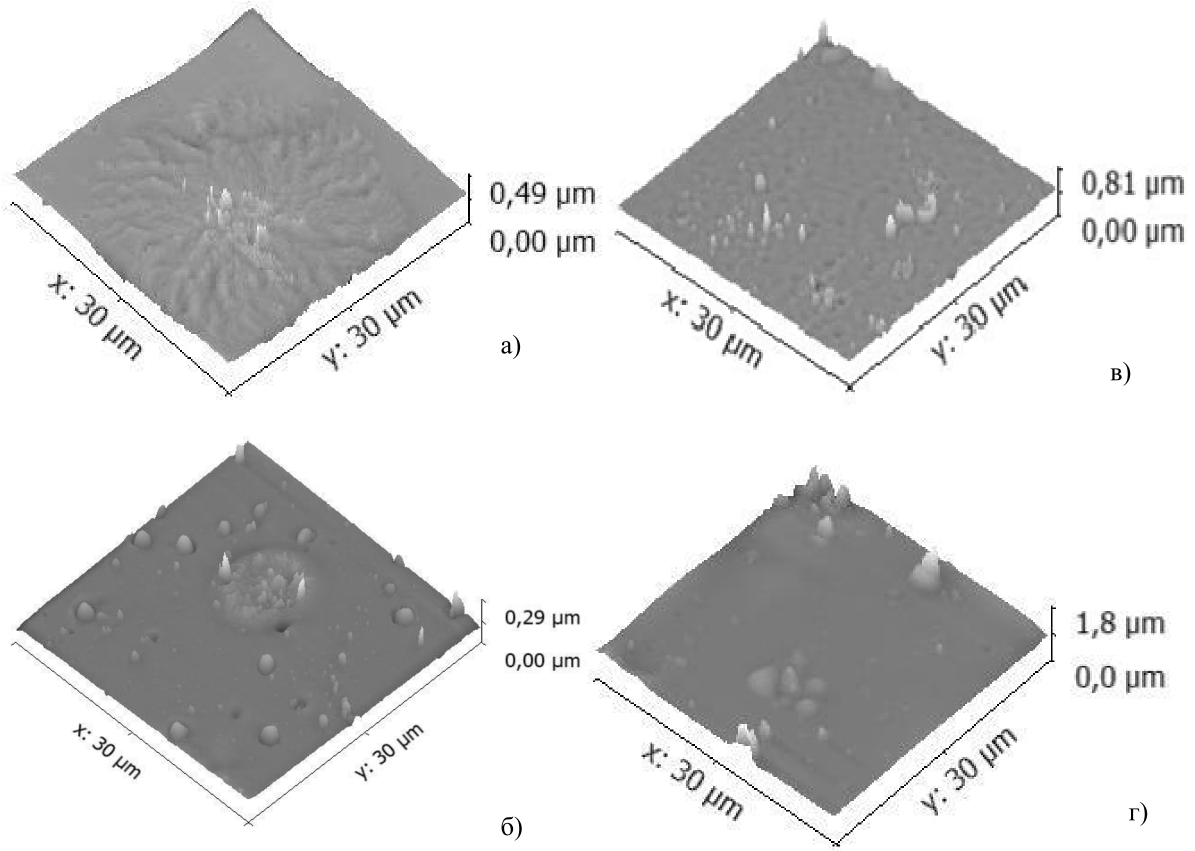


Рис. 1. АСМ изображения а) исходный образец, б) плазма 30 сек, в) плазма 60 сек г) плазма 90 сек

Заключение. Таким образом, стерилизация низкотемпературной плазмой атмосферного давления на пленки на основе ПМК в режиме в течении 30 секунд является приемлемой для пленок ПМК.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lopes M. S., Jardini A. L., Maciel Filho R. Poly (lactic acid) production for tissue engineering applications // Procedia Engineering. – 2012. – V. 42. – P. 1402-1413.
2. Sangsanoh P., Waleetorncheepsawat S., Suwantong O., Wutticharoenmongkol P. In vitro biocompatibility of schwann cells on surfaces of biocompatible polymeric electrospun fibrous and solution-cast film scaffolds // Biomacromolecules. – 2007. – V. 8. – № 5, – P. 1587 – 1594.
3. Ramot Y., Haim-Zada M., Domb A. J., Nyska A. Biocompatibility and safety of PLA and its copolymers // Advanced drug delivery reviews. – 2016. – V. 107. P.153 – 162.
4. Каарова Е. А. и др. Клиническая эффективность персонализированной клеточной терапии заболеваний эндотелия роговицы //Катарактальная и рефракционная хирургия. – 2011. – V. 11. – №. 2. – P. 45-49.
5. Chu P. K. et al. Plasma-surface modification of biomaterials // Materials Science and Engineering: R: Reports. – 2002. – V. 36. – №. 5. – P. 143-206.

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ МИКРОДУГОВЫХ СТРОНЦИЙ-КРЕМНИЙ-СОДЕРЖАЩИХ КАЛЬЦИЙ-ФОСФАТНЫХ ПОКРЫТИЙ

Я.О. Иващенко[1], Е.А. Казанцева[1], Е.Г. Комарова[2]
Научный руководитель: к.т.н. Е.Г. Комарова[2]
[1]Томский государственный университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, пр. Академический 2/4, 634055
E-mail: yanaivashchenko16@gmail.com

STUDY OF MICROSTRUCTURE OF MICRO-ARC SRTONTIUM-SILICON-CONTAINING CALCIUM PHOSPHATE COATINGS

Ya.O. Ivachschenko[1], E.A. Kazanceva[1], E.G. Komarova[2]
Scientific Supervisor: Ph.D. E.G. Komarova[2]
[1]Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, 2/4 Academicheskii pr., 634055
E-mail: yanaivashchenko16@gmail.com

Abstract. *The variation of the microstructure of the micro-arc Sr-Si-containing CaP biocoatings in dependence on the applied voltage were studied. With increasing of the voltage from 200 to 400 V the microstructure of the coatings transformed from the amorphous state to the amorphous-crystalline state with incorporation of the monocrystalline phases of α-$Ca_2P_2O_7$, β-$Ca_2P_2O_7$, $CaHPO_4$, TiO_2 anatase and rutile.*

Введение. Существуют различные методы модификации поверхности имплантатов с целью улучшения их биологических свойств. Перспективным методом модифицирования поверхности металлических имплантатов является метод микродугового оксидирования (МДО), который позволяет получать покрытия на основе кальцийфосфатных (КФ) соединений с широким спектром физико-химических свойств. Остеогенная активность КФ покрытий может быть улучшена за счет включения определенных элементов, таких как стронций (Sr) и кремний (Si), которые играют важную роль в адгезии, росте и дифференцировке остеогенных клеток [1]. В работе [2] показано, что покрытие с одновременным включением Sr и Si усиливает пролиферацию и дифференцировку остеобластов по сравнению с покрытиями, содержащими только Sr или Si. Целью работы было исследование микроструктуры микродуговых стронций-кремний-содержащих кальций-фосфатных (Sr-Si-КФ) покрытий.

Экспериментальная часть. Синтез Sr-Si-КФ покрытий проводили методом МДО на установке MicroArc–3.0 на образцы из титана марки ВТ1-0 при условиях, описанных в работе [3]. Основным электрофизическим параметром, влияющим на изменение структуры и свойств покрытий, является величина приложенного напряжения, поэтому в работе варьировали импульсное напряжение в диапазоне 200–400 В. Исследования микроструктуры покрытий проводили на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ, JEM-2100 JEOL) с приставкой для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС, INCA). Для этого были получены серии реплик, содержащих дисперсный порошок покрытий.

Результаты. На рис. 1 приведены светлопольные и темнопольные ПЭМ-изображения микроструктуры Sr-Si-КФ покрытий, полученных при различных приложенных напряжениях МДО, и соответствующие им микродифракцинные (МД) картины. Исследования показали, что Sr-Si-КФ покрытия, полученные при низких напряжениях 200-250 В, имеют аморфную микроструктуру. Об этом свидетельствуют МД картины фрагментов данных покрытий, содержащие до четырех диффузных гало, соответствующих аморфным КФ соединениям (рис. 1 б).

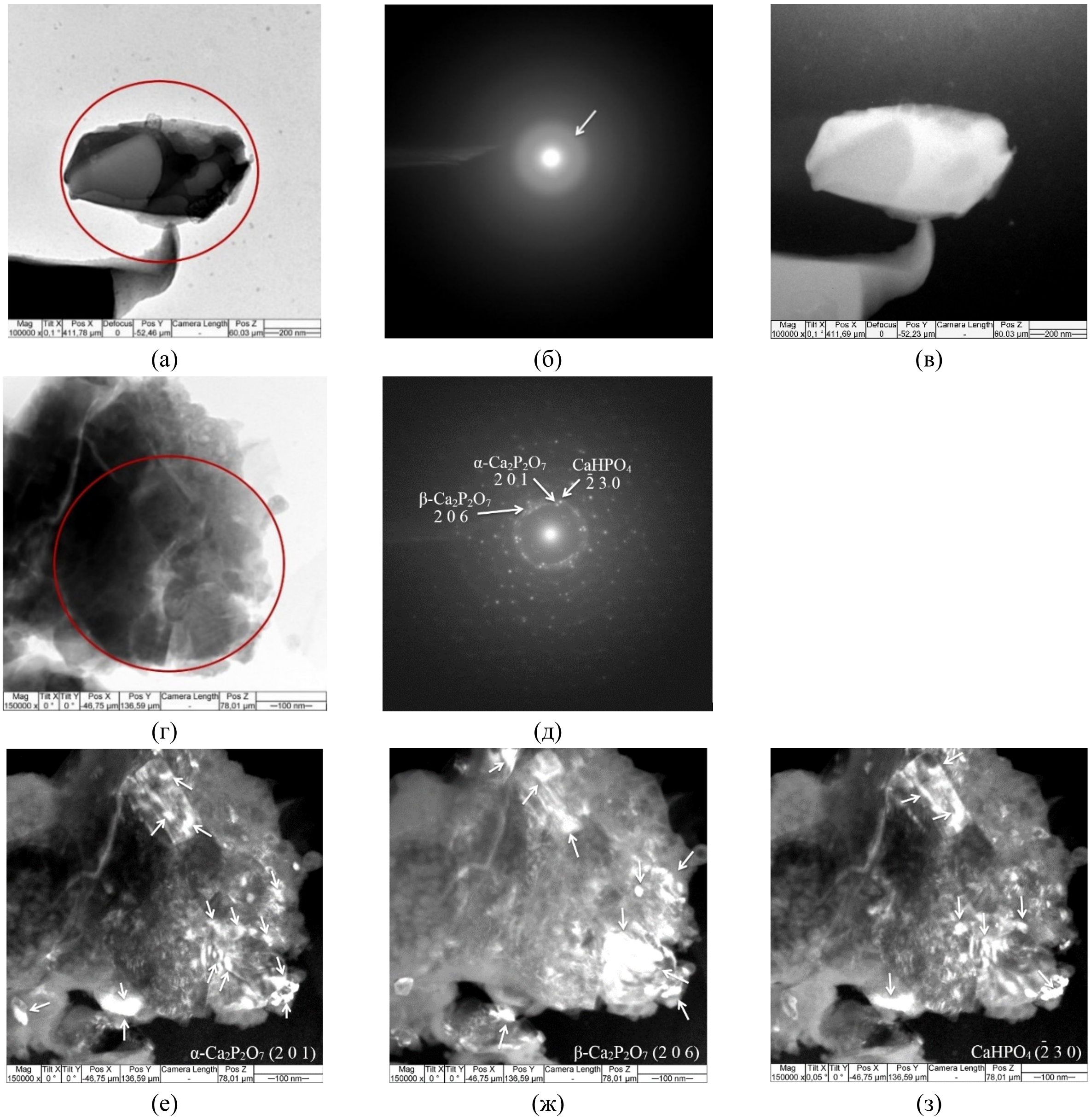


Рис. 1. – Светлопольные (а, г) и темнопольные (в, е, ж, з) ПЭМ-изображения и МД картины фрагментов (б, д) Sr-Si-КФ покрытий, нанесенных при напряжениях 200 В (а-в) и 400 В (г-з). (С выделенных областей получены МД картины)

С повышением приложенного напряжения до 400 В в покрытиях происходит трансформация микроструктуры до аморфно-кристаллического состояния. На МД картинах покрытий, нанесенных при высоких напряжениях, наряду с диффузными гало наблюдаются многочисленные точечно-кольцевые рефлексы (рис. 1 д). Индицирование МД картины показало присутствие в покрытиях следующих фаз: α-$Ca_2P_2O_7$ с орторомбической решеткой (JCPDS стандарт № 09-0345); β-$Ca_2P_2O_7$ с тетрагональной решеткой (JCPDS стандарт № 09-0346); $CaHPO_4$ с триклинной решеткой (JCPDS стандарт № 09-0080), TiO_2 в модификациях анатаз (JCPDS стандарт № 21-1272) и рутил (JCPDS стандарт № 21-1276), кристаллизующиеся в тетрагональной сингонии.

Количественное содержание элементов в фрагментах Sr-Si-КФ покрытий, полученных при различных приложенных напряжениях, представлено в таблице 1. Из таблицы видно, что с повышением напряжения концентрация Ca увеличивается, Ti – уменьшается, а O, P, Sr и Si – не изменяется. Такое поведение связано с тем, что при высоких напряжениях увеличивается интенсивность микроплазменных разрядов, повышается температура электролита и скорость роста покрытий. Это приводит к осаждению в покрытие также и слабо растворенные дисперсные Ca-содержащих соединения. Повышение количества Ca в покрытиях приводит к увеличению отношения $Ca/P_{ат}$ от 0,3 до 0,7.

Таблица 1

Элементный состав Sr-Si-КФ покрытий

Элемент	Содержание элементов в покрытии в зависимости от напряжения МДО, ат.%		
	200 В	300 В	400 В
O Kα	73,8 ± 1,3	75,5 ± 2,1	71,6 ± 3,3
P Kα	15,9 ± 0,7	12,9 ± 0,2	16,6 ± 0,2
Ca Kα	4,0 ± 2,3	7,9 ± 1,6	10,4 ± 1,6
Ti Kα	5,3 ± 0,5	2,9 ± 0,6	0,5 ± 0,0
Sr Kα	0,4 ± 0,1	0,3 ± 0,0	0,5 ± 0,1
Si Kα	0,6 ± 0,1	0,5 ± 0,1	0,4 ± 0,0
Ca/P	0,3	0,6	0,7

Заключение. Установлено, что с повышением приложенного напряжения МДО в Sr-Si-КФ покрытиях происходит структурно-фазовое превращение аморфное-состояние → аморфно-кристаллическое состояние с содержанием нанокристаллических фаз α-$Ca_2P_2O_7$, β-$Ca_2P_2O_7$, $CaHPO_4$ и TiO_2 в модификациях анатаз и рутил. При этом в покрытиях увеличивается соотношение $Ca/P_{ат}$ от 0,3 до 0,7.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 гг., направление III.23.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Geng Z., Wang R., Zhuo X., Li Z., Huang Yo., Ma L., Cui Zh., Zhu Sh., Liang Ya., Liu Yu., Bao H., Li X., Huo Q., Liu Zh., Yang X. Incorporation of silver and strontium in hydroxyapatite coating on titanium surface for enhanced antibacterial and biological properties // Materials Science and Engineering C. – 2017. – № 71. – P. 852–861.
2. Huang Yo., Shen X., Qiao H., Yang H., Zhang H., Liu Y., Yang H. Biofunctional Sr- and Si-loaded titania nanotube coating of Ti surface by anodization-hydrothermal process // International Journal of Nanomedicine. – 2018. – № 13. – P. 633 – 640.
3. Komarova E.G., Sedelnikova M.B., Kazanceva E.A., Sharkeev Y.P. Effect of micro-arc oxidation time and applied voltage on formation of strontium- and silicon-incorporated biocoatings // IOP Journal of Physics: Conference Series. – 2018. – V. 1115. – P. 032074 (7).

РАЗРАБОТКА ТРЕХМЕРНОЙ МОДЕЛИ НИЖНЕЙ КОНЕЧНОСТИ НА ОСНОВЕ DICOM ДАННЫХ

А.А. Исмаилова, М.С. Шкурупий, Ю.М. Черепенников
Научный руководитель: к.ф.-м.н. С.Г. Стучебров
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: aai40@tpu.ru

HUMAN LEG 3D-MODEL CREATION BASED ON DICOM DATA

A.A. Ismailova, M.S. Shkurupii, U.M. Cherepennikov
Scientific Supervisor: PhD S.G. Stuchebrov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Avenue, 30, 634050
E-mail: aai40@tpu.ru

Abstract. *This paper describes the process of creating a three-dimensional model of various biological human tissues for the further creation of an anthropomorphic dosimetric phantom of the human leg. The authors proposed a method for simulate human tissues based on tomographic data obtained during CT imaging of the patient. The paper presents the results of creating 3D models of human fat, muscle, bone tissues, and skin that can be used for 3D printing.*

Введение. В настоящее время существует множество методов по борьбе с различными видами онкологических заболеваний, к таким методам относятся: хирургический метод, химиотерапия, гормональное лечение, иммунотерапия, а также лучевая терапия [1]. Основной задачей лучевой терапии является оптимизация параметров облучения с целью доставки максимальной дозы к патологическому очагу и минимизация дозы на здоровые окружающие ткани [2]. Повышению точности доставки дозы будет способствовать применение экспериментального метода планирования лучевой терапии, включающего в себя использование индивидуальных дозиметрических фантомов, изготовленных из тканеэквивалентных материалов, а также учитывающих анатомические особенности, локализацию и форму опухоли конкретного пациента. В работе [3] предложен способ изготовления таких фантомов с помощью технологий трехмерной печати. Для этого необходимо создать цифровую модель фантома, пригодную для работы с установками трехмерной печати [4]. Таким образом, целью данного исследования является создание трехмерной модели нижней конечности человека на основе томографических данных конкретного пациента в формате STL, пригодном для изготовления изделий методами трехмерной печати.

Материалы и методы. На первом этапе работы на медицинском компьютерном томографе Siemens Somatom Emotion были получены томографические данные нижней конечности человека с опухолевым очагом, расположенном в толще мышц [5]. Томографические данные были представлены в формате DICOM [6], использующимся для создания, хранения, передачи и визуализации медицинских изображений [7]. После чего полученные КТ-снимки были обработаны с помощью программного обеспечения InVesalius3.0 [8], которое позволяет создать трехмерную модель объекта. На заключительном этапе работы была проведена дополнительная обработка полученных моделей в графическом программном обеспечении AdobeMeshmixer, позволяющем скорректировать артефакты и сделать модель пригодной для трехмерной печати [9].

Результаты и обсуждения. Принимая во внимание тот факт, что предложенный индивидуальный дозиметрический фантом должен поглощать дозу аналогично реальному объекту, необходимо создать составную модель, позволяющую имитировать биологические ткани разными материалами при печати [10]. Для рассматриваемого объема томографических данных в программе InVesalius 3.0 были созданы трехмерные модели кожи и жировой, мышечной, костной тканей человека (рисунок 1), путем выделения соответствующего диапазона КТ-индексов, т.е. наложения на изображения так называемых масок.

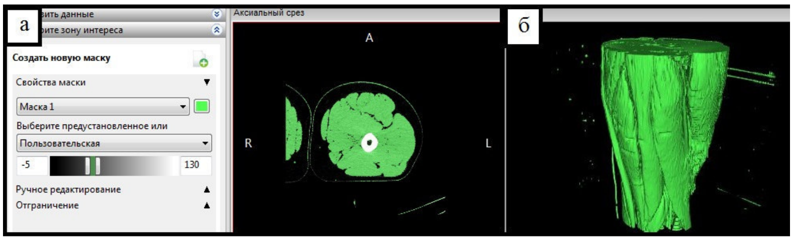


Рис. 1. Процесс обработки томографических данных в программе InVesalius 3.0: а) создание маски мышечной ткани; б) внешний вид полученной 3D-модели мышечной ткани

3D-модели разных биологических тканей, полученные в программе InVesalius 3.0, не пригодны для изготовления моделей методами трехмерной печати, так как имеют ряд дефектов в виде шероховатой поверхности и наличия дополнительных включений [9].

Для исключения подобных недостатков была проведена дополнительная обработка полученных трехмерных моделей с помощью программного обеспечения AdobeMeshmixer. В данном программном обеспечении содержится ряд инструментов, позволяющих сглаживать шероховатости или удалять лишние объекты, а также сохранять анатомические сквозные отверстия. На рисунке 2 представлен процесс редактирования на примере трехмерной модели кости человека.

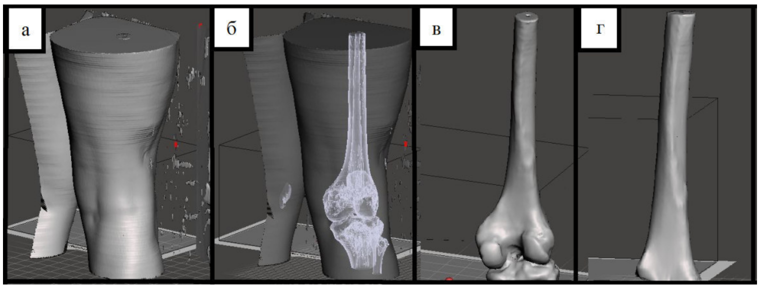


Рис. 2. Процесс редактирования 3D-модели в программе AdobeMeshmixer: а) 3D-модель нижней конечности; б) выделение кости; в) исходная и г) отредактированная 3D-модели кости

После обработки в программе AdobeMeshmixer были получены трехмерные модели, пригодные для изготовления изделий методами трехмерной печати (рисунок 3).

Из рисунка 3, г видно, что даже дополнительное редактирование трехмерной модели кожного покрова является недостаточным для устранения всех артефактов, обусловленных маленькой толщиной кожи и наличием множества сосудов, проходящих в слое эпидермиса. В дальнейшем необходимо провести ряд дополнительных исследований по созданию трехмерной модели кожного покрова человека.

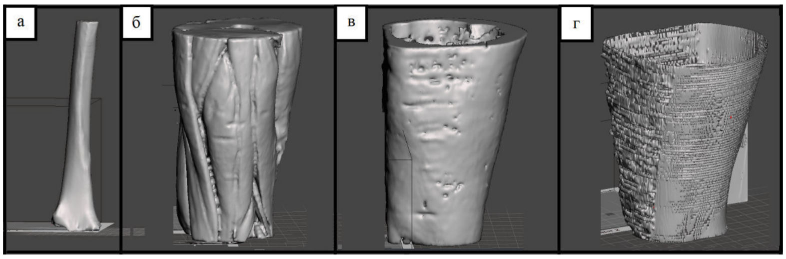


Рис.3. 3D-модели полученные в программе AdobeMeshmixer для: а) костной ткани; б) мышечной ткани; в) жировой ткани; г) кожи

Заключение. В рамках работы были обработаны томографические данные нижней конечности человека с опухолевым очагом и созданы трехмерные модели костной, мышечной и жировой тканей, пригодные для устройств трехмерной печати. Показано, что для создания корректной модели кожного покрова необходимо провести дополнительные исследования по устранению артефактов модели. Продолжением настоящей работы станет создание трехмерных моделей других частей тела человека с целью изготовления индивидуальных дозиметрических фантомов методами трехмерной печати.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bernier J., Hall E. J., Giaccia A. Radiation oncology: a century of achievements //Nature Reviews Cancer. – 2004. – V. 4. – №. 9. – P. 737.
2. Molineu A. et al. Design and implementation of an anthropomorphic quality assurance phantom for intensity-modulated radiation therapy for the Radiation Therapy Oncology Group //International Journal of Radiation Oncology* Biology* Physics. – 2005. – V. 63. – №. 2. – P. 577-583.
3. Красных А. А. и др. Разработка способа экспериментальной верификации дозиметрического планирования лучевой терапии / /Сборник материалов XII Всероссийской конференции молодых ученых-онкологов, посвященной памяти академика РАМН Н.В. Васильева «Актуальные вопросы фундаментальной и клинической онкологии», 27–28 апреля 2017 г., г. Томск: Изд-во Том. ун-та, 2017. – 150 с.
4. Buynak M., Song L. K., Dufeau D. 3D Methods for Medical Education and Clinical Practice //The FASEB Journal. – 2017. – Т. 31. – №. 1_supplement. – С. 736.4-736.4.
5. SOMATOM Emotion 6/16 [Электронный ресурс] – Режим доступа: https://w5.siemens.com/web/ua/ru/medecine/detection_diagnosis/computed_tomography/multislice_ct/somatom_emotion/pages/emotion.aspx.
6. Suapang P., Dejhan K., Yimmun S. Medical image compression and DICOM-format image archive //ICCAS-SICE, 2009. – IEEE, 2009. – P. 1945-1949.
7. Grauer D., Cevidanes L. S. H., Proffit W. R. Working with DICOM craniofacial images //American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics. – 2009. – V. 136. – №. 3. – P. 460 - 470.
8. Martins T. et al. InVesalius: three-dimensional medical reconstruction software //Virtual and rapid manufacturing. – 2007. – P. 135-141.
9. Meshmixer [Электронный ресурс] – Режим доступа: http://www.meshmixer.com/.
10. Quach K. Y. et al. Measurement of radiotherapy X-ray skin dose on a chest wall phantom //Medical physics. – 2000. – V. 27. – №. 7. – P. 1676-1680.

ДИФФУЗИЯ ВОДОРОДА В ДВОЙНЫХ СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА

Е.А. Кабылкаков, И.С. Родионов

Научный руководитель: доцент, к.ф.м.н. А.А. Батурин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: kabdylkakov96@mail.ru

HYDROGEN DIFFUSION IN BINARY NICKEL TITANIUM ALLOYS

Y.A. Kabylkakov, I.S. Родионов

Scientific Supervisor: Cand. Phys.-Math. Sci. A.A. Baturin

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: kabdylkakov96@mail.ru

Abstract. *In electrolytic hydrogenated samples $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ and $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ investigated the distribution profiles of hydrogen using optical spectrometry of a radio-frequency glow discharge. Hydrogen diffusion coefficients D were calculated from the hydrogen distribution profile using the second Fick law. The values are D = (3.0 ± 0.2) 10^{-15} m^2/s and D == (9.0 ± 0.2) 10^{-15} m^2/s for $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ and $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$respectively. Comparison of these values suggests that the D in TiNi-based alloys depends on the structural phase state of these alloys.*

Введение. Двойные сплавы на основе TiNi способны поглощать большое количество водорода (до 40 ат.%) и являются кандидатами в качестве материалов для отрицательных электродов в NiMH-аккумуляторах [1]. Однако эти сплавы демонстрирует мартенситные превращения (МП), которые являются основой его уникальной памяти формы и свойств сверхэластичности и, которые используются во многих промышленных и медицинских приложениях [2]. При охлаждении TiNi фаза с кубической B2 структурой (аустенит) превращается в фазу с моноклинной структурой B19' (мартенсит) [3]. Известно, что тип кристаллической структуры может влиять на D [4]. Данные по величине D важны для оценки диффузионного распределения атомов водорода при длительном вылёживании образцов, так как показано, что водород подавляет МП в двойных сплавах с избытком никеля [5,6]. Для сплавов на основе TiNi в литературе нет единого мнения о величине D в аустенитной и мартенситной фазах [7,8].

Цель данной работы - определить коэффициент диффузии водорода в двойных сплавах на основе TiNi из профиля распределения водорода в мартенситной и аустенитной фазах.

Материалы и методы исследования. В качестве материалов для исследований выбраны сплавы следующих составов: $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$ (ат.%) и $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$ (ат.%), изготовленные МАТЕК СПФ (г. Москва). Образцы наводороживали электролитическим методом при комнатной температуре. В качестве электролита использовался водный раствор (0,9 NaCl). Плотность тока составляла 20 А/м^2. Абсолютную концентрацию водорода Н в образцах определяли с помощью анализатора водорода RHEN 602. Исходное содержание Н в образцах не превышало 10 wt. ppm, а сразу после наводороживания составляло 500 ±50 wt. ppm для образцов сплава $Ti_{50,8}Ni_{50,2}$ (ат.%) и 1000 ±50 wt. ppm для $Ti_{50,3}Ni_{50,7}$ (ат.%). Распределение Н в образцах исследуемых сплавов исследовали методом оптической спектрометрии радиочастотного тлеющего разряда. Для этих целей был использован GD Profiler2. Глубину и форму кратеров измеряли с помощью профилометра Hommel-Etamic. Металлографическое исследование проводилось с использованием оптического микроскопа Axiovert 200 MAT. В исходном состоянии образцы сплавов $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ (ат.%) и $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (ат.%) имели крупнозернистую структуру со средним размером зёрен/субзёрен 43 мкм и 23 мкм, соответственно.

Результаты. Диффузия водорода в двойных сплавах на основе TiNi. На рисунке 1 показан качественный профиль распределения H в зависимости от времени распыления для образцов сплава $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ (ат.%). Если в исходном образце H сосредоточен в слое, характеризуемом временем распыления t ~100 с, то в наводороженном образце в слое, соответствующем t ~ 400 с. Также представлен профиль распределения H для образца состаренного в течении 8 месяцев после наводороживания при комнатной температуре. Измерения концентрации водорода C_H в образцах показали, что даже после длительного старения образцов C_H в них в пределах ошибки измерения остаётся на уровне свеженаводороженного образца. Это свидетельствует о том, что формирующийся окисел на поверхности образцов сплавов на основе TiNi создаёт барьерный слой. Вследствие этого атомы H при комнатной температуре не выходят из образца, а перераспределяются по его объёму. Аналогичные результаты получены и для образцов сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (ат.%).

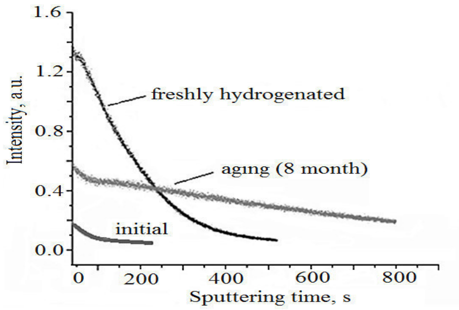


Рис. 1. Эволюция качественных профилей распределения водорода при вылёживании при комнатной температуре в сплаве $Ti_{49.8}$ $Ni_{50.2}$ (ат.%)

Чтобы рассчитать профиль распределения H по глубине необходимо определить скорость распыления материала образца, которая определяется глубиной кратера L делённой на время распыления t. Во всех случаях стенки кратера и его дно были ровные и достаточно вертикальные, что говорит об оптимальных режимах распыления.

На рисунке 2 приведены нормированные профили распределения H с вычтенным фоновым содержанием водорода для образцов сплава $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ (ат.%) и образцов сплава $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (ат.%).

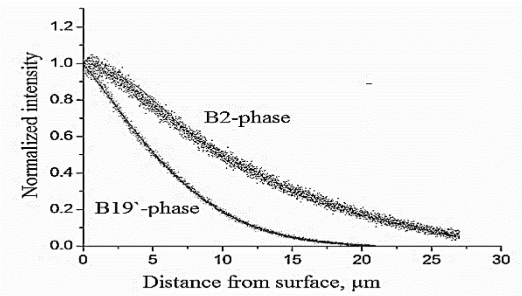


Рис. 2. Экспериментальные (точки) и рассчитанные (сплошная линия) профили распределения водорода в образцах $Ti_{49,8}Ni_{50,2}$ (ат.%) с B19\`структурой и $Ti_{49,3}Ni_{50,7}$ (ат.%) с B2 структурой

Используя второе уравнение Фика в предположении, что D не зависит от концентрации H [15], можно оценить D в разных структурных состояниях (в мартенсите и аустените) сравнением рассчитанных и экспериментальных профилей. В данном случае граничные условия записываются как:

$C(x,t) = C_o$ при $x = 0$ для всех *t;* (1)

$C(x,t) = 0$ при $x > 0$ для *t=0;* (2)

$C(x,t) = C$ при $x > 0$ для *t>0;* (3)

Где x-расстояние вглубь образца от его поверхности, t - время наводороживания, C_0 – концентрация водорода на поверхности наводороженногообразца..

С условиями (1-3) решение уравнения Фика: $C(x,t) = C_0\left[1 - erf\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right] = C_0 erfc\frac{x}{2\sqrt{Dt}}$ (4)

На рис. 2 показаны рассчитанные профили для *D*=(3.0±0.2) 10^{-15} м^2/с, который соответствует экспериментальному профилю для образца в фазе B19′ и для *D*==(9.0±0.2) 10^{-15} м^2/с, который соответствует профилю для образцов со структурой B2 фазы. Величина D для B2 фазы практически совпадает с D из работы [7]. Для фазы B19′ двойных сплавов на основе TiNi данных о величине *D* в литературе обнаружить не удалось, хотя для сплава $Pd_{47}Ti_{50}Cr_3$ (ат.%) было показано, что при МП B2→B19 D уменьшается в пять раз [8], что качественно согласуется с нашими результатами.

Выводы. 1.С увеличением старения после наводораживания водород распределяется по объему для образов $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ (ат.%) и $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$. 2.Коэффициент диффузии водорода при комнатной температуры для образцов $Ti_{49.8}Ni_{50.2}$ (со структурой B19') и $Ti_{49.3}Ni_{50.7}$ (со структурой B2) равны *D*=(3.0±0.2) 10^{-15} м^2/с и *D*==(9.0±0.2) 10^{-15} соответсвенно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Saldan I., Burtovyy R., Becker H.-W., Ader V., Wöll Ch. Ti–Ni alloys as MH electrodes in Ni–MH accumulators // Int. J. Hydrog. Energy. – 2008. – V.33. - P. 7177–7184.
2. Jaronie M. J., Martin L., Aleksandar S., Mark A. G. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities // Mater. Design. – 2014. – V. 56. – P. 1078–1113.
3. Otsuka K., Ren X. Physical Metallurgy of TiNi Based Shape Memory Alloys // Progr. Mater. Sci. – 2005. - V.50. – P. 511-678.
4. Hirata K., Iikubo S., Koyama M., Tsuzaki K., Ohtani H. First-Principles Study on Hydrogen Diffusivity in BCC, FCC, and HCP Iron // Metall. Mater. Trans. A. – 2018. –V. 49. – P. 5015- 5022.
5. Runciman A., Chen K. C., Pelton A. R., Trépanier C. Effects of Hydrogen on the Phases and Transition Temperatures of NiTi // Proceedings of the Int. Conf. Shape Memory and Superelastic Technologies. B, Mitchell MR, Proft J, editors. California: Pacific Grove. - 2006. - P. 185-196.
6. Baturin A., Lotkov A., Grishkov V., Rodionov I., Kudiiarov V. Effect of hydrogen redistribution during aging on the structure and phase state of nanocrystalline and coarse-grained TiNi alloys // J. Alloy Compd. - 2018. – V. 751. – P. 359-363.
7. Mazzolai F.M., Coluzzi B., Mazzolai G., Biscarini A. Hydrogen diffusion and interpretation of the anelastic relaxation in NiTi alloys // Appl. Phys. Lett. – 2004. – V. 8. – P. 2756-2758.
8. Yoshinari O., Itoh D. Hydrogen Diffusivity and Permeability In $Pd_{50-x}Ti_{50}(Cr, Fe)_x$ Alloys // Mater. Science Forum. – 2007. – V. 561-565. P. 2353-2356.

ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ МЕТОДИК ДОСТАВКИ ДОЗЫ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ МОЛОЧНОЙ ЖЕЛЕЗЫ НА ЛУЧЕВУЮ НАГРУЗКУ ЛЕГКИХ

С.А. Кадочникова, Я.Н. Сутыгина, Е.С. Сухих
Научный руководитель: доцент ОЯТЦ, к.ф.-м.н. Е.С. Сухих
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: s.kadochnikova07@gmail.com

EFFECT OF VARIOUS DOSE DELIVERY METHODS ON THE RADIATION LOAD OF THE LUNGS DURING IRRADIATION OF BREAST CANCER

S.A. Kadochnikova, Ya.N. Sutygina, E.S. Sukhikh
Scientific Supervisor: associate professor of the nuclear fuel cycle department, PhD, E.S. Sukhikh
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: s.kadochnikova07@gmail.com

Abstract. *To date, there are several methods of dose delivery. One of the widely used methods is 3DCRT. This method allows to achieve a better dose distribution than with conventional radiation therapy. For the treatment of breast cancer, sequential or integrated dose regimens are often used. Dose escalation can be provided by both photon beams and electron beams. The purpose of the study is to compare various methods of dose delivery with a radiation load on lungs during irradiation of the breast.*

Введение. На сегодняшний день существует несколько методик доставки дозы. Одной из широко используемых методик является 3D-конформная лучевая терапия. Данная методика позволяет добиться лучшего дозового распределения, чем в конвенциальной лучевой терапии за счет повторения формы мишени, которое обеспечивается мультилепестковым коллиматором. Для лечения рака молочной железы часто используют режимы последовательной или интегрированной эскалации дозы. Эти режимы позволяют дооблучить мишень, не переоблучая лимфатические узлы. Эскалация дозы может обеспечиваться как фотонными пучками, так и электронными. Целью исследования является сравнение различных методик доставки дозы на лучевую нагрузку легких при облучении молочной железы.

Материалы и методы исследования. В рамках данного исследования использовались данные трех пациентов с диагнозом «рак молочной железы второй стадии». Для всех пациентов составлены предписания к проведению дистанционной лучевой терапии в режиме последовательной эскалации дозы как фотон-фотонными пучками, так и фотон-электронными пучками.

Дозиметрическое планирование осуществлялось на базе системы дозиметрического планирования *XiO* в Томском онкологическом диспансере с использованием моделей фотонных и электронных пучков линейного ускорителя Elekta Synergy. Трехмерная дозиметрическая оценка проводилась с помощью гистограмм доза-объем (ГДО) для мишени и органов риска. Оценка дозиметрических планов облучения проводилась с помощью рекомендаций QUANTEC, для прогнозирования лучевых повреждений и подбора оптимальных распределений доз для каждого пациента [1]. Для каждого случая проводилась оценка конформности (*CI*) и гомогенности (*HI*) дозового распределения с помощью соответствующих коэффициентов [2]. Идеальными считаются значения: $CI = 1$ и $HI = 0$. При $HI = 0$ дозовое распределение полностью однородно [3,4].

Для исследования было выделено две области PTV_1 (первичная опухоль) с суммарной очаговой дозой (СОД), равной 66,0 Гр и PTV_2 (молочная железа, подключичные, подмышечные лимфатические узлы) с СОД = 50,0 Гр.

При облучении области PTV_2 применялись тангенциальные поля с добавочными полями с использованием фотонных пучков с энергией 6 МэВ. При облучении области PTV_1 для фотон-фотонной эскалации дозы применялись три конформных поля с энергией фотонов 6 МэВ, а для фотон-электронной эскалации дозы – одно электронное поле с центральной осью, перпендикулярной к PTV_1. Для того, чтобы PTV_1 был покрыт 90% изодозной линией, рекомендуется выбирать энергию электронов от 6 до 20 МэВ в соответствии с глубиной залегания PTV_1.

При последовательной эскалации дозы на первом этапе проведения лучевой терапии рака молочной железы суммарная доза составила 50 Гр, 25 фракций по 2 Гр, на втором этапе суммарная доза 16 Гр, 8 фракций по 2 Гр.

Проверка реализации данных методов выполнялась при помощи дозиметрического оборудования (детекторного массива MatriXX и твердотельного фантома SP34).

Результаты. На первом этапе облучение проводилось двумя тангенциальными полями (рис. 1).

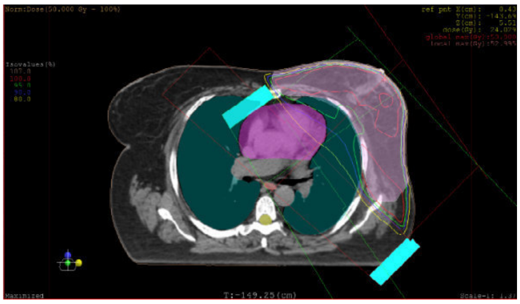
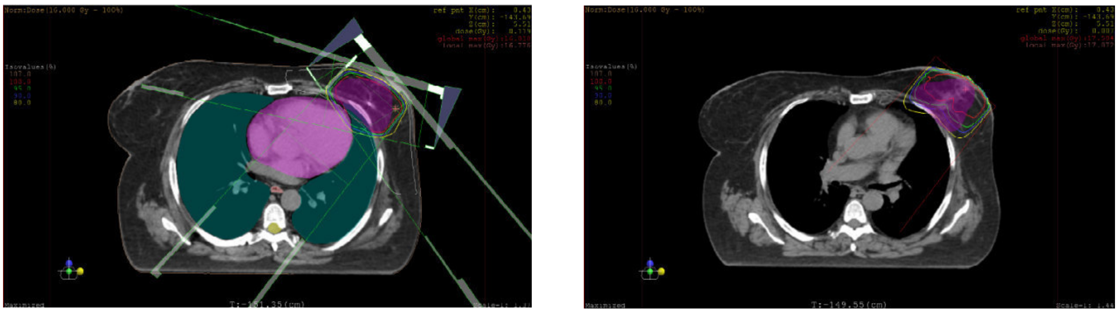


Рис. 1. Расположение пучков и распределение дозы на первом этапе лечения

На втором этапе также использовались два тангенциальных поля и одно добавочное, перпендикулярное области облучения (рис. 2).



а) *б)*

Рис. 2. Расположение пучков и распределение дозы на втором этапе лечения:

а) эскалация дозы фотонными пучками; б) эскалация дозы электронными пучками

В таблице 1 приведены коэффициенты конформности и гомогенности для фотон-фотонной и фотон-электронной эскалации дозы.

Таблица 1

Сравнение фотонного и электронного буста

Параметр	фотон-фотон		фотон-электрон	
	PTV_1	PTV_2	PTV_1	PTV_2
CI	0,969	0,937	0,801	0,937
HI	0,085	0,102	0,175	0,102

В таблицах 2 и 3 приведены значения объемов легкого, которые покрыла доза 5, 10, 20 и 30 Гр.

Таблица 2

Сравнение лучевой нагрузки на левое легкое при фотонной и электронной эскалации дозы

Параметр	фотон-фотон	фотон-электрон
V_5 (%)	40,9	40
V_{10} (%)	37,2	37
V_{20} (%)	23	22,9
V_{30} (%)	18	17,8

Заключение. В ходе данной работы сравнивались два вида последовательной эскалации дозы – фотон-фотонными пучками и фотон-электронными. Толерантные уровни критических органов проходят по требованиям QUANTEC: на объединенный объем правого и левого легкого приходится не более 30 Гр на 20% объема, на сердце не более 25 Гр на 10% объема.

Фотон-электронное облучение, благодаря особенности глубинного распределения, приводит к уменьшению дозы более глубоких тканей. Однако, лучевая терапия с фотон-электронными пучками уступает облучению фотон-фотонными пучками с точки зрения охвата мишени. Только поверхностные опухоли с глубиной залегания не более 4 см могут быть оптимально покрыты (не менее 90% объема облучения 90% дозой от предписанной дозы) с помощью облучения фотон-электронными пучками.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сутыгина Я.Н., Синягина М.А., Сухих Е.С., Сухих Л.Г., Татарченко А.С. Сравнительный дозиметрический анализ лучевой терапии рака молочной железы при последовательной и интегрированной эскалации дозы фотон-фотонными и электрон-фотонными пучками // Конгресс российского общества рентгенологов и радиологов: Сборник тезисов. – Москва, 2018. – С. 153-154.
2. Ashraf M., Janardhan N. et al Dosimetric comparison of 3DCRT versus IMRT in whole breast irradiation of early stage breast cancer // International Journal of Cancer Therapy and Oncology. – 2014. – № 3.
3. The International Commission on Radiation Units and Measurements Report 83 // Journal of the ICRU. – 2010. – Vol 10 №1.
4. Shin-Hyung Park and Jae-Chul Kim Comparison of Electron and X-Ray Beams for Tumor Bed Boost Irradiation in Breast-Conserving Treatment // Journal of Breast Cancer. – 2013. – №3. – С. 300-307.

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА МОРФОЛОГИЧЕСКИЕ СОСТАВЛЯЮЩИЕ МАТРИЦЫ СТАЛЕЙ ФЕРРИТО-ПЕРЛИТНОГО КЛАССА

Л.А. Казанцева[1], Н.А. Попова[2], Е.Л. Никоненко[2],
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. М.К. Скаков[3]
[1]Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
[2]Томский государственный архитектурно-строительный университет,
Россия, г. Томск, пл. Соляная, 2, 634003
[3]Национальный ядерный центр Республики Казахстан,
г. Курчатов, Казахстан, ул. Красноармейская, 2, 071100
E-mail: natalya-popova-44@mail.ru

INFLUENCE OF ELECTROLYTIC-PLASMA TREATMENT ON THE MORPHOLOGICAL COMPONENTS OF THE MATRIX OF STEELS OF FERRITE-PERLITE CLASS

L.A. Kazantseva[1], N.A. Popova[2], E.L. Nikonenko[2]
Scientific Supervisor: Prof. Dr. M.K. Skakov[3]
[1]Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
[2]Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, Solyanaya Square, 2, 634003
[3]National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan, Kurchatov, Krasnoarmeiskaya Street, 071100
E-mail: natalya-popova-44@mail.ru

Abstract. *A transmission electron diffraction microscopy method was used to study the structure of ferrite-pearlite steels subjected to electrolytic-plasma carbonitriding for 5 minutes at a temperature of 800–850^{0}C. It was established that nitrocementation in all investigated steels led, firstly, to the formation of a modified layer and, secondly, changed the morphology of the α-matrix – instead of pearlite and ferrite, the structure of batch-laminated martensite was formed.*

Введение. Одним из способов химико-термической обработки является электролитно-плазменная обработка (ЭПО). Сущность метода ЭПО заключается в нагреве обрабатываемой детали (катода) в водных растворах (электролитах). Упрочнение осуществляется путем периодического нагрева и охлаждения поверхности упрочняемого образца за счет электрического потенциала в слое плазмы, создаваемого между жидким электродом (электролитом) и поверхностью катода (образцом). В зависимости от состава электролита ЭПО может представлять цементацию (насыщение поверхности обрабатываемых деталей углеродом с последующим изменением фазового состава и структуры материала), азотирование (насыщение поверхностных слоев изделий в плазме, содержащей азот при пониженном давлении, которая возбуждена электрическим разрядом) и нитроцементацию (поверхностное насыщение стали одновременно углеродом и азотом). Изменяя состав электролита, можно проводить цементацию, азотирование и нитроцементацию с большими скоростями (10-100 мкм/мин), значительно превышающими характерные скорости соответствующих классических процессов.

Целью настоящей работы является исследование закономерностей изменения структуры и фазового состава сталей 18ХН3МА, 30ХГСА и 34ХН1М под действием электролитно-плазменной нитроцементации.

Материал и методы исследования. Объектом исследования явились стали феррито-перлитного класса 18ХН3МА, 30ХГСА и 34ХН1М. Исследования проведено методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии с помощью электронного микроскопа ЭМ-125 при ускоряющем напряжении 125 кВ. Рабочее увеличение в колонне микроскопа выбиралось равным от 8000 до 50000 крат. Изучение образцов проводилось в двух состояниях: 1) до модификации (исходное состояние) и 2) после нитроцементации в приповерхностной зоне образцов. Электролитно-плазменная нитроцементация проводилась в водном растворе в течение 5 минут при температуре 800-850^{0}С.

Полученные результаты. Было установлено, что в *исходном состоянии* матрица всех сталей представляет α-фазу разной степени легированности. α-фаза имеет ОЦК кристаллическую решетку и представляет собой твердый раствор на основе железа атомов внедрения (прежде всего, C и N, а также др.) и замещения (Cr, Mn, Ni, Mo, Si и др.) одновременно. Независимо от типа стали, обработки материала и места исследования на образце она всегда составляет основную часть материала. Морфологически α-фаза в общем случае присутствует в виде феррита и пластинчатого перлита. Примеры электронно-микроскопических изображений морфологических составляющих α-фазы в исследованных сталях представлены на рис.1.

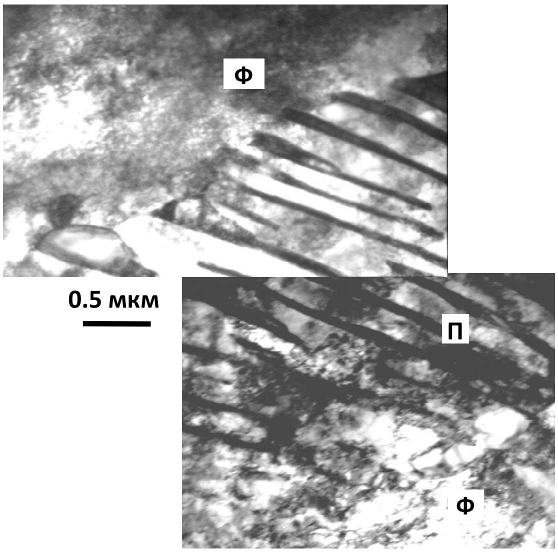


Рис.1. ПЭМ-изображение феррито-перлитных сталей в исходном состоянии (П – зерно пластинчатого перлита, Ф – зерна феррита)

Проведенные исследования показали, что во всех сталях зерна перлита присутствуют в виде пластинчатого нефрагментированного, разрушенного и фрагментированного. Зерна феррита – в виде нефрагментированного и фрагментированного. Объемная доля зерен перлита и феррита в сталях различная, а именно, больше всего перлита (80% объема материала) в стали 18ХН3МА, меньше всего (35% объема материала) – в стали 34ХН1М. В стали 30ХГСА объемная доля перлита в объеме материала составляет 65%. Соответственно, объемная доля феррита в стали 18ХН3МА – наименьшая (20%), в стали 34ХН1М – наибольшая (65%). В стали 30ХГСА объемная доля составляет 35%.

Электролитно-плазменная нитроцементация феррито-перлитных сталей привела к созданию модифицированных слоев. Как показали проведенные исследования, толщина этих слоев зависит от исходного состояния стали. Выше отмечалось, что в исходном состоянии все исследованные в работе стали имеют разное соотношение «перлит / феррит». Оказалось, что между содержанием перлита (и, соответственно, феррита) в матрице стали и толщиной образованного электролитно-плазменной нитроцементацией модифицированного слоя существует определенная зависимость (рис.2). Из рисунка видно, что чем больше в исходном состоянии стали (перед началом нитроцементации) была объемная доля перлита, тем больше оказывается толщина сформированного модифицированного слоя.

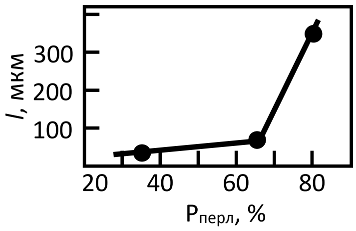


Рис.2. Связь толщины образованного слоя l с исходным состоянием стали ($P_{перл}$ - объемная доля перлита)

Электролитно-плазменная нитроцементация привела к значительным изменениям в структуре матрицы стали. В отличие от исходного состояния, теперь α-фаза представляет собой смесь двух морфологических составляющих, а именно, отпущенного пакетного (или реечного) и пластинчатого мартенсита (рис.3). Зерна феррита и перлита в нитроцементованном слое всех исследованных сталей не обнаружены. Это означает, что нитроцементация приводит к фазовому превращению; «феррит и перлит» → «отпущенный мартенсит».

Проведенные исследования показали, что объемные доли пакетного и пластинчатого мартенсита в модифицированных слоях

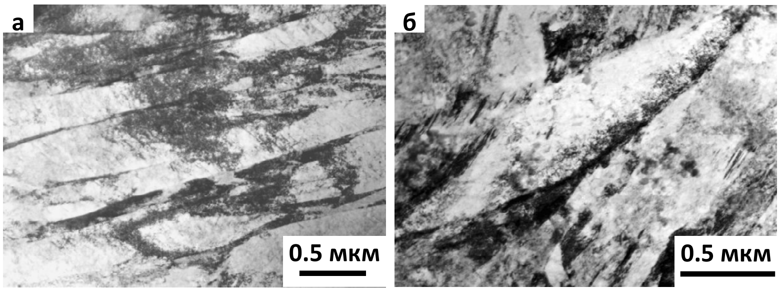


Рис.3. ПЭМ-изображения тонкой структуры сталей после нитроцементации: а – пакетный отпущенный мартенсит, б – пластинчатый отпущенный мартенсит

исследованных сталей оказались различными. Было установлено, что между содержанием перлита (и, соответственно, феррита) в исходной стали и объемными долями реечного и пакетного мартенсита, образованными в модифицированных слоях в результате нитроцементации, существует определенная зависимость (рис.4). А именно, чем больше было в исходном состоянии стали перлита, тем меньше образуется реечного отпущенного мартенсита при нитроцементации (рис.4, кривая 1) и больше пластинчатого мартенсита (рис.4, кривая 2).

Заключение. Методом просвечивающей электронной микроскопии проведено исследование изменения структуры и фазового состава сталей феррито-перлитного класса 18ХН3МА, 30ХГСА и 34ХН1М под действием электролитно-плазменной нитроцементации. Установлено, что нитроцементация всех сталей привела к образованию модифицированного слоя, толщина которого зависит от объемной доли перлитной составляющей стали до нитроцементации. Нитроцементация изменила во всех сталях морфологию альфа-фазы – вместо перлита и феррита образуется структура пакетно-пластинчатого отпущенного мартенсита.

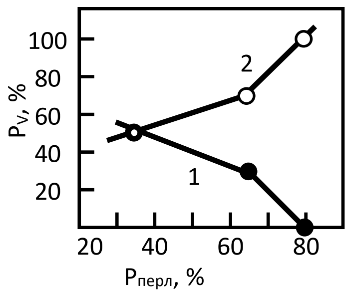


Рис.4. Влияние исходного состояния стали (объемной доли перлита $P_{перл}$) на образование пакетного (1) и пластинчатого (2) мартенсита в поверхностных слоях модифицированных образцов после нитроцементации

ИССЛЕДОВАНИЕ СТОЙКОСТИ СТЕКОЛ С ЗАЩИТНЫМИ МНОГОСЛОЙНЫМИ ПОКРЫТИЯМИ In-Sn-O/Al-Si-N К УДАРНОМУ ВОЗДЕЙСТВИЮ ВЫСОКОСКОРОСТНЫХ ТВЕРДЫХ МИКРОЧАСТИЦ Fe

Р.А. Калиева[1]
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. И.А. Божко[1,2]
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: keshrim95@gmail.com

THE STUDY OF THE RESISTANCE OF GLASSES WITH In-Sn-O/Al-Si-N PROTECTIVE MULTILAYER COATINGS TO IMPACT OF HIGH-SPEED SOLID Fe MICROPARTICLES

R.A. Kaliyeva[1]
Scientific Supervisor: Ph.D., associate professor I.A. Bozhko[1,2]
[1]Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS, Russia, Tomsk, av. Academicheskii, 2/4, 634055
E-mail: keshrim95@gmail.com

Abstract. *The results of investigations of the structural and phase state, mechanical, optical and protective properties of single-layer and multi-layer coatings based on Al-Si-N and In-Sn-O systems deposited by magnetron sputtering on K-208 glass are presented.*

Введение. В экстремальных условиях космического пространства техника подвергается разрушающему воздействию различных факторов, в том числе столкновениям с микрометеороидами. В большей степени ударному воздействию микрометеороидов подвержены оптические элементы космических аппаратов (КА). Учитывая, что защитные конструкции космических аппаратов не должны их утяжелять, эффективным путем продления долговечности оптических элементов является нанесение защитных оптически прозрачных покрытий. В качестве таких покрытий наибольший интерес представляют оптически прозрачные покрытия на основе систем Al-Si-N и In-Sn-O. При этом известно, что многослойные композиционные наноструктурированные покрытия с чередующимися слоями характеризуются более высокой адгезионной прочностью и, следовательно, лучшими защитными функциями по сравнению с однослойными покрытиями. Однако, для прогнозирования ресурса работы указанных защитных покрытий при воздействии микрометероидных частиц, требуется проведение ударных испытаний в лабораторных условиях, что по своей сути является новым и актуальным.

Целью данной работы являлось исследование структурно-фазового состояния, механических и оптических свойств композиционных однослойных и многослойных покрытий на основе систем Al-Si-N и In-Sn-O, а также оценка их стойкости к ударному воздействию высокоскоростных твердых микрочастиц железа.

Экспериментальная часть. Объектами исследований являлись образцы стекла К-208, с нанесенными покрытиями на основе систем Al-Si-N и In-Sn-O двух типов: однослойные покрытия (на основе системы Al-Si-N (образец AlSiN) и на основе системы In-Sn-O (образец InSnO)) и многослойные покрытия (шестислойное (образец InSnO-AlSiN-6) и двенадцатислойное (образец InSnO-AlSiN-12)). Многослойные покрытия представляли собой чередующиеся слои, полученные на основе систем In-Sn-O и Al-Si-N. У подложки формировали слой системы In-Sn-O, у поверхности – Al-Si-N. Магнетронное нанесение покрытий осуществлялось на установке УВН-05МД «КВАНТ». Питание магнетрона осуществлялось от импульсного биполярного источника питания частотой 50 кГц. При осаждении слоев системы Al-Si-N мощность магнетрона составляла 1,2 кВт, в случае осаждения слоев системы In-Sn-O – 0,4 кВт. В качестве материала подложки выбрано стекло марки К-208.

Элементный состав покрытий определяли с помощью энергодисперсионного рентгеновского микроанализатора (МРСА) INCA-Energy, встроенного в сканирующий электронный микроскоп LEOEVO-50XVP. Толщина формируемых покрытий определялась гравиметрическим методом. Исследование структурно-фазового состояния образцов было выполнено методом рентгеноструктурного анализа (РСА) на дифрактометре ДРОН-7 в Co-Kα излучении и методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM-2100F при ускоряющем напряжении 200 кВ. Спектры светопропускания покрытий получены с помощью спектрофотометра СФ-256 УВИ в спектральном диапазоне 200-800 нм. Твердость покрытий определяли на микротвердомере DM8 при нагрузке на индентор 98 мН. Оценка стойкости к ударным нагрузкам производилась с помощью легкогазовой пушки МПХ23/8 [1]. В качестве бомбаридрующих частиц использовали микрочастицы железа сферической формы, средний диаметр которых составил 56±8,2 мкм, скорость которых лежала в интервале от 5 до 8 км/с. После проведения ударных испытаний изображения кратеров, формирующихся на поверхности исследуемых образцов, регистрировались с помощью сканирующего электронного микроскопа LEOEVO-50XVP. В качестве количественной характеристики воздействия потока микрочастиц на защитные покрытия использовали относительную поверхностную плотность кратеров $\rho_{отн}$:

$$\rho_{отн} = \frac{\rho_0}{\rho}, \tag{1}$$

где ρ_0 и ρ – поверхностная плотность кратеров на образцах исходного стекла и на образцах стекла с защитным покрытием, соответственно.

Результаты. По данным МРСА элементный состав однослойного покрытия AlSiN представлен Al (38,70 ат.%), Si (12,37 ат.%), N (48,93 ат.%), а однослойного покрытия InSnO – In (33,29 ат.%), Sn (1,52 ат.%), O (65,19 ат.%). Результаты исследования фазового состава полученных однослойных покрытий методами РСА и ПЭМ показали, что в покрытии AlSiN наблюдается формирование фаз AlN и α-Si_3N_4, имеющих гексагональную плотноупакованную структуру, а в покрытии InSnO обнаружено формирование фазы In_2O_3 кубической сингонии. По данным ПЭМ также было установлено, что сформированные покрытия имеют высокодисперсную структуру: средний размер кристаллитов фаз, формируемых в покрытии AlSiN, составляет порядка 10 нм, поперечный размер кристаллитов In_2O_3, формируемого в покрытии InSnO, по направлению роста покрытия увеличивается от 30 до 300 нм. Анализ ПЭМ изображений поперечного сечения многослойных покрытий InSnO-AlSiN-6 и InSnO-AlSiN-12 показал, что структура отдельных слоев многослойных покрытий подобна той, что формируется в соответствующих однослойных покрытиях. Фазовый состав отдельных слоев также соответствует фазовому составу соответствующих однослойных покрытий. Средний поперечный размер столбцов In_2O_3 в покрытии InSnO-AlSiN-6 составляет 100 нм, а в покрытии InSnO-AlSiN-12 около 10 нм.

Таблица 1

Свойства исследуемых покрытий

Образец	h, мкм	n	H_μ, ГПа	$\rho_{отн}$
Стекло К-208	-	-	7,71	-
AlSiN	6,0±0,25	2,42	29,5	1,76
InSnO		3,73	7,67	3,44
InSnO-AlSiN-6		-	22,13	1,67
InSnO-AlSiN-12		-	16,1	4,12

Анализ спектров пропускания света для исследуемых образцов показал, что исходное стекло К-208 имеет высокую степень пропускания около 90 % в видимом диапазоне длин волн. После нанесения всех полученных покрытий наблюдается снижение светопропускания. Максимальное светопропускание в видимой области спектра наблюдается для однослойного покрытия AlSiN (~ 80 %), а минимальное – для InSnO (< 70 %). Анализ осцилляций на спектрах пропускания образцов с однослойными покрытиями позволил оценить их показатель преломления *n* (табл. 1). Результаты измерения микротвердости H_μ исследуемых покрытий представлены в табл. 1.

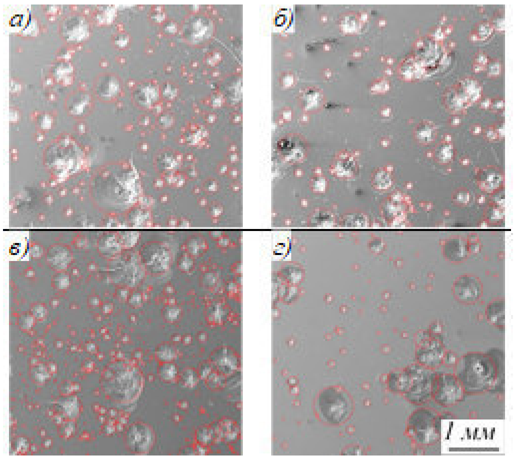


Рис. 1. СЭМ-изображения поверхности исследуемых образцов после бомбардировки частицами Fe: а, в – исходное стекло К-208; б – стекло К-208 с покрытием AlSiN; г – стекло К-208 с покрытием InSnO-AlSiN-12

После проведения ударных испытаний по данным СЭМ было обнаружено, что на поверхности образцов стекла К-208 до и после нанесения защитных покрытий, подвергнутых бомбардировке потоком высокоскоростных микрочастиц железа, сформировались кратеры различного диаметра и формы, характерной для хрупких материалов (рис. 1). Нанесение как однослойных, так и многослойных защитных покрытий на стекла К-208 приводит к уменьшению поверхностной плотности кратеров ρ по сравнению с исходными стеклами ρ_0 при одних и тех же условиях испытания. При этом наибольшее снижение относительной поверхностной плотности кратеров ($\rho_0/\rho=4$) наблюдалось в случае нанесения многослойных защитных покрытий InSnO-AlSiN, состоящих из 12 слоев.

Работа выполнена в рамках основной научной программы исследований академии наук за 2013-2020 гг. и при поддержке программы развития НИ ТПУ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Герасимов А.В., Пашков С.В, Христенко Ю.Ф. Защита космических аппаратов от техногенных и естественных осколков. Эксперимент и численное моделирование // Вестник ТГУ. Математика и механика. – 2011. – Т. 4. – № 16. – С. 70–78.

ВЛИЯНИЕ ОКСИДА ЕВРОПИЯ НА ПРОЦЕСС ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ КУБИЧЕСКОГО ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

А.А. Карауглан, В.Д. Пайгин, Т.Р. Алишин
Научный руководитель: профессор, д.т.н. О.Л. Хасанов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: timemygod3@gmail.com

INFLUENCE OF EUROPEAN OXIDE ON THE SPARK PLASMA SINTERING PROCESS ON CUBIC ZIRCONIA CERAMICS

A.A. Karauglan, V.D. Paygin, T.R. Alishin
Scientific Supervisor: Prof., Dr. O.L. Hasanov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: timemygod3@gmail.com

Abstract: *Transparent ceramics based on cubic zirconia doped with europium oxide(0,1 – 3 wt.%) was synthesized by spark plasma sintering at temperature 1300℃ and pressure 140 MPa. Optical properties of sintered samples was investigated. Influence of europium oxide on spark plasma sintering processes has been discussed.*

Введение. Керамика на основе диоксида циркония имеет широкий спектр применения благодаря высокой температуре плавления, диэлектрической проницаемости, термической, механической и коррозионной стойкости, высоким коэффициентом теплового расширения [1]. Кроме того, этот материал прозрачен для электромагнитного излучения в широком диапазоне длин волн, что делает его перспективным оптическим материалом [2].

В настоящее время, в связи с развитием оптического приборостроения, возникает необходимость создания новых материалов с регулируемым спектром светопропускания, управление которым возможно путем изменения параметров и условий изготовления керамики, её пост термического отжига или введением различных добавок в основной состав поликристаллического материала[3].

Актуальным для этих целей представляется использование оксидов редкоземельных элементов из ряда Ce, Eu, Tb, Dy, введение которых позволяет не только изменять спектр светопропускания, но и повышает люминесцентные свойства керамики, что увеличивает область её вероятного применения [4].

В настоящей работе изучено влияние оксида европия (0; 0,1; 0,5; 1; 3 масс. %) на процесс электроимпульсного плазменного спекания прозрачной керамики на основе диоксида циркония.

Материалы и методики исследований. В качестве основного материала был выбран коммерческий нанопорошок кубического ZrO_2, стабилизированный 10 мол. % Y_2O_3 (YSZ), (TZ-10YS, Tosoh, Japan). В качестве допанта был выбран коммерческий порошок Eu_2O_3 (Неваторг, Россия). Смешивание порошковых компонентов (содержание Eu_2O_3 – 0; 0,1; 0,5; 1; 3 масс. %) проводили в изопропиловом спирте с использованием мощного ультразвукового воздействия (~1,2 кВт) в течение 12 минут. Полученные смеси высушивали на воздухе до полного испарения изопропилового спирта.

Керамические образцы изготавливали методом электроимпульсного плазменного спекания (SPS) на установке SPS-515S (Syntex Inc.). Процесс проходил в вакууме при температуре 1300 °C, время выдержки - 10 минут; скорость нагрева - 5°C / мин. Давление в процессе спекания изменялось в диапазоне от 110 до 140 МПа. Данные об изменении температуры и линейных размеров образцов в процессе SPS регистрировались встроенным технологическим оборудованием.

Термический отжиг образцов проводили на воздухе при температуре 900 °C в течение 4 часов.

Полученные образцы полировались на установке EcoMet 300 (Buehler, Швейцария). Плотность образцов оценивали методом гидростатического взвешивания. Исследования структуры образцов проводили методом СЭМ - JSM 7500FA (Япония). Оптические свойства полученной керамики исследовали при помощи двухлучевого сканирующего спектрофотометра СФ-256 УВИ (ЛОМО, Россия).

Результаты. Свойства спеченных керамических образцов представлены в таблице 1.

Таблица 1

Свойства полученных образцов керамики

Содержание Eu_2O_3, мас. %	Плотность отн. (%)	Коэффициент поглощения света при λ_{600} нм, см$^{-1}$	Коэффициент поглощения света при λ_{1620} нм, см$^{-1}$
0	98,39	4,21	2,06
0,1	98,80	7,57	3,19
0,5	98,53	9,53	4,08
1	98,89	11,62	5,42
3	98,09	11,12	4,94

Как видно из таблицы, введение допанта в YSZ-керамику не оказывает существенного влияния на плотность, однако приводит к значительному изменению оптических свойств – таблица 1. В видимой области спектра, при введении 1 масс. % Eu_2O_3, коэффициент поглощения света увеличивается с 4,21 до 11,62 см$^{-1}$. Для ближней области инфракрасного спектра наблюдается аналогичная зависимость, так изменение концентрации Eu_2O_3 с 0 до 1 масс. %, приводит к повышению коэффициента поглощения света с 2,06 до 5,42 см$^{-1}$. Анализ СЭМ-изображений представленных на рисунках 1 и 2, показывает, что отдельные частицы Eu_2O_3 достаточно равномерно распределены в объеме керамики. Крупные частицы допанта, агломераты не разбитые ультразвуковым воздействием, имеют пористую структуру которую наследует керамика. В процессе SPS частицы, из которых состоит агломерат, спекаются между собой, образуя крупные включение второй фазы, наличие которых оказывает негативное влияние на оптические свойства полученной керамики.

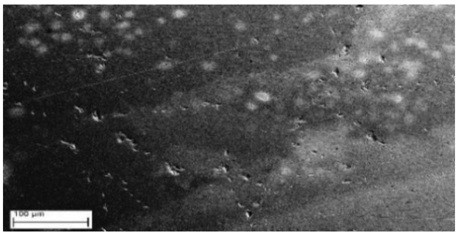


Рис. 1. Типичное СЭМ-изображение поверхности YSZ керамики допированной Eu_2O_3

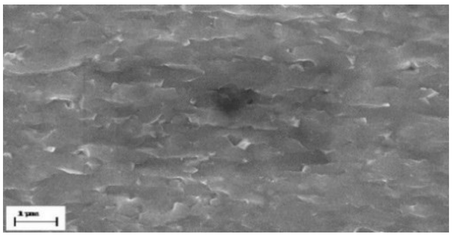


Рис. 2. Типичное СЭМ-изображение микроструктуры YSZ-керамики

По данным полученным в процессе SPS-спекания для образцов YSZ керамики с различным содержанием допанта Eu_2O_3 были построены графики линейной усадки при температуре 1300°C и давлении изменяющимся от 110 до 140 МПа представленные на рисунках 3 и 4 соответственно.

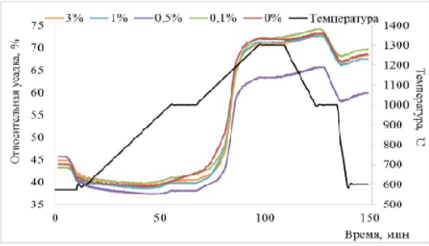


Рис. 3. Кривые относительной усадки в зависимости от времени и температуры.

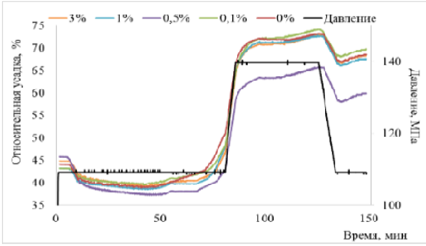


Рис. 4. Кривые относительной усадки в зависимости от времени и давления.

Процессы, происходящие на представленных зависимостях можно разбить на несколько этапов: регистрация температуры начинается при 573°С, что обусловлено технологическими особенностями установки. Первичная усадка, до 40 %, обусловлена приложением к образцу давления до начала нагрева. Начало термической усадки для всех образцов наблюдается температуре 1000°С – это условная точка начала процесса спекания. Интенсивная усадка наблюдается при температуре 1100-1190°С, в этом температурном диапазоне происходит повышение давления до 140 МПа. Последующая усадка вызвана - спеканием образцов до температуры 1300°С. При температуре 1000°С наблюдается увеличение линейных размеров образцов в среднем на 5%, что связано с понижением давления с 140 МПа до 110 МПа, в результате чего проявляются эффекты упругопластического последействия.

Заключение. В результате проведенных исследований получены образцы светопропускающей керамики на основе кубического диоксида циркония допированные 0,1 - 3 масс. % оксида европия. Исследованы оптические свойства и микроструктура керамических образцов.

Установлено, что введение Eu_2O_3 в керамику на основе кубического ZrO_2 не оказывает существенного влияния на плотность последней. Также наличие допанта и его концентрация в исследуемом диапазоне, не оказывает существенного влияния на процесс консолидации образцов.

С увеличением содержания Eu_2O_3 от 0 до 3 масс. %, наблюдается увеличение коэффициента поглощения света для различных длин волн, с максимальным значением при 1 мас. % Eu_2O_3.

Исследование выполнено на базе НОИЦ «Наноматериалы и нанотехнологии» Томского политехнического университета, при поддержке Российского научного фонда проект № 17-13-01233.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Vidya Y. S., Anantharaju K. S., Nagabhushana H., Sharma S. C., Prashantha S.C. & Shivakumara C. (2015). Combustion synthesized tetragonal ZrO_2: Eu^{3+} nanophosphors: structural and photoluminescence studies. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 135, 241-251.
2. Valiev, D., Khasanov, O., Dvilis, E., Stepanov, S., Polisadova, E., & Paygin, V. (2018). Luminescent properties of $MgAl_2O_4$ ceramics doped with rare earth ions fabricated by spark plasma sintering technique. Ceramics International, 44(17), 20768-20773.
3. Wang, S. F., Zhang, J., Luo, D. W., Gu, F., Tang, D. Y., Dong, Z. L & Kong, L. B. (2013). Transparent ceramics: processing, materials and applications. Progress in Solid State Chemistry, 41(1-2), 20-54.
4. Jiang, C., Yang, Q., Lu, S., Lu, Q., & Yuan, Y. (2014). Enhanced Eu3+ emission of $Eu^{2+}/Eu^{3+}:(Y_{0.9}La_{0.1})_2O_3$ transparent ceramics synthesized in H2 atmosphere for modern lighting and display. Materials Letters, 130, 296-298.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКТИВИРУЮЩИХ ДОБАВОК CO С ЦЕЛЬЮ СОЗДАНИЯ ПОРИСТО-МОНОЛИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ TINI, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ДИФФУЗИОННОГО СПЕКАНИЯ

М.И. Кафтаранова, Н.В. Артюхова, С.Г. Аникеев
Научный руководитель: с.н.с., к.ф.–м.н. В.Н. Ходоренко
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: kaftaranovami@gmail.com

USING ACTIVATING CO ADDITIVES WITH THE PURPOSE OF CREATING POROUS-MONOLITE MATERIALS TINI-BASED ON THE TINI OBTAINED BY THE DIFFUSION SINTERING

M.I. Kaftaranova, N.V. Artykhova, S.G. Anikeev
Scientific Supervisor: S.R., Candidate of Physical and Mathematical Sciences V.N. Khodorenko
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str. 36, 634050
E-mail: kaftaranovami@gmail.com

Abstract. *Within the framework of the implementation of this work, the composition and the ratio of the charge components, including the reaction additive Co allowing the initiation of the reaction interaction processes in the sintered porous monolithic system, will be determined experimentally in order to solve the problems posed by the experimental method. The influence of reaction and diffusion interactions on the features of the microstructure, the structural-phase composition of porous sintered nickel titanium alloys, will be studied.*

Введение. Развитие имплантологии с применением металлических материалов и сплавов диктует необходимость создания биосовместимых материалов по свойствам подобным живым тканям организма [1]. Новый класс устройств на основе пористо-монолитных материалов TiNi призван за счет монолитной части повысить физико-механические свойства конструкции, а пористая часть обеспечит интеграционную способность имплантата в живую костную ткань. При создании таких материалов необходимо учитывать качество припекания пористой части к монолитной, не допустив при этом разупрочнения монолитной пластины при спекании из-за процессов рекристализации. В ряде работ представлены результаты армирования пористого никелида титана монолитными проволочными элементами на основе титана, но не решен ряд вопросов: скопления фазы Ti_2Ni на границе пористой части и монолитной снижает пластичность сплавов, так как прослойки на их основе являются путями преимущественного распространения трещин [2]. Кроме того, в работах полностью отсутствуют данные о температурно-временном режиме спекания.

Для успешного создания пористо-монолитных устройств необходимо решить задачу получения качественного переходного слоя на границе пористой и монолитной части. В работе использован подход, который заключается в использовании активирующих добавок Co. Введение, которых в спекаемую систему порошка TiNi, позволит получить дополнительные порции расплава, что может компенсировать теплоотвод за счет включения монолитной части. Выбор именно данного элемента заключается в том, что Co близок по своим свойствам к Ni и получаемые при их добавке интерметаллические соединения TiCo и TiNi в исследуемой системе никелида титана обладают эффектом памяти формы.

Целью настоящей работы является изучение влияния реакционных и диффузионных взаимодействий в системе порошка никелида титана ПВ–Н55Т45 и активирующих добавок Co на особенности микроструктуры, структурно-фазового состава пористого сплава на основе никелида титана для создания пористо-монолитных конструкций.

Экспериментальная часть. Получение пористых образцов на основе никелида титана проводили методом диффузионного спекания порошка TiNi марки ПВ–Н55Т45. Для создания образцов пористого материала на основе никелида титана с активирующими добавками использован порошок кобальта марки ПК–1У в количестве (0,5–2 ат. %) сверх навески с шагом 0,5.

Диффузионное спекание порошков проводили при температуре 1250–1260 °C и времени спекания 15 мин. Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе Olympus GX–71. Описание поровой структуры проводили методом секущих и вписанных окружностей, величина пористости (*П*) найдена методом взвешивания. Морфологические особенности пористых образцов и их микроструктуру исследовали методами растровой электронной микроскопии на микроскопах Philips SEM 515. Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре Shimadzu XRD 6000.

Результаты. Введение дополнительных активирующих добавок Co в спекаемую систему порошка TiNi позволило регулировать параметры пористости и среднего размера пор (табл.1). При введении добавки Co средний размер пор увеличивается от 117 ± 3,6 мкм при 0,5 ат. % Co до 145 ± 4 мкм при 2 ат. % Co. При этом пористость снижается от 62 % до 50 %. Добавки Co позволяют эффективно регулировать макроструктуру пористого материала, не вызываю при этом значительных изменений и усадки материала. За счет повышения температуры реакции наблюдается укрупнение межпоровых перемычек, залечивание мелких пор и исчезновению крупных пор. Наблюдается значительное снижение пористости образцов от 44 до 23 %.

Таблица 1

Параметры макроструктуры пористых сплавов TiNi с активирующими добавками Co

Образец	П, %	–ΔП	$d_{ср}$, мкм
TiNi без добавок	62	4,6	84±1
TiNi+0.5 at.% Co	55	15,4	117±3
TiNi+1.0 at.% Co	55	15,4	119±4
TiNi+1.5 at.% Co	53	18,5	117±3
TiNi+2.0 at.% Co	50	23,1	145±4

Обоснование полученных экспериментальных результатов возможно провести согласно закону Гесса, рассчитав тепловой эффект химической реакции имеющей место в спекаемой порошковой системе с добавками Co, которые направлены на активацию спекания. Уравнение химической реакции в спекаемой системе при взаимодействии расплава фазы Ti_2Ni и активирующих добавок можно представить в виде: $Ti_2Ni+Co \rightarrow TiNi+TiCo+\Delta H$. При расчете выделившейся теплоты $-\Delta H$ использованы значения стандартной энтальпии образования $-\Delta H^0_{298}$ для TiNi 68 кДж/моль, Ti_2Ni 80 кДж/моль и TiCo

40 кДж/моль [3], для простых веществ ΔH^0_{298} принимается равным 0 кДж/моль. Величина $-\Delta H$ для полученных пористых сплавов с добавками Co составляет 28 кДж/моль. Это подтверждает данные о их различной активирующей способности, которая проявляется в разной степени изменения пористости $\Delta П$.

Проведенные рентгеноструктурные исследования (РСА) показали во всех образцах исследуемых сплавов наличие фаз *B2, B19′*, Ti_2Ni и Ti_3Ni_4. В силу малой разницы параметров кристаллической решетки фаз Ti_2Ni и $Ti_4Ni_2(O,N,C)$ отличить их методом РСА не возможно. Для всех образцов не зафиксированы пики чистого кобальта, что указывает на полную реализацию химической реакции с расплавом во время спекания. Данные растровой электронной микроскопии подтверждают отсутствие исходных порошков Co на поверхности стенок пор.

Анализ структурных особенностей сплавов с добавками Co показал наличие областей с крупными частицами вторичных фаз $Ti_4Ni_2(O,N,C)$ со следами Co. Вокруг данных структур формируются кристаллы мартенситной фазы *B19′*. Добавки Co не приводят к значительному снижению коэффициента пористости, и при концентрации 1,5 ат. % Co возможно компенсировать теплоотвод из-за введения монолитной пластины в спекаемую порошковую систему.

В результате спекания пористо-монолитной конструкции при температуре 1250–1260 ^{O}C пористое тело имеет пористость 55 % и однородную структуру межпоровых перемычек от периферии к центру образца. Полученные результаты в ходе анализа макроструктуры пористых образцов с активирующей добавкой Co позволят успешно решить задачу получения пористо-монолитных конструкций на основе никелида титана с оптимальными структурными характеристиками пористой части.

Заключение. В результате исследования показано, что активирующие добавки Co являются эффективными инструментами для изменения макро- и микроструктурных характеристик. Установлено, что в сплавах никелида титана полученных методом диффузионного спекания с добавками Co от 0,5 до 2 ат. % формируется различная пористая структура. Добавки кобальта от 0,5 до 2 ат. % позволяют получать пористый материал с оптимальными параметрами макроструктуры и высоким качеством межчастичных контактов за счет мягкого управления температурой реакции при диффузионном спекании.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00745.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Медицинские материалы с памятью формы. Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы. Т.1. / Под ред. В.Э.Гюнтера. – Томск: Издательство, «НПП «МИЦ», 2011. – 534 с.
2. Овчаренко В.В., Моногенов А.Н., Ясенчук Ю.Ф и др. Исследование структуры композиции "пористый никелид титана, армированный монолитным никелидом титана"// Письма в ЖТФ. – 2006. – Т. 32., № 7. – С. 21–28.
3. Кристаллогеометрические и кристаллохимические закономерности образования бинарных и тройных соединений на основе титана и никеля / Под ред. А. И. Потекаева. – Томск: Изд-во Томского политехнического ун-та, 2011. – 312с.

ИССЛЕДОВАНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ С ПРИМЕНЕНИЕМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

С.В. Ковальчук, Н.А. Шульц
Научный руководитель: н. сотр, к.т.н. В.В. Промахов
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: kovalchuk.s.v@inbox.ru

STUDY OF CERAMIC COMPOSITION MATERIALS OBTAINED WITH THE APPLICATION OF ADDITIVE TECHNOLOGIES

S.V. Kovalchuk, N.A. Schultz
Scientific Supervisor: V.V. Promakhov
National Research Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin Avenue, 36, 634050
E-mail: kovalchuk.s.v@inbox.ru

Abstract. *This paper presents the results of an investigation, with a focus on obtaining samples from ceramic composite materials, which was based on the* ZrO_2*-20%*Al_2O_3 *system using the additive technology of layer-by-layer fusion of thermoplastic systems. This paper presents the technology for obtaining samples of complex shape from ceramic materials using nanopowders. Using our approach, it is possible to produce various ceramic compositions, including materials that are difficult to form, using sintering powders, such as Al2O3, ZrO2, Si3N4 and SiC, produced by plasma-chemical synthesis*

Введение. Опираясь на мировой опыт в развитии современных подходов физического материаловедения и новых технических решений необходимо признать, что изготовление узлов и отдельных деталей из новых конструкционных и функциональных материалов без развития аддитивных технологий осуществить невозможно. Аддитивные технологии, прежде всего, позволяют с минимальными затратами реализовать любые конструкторские и инженерные идеи.

С использованием методов селективного лазерного спекания к настоящему времени проведены исследования по формованию изделий, в том числе и из керамических порошков [1]. Однако механизмы структурообразования, которые определяются диффузионными процессами, не реализуются в случае кратковременного воздействия на порошки лазерным лучом. Вследствие этого, структура керамики неоднородна – присутствуют большое количество пор и трещин. Это недопустимо в изделиях конструкционного и функционального назначения, что позволяет сделать вывод о неприменимости лазерного спекания керамических порошков. Большое количество работ посвящается альтернативным (гибридным) подходам по формированию «качественной» структуры керамических изделий [2]. Это обусловливает актуальность настоящей работы.

Материалы и методы исследований. Специалисты Томского государственного университета разработали 3D-принтер, который подходит для работы с термопластичными пастами (суспензиями) на основе керамических порошков. Весь рабочий процесс включает в себя подготовку исходных материалов, осаждение материала через сопло и этап последующей обработки (спекания). Используя сканирующую электронную микроскопию (СЭМ), на рисунке 1 показаны результаты порошков ZrO_2 ($3\%Y_2O_3$) + 20% Al_2O_3. Можно видеть, что порошки состоят из гранул со средним размером 40-80 мкм.

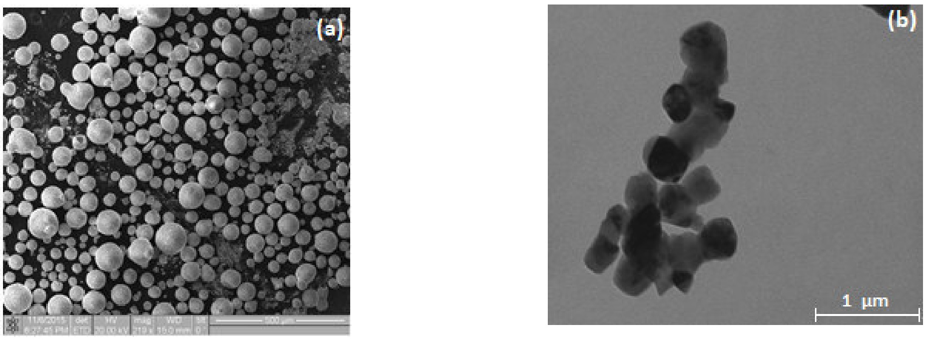


Рис. 1 – Изображения порошков ZrO_2 (3% Y_2O_3) + 20% Al_2O_3:
(а) общий вид порошков; (б) изображение наночастиц, из которых состоят гранулы

Оборудование. Процесс печати проводили с применением лабораторного 3D-принтера, разработанного специалистами Томского государственного университета по заданной программе. В качестве тестовой геометрии лабораторных образцов был выбран элемент лопатки (рисунок 2).

Рис. 2 – Керамические образцы, полученные 3D печатью

Подбор режимов для печати. Для проверки технологических режимов получения изделий из керамики сложной формы был проведен ряд исследовательских экспериментов, в которых варьировалась температура подачи керамической пасты. Во всех экспериментах были установлены следующие фиксированные параметры: скорость печати составляла 2,5 мм / с, диаметр образцов составлял 18,5 мм, диаметр фильеры составлял 0,8 мм. Для всех образцов в качестве материала для печатной пасты использовались порошки системы ZrO_2 ($3Y_2O_3$) - 20% Al_2O_3. Было обнаружено, что повышение температуры «горячей зоны» подвижной головки в диапазоне от 60 до 67 ° С критически влияет на качество отпечатанных образцов. Исходя из качества образцов при оптимальной температуре, выбранное значение составляло 62°C.

Заключение. Композиционные материалы широко используются во многих областях, таких как строительство, электроника и медицина [3, 4]. Фактически, они чрезвычайно интерактивны с другими материалами, и их механические характеристики могут быть улучшены добавлением наночастиц [5] или волокон [6] наполнителей. Таким образом, возможность комбинирования характеристик керамических композиционных материалов с технологией 3D-печати чрезвычайно перспективна для будущих применений в материаловедении. В результате исследований показано, что с применением экструзии материалов с поршневой технологией возможно получение образцов сложной геометрии из оксидных керамических материалов.

Чрезвычайно высокая температура плавления многих керамических материалов затрудняет производство деталей с использованием аддитивных технологий по сравнению с металлами и полимерами. Поскольку керамика не может быть легко отлита или обработана, 3D-печать обеспечивает значительное улучшение геометрической гибкости [7, 8]. В данной работе представлена технология получения образцов сложной формы из керамических материалов с использованием нанопорошков. Используя наш подход, можно изготавливать различные керамические композиции, в том числе материалы, которые трудно сформировать, используя спекающиеся порошки, такие как Al_2O_3, ZrO_2, Si_3N_4 и SiC, полученные плазмохимическим синтезом

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Promakhov, V.; Zhukov, I.; Vorozhtsov, S.; Zhukov, A.; Vorozhtsov, A. Thermal Shock-Resistant Ceramic Composites Based on Zirconium Dioxide // Refractories and Industrial Ceramics, 2016, *56*, 610–614.
2. Travitzky, N.; Bonet, A.; Dermeik, B.; Fey, T.; Filbert-Demut, I.; Schlier, L.; Greil, P. Additive manufacturing of ceramic-based materials // Advanced Engineering Materials ,. 2014, *16*, 729–754
3. Tomeckova, V.; Halloran, J.W. Cure depth for photopolymerization of ceramic suspensions // Journal of the European Ceramic Society , 2010, *30*, 3023–3033.
4. Requena, J.; Moreno, R.; Moya, J.S. Alumina and alumina/zirconia multilayer composites obtained by slip casting // Journal of the American Ceramic Society **,** 1989, *72*, 1511–1513.
5. Pröbster, L.; Diehl, J. Slip-casting alumina ceramics for crown and bridge restorations // Quintessence International **,** 1992, *23*, 25–31
6. Jin, L.; Zhou, G.; Shimai, S.; Zhang, J.; Wang, S. ZrO2-doped Y2O3 transparent ceramics via slip casting and vacuum sintering // // Journal of the European Ceramic Society , 2010*,* 30*,* 2139–2143.
7. Zocca, A.; Colombo, P.; Gomes, C.M.; Günster, J. Additive manufacturing of ceramics: Issues, potentialities, and opportunities // Journal of the American Ceramic Society , 2015, *98*, 1983–2001.
8. Lin, H.; Gerbec, J.A.; Sushchikh, M.; McFarland, E.W. Synthesis of amorphous silicon carbide nanoparticles in a low temperature low pressure plasma reactor // Nanotechnology, 2008, *19*, 325601.

ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОГО ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ НА ПРОЧНОСТНЫЕ СВОЙСТВА КЕРАМИКИ AL_2O_3

В. Костенко

Научный руководитель: ведущий научный сотрудник, д.т.н. С.А. Гынгазов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: kostenkova@tpu.ru

THE INFLUENCE OF PULSED ION IRRADIATION ON MECHANICAL PROPERTIES OF CERAMICS AL_2O_3

V. Kostenko

Scientific Supervisor: leading researcher, Dr. S.A. Ghyngazov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: kostenkova@tpu.ru

Abstract. *The effect of high-power pulsed carbon ions beams on the strength properties of Al_2O_3 ceramics was investigated. Ion irradiation was carried out on a TEMP-4M pulse accelerator. It was found that at the current density of the ion beam of 15 A/cm2, the energy density in the pulse of 0.3 j/cm2 with the number of pulses from 20 to 300 there is an increase in nanohardness and modulus of elasticity by an average of 13%.*

Введение. Керамические материалы на протяжении многих десятилетий привлекают к себе внимание повышенными эксплуатационными свойствами по сравнению с металлами и сплавами. При создании конструкционных деталей сложной формы керамические материалы подвергаются неоднократной механической обработке. Данный процесс является энергозатратным и приводит к повышению стоимости конечных изделий. К тому же механическая обработка керамики может привести к понижению прочностных свойств. Метод ионного облучения может рассматриваться в качестве альтернативы традиционным методам поверхностной обработки и упрочнения керамических материалов. Обработка керамики интенсивными пучками электронов или ионов приводит к изменению фазового и химического составов приповерхностного слоя, структурированию поверхности в результате перекристаллизации зерен [1].

Для изучения механизмов радиационного модифицирования керамических материалов представляет интерес исследовать воздействие мощных импульсных ионных пучков (МИИП) на керамическую структуру керамических материалов с высокими механическими характеристиками, устойчивых к изменению фазового состава. Таким материалом является корундовая керамика, которая находит широкое применение в науке и технике.

Целью настоящей работы является изучение влияния мощных импульсных ионных пучков углерода на прочностные свойства приповерхностных слоев керамики Al_2O_3.

Материалы и методы исследования. Объектом исследования являлась полированная корундовая подложка. Образцы размером 1 см^2 вырезались из керамической подложки.

Облучение корундовой керамики проводили на импульсном ускорителе ионов ТЕМР-4М [2]. Ионный пучок имел состав: ионы углерода (C^+, C^{n+}) и протонов (H^+) в соотношении 85%/15%. Параметры пучка: ускоряющее напряжение 180 кэВ, длительность импульса 100 нс. плотность ионного тока j 15 и 85 А/см^2, плотность энергии в импульсе W_i 0,3 и 1,5 Дж/см^2. Воздействие МИИП на прочностные свойства керамики исследовалось в зависимости от плотности ионного тока и плотности энергии пучка. Плотность энергии, воздействующая на поверхность образцов, изменялась количеством импульсов N. Число импульсов N варьировалось от 3 до 300.

Исследование изменения нанотвердости H_{IT}, эффективного модуля упругости E^*_{IT} материала до и после ионного облучения проводили с помощью прибора NanoTest 600. Индентором служила пирамида Берковича. Измерения проводились в диапазоне нагрузок от 1 до 100 мН.

Результаты и их обсуждение. Во время наноиндентирования по методу Оливера-Фара [3] экспериментально определены нанотвердость и эффективный модуль Юнга корундовой керамики. По полученным результатам построены графики зависимости изменения H_{IT} керамики от параметров ионного пучка по глубине образца (Рис.1).

При максимально приложенной нагрузке P_{max}=100 мН глубина проникновения индентора не превышает 1 мкм (Рис.1). Облучение керамики при j=15 А/см^2 с числом импульсов N 20,100 и 300 приводит к повышению H_{IT} и E_{IT} на 13% по сравнению с исходными значениями (Рис.1а).

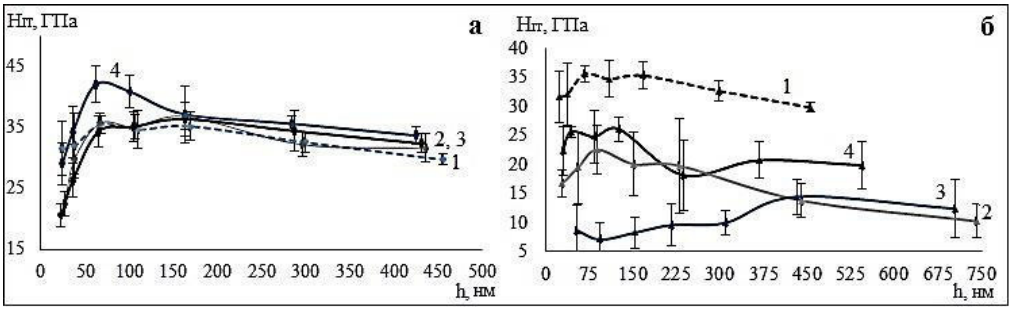


Рис. 1. Изменение нанотвердости керамики по глубине до и после воздействия МИИП (кривая 1 – нанотвердость до ионного облучения, кривые 2-4 - после облучения.):

а – j=15 А/см^2, $W_{N=1}$=0,3 Дж/см^2, N=20, 100, 300;

б – j=85 А/см^2, $W_{N=1}$=1,5 Дж/см^2, N=3, 10, 30

Полученные результаты могут быть объяснены в рамках представленных рассуждений в работе [4]. В данной работе изменение прочностных свойств связывают с тепловым характером воздействия МИИП на керамику, которое сопровождается высокой скоростью нагрева и последующей рекристаллизацией приповерхностных слоев материала.

Для количественной оценки стойкости керамики к упругой деформации разрушения использовалась величина отношения твердости к модулю упругости, H/E, которая называется индексом пластичности материала, а для оценки сопротивления керамики пластической деформации - параметр H^3/E^2. В качестве параметра, характеризующего прочность поверхностного слоя, связанного с упругим восстановлением свойств при индентировании, использовался параметр упругого восстановления R [5].

Увеличение плотности тока ионного пучка до 85 А/см^2 приводит к уменьшению прочностных свойств корундовой керамики (Табл. 1). Воздействие МИИП на керамику приводит к температурному градиенту, в результате чего происходит образование трещин, также облучение может сопровождаться эрозийным процессом, тем самым приводя к понижению прочностных свойств.

Таблица 1

Прочностные свойства керамики Al_2O_3 до и после ионного облучения

P_{max}, мН	Плотность тока j, А/см^2	Количество импульсов N	h_{max}, нм	H/E	R, %	H^3/E^2, ГПа
100	-		455	0,06	28	0,10
	15	20	436	0,05	26	0,09
		100	431	0,05	27	0,09
		300	425	0,05	28	0,10
	85	3	704	0,03	14	0,01
		10	741	0,03	12	0,01
		30	545	0,05	20	0,04
20	-		169	0,10	28	0,34
	15	20	163	0,09	26	0,32
		100	163	0,09	27	0,32
		300	163	0,10	40	0,34
	85	3	310	0,04	14	0,02
		10	230	0,07	12	0,08
		30	237	0,06	20	0,08

Заключение. При плотностях ионного тока порядка 15 А/см^2 наблюдается увеличение нанотвердости и модуля упругости приповерхностных слоев керамики Al_2O_3. Наибольшее увеличение составляет около 13%. При более высоких плотностях тока ионов прочностные свойства уменьшаются.

Изменение твердости облученной поверхности керамики происходит из-за одновременного влияния конкурирующих микроструктурных изменений при повторных переплавах и эрозийных процессах во время радиационного воздействия. При подборе режимов облучения можно добиться упрочнения керамики.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ghyngazov, S.A. Zirconia ceramics processing by intense electron and ion beams. Nuclear Inst. and Methods in Physics Research B, vol. 435, pp. 190-193.
2. Davis, H A, Remnev, G E, Stinnett, B W, Yatsui, K. (1996). Intense ion-beam treatment of materials. MRS Bulletin, no. 21, pp. 58–62.
3. Oliver, W.C., Pharr, G.M. (2004). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indention: Advanced in understanding and refinements to methodology. Journal of Materials Research, vol. 19, no. 1, pp. 3-20.
4. Ghyngazov, S.A., Vasil'ev, I.P., Surzhikov, A.P., Frangulyan, T.S., Chernyavskii, A.V. (2015). Ion processing of zirconium ceramics by high-power pulsed beams. Technical Physics, vol. 60, no. 1, pp. 128-132.
5. David, J., Hayes, R., Hui, J., Nay, R. (2016). Nanoindentation as an alternative to mechanical abrasion for assessing wear of polymeric automotive coatings. Journal of Coatings Technology and Research, vol. 13, no. 4, pp. 677–690.

ВЛИЯНИЕ ДИАМЕТРА ВХОДНОГО КЛАПАНА НА ДИНАМИКУ ЗАПОЛНЕНИЯ ВЕРТИКАЛЬНЫХ ЕМКОСТЕЙ ДЕСУБЛИМИРОВАННЫМ UF_6

А.А. Котельникова., Р.В. Малюгин
Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.А. Орлов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: aak135@bk.ru

THE INFLUENCE OF THE DIAMETER OF THE INLET VALVE ON THE DYNAMICS OF FILLING OF VERTICAL IMMERSION TANKS DESUBLIMATION UF_6

A.A. Kotelnikova., R.V. Malyugin
Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.A. Orlov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: aak135@bk.ru

Abstract. *To determine the possibility of increasing the efficiency of the process of desublimation of gaseous* UF_6 *at separation plants and to study the effect on the average performance of various factors has been developed a simplified three-dimensional mathematical model of the non-stationary process of desublimation of* UF_6*.*

Введение. После замены газодиффузионного метода более эффективным и экономичным газоцентрифужным оборудованием технология десублимации UF_6 практически не изменилась. Поэтому приобретают актуальность работы, направленные на исследование влияния факторов, способных влиять на эффективность процесса десублимации: параметров, задающих режим процесса десублимации и геометрии емкости. Для определения возможности повышения эффективности процесса десублимация газообразного UF_6 на разделительных предприятиях и исследования влияния на среднюю производительность емкостей различных факторов разработана упрощенная трехмерная математическая модель нестационарного процесса десублимации UF_6 [1].

Экспериментальная часть. В данной работе представлено исследование влияния диаметра входного клапана на динамику заполнения вертикальных емкостей с гладкими внутренними стенками. Расчет средней производительности проведен для емкостей объемом 1.0 м^3, 2.0 м^3, 2.5 м^3, 3.0 м^3 и 4.0 м^3. Расчет заполнения емкостей до 70% их объема проводили при изменении диаметра входного клапана d_{in} от $5\cdot10^{-3}$ до $60\cdot10^{-3}$ м, температуре газообразного UF_6 30°C, рабочем давлении в коллекторе 80 мм рт. ст., температуре хладагента (насыщенного раствора $CaCl_2$) минус 25°C.

Давление в коллекторе выше 80 мм рт. ст. не рассматривалось, так как при дальнейшем повышении давления для предотвращения десублимации газообразного UF_6 в трубах коллектора требуется осуществлять их подогрев. Дальнейшее понижение температуры хладагента также не желательно, поскольку это приведет к значительному увеличению его вязкости.

Результаты. Получены зависимости средней производительности емкостей объемом 1.0 м^3, 2.0 м^3, 2.5 м^3, 3.0 м^3 и 4.0 м^3. В таблице 1 представлены результаты расчета динамики заполнения емкостей десублимированным UF_6 при значениях d_{in} от $5\cdot10^{-3}$ до $60\cdot10^{-3}$ м с шагом $5\cdot10^{-3}$ м.

Таблица 1

Средняя производительность емкостей десублимированным UF_6 при изменении диаметра входного клапана

$V_{емк}$	1,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	5	10	15	20	25	30
		t, час	1254,67	586,72	434,22	375,53	347,67	332,28
		M, кг	3445,50	3445,50	3445,50	3445,50	3445,40	3445,50
		q, г/с	0,7628	1,6312	2,2041	2,5486	2,7528	2,8804
	2,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	5	10	15	20	25	30
		t, час	2213,08	889,06	643,81	539,89	488,44	455,53
		M, кг	6937,10	6937,10	6937,10	6937,10	6937,10	6937,10
		q, г/с	0,8707	2,1674	2,9931	3,5692	3,9451	4,2302
	2,5 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	5	10	15	20	25	30
		t, час	2736,08	1000,00	726,64	602,81	540,53	506,22
		M, кг	8692,80	8595,00	8692,80	8692,70	8692,80	8692,70
		q, г/с	0,8825	2,3875	3,3231	4,0057	4,4672	4,7699
	3,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	5	10	15	20	25	30
		t, час	3294,72	1186,61	815,86	669,31	595,72	555,31
		M, кг	10446,00	10446,00	10445,00	10446,00	10445,00	10445,00
		q, г/с	0,8807	2,4453	3,5562	4,3353	4,8704	5,2249
	4,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	5	10	15	20	25	30
		t, час	4403,61	1427,11	957,67	780,44	686,14	633,92
		M, кг	13957,00	13957,00	13957,00	13957,00	13957,00	13957,00
		q, г/с	0,8804	2,7166	4,0483	4,9676	5,6504	6,1159

Продолжение таблицы 1

$V_{емк}$	1,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	35	40	45	50	55	60
		t, час	322,86	316,69	312,47	309,44	307,19	305,50
		M, кг	3445,50	3445,40	3445,50	3445,50	3445,50	3445,50
		q, г/с	2,9644	3,0220	3,0629	3,0929	3,1156	3,1328
	2,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	35	40	45	50	55	60
		t, час	438,33	427,06	419,28	413,69	409,53	406,36
		M, кг	6937,10	6937,10	6937,00	6937,10	6937,10	6937,00
		q, г/с	4,3961	4,5122	4,5959	4,6580	4,7054	4,7420
	2,5 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	35	40	45	50	55	60
		t, час	485,33	471,67	462,25	455,47	450,42	446,56
		M, кг	8692,80	8692,70	8692,70	8692,80	8692,70	8692,70
		q, г/с	4,9753	5,1194	5,2237	5,3015	5,3609	5,4073
	3,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	35	40	45	50	55	60
		t, час	530,75	514,72	503,64	495,67	489,75	485,22
		M, кг	10445,00	10445,00	10445,00	10445,00	10446,00	10446,00
		q, г/с	5,4666	5,6368	5,7609	5,8535	5,9248	5,9801
	4,0 м^3	d_{in}, 10^{-3} м	35	40	45	50	55	60
		t, час	602,17	581,44	567,14	556,86	549,22	543,39
		M, кг	13957,00	13957,00	13957,00	13957,00	13957,00	13957,00
		q, г/с	6,4383	6,6678	6,8360	6,9621	7,0590	7,1348

Показано, что время заполнения емкости объемом 1.0 м^3 при увеличении d_{in} клапана от $5\cdot10^{-3}$ до $60\cdot10^{-3}$ м составляет 1254.67, 586.72, 434.22, 375.53, 347.67, 332.28, 322.86, 316.69, 312.47, 309.44, 307.19 и 305.50 часа соответственно. Увеличение массы десублимата в емкости происходит нелинейно, что согласуется с теорией протекания нестационарных процессов (рис. 1). Однако, при $d_{in}=5\cdot10^{-3}$ м емкости объемом 1.0 м^3 на участке от 0 до 605 часов происходит линейное увеличение средней производительности емкости. Это объясняется тем, что максимальная скорость подвода газообразного UF_6 внутрь емкости ограничена малым диаметром входного клапана. Дальнейшее заполнение емкости приводит к уменьшению скорости десублимации внутрь емкости. Следовательно, дальнейшее увеличение массы десублимата в емкость происходит по нелинейному закону.

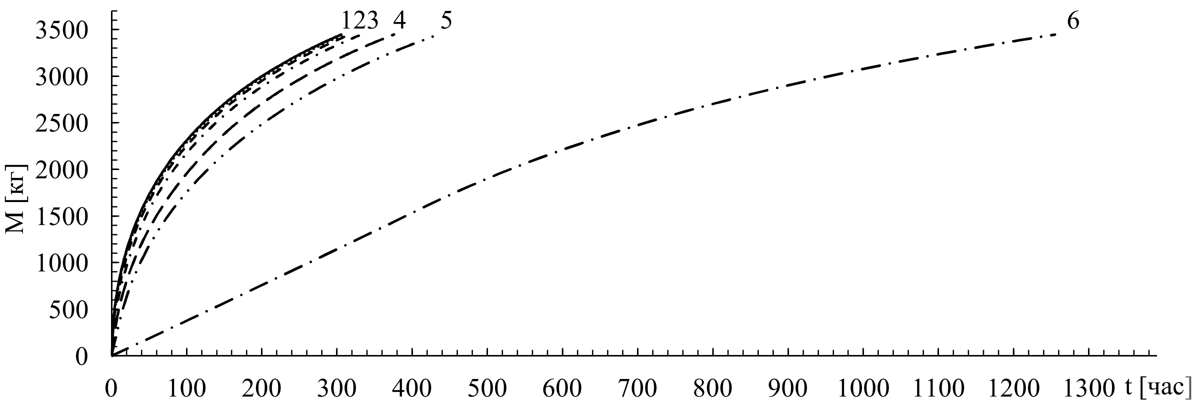


Рис. 1. Динамика заполнения емкости объемом 1.0 м^3 при изменении диаметра входного клапана:

1 – d=0,050 мм; 2 – d= 0,040 мм; 3 – d=0,030 мм;

4 – d= 0,020 мм; 5 - d= 0,010 мм; 6 - d= 0,005 мм

Расчеты показали, что уменьшение диаметра входного клапана приводит к нелинейному уменьшению средней производительности емкостей (рис. 2).

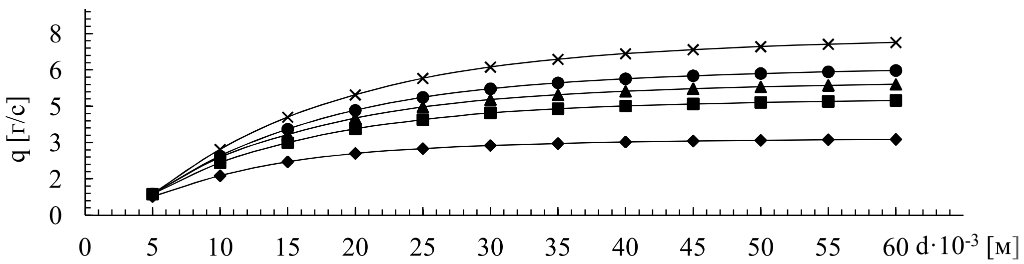


Рис. 2. Зависимость средней производительности емкостей объемом:

♦ *- 1.0 м^3,* ■ *- 2.0 м^3,* ▲ *- 2.5 м^3,* ● *- 3.0 м^3,* **x** *- 4.0 м^3*

с гладкими внутренними стенками от диаметра входного клапана от 5·10^{-3} до 60·10^{-3} м

Заключение. В результате проведенного исследования показано, что при уменьшении диаметра входного клапана от 60·10^{-3} м до 5·10^{-3}, температуре газообразного UF_6 30°C, рабочем давлении в коллекторе 80 мм рт. ст., температуре хладагента минус 25°C происходит уменьшение средней производительности емкостей объемом 1.0 м^3, 2.0 м^3, 2.5 м^3, 3.0 м^3 и 4.0 м^3 на 76-88% из-за ограничения скорости десублимации газообразного UF_6 внутрь емкости.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Orlov A.A., Tsimbalyuk A.F., Malyugin R.V., Glazunov A.A.. Dynamics of UF_6 desublimation with the influence of tank geometry for various coolant temperatures // MATEC Web of Conferences. – 2016.- 72. - 01079.

ОТНОШЕНИЕ ФАЗОВЫХ ОБЪЕМОВ РЕАКЦИЙ ОДИНОЧНГО И ДВОЙНОГО ФОТОРОЖДЕНИЯ ПИОНОВ НА ДЕЙТРОНЕ

М.Я. Кузин, Е.С. Карпенко, А.Ю. Логинов
Научный руководитель: инженер, к.ф-м.н. А.Ю. Логинов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: mrmatve@gmail.com

RATIO OF THE PHASE VOLUMES OF SINGLE AND DOUBLE PION PHOTOPRODUCTION ON A DEUTERON

M.Ya. Kuzin, E.S. Karpenko, A.Yu. Loginov
Scientific Supervisor: engineer, A.Yu. Loginov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: mrmatve@gmail.com

Abstract. *In this paper, we analyzed the ratio of the experimental and total phase volumes of reactions of single and double pion photoproduction on deuterons as a function of the photon energy. To determine the experimental phase volume, limitations were used in the DEUTERON experiment at the VEPP-3 at INP SB RAS.*

Введение. Эксперименты по изучению поляризационных наблюдаемых в фотореакциях на дейтроне ведутся на ускорительно-накопительном комплексе ВЭПП-3 в ИЯФ СО РАН с конца 80-х прошлого века. Одним из изучаемых каналов реакций в этих экспериментах является фоторождение отрицательно-заряженных пионов на дейтронах. В работе [1] была измерена тензорная асимметрия фоторождения пи-минус мезонов линейно-поляризованными фотонами, в работах [2, 3] измерены компоненты тензорной анализирующей способности фоторождения пи-минус мезонов на дейтронах. Постановка этих экспериментов [1-3] не предполагала регистрацию рассеянного электрона, что не позволяло восстановить энергию и углы вылета виртуального фотона. При этом кинематика реакции $\gamma d \to pp\pi^-$ восстанавливалась в предположении рождения одного пи-мезона, и отделить события реакции $\gamma d \to pp\pi^-\pi^0$ из экспериментальной статистики не представлялось возможным. В связи с этим представляет интерес сделать количественные оценки отношения экспериментального и полного фазовых объемов для реакций одиночного и двойного фоторождения пи-минус мезона на дейтроне.

В представленной работе выполнен анализ отношений экспериментального и полного фазовых объемов вышеуказанных реакций для эксперимента [2, 3] и для эксперимента, планируемого к проведению в 2020 году на установке «ДЕЙТРОН» в ИЯФ СО РАН.

Моделирование. Расчет фазовых объемов осуществлялся методом Монте-Карло.

Говоря о состоянии n частиц, задаются 4-импульсы этих частиц. Пространство состояний – импульсное пространство. Элемент объем фазового пространства – это произведение 4-х дифференциалов:

$$dS = d^4 p_1 d^4 p_2 \ldots d^4 p_n \,. \tag{1}$$

Интеграл состояний – весь объем названного фазового пространства. Требование помещать частицу на «массовую поверхность», а все их вместе – на «энергетическую поверхность», вынуждают записывать элемент фазового пространства в виде:

$$dS = \prod_{1}^{n} d^4 p_i \, \delta(p_i^2 - m_i^2) \, \delta^4 \left(\sum_{1}^{n} p_i - P_n \right). \tag{2}$$

Используя свойство δ-фукнции при интегрировании, элемент фазового пространства можно записать в виде:

$$dS = \prod_{1}^{n} \frac{d^3 \overrightarrow{p_i}}{2\omega_i} \, \delta^4 \left(\sum_{1}^{n} p_i - P_n \right). \tag{3}$$

Для того чтобы элемент фазового объема dS интегрировать по формуле 3, необходимо выбрать переменные интегрирования, чтобы их пределы их интегрирования не зависели от значений, полученных другими переменными.

В системе 0_n центра масс всех n частиц нет ограничений на направление движения любой из частиц, например n. Направление частицы будет определяться косинусом полярного угла η_n^* и азимутом φ_n^*, которые меняются в своих естественных пределах. Также зададимся энерговыделением T_{n-1} $n-1$ частиц в их системе покоя, с помощью которого определяется масса компаунд-частицы M_{n-1}. Величина T_{n-1} изменяется от 0 до T_n. Таким образом, импульс частицы n в системе покоя 0_n:

$$\omega_n^* = \frac{M_n^2 + m_n^2 - M_{n-1}^2}{2M_n}, \qquad p_n^* = \sqrt{\omega_n^{*2} - m_n^2}. \tag{4}$$

Пользуясь инвариантностью $d^3 \overrightarrow{p_i} / 2\omega_i$, получим:

$$\frac{d^3 \overrightarrow{p_i}}{2\omega_i} = \int_0^{T_n} \left(p_n^* M_{n-1} / 2M_n \right) dT_{n-1} \int_{-1}^{1} d\eta_n^* \int_0^{2\pi} d\varphi_n^* . \tag{5}$$

Так как импульс частицы n определен, то его можно убрать из под аргумента δ-фукнции.

Аналогично поступая для остальных частиц до 2 и беря интеграл от оставшейся δ-фукнции, получаем выражение для фазового объема:

$$S_n = \int_0^{T_n} dT_{n-1} \int_{-1}^{1} d\eta_n^* \int_0^{2\pi} d\varphi_n^* \int_0^{T_{n-1}} dT_{n-2} \int_{-1}^{1} d\eta_{n-1}^* \int_0^{2\pi} d\varphi_{n-1}^* \ldots \int_{-1}^{1} d\eta_2^* \int_0^{2\pi} d\varphi_2 \cdot 2^{-n} M_n^{-1} p_n^* p_{n-1}^* \ldots p_2^*. \tag{6}$$

Экспериментальный фазовый объем ограничен. Для нахождения доли фазового объема использовался метод Монте-Карло. Сначала находился $f_{\max}$ – максимум функции $2^{-n} M_n^{-1} p_n^* p_{n-1}^* \ldots p_2^*$. Потом равномерно разыгрывались все переменные интегрирования и максимум функции, после чего сравнивалось разыгранное значение максимума функции со значением функции, соответствующие случайно разыгранным переменным. Если разыгранное значение максимума функции оказывалось меньше, то к первому счетчику прибавлялась единица. После этого полученные значения переменных в лабораторной системе сравнивались с ограничениями, и в случае совпадения ко второму счетчику прибавлялась единица. Доля фазового объема будет определяться отношением срабатываний второго счетчика к срабатыванию первого.

Данный алгоритм был реализован на языке программирования C++ для энергий гамма-кванта от 305 до 2005 МэВ с шагом 20 МэВ, каждый шаг выполнялся до набора первым счетчиком миллиона событий.

Результаты. На рисунке 1 представлена зависимость доли экспериментального фазового объема для реакции $\gamma d \to pp\pi^-$ и $\gamma d \to pp\pi^-\pi^0$. В качестве экспериментального фазового объема использовались следующие ограничения: кинетические энергии обоих протонов в пределах (50÷200) МэВ, полярные углы вылета протонов – (50÷90)º, азимутальный угол одного из протонов ±30º, второго (150÷210)º.

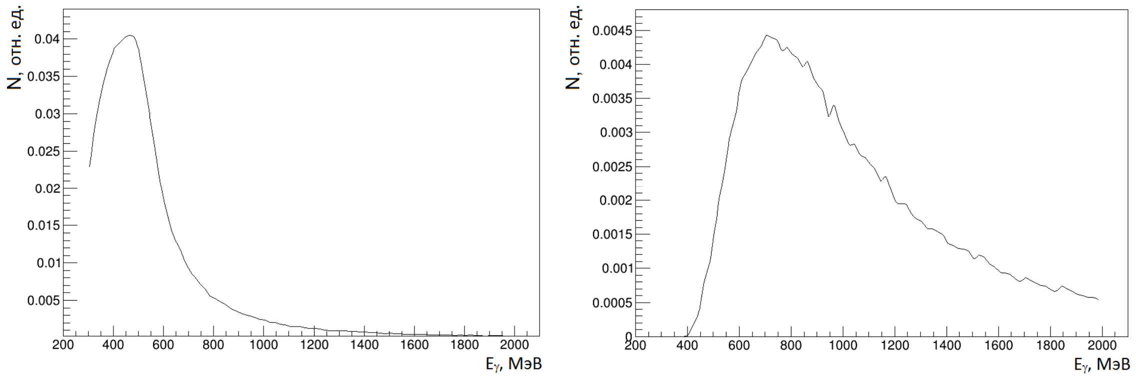


Рис. 1. Доля экспериментального фазового объема в зависимости от энергии фотона. Слева – для реакции $\gamma d \to pp\pi^-$, справа – $\gamma d \to pp\pi^-\pi^0$

На рисунке 2 приведено отношение долей экспериментального фазового объема реакций $\gamma d \to pp\pi^-$ и $\gamma d \to pp\pi^-\pi^0$. Как видно, для энергии фотона менее 500 МэВ вклад двойного рождения пионов пренебрежимо мал, что позволяет восстанавливать кинематику реакции $\gamma d \to pp\pi^-$ только по зарегистрированным протонам.

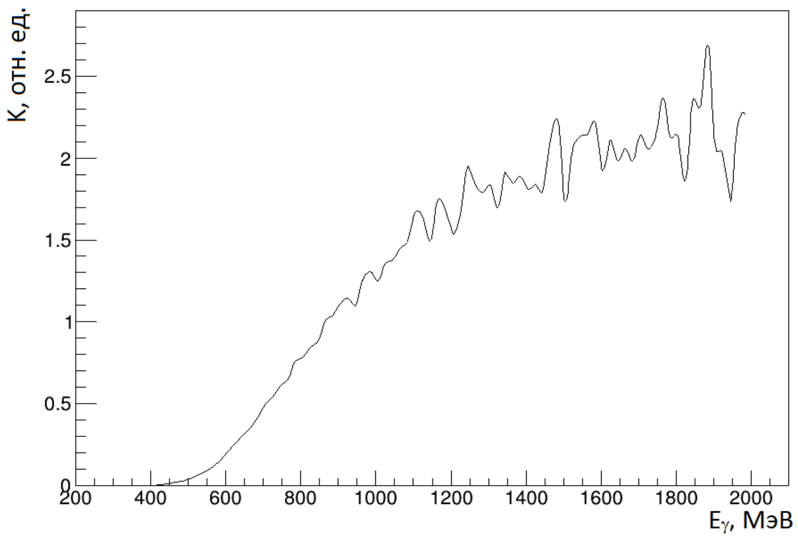


Рис. 2. Распределение событий по недостающей эффективной массе

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №18-32-00013.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Gauzshtein V.V. et al. // European Physical Journal A – 2018. – V. 54:167.
2. Gauzshtein V.V. et al. // Nuclear Physics A – 2017. – V. 968. – P. 23.
3. Gauzshtein V.V. et al. // International Journal of Modern Physics E. – 2018. – V. 27:1850082.

ВЛИЯНИЕ РАСПОЛОЖЕНИЯ ИСТОЧНИКОВ ПРИ ВЫСОКОДОЗНОЙ ВНУТРИТКАНЕВОЙ БРАХИТЕРАПИИ ПРИ РАКЕ НИЖНЕЙ ГУБЫ

А.Т. Кулиева, Е.С. Сухих, А.В. Вертинский
Научный руководитель:к.ф.-м.н. Е.С.Сухих
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: anzhelikakulieva@gmail.com

INFLUENCE OF SOURCE LOCATION IN HDR INTERSTITIAL BRACHYTHERAPY FOR CANCER OF THE LOWER LIP

A.T.Kulieva, E.S.Sukhih, A.V. Vertinsky
Scientific Supervisor: E.S.Sukhikh
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: anzhelikakulieva@gmail.com

Abstract.*The best dose coverage in HDR brachytherapy can be achieved by correct calculation of applicators position. The created source layout formats can be used in clinical practice as a template.*

Введение. Внутритканевая брахитерапия – вид радиотерапии, при которой радиоактивный источник помещается в инвазированную ткань, содержащую в себе опухолевые клетки. Основная задача такой радиотерапии заключается в обеспечении максимального покрытия опухоли заданной дозой. Высокие локальные дозы радиации, заключенные в небольшом объеме, снижают вероятность развития осложнений критических органов, находящихся в непосредственной близости от объема облучения.

В качестве источников для внутритканевой брахитерапии чаще всего используются: ^{60}Co, ^{137}Cs, ^{192}Ir, ^{125}I, ^{103}P, основные характеристики которых представлены в таблице 1.

Таблица 1

Основные характеристики источников, используемых в брахитерапии.

Нуклид	Средняя энергия испускаемых фотонов (МэВ)	Период полураспада	HVL в стали, мм	$Г_{AKR}$, $\left(\frac{мГр\times м^2}{ГБк\times h}\right)$
^{60}Co	1.25	5.26 y	11	0,306
^{137}Cs	0.66	30 y	6.5	77.3
^{192}Ir	0.38	73.8 d	3	108
^{125}I	0.028	60 d	0.02	-
^{103}P	0.021	17 d	0.01	-

Радиоактивные источники могут быть представлены в различных вариантах, например, иглы, гранулы, капсулы и др. Гранулы чаще используются при ручном (хирургическом) введении источника в область с последующим извлечением (временная имплантация источника, ^{192}Ir) или без ограничения времени его нахождения (перманентное нахождение источника, ^{125}I). В свою очередь, капсулы (^{60}Co, ^{137}Cs) вводятся в облучаемый объем автоматически, с помощью специально разработанных устройств.

Пациенты обязательно проходят предварительную подготовку, при которой производится имитация нахождения аппликатора источника в области облучения. Аппликаторы предназначены для надежной фиксации источника в теле человека на протяжении всего курса лечения. С установленными аппликаторами пациенту проводят серию КТ или МРТ снимков (как правило это КТ/МРТ совместимые аппликаторы) для последующего расчета подведения дозы к необходимому объему. План лечения создается с помощью расчета времени нахождения источника в каждой запланированной точке (интервал порядка 5 мм) его следования.

Экспериментальная часть. Для исследования использовались снимки пациента с диагнозом рак нижней губы со стадией $T_2N_0M_0$. Клинический объем опухоли CTV, был обозначен на КТ-снимках. Пациенту был назначен курс с радикальной высокодозной внутритканевой брахитерапии с разовой дозой за сеанс от 5 Гр за 4 фракции на MultiSource HDR с использованием источника ^{60}Co.

План облучения данной области базировался на парижской системе, основные параметры которой таковы: источники должны располагаться линейно и параллельно друг другу на равномерном удалении друг от друга, на расстоянии не менее 8 мм, что позволяет удержать объем максимальной дозы на высоком уровне.

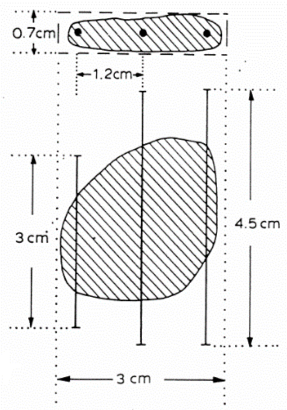


Рис. 1. Пример расположения источников в опухоли по парижской системе

Для данного пациента было создано 5 планов облучения с различными расстояниями между аппликаторами (8 – 12 мм) и разным количеством аппликаторов(4 - 6). Сравнение окончательных планов производится в соответствии с критериями приемлемости дозиметрического плана в качестве лечебного плана. Основными критериями являются:

- D90> 90% (доза, равная 90% от предписанной, должна покрывать более 90% объема);
- D200 <50% (доза, равная 200% от предписанной, должна покрывать не более 50% объема);
- Доза, полученная критическими органами, должна быть в пределах толерантных уровней.

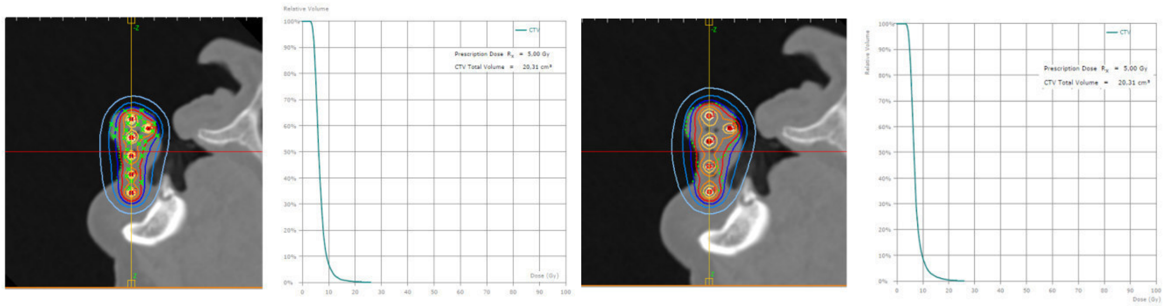
Результаты и обсуждение. В таблице 2 приведены основные характеристики полученных планов лечения. Как видно из представленных данных, планы с расстоянием аппликаторов 8 и 11 мм не прошли по условию D90> 90%. При отступе аппликаторов на 8 мм (Рис.2(а)) наблюдается недостаток дозы в левой части опухоли, что может быть решено добавлением еще одного аппликатора и снижением времени активности других. При 11 мм отступе 90% доза составляет 4.2 Гр, что меньше заданного порогового значения, но в данном плане установка дополнительного аппликатора невозможна, так как при таком отступе он будет находится за пределами опухоли. Увеличение времени облучения также не является лучшим вариантом решением данной проблемы, так как это приведет к возникновению зон переоблучения.

Среди всех составленных планов, отвечающих заданным критериям, лучшие результаты наблюдаются при расстоянии между источниками в 10 мм (Рис. 2(б)). Данный план имеет преимущества по всем показателям кроме продолжительности времени облучения, что является в большей степени косвенным критерием выбора плана.

Таблица 2.

Итоговые результаты планирования

Расстояние между аппликаторами	Количество аппликаторов	Время облучения, сек	Минимальная доза, Гр	D90, Гр	V200,	Максимальная доза, Гр
8 мм	6	287,62	2,89	4,46	6.9 %	26
9 мм	5	306,93	3,29	4,88	9,7%	28
10 мм	5	332,14	3,39	4,90	8,8 %	25
11 мм	4	232,46	2,51	4,20	11,3 %	38
12 мм	4	287,82	2,42	4,64	10,0 %	28



а) б)

Рис. 2. а) - Дозное распределение в объеме мишени при расстоянии между аппликаторами 8 мм; б) - Дозное распределение в объеме мишени при расстоянии между аппликаторами 10 мм

Заключение. В ходе исследования были смоделированы пять планов лучевой терапии в формате внутритканевой высокодозной брахитерапии. В результате было установлено, что наилучшего результата удалось достичь при расстоянии между источниками 10 мм, и именно данный формат облучения будет взят за основу планирования типовых пациентов с таким же заболеванием в Томском Областном Онкологическом Диспансере.

Также следует с максимальной осторожностью относиться к установке аппликаторов, потому как находясь за пределами опухоли данные источники не будут учитываться при расчете дозного распределения, что приводит к образованию зон с повышенной или пониженной дозой.

СРАВНЕНИЕ МЕТОДИК ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОГО И СИМУЛЬТАННОГО БУСТА ПРИ ЛЕЧЕНИИ ОПУХОЛЕЙ ГОЛОВЫ И ШЕИ

А.Т. Кулиева, Е.С. Сухих, М.А.Татарченко
Научный руководитель:к.ф.-м.н. Е.С.Сухих
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: anzhelikakulieva@gmail.com

COMPARISON OF SEQ-IMRT AND SIB-IMRT IN TREATMENT OF H&N CANCER

А.Т. Кулиева, Е.С. Сухих, M.A.Tatarchenko
Scientific Supervisor: E.S.Sukhih
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: anzhelikakulieva@gmail.com

Abstract. *Best way to treat H&N cancers is IMRT technique due to its high conformal. Different dose levels can be delivered with SEQ or SIB methods. Comparison between this methods should stands on absorbed dose in critical organs.*

Введение. Доказано, что наиболее эффективным вариантом ЛТ при лечении области головы и шеи является лучевая терапия с модуляцией интенсивности (IMRT). IMRT с последовательным (SEQ) и симультанным (SIB) бустом являются методиками доставки дозы в IMRT, позволяющими разделить дозу на несколько различных уровней и подвести каждую в выбранный объём. При использовании методики SEQ сначала выполняется доставка дозы (неизменной на протяжении всего курса ЛТ) для общего объема мишени, а позже – для выбранного объема буста. Облучение данных областей по методике SIB производится одновременно за один сеанс ЛТ. Методика SIB имеет ряд преимуществ по сравнению с SEQ, одна из них – сокращение общего времени облучения, т.е. курса ЛТ. Однако методика облучения все еще является трудоёмкой задачей выбора для каждого конкретного пациента. Целью данной работы явилось сравнение методик последовательного и симультанного бустов на основе качественных и количественных характеристик. Ниже приведены основные характеристики, на базе которых производилось сравнение методик.

- Целевая или предписанная доза является дозой, которая должна покрывать объем не меньший, чем 93% от планируемого облучаемого объема. (*Dgoa*l) 95% PTVs
- Минимальная доза или *Dmin* - это доза, покрывающая 99% PTV, но данная доза не должна быть меньше 95% от предписанной.
- Максимальная доза или *Dmax* - это доза, покрывающая 2% PTV и составляющая не более 110% от предписанной.
- Доза на критические органы не должна превышать толерантность данных тканей.

Установленные толерантные дозы для критических органов данной области представлены в таблице 1.

Таблица 1

Уровни толерантных доз для критических органов локализации голова-шея

Ствол головного мозга	Dmax<54 Гр	Слизистая полости рта	Mean D<39 Гр
Спинной мозг	Dmax=50 Гр	Глаза	Dmax<50 Гр
Челюсть	Dmax<70 Гр	Пищевод	Mean D<35 Gy

Экспериментальная часть. Для исследования было выбрано 4 пациента с раком, локализирующемся в области голова-шея. В таблице 2 представлены основные параметры заболеваний каждого пациента.

Таблица 2

Входные данные пациентов

№ пациента	Диагноз	Стадия
1	Рак языка с метастатическим поражением шейных лимфоузлов справа	$T_3N_0M_0$
2	Рак гортаноглотки	$T_2N_0M_0$
3	Базалиома кожи носа. Метахронный рак корня языка	$T_1N_0M_0$, $T_2N_0M_0$,
4	Рак языка	$T_3N_0M_0$

Планы облучения создавались с помощью программного обеспечения Monaco. Для каждого пациента было создано 2 плана, осуществляемых с помощью методик SEQ и SIB. Сравнение планов проводилось с помощью сравнения лучевых нагрузок на критические органы.

Методика SIB имеет явное преимущество на этапе планирования, так как создаётся один единый план, который применяется на протяжении всего курса ЛТ. План SEQ в свою очередь, состоит из нескольких планов, каждый из которых предписывает дозное распределение в конкретной области, на конкретном этапе ЛТ; то есть лечебный план меняется по ходу всего курса терапии.

Результаты и обсуждение. Для каждого из 4 пациентов были получены кумулятивные Гистограммы Доза-Объём, которые отражают значение поглощенной дозы к объему, получившему эту дозу. На основании данных ГДО можно сделать вывод о достижении предписаний планирования и оценить риск возникновения лучевых осложнений в критических органах. На рисунке 1 представлен формат выводных данных системы Monaco для пациента 4 при курсе ЛТ с симультанным бустом.

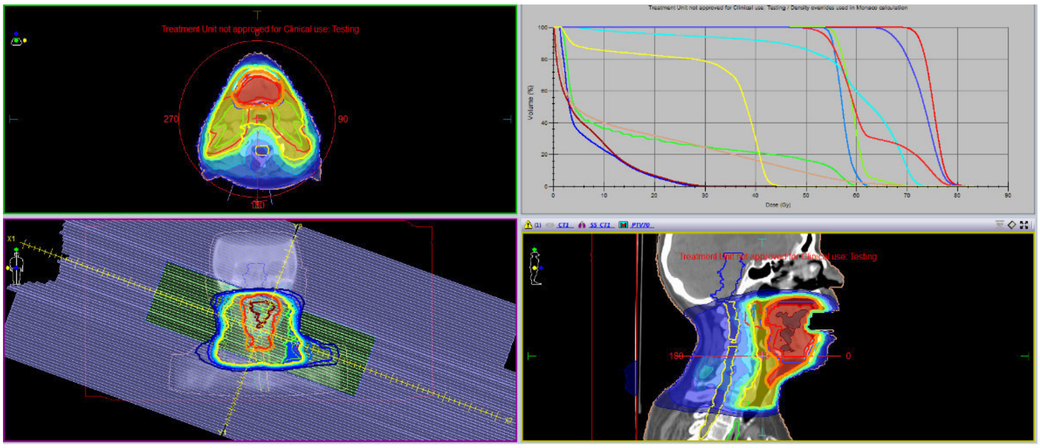


Рис.1. Изодозные кривые и ГДО для пациента 4 при SIB-IMRT

По итогам полученных данных была проведена дозиметрическая оценка планов. Сводные данные для спинного мозга и челюсти представлены в таблице 3.

Таблица 3

Сравнение дозиметрических параметров планов SEQ и SIB

	SEQ IMRT		SIB IMRT	
Пациент	Спинной мозг, D_{max} [Гр]	Челюсть, D_{max} [Гр]	Спинной мозг, D_{max} [Гр]	Челюсть, D_{max} [Гр]
1	39.375	63.495	32.995	63.425
2	45.725	58.495	42.785	59.935
3	50.575	-	43.045	-
4	49.104	83.290	46.035	83.110

Сравнение лучевой нагрузки проводилось для всех критических органов данной локализации, однако для наглядного представления в таблице приведены только значения максимальных доз на спинной мозг и челюсть. Как видно из таблицы, в качестве лечебного плана для пациента #3 не может быть использован SEQ IMRT, ввиду превышения толерантности на спинной мозг, максимальная доза на который не должна превышать 50 Гр. В свою очередь, ЛТ с симультанным бустом для этого же пациента предписывает дозу, получаемую спинным мозгом в 43.045 Гр. Для пациента 4 оба плана не проходят по толерантности на челюсть, однако это обусловлено тем, что критический орган находится в объёме мишени.

При сравнении остальных планов можно сделать заключение о том, что дозовая нагрузка при SIB-IMRT ниже, чем при SEQ IMRT, что может быть обусловлено отсутствием «сшивок» между планами, а соответственно и уменьшением общего отклонения при расчете поглощенной дозы.

Заключение. Выбор использования методики последовательного или симультанного буста должен базироваться на дозиметрических характеристиках обоих планов лечения. Для этого необходимо провести исследование, включающее большое количество пациентов с одинаковыми патологиями и сопутствующими параметрами заболевания. Однако даже на данном этапе можно сделать вывод о том, что использование симультанного буста при лечении опухолей головы и шеи помогает снизить дозовые нагрузки на критические органы.

МОДИФИЦИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА Э110 МЕТОДОМ ВЫСОКОИНТЕНСИВНОЙ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ

А.В. Курочкин
Научный руководитель: ассистент, к.ф.-м.н. Е.Б. Кашкаров
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: avkurochkin93@mail.ru

MODIFICATION OF THE SURFACE OF ZIRCONIUM E110 ALLOY BY THE METHOD OF HIGH-INTENSITY ION IMPLANTATION

A.V. Kurochkin
Scientific Supervisor: assistant PhD E.B. Kashkarov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: avkurochkin93@mail.ru

Abstract. *In this work, a deep surface modified layer of TiZr was obtained using high-intensity low-energy implantation of titanium ions into the zirconium alloy Zr-1Nb. The effect of irradiation dose on the microstructure, phase composition, thickness and tribological properties of surface modified zirconium alloy were investigated.*

Введение. Циркониевые сплавы широко используются в качестве конструкционного материала для оболочек тепловыделяющих элементов активной зоны водо-водяных энергетических реакторов. Циркониевые сплавы обладают низким сечением поглощения тепловых нейтронов, высокой коррозионной стойкостью в воде при температуре 350-360 °С и хорошими механическими свойствами. Однако, в процессе эксплуатации реакторов циркониевые сплавы подвержены коррозии и наводороживанию, что приводит к деградации их физико-механических свойств. Для повышения коррозионной стойкости и механических свойств поверхности циркониевых сплавов разрабатываются различные методы, включающие осаждение покрытий и модифицирование поверхности пучками заряженных частиц [1].

Материалы и методы исследования. В качестве подложки использовался сплав циркония Э110 (Zr-1Nb) размерами 20×20×2 мм. Поверхностные дефекты были удалены в результате механической обработки поверхности при помощи наждачной бумаги с маркировками по ISO-6344 600, 1500, 2000 и 2500 и полировки с использованием алмазной пасты. Шероховатость подложки составила R_a=0,08 мкм. Имплантация проводилась при температуре в диапазоне от 650 °С до 720 °С. Температура образца контролировалась с помощью термопары, закрепленной на обратной стороне образца. Доза ионной имплантации оценивалась по формуле (1) [2]:

$$D=6.25\times10^{18}\times j\times t\times f\times\tau/Z \qquad (1)$$

где j – плотность ионного тока, t – время экспозиции, f – частота импульсов, τ – длительность импульсов, Z – среднее зарядовое состояние ионов титана.

Доза ионной имплантации изменялась от $5{,}4\times10^{20}$ ион/см^2 при плотности тока 120 мА/см^2 и длительности импульса от 4 мкс до $6{,}75\times10^{20}$ ион/см^2 при длительности импульса 5 мкс. При плотности тока 170 мА / см^2 доза ионной имплантации достигла $9{,}56\times10^{20}$ ион/см^2. Однако общая доза ионной имплантации была приблизительно на 10% больше за счет времени нагревания образцов.

Результаты и их обсуждение. На рисунке 1 представлены профили распределения элементов по глубине. На начальном этапе распыления наблюдается повышенная интенсивность элементов C, H, O. Это указывает на наличие поверхностных загрязнений и оксидов из-за того, что не проводилась предварительная очистка поверхности образцов после имплантации. Интенсивность сигнала титана постепенно уменьшается на фоне увеличения содержания циркония, что указывает на градиентное распределение титана по глубине модифицированного слоя. Градиентное распределение титана наблюдается для всех режимов ионной имплантации (рис. 1 а-в). Повышение дозы ионной имплантации приводит к увеличению глубины легированного слоя титана от 6 до 13 мкм.

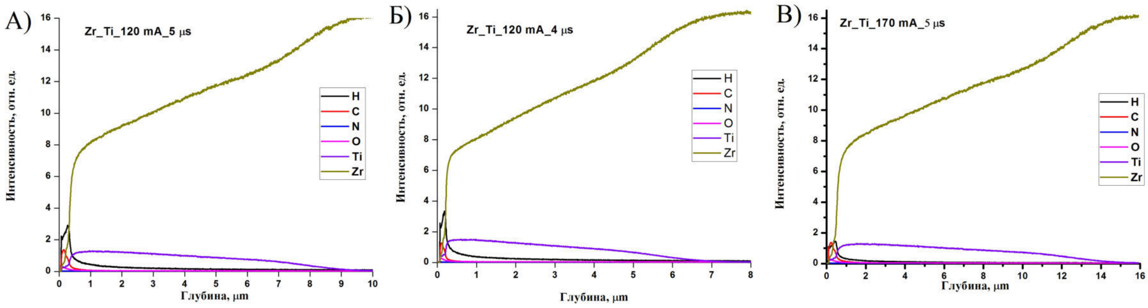


Рис. 1 GDOES профили распределение элементов по глубине после ионной имплантации

На рисунке 2 приведены результаты рентгеноструктурного анализа образцов сплава Zr-1Nb до и после ионной имплантации. Циркониевый сплав имеет гексагональную плотноупакованную (ГПУ) кристаллическую решетку. Кристаллическая структура поверхностного слоя значительно изменилась после высокоинтенсивной ионной имплантации титана. Помимо α-фазы циркония образовывались фазы на основе твердого раствора циркония с титаном различной стехиометрии α′–$Zr_{0.5}Ti_{0.5}$ и α(α′)–$Zr_{0.7}Ti_{0.3}$.

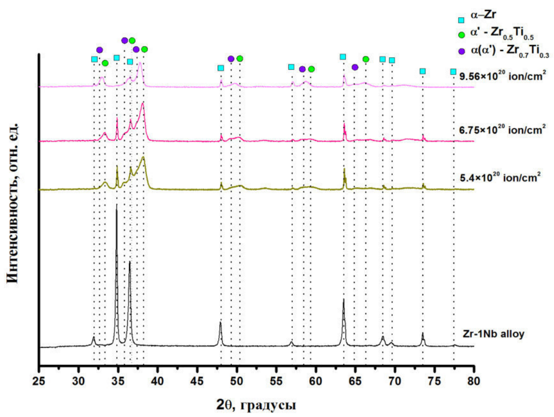


Рис. 2 Рентгенограммы образцов

Сформированный модифицированный слой имеет пластинчатую микроструктуру с двумя ярко выраженными слоями: верхний слой с типичной мартенситной микроструктурой и нижний слой с удлиненными пластинами α–TiZr фазы, как показано на рисунке 3.

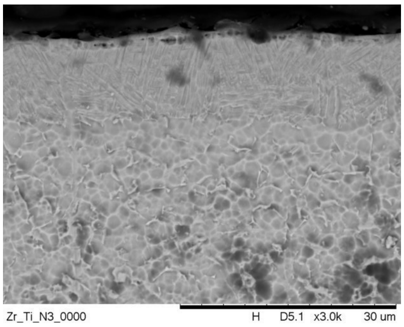


Рис. 3. СЭМ-изображения поперечного шлифа исследуемых образцов

Износостойкость была оценена на основе измерений средней площади поперечного сечения трэка износа (рис. 4). Для сплава Zr-1Nb средняя площадь трэка составила 4400 мкм^2, в то время как для сплава имплантированного титаном площадь снизилась на 22–40%, что указывает на повышение износостойкости сплава.

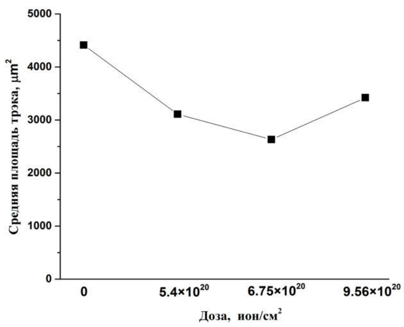


Рис. 4. Средняя площадь трэка износа

Износостойкость сплава возрастает с увеличением дозы имплантации при плотности тока 120 мА/см^2. Однако дальнейшее увеличение дозы имплантации при более высокой плотности тока приводит к ухудшению износостойкости. Такое поведение может быть вызвано высокой шероховатостью поверхности, а также размером зерна модифицированного сплава.

Заключение. Была показана принципиальная возможность формирования глубоких имплантированных слоёв при высокоинтенсивной имплантации ионов титана низких энергий в циркониевый сплав. В результате ионной имплантации формируется модифицированный слой с пластинчатой микроструктурой, толщина которого увеличивается от 6 до 13 мкм в ростом дозы облучения от $5{,}4\times10^{20}$ до $9{,}56\times10^{20}$ ион/см^2 соответственно. Установлено, что в результате высокоинтенсивной имплантации формируются фазы на основе твердых растворов Zr-Ti с ГПУ решеткой. Формирование TiZr слоя приводит к повышению износостойкости сплава.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Duan Z. et al. Current status of materials development of nuclear fuel cladding tubes for light water reactors //Nuclear Engineering and Design. – 2017. – Vol. 316. – pp. 131-150.
2. Ryabchikov A. I. et al. High-intensity low energy titanium ion implantation into zirconium alloy //Applied Surface Science. – 2018. – Т. 439. – С. 106-112.

ПОВЫШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КЕРАМИКИ ИЗ КАРБИДА КРЕМНИЯ ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКЕ

А.А. Леонов[1,2], С.В. Устюжанин[1]
Научный руководитель: к.т.н., В.В. Полисадова[1] и профессор, д.ф.-м.н., Ю.Ф. Иванов[1,2]
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
[2]Институт сильноточной электроники СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический 2/3, 634055
E-mail: laa91@tpu.ru

IMPROVE OF MECHANICAL PROPERTIES OF SILICON CARBIDE CERAMICS BY MEANS OF ELECTRON-BEAM TREATMENT

A.A. Leonov[1,2], S.V. Ustyuzhanin[1]
Scientific Supervisor: Ph.D., V.V. Polisadova[1] and Prof., Dr. Y.F. Ivanov[1,2]
[1]Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenina Ave., 30, 634050
[2]Institute of High Current Electronics SB RAS, Russia, Tomsk, 2/3 Akademichesky Ave., 634055
E-mail: laa91@tpu.ru

Abstract. *Study results of the phase composition, microstructure and mechanical properties of the surface layer of SiC-ceramics treated by an intense pulsed low-energy electron beam are presented. It is shown that irradiation leads to the formation of a nanostructured state and an increase SiC-15R polytype content, which is accompanied by improved mechanical properties of the SiC surface layer.*

Введение. Карбид кремния относится к классу бескислородных керамик и является одним из широко используемых конструкционных материалов в машиностроении, атомной энергетики, для изготовления легкой брони. Уникальность свойств карбида кремния во многом обусловлена его способностью кристаллизоваться в различных модификациях (политипах), количество которых превышает 200 и которые значительно отличаются по свойствам и электрофизическим параметрам. Это делает тот или иной политип предпочтительным для различного применения. На сегодняшний день практический интерес представляют только политипы с гексагональной элементарной ячейкой α-SiC-6H α-SiC-4H и кубической -β-3C. Вопрос о механизме образования политипных фаз в SiC по-прежнему актуален, поскольку не существуют универсальные технологические приемы, приводящие к исключительному росту конкретного политипа [1]. Одним из способов повышения служебных характеристик керамических материалов является формирование в нем субмикро- и нанокристаллического состояния. К числу современных подходов управления микроструктурой и свойствами изделия из керамических материалов относится метод модификации поверхности материала интенсивными импульсными низкоэнергетическими (до 30 кэВ) электронными пучками субмиллисекундной длительности. Воздействие таких пучков на металлы, сплавы, металлокерамические и керамические материалы сопровождается формированием в поверхностном слое изделия аморфной, нано- и субмикрокристаллической структуры, способствуя значительному улучшению физико-химических, электрофизических, прочностных, триботехнических, усталостных и многих других свойств [2-5]. Целью данной работы являлось установление закономерностей структурно-фазового преобразования и изменения прочностных свойств поверхностного слоя SiC керамики, обработанной интенсивным импульсным электронным пучком.

Материалы и методы исследования. Образцы из SiC керамики, изготовленные в форме таблеток диаметром 14 мм и толщиной 3 мм, были получены методом SPS-спекания (электроимпульсное плазменное спекание) при режиме спекания: $T_{спек} = 2100$ °C, $P_{пресс} =$ 70 МПа, $\tau_{спек} = 10$ мин. Основной фазой порошка карбида кремния является политип с гексагональной элементарной ячейкой SiC-6H, также присутствует в небольшом количестве политип с ромбоэдрической элементарной ячейкой SiC-15R (табл. 1). Модификация поверхностного слоя керамики осуществлялась интенсивным импульсным электронным пучком на установке СОЛО (ИСЭ СО РАН) с параметрами пучка: энергия ускоренных электронов 18 кэВ, плотность энергии пучка электронов 20 Дж/см^2 при длительности импульса 200 мкс и количестве импульсов 3 (при давлении остаточного газа (аргон) в рабочей камере 10^{-2} Па). Исследования структурно-фазового состояния в поверхностном слое керамики до и после воздействия пучка электронов проводились на оборудовании Нано-Центра ТПУ. Анализ структуры и фазового состава поверхностного слоя керамики проведен на сканирующем электронном микроскопе JEOL SEM-7500FA и дифрактометре Shimadzu XRD-7000, физико-механические характеристики определяли методом динамической нанотвердометрии алмазной пирамидкой Берковича в режиме «нагрузка-разгрузка» при нагрузке P = 100 мН (нанотвердомер DUH-211S, Shimadzu).

Результаты и их обсуждение. Рентгенофазовые исследования SiC керамики в исходном (до облучения электронным пучком) состоянии показали, что основу материала составляет политип α-SiC-6H, относительное содержание которого 88,8 отн. %, в существенно меньших количествах (10,2 отн. %) присутствует политип α-SiC-15R (остальное – кремний). Облучение керамики электронным пучком приводит к увеличению в материале относительного содержания политипа α-SiC-15R более чем в два раза (табл. 1).

Таблица 1

Политипный состав керамики карбида кремния до и после облучения электронным пучком

Состояние	Политипный состав, %		Размер ОКР, нм	
	SiC-6H	SiC-15R	D_{SiC-6H}	$D_{SiC-15R}$
До облучения	88,80	10,20	89,19	63,93
После облучения	73,86	21,56	64,41	25,41

Облучение SiC-керамики электронным пучком, сопровождается фрагментацией поверхностного слоя, размеры фрагментов изменяются в пределах от 20 мкм до 40 мкм (рис. 1, а, б). В центральной области фрагментов формируется нанокристаллическая структура (рис. 1, в). Размеры кристаллитов изменяются в пределах от 100 нм до 150 нм. Предполагается, что причиной формирования бимодальной зеренной структуры при облучении SiC-керамики импульсным электронным пучком являются термомеханические напряжения, вызванные скоротечностью и, следовательно, неравновесностью процессов преобразования структуры поверхностного слоя материала.

Формирование нанокристаллической структуры при обработке SiC-керамики импульсным электронным пучком сопровождается изменением механических свойств поверхностного слоя материала. Обнаружено увеличение твердости поверхностного слоя на 12 % и модуля Юнга на 17 %.

Предполагается, что причиной роста твердости поверхностного слоя керамики является наноструктурирование материала, а также существенное увеличение содержания в поверхностном слое политипа 15R-SiC, который из всех политипных фаз обладает самыми высоким значениями твердости.

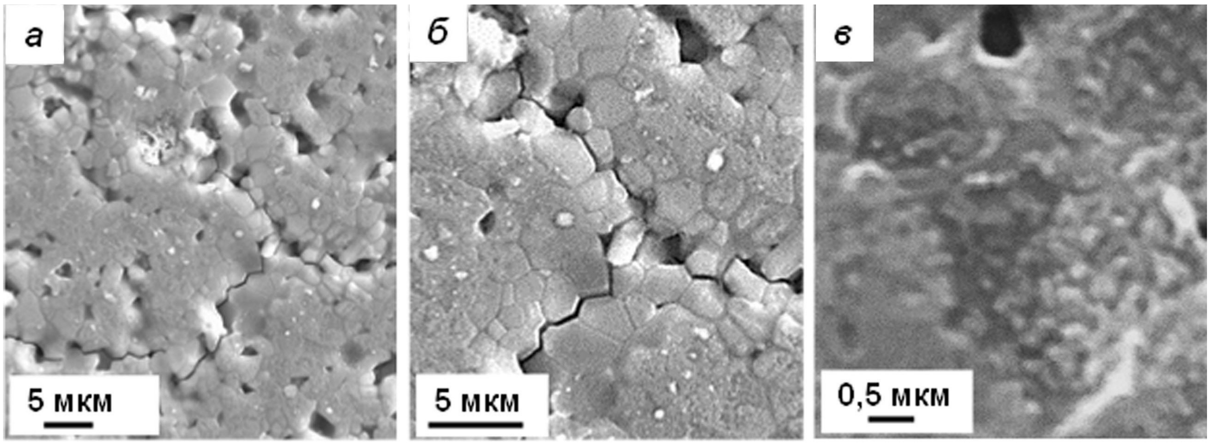


Рис. 1. Структура поверхности SiC-керамики, сформировавшаяся после облучения интенсивным импульсным электронным пучком

Выводы. В настоящей работе показано, что облучение SiC-керамики интенсивным импульсным электронным пучком (18 кэВ, 20 Дж/см^2, 200 мкс, 3 имп.) приводит к изменению фазового состава (двукратное увеличение содержания политипа SiC-15R) и к увеличению механических свойств поверхностного слоя (увеличение твердости и модуля Юнга на 12 % и 17 %, соответственно).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гнесин Г.Г. Карбидокремниевые материалы. – М.: Металлургия, 1977. – 216 с.
2. Иванов Ю.Ф. и др. Структура и свойства поверхностного слоя керамики B_4C, обработанной интенсивным электронным пучком // Физика и химия обработки материалов. – 2017. – № 3. – С. 38–44.
3. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамичесих и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке // Известия Вузов. Физика. – 2008. – Т. 51., № 5. – С. 60–70.
4. Leonov A.A., et al. (2018). Structure and properties of the surface layer of «Ti/SiC-ceramic» system irradiated by low-energy pulsed electron beam. J. Phys.: Conf. Ser. V. 1115. Article 032040.
5. Ivanov Y. (2018). Multilevel hierarchical structure formed in the film (Ti)/substrate (SiC-ceramics) system under irradiation by an intense pulsed electron beam. AIP Conference Proceedings. V. 2051. Article 020110.

АНАЛИЗ ДИНАМИКИ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА В ПРЯМОУГОЛЬНОМ ДИЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ВОЛНОВОДЕ

Н.А. Лесив, К. Мухамедгалиев
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. А.М. Альтмарк
Санкт-Петербургский государственный электротехнический университет,
Россия, г. Санкт-Петербург, ул. проф. Попова 5, 197022
E-mail: nikita.lesiv@gmail.com

ANALYSIS OF BEAM DYNAMICS OF ELECTRON BUNCH IN RECTANGULAR DIELECTRIC WAVEGUIDE

N.A. Lesiv, K. Mukhamedgaliyev
Scientific Supervisor: asoc. Prof., PhD. A.M. Altmark
St.-Petersburg State electrotechnical University, Russia, St.-Petersburg, prof. Popov str. 5, 197022
E-mail: nikita.lesiv@gmail.com

Abstract. *Recently, wake methods for accelerating charged particles, which are based on the transfer of energy from the leading bunch to the accelerated bunch as they move in the accelerator, are widely studied. In dielectric accelerating structures, the energy is transmitted through the Vavilov-Cherenkov radiation generated by the leading bunch. In this paper, the wake-up acceleration scheme based on the use of a flat electron bunch in a rectangular waveguide is considered. The paper presents an analysis of the transverse dynamics of an electron bunch, namely the presence of focusing and defocusing shear forces determining the change in the shape of the electron beam.*

Введение. Кильватерная схема основана на ускорении заряженных частиц в поле бегущей волны (излучения Вавилова-Черенкова), создаваемого ведущим сгустком большого заряда и малой энергии. В качестве ускорительной структуры наибольшее распространение получили диэлектрические волноводы с центральным вакуумным каналом для пролета частиц [1]. Диэлектрические волноводы с прямоугольной геометрией получили распространение [1, 2] благодаря простоте технологии изготовления и возможности изменения расстояния между диэлектрическими пластинами. Поперечное и продольное сечения прямоугольного волновода представлены на Рис.1. Ведущий сгусток 4 движется в вакуумной полости 1 волновода вдоль оси z параллельно диэлектрическим пластинам 2. Диэлектрический волновод, покрытый металлической оболочкой 3, имеет вытянутую форму вдоль оси “*x*” и ведущий сгусток также является вытянутом в горизонтальном направлении. Генерируемое сгустком излучение Вавилова-Черенкова определяет поле E_z позади сгустка и соответственно величину ускоряющего поля. Кроме того, это излучение определяет поперечную динамику самого сгустка. Целью данной работы было исследование влияния LSM и LSE мод на поперечную динамики, а также определение максимальной дистанции пролета пучка до его касания диэлектрической стенки 2. Максимальная дистанция распространения пучка определяет величину энергии, которую может получить ускоряемый сгусток

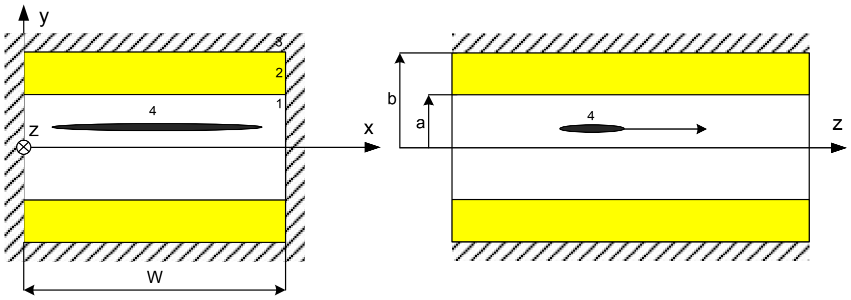


Рис.1. Продольный (слева) и поперечный срезы прямоугольного волновода

Методы исследования. Расчеты, представленные в данной работе основаны на ранее полученном аналитическом выражении Грин-функции для прямоугольного волновода [2]. Кильватерное поле, рассчитываемое с использованием интеграла-свертки протяженного в пространстве сгустка с Грин-функцией, включает в себя LSM (Longitudinal Section Magnetic) и LSE (Longitudinal Section Electric) моды, вклад которых определяется в зависимости от поперечной координаты сгустка. Каждый из упомянутых типов мод также классифицируется на симметричные и несимметричные относительно плоскости относительно координаты $y = 0$.

Динамика сгустка заряженных частиц рассчитывается методом макрочастиц [3]. Данный метод основан на представлении сгустка с зарядом Q в виде N макрочастиц с зарядом Q/N. Подобное разбиение позволяет проводить численное моделирование динамки реального сгустка с экономией вычислительных ресурсов. Количество макрочастиц, выбираемое исходя из геометрических размеров сгустка, его заряда и поперечных координат, может принимать значение от 100 до 5000. Для оптимизации времени вычисления динамики количество LSE и LSM мод выбирается исходя из продольной длины сгустка.

Продольное кильватерное поле E_z оказывает на центральную часть сгустка тормозящее воздействие, в то время как отклоняющие силы F_x и F_y действуют на хвостовую часть сгустка. Знак отклоняющей силы зависит от направления и величины смещения центра сгустка относительно оси волновода.

Результаты. В таблице 1 представлены параметры волновода и ведущего электронного сгустка, соответствующие ускорительной установки Аргонской Национальной Лаборатории [4].

Таблица 1

Параметры волновода (Рис.1) и электронного сгустка для численного моделирования

Параметр	**Величина**	**Параметр**	**Величина**
a (см)	0.5	Заряд сгустка (нКл)	100
b (см)	0.7	Энергия сгустка (МэВ)	50
w (cm)	1	Длина по *y* (см)	0.35
Диэлектрическая проницаемость пластин	3.75	Длина по *x* (см)	0.001
Частота моды LSM11 (ГГц)	6.93	Длина по *z* (см)	0.1
Частота моды LSE11 (ГГц)	11.024	Смещение относительно оси x (см)	0.1

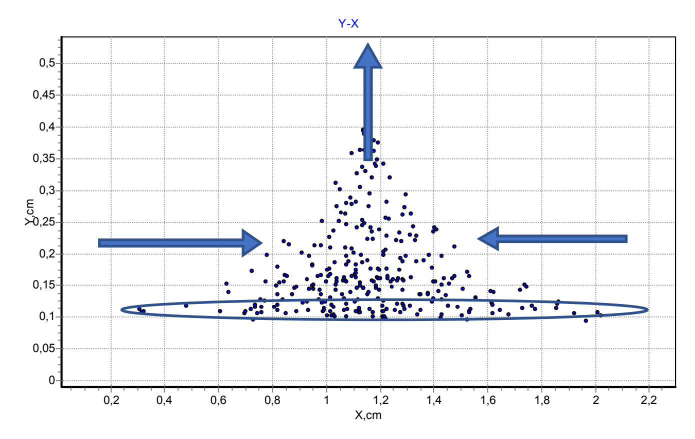


Рис.2. Результаты расчета динамики электронного пучка (поперечный срез в момент касания пучка стенки волновода, 21 см). Сплошная линия показывает границы сгустка в начальный момент времени

Анализируя результаты динамики, представленные на Рис.2, следует отметить, что поперечное поле *Fx* действует на пучок таким образом, чтобы сместить частицы к центру волновода, т.е. как фокусирующая сила. Поле *Fy*, наоборот, смещает частицы в направлении той диэлектрической пластины, которая находится ближе к сгустку. При центральном движении сгустка основной вклад в кильватерное поле вносят симметричные LSM моды и асимметричные LSE моды. При смещении пучка относительно оси волновода в результирующее поле включаются остальные типы мод.

Заключение. В заключении следует отметить, что преимущество прямоугольной кильватерной структуры заключается не только в простоте технологии его изготовления, но и в возможности пропускать сгустки больших зарядов за счет увеличения их протяженности вдоль оси “*x*”. К недостаткам прямоугольной структуры по сравнению с цилиндрической можно отнести отсутствие симметрии относительно центральной оси. Данное обстоятельство усложняет аналитическое выражение и увеличивает время расчета динамики из-за большого количества мод, которые необходимо учесть.

Работа выполнена в рамках проекта госзадания (3.6522.2017).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Andonian, G., Stratakis, D., & Babzien, M. (2012). Dielectric wakefield acceleration of a relativistic electron beam in a slab-symmetric dielectric lined waveguide. PRL 108, 244801
2. Baturin, S. S., Sheinman, I. L., Altmark, A. M., & Kanareykin, A. D. (2013). Transverse operator method for wakefields in a rectangular dielectric loaded accelerating structure. Physical review special topics - accelerators and beams, no. 16, 051302
3. Justin, O. (2016). Simulation of electron beam dynamics in the 22 MeV accelerator for a coherent electron cooling proof of principle experiment, BNL-113300-2016-TH
4. Gai, W. (2016). Two beam wakefield acceleration at argonne wakefield accelerator facility. Proceedings of IPAC2016, Busan, Korea

ОСОБЕННОСТИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ВОДОРОДА С ВАКАНСИЕЙ В АЛЬФА-ЦИРКОНИИ И АЛЬФА-ТИТАНЕ: РАСЧЕТЫ ИЗ ПЕРВЫХ ПРИНЦИПОВ

Лй ХэньЮй
Научный руководитель: Л.А. Святкин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: lihengyu.jlu@gmail.com

THE FEATURES OF THE INTERACTION OF HYDROGEN WITH VACANCY IN ALPHA-ZIRCONIUM AND ALPHA-TITANIUM: A FIRST PRINCIPLES STUDY

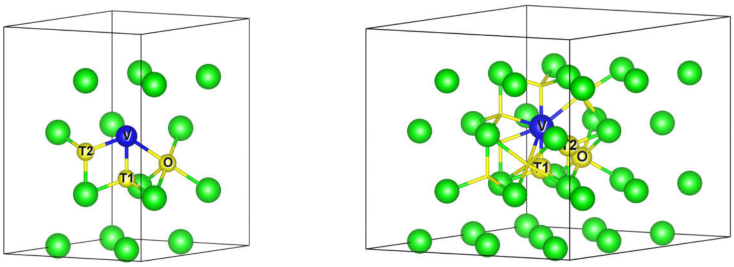
Hengyu-Li
Scientific Supervisor: L.A. Svyatkin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: lihengyu.jlu@gmail.com

Abstract. *Hydrogen embrittlement in alloys is one of current challenges and can lead to a rapid decrease in mechanical properties of materials. In our research we calculate the vacancy formation energy and hydrogen binding energy in zirconium and titanium by using ABINIT software package. For different hydrogen concentrations ~ 6,5 at.% и 3,2 at.%, we obtained that the vacancy formation energy decreases after hydrogen dissolution in the metals and the binding energy of hydrogen atom and metal atoms increased significantly near a vacancy. We compared the energy changes of zirconium and titanium at different hydrogen concentration, respectively. It was shown that interaction of hydrogen with vacancy in zirconium is more sensitive to the change of hydrogen concentration than in titanium.*

Введение. Исследования последних десятилетий показали, что переходные металлы обладают способностью поглощать водород в больших количествах. Однако накопление водорода в металлах приводит к охрупчиванию материалов. Цирконий и титан представляют собой типичные переходные металлы с сильным сродством к водороду. Сплавы на основе циркония используются для изготовления оболочек топливных элементов ядерных реакторов. Сплавы на основе титана широко используется в аэрокосмической промышленности. И те, и другие сплавы в процессе эксплуатации подвергается интенсивному воздействию высоких концентраций водорода. Атомы водорода и вакансии в решетке образуют различные водород-вакансионные комплексы, которые могут являться одним из факторов водородного охрупчивания материалов. В настоящей работе из первых принципов исследованы атомная и электронная структуры циркония и титана с водород-вакансионными комплексами в них при концентрациях водорода и вакансий ~ 6,5 ат.% и 3,2 ат.%.

Метод и детали расчета. Все расчеты в работе выполнены в рамках теории функционала электронной плотности методом проекционных присоединенных волн [1], реализованным в пакете программ ABINIT. Обменно-корреляционные эффекты рассматривались в рамках обобщенного градиентного приближения в форме Пердью-Берка-Эрнцерхофа (PBE). Процесс самосогласованния электронного поля считался завершенным, когда разность энергий составляла меньше 10^{-7} Хартри. Релаксация считалась завершеной, когда силы, действующие на каждый атом, становились ниже $5*10^{-4}$ Хартри/Бор.

Расчетная ячейка системы Zr-H-вакансия (Ti-H-вакансия) с концентрацией водорода ~ 6 ат.% представляла собой блок элементарных ячеек чистого циркония (чистого титана) 2x2x2 с одним атомом водорода и вакансией (рис.1*а*). Для изучения влияния концентрации водорода на его взаимодействие с вакансией в решетке циркония (титана) мы использовали расчетную ячейку в виде блока элементарных ячеек 3x3x2 с одной вакансией и одним атомом водорода (рис.1*б*).



(*а*) (*б*)

*Рис. 1. Расчетные ячейки 2x2x2 (*а*) и 3x3x2 (*б*) системы Zr-H-вакансия. Зеленый атом - цирконий, синий атом - вакансия, желтый атом - водород. Литерами O и T обозначены октаэдрические и тетраэдрические междоузлия, соответственно*

Результаты. Энергия образования вакансий и энергия связи водорода в Zr и Ti представлены в Таблице 1. Из таблицы видно, что растворение водорода в металле уменьшает энергию образования вакансий на величину ~ 0,2-0,3 эВ. При этом для обоих металлов наименьшая энергия образования вакансии наблюдается при формировании конфигурации H^{T2}-vac. В случае циркония уменьшение концентрации водорода в тетраэдрических междоузлиях приводит к уменьшению энергии образовании вакансии, в случае титана аналогичная ситуация наблюдается для октаэдрической координации водорода.

Таблица 1

Энергия образования вакансий и энергия связи водорода с металлом [эВ]

Металл	Энергия образования вакансии				Энергия связи водорода				
Zr	vac	H^{O}-vac	H^{T1}-vac	H^{T2}-vac	H^{O}	H^{T}	H^{O}-vac	H^{T1}-vac	H^{T2}-vac
~ 6 ат.% Настоящая работа	2,228	2,018	2,094	1,935	0,488	0,505	0,676	0,639	0,797
Другие расчеты	2,096 [2]	1,887 [2]	1,960 [2]	1,811 [2]	0,549 [2]	0,609 [2]	0,601[2]	0,522 [2]	0,671 [2]
Эксперимент	≥1,5 [3]	-	-	-	-	0,66 [3]	-	-	-
~ 3 ат.% Настоящая работа	2,239	2,048	1,964	1,916	0,526	0,545	0,717	0,657	0,853
Ti	vac	H^{O}-vac	H^{T1}-vac	H^{T2}-vac	H^{O}	H^{T}	H^{O}-vac	H^{T1}-vac	H^{T2}-vac
~ 6 ат.% Настоящая работа	2,151	1,995	1,987	1,796	0,514	0,413	0,669	0,577	0,798
Другие расчеты	2,04[4]	1,712[4]	1,673[4]	-	-	-	-	-	-
Эксперимент	1,27[5]	1,824[5]	1,811[5]	-	-	-	-	-	-
~ 3 ат.% Настоящая работа	2,179	1,948	2,021	1,866	0,484	0,414	0,715	0,572	0,726
Другие расчеты	2,04[4]	-	-	-	-	-	-	-	-

Согласно данным, представленным в таблице 1, образование вакансий в решетке металла приводит к усилению связи металл-водород. Кроме того, наибольшее увеличение энергии связи водорода наблюдается при его размещении в T2 междоузлии. Уменьшение концентрации водорода и вакансий в металле приводит к увеличению энергии связи водорода в случае циркония, и как к уменьшению, так и к увеличению энергии связи водорода (в зависимости от его расположения) в случае титана.

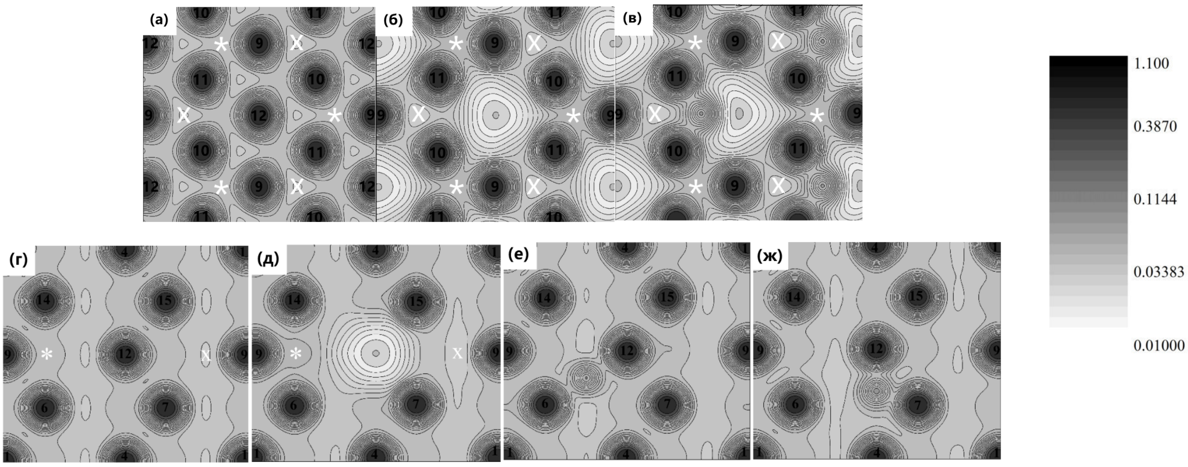


Рис. 2. Распределение электронной плотности для чистых Zr (а) и для систем Zr-вакансия (б) и Zr-H^{T2}-вакансия (в) в плоскости (0001), и для чистого Zr (г) и систем Zr-вакансия (д), Zr-H^{O}(е) и Zr-H^{T}(ж) в плоскости (1120), проходящей через вакансии и атомы циркония и водорода, при концентрации дефектов ~ 6 ат.%. Шкала градации цвета задается в электрон/Бор^3

В работе рассчитано распределение электронной плотности в чистом цирконии и системах Zr–vac и Zr–H–vac (рис. 2). На рис. 2 ясно видно, что водород вызывает значительное перераспределение электронной плотности металла. В близи этих комплексов наблюдается увеличение степени ковалентности связей в металле, что свидетельствует о формировании металл-водородной связи, значительная часть которой является с ковалентная составляющая. В случае системы Ti–H–vac картины распределения электронной плотности имеют схожий вид.

Заключение. Таким образом, растворение водорода в титане и цирконии ослабляет взаимодействие между атомами металла, способствуя образованию вакансий, и приводит к формированию устойчивых водород-вакансионных комплексов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Burke K., Wagner L.O. DFT in a nutshell // International Journal of Quantum Chemistry. – 2013. – V. 113., № 2. – pp. 96–108.
2. Svyatkin L.A., Koroteev Yu.M., Chernov I.P. Mutual influence of hydrogen and vacancies in α-zirconium on the energy of their interaction with metal // Physics of the Solid State – 2017. – V. 60., № 1. – P. 10–19.
3. Rogers B.A., Atkins D.F. Zirconium-Columbium Diagram // Phys. Rev. – 1955. – V. 7. – pp. 1034–1048.
4. Connétable D., Huez J., First-principles study of diffusion and interactions of vacancies and hydrogen in hcp-titanium // J. Phys. Condens. Matter. – 2011. – V. 23. – № 18.
5. Schur D.V., Zaginaichenko S.Yu. Phase transformations in titanium hydrides // International Journal of Hydrogen Energy. – 1996. – V. 21., №11. – pp. 1121-1124.

ПОДБОР РЕЖИМОВ РАБОТЫ РАДИОЧАСТОТНОГО ИСТОЧНИКА ОПТИЧЕСКИ-ЭМИССИОННОГО СПЕКТРОМЕТРА ТЛЕЮЩЕГО РАЗРЯДА GD-PROFILER 2 ДЛЯ АНАЛИЗА ТОНКИХ ПЛЕНОК

А.Д. Ломыгин
Научный руководитель: Р.С. Лаптев
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: lomyginanton141@gmail.com

SELECTION OF OPERATION MODES OF THE RADIO-FREQUENCY SOURCE OF GLOW DISHARGE OPTICAL EMISSION SPECTROMETER GD-PROFILER 2 FOR ANALYSIS OF THIN FILMS

A.D. Lomygin
Scientific Supervisor: R.S. Laptev
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: lomyginanton141@gmail.com

Abstract. *Modern technologies cannot do without materials with special characteristics, some of these materials are coatings and thin films. Coatings and thin films are used in various areas ranging from optics to protective films from any effects. The characteristics of these films mainly depend on two factors of composition and structure. These factors must be carefully controlled, but one method of controlling the elemental composition is glow discharge spectrometry. This study aims to study the sputtering modes for a pulsed radio frequency source of a glow discharge spectrometer DG-Profiler 2.*

Введение. Тонкие пленки и покрытия применяются в различных областях техники, от микроэлектроники и оптики, до защитных покрытий от различных воздействий. Большинство физических свойств тонких пленок зависят от их характеристик, таких как химический состав и структура. Таким образом, для оптимизации желаемых свойств эти химические параметры обычно необходимо измерять адекватными аналитическими методами с низкими пределами обнаружения, хорошей воспроизводимостью и высоким боковым и глубинным разрешением. Тонкопленочный анализ методами профилирования глубины основан на эрозии поверхностей в результате бомбардировки частицами с высокой энергией, причем вещество непрерывно удаляется в зависимости от времени бомбардировки. Одним из таких методом является оптическая-эмисионная спектрометрия тлеющего разряда (ОЭС-ТР) [1]. Данный метод используется для количественного и качественного анализа химического состава материалов. ОЭС-ТР - чувствительный метод к множеству химических элементов. Легкая конструкция установки, простота эксплуатации, возможность профилирования вплоть до глубины 200 мкм сделали данный метод достаточно актуальным для качественного и количественного химического анализа материалов.

Следовательно, **целью** данной работы является подбор режимов работы радиочастотного источника ОЭС-ТР для анализа тонких пленок.

Материалы и методы. Нано композитные покрытия осаждались методом магнетронного распыления Zr (чистота 99,99%), Nb (чистота 99,99%) и Ti (чистота 99,99%), Si (чистота 99,99%), C (чистота 99,99%) мишеней на подложку монокристаллического Si (100) или стекла. Общая толщина полученных покрытий составила 1-1.3 мкм, толщина индивидуальных слоев: 100/100 нм, 50/50 нм, 25/25 нм. Многослойная структура была получена путем поочередного открытия и закрытия затворов у каждой из мишени. Нанесение происходило в атмосфере аргона, без подогрева подложки. Для анализа химического состава покрытий и распределения слоев был использован спектрометр тлеющего разряда GD-Profiler 2. В ОЭС-ТР распыление и возбуждение являются двухэтапным процессом. Когда плоский образец помещается перпендикулярно к медной анодной трубке, уплотнительное кольцо плотно закрывает вакуумную камеру. Пространство, анод и полость между образцом и керамикой, вакуумируется, после чего в трубку поступает аргон. Под действием электрического поля ионы аргона ускоряются к образцу, обладая достаточной энергией для распыления образца. Распыленные частицы, в свою очередь, поступают в плазму и возбуждаются через соударения с высокоэнергетическими электронами и другими частицами. Возникающая оптическая эмиссия характеризует элементный состав образца [2]. ОЭС-ТР основан на обнаружении фотонов, испускаемых этими возбужденными состояниями в плазме, с помощью фотоумножителей или ПЗС в моно- или полихроматорах.

Результаты. Использование радиочастотного источника в импульсном режиме открывает большие возможности ОЭС-ТР, изменяя частоту и мощность можно добиться различных скоростей распыления, а также за счет импульсного режима появляется возможность распылять непроводящие материалы [3]. Подбор режимов работы импульсного радиочастотного источника проводился на наноразмерных тонких пленках на основе Zr/Nb и TiSiC.

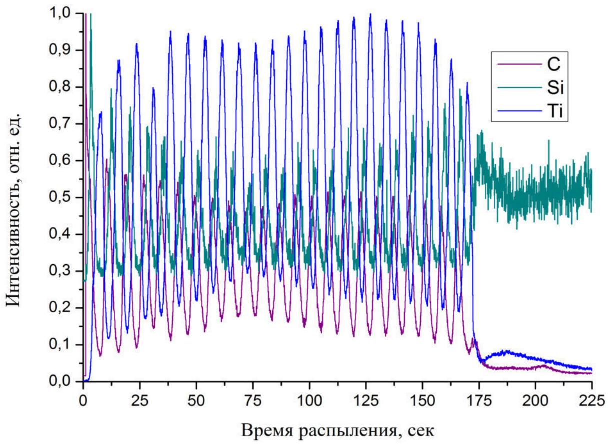


Рис. 1. Зависимость интенсивности сечения элементов от глубины распыления для наноразмерных 15 нм слоев Ti, Si и C на кремниевой подложке

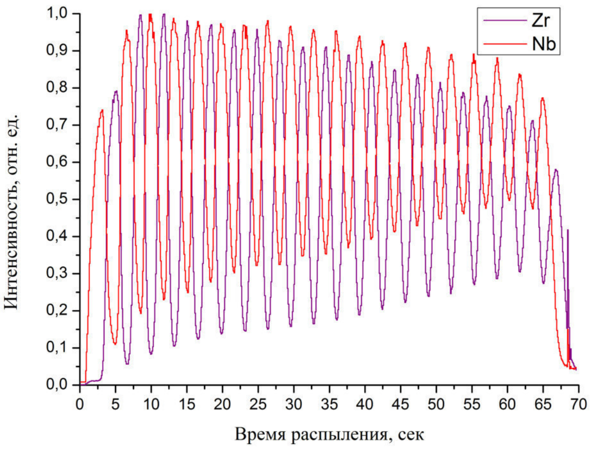


Рис. 2. Зависимость интенсивности сечения элементов от глубины распыления для наноразмерных металлических 25 нм слоев Zr и Nb на стеклянной подложке

Профилирование по глубине на рисунке 1 и 2 . производилось при следующих параметрах: давление - 550 Па и 650 Па, мощность - 40 Вт, частота - 4 кГц и 1кГц, коэффициент заполнения - 25%, соответственно.

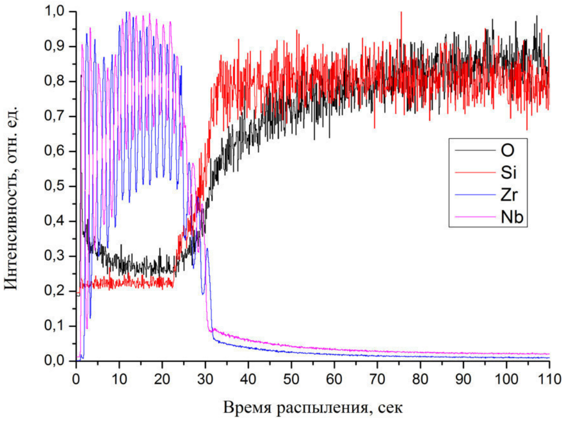


Рис. 3. Зависимость интенсивности сечения элементов от глубины распыления для наноразмерных металлических слоев Zr и Nb на стеклянной подложке вплоть до границы раздела "покрытие - подложка"

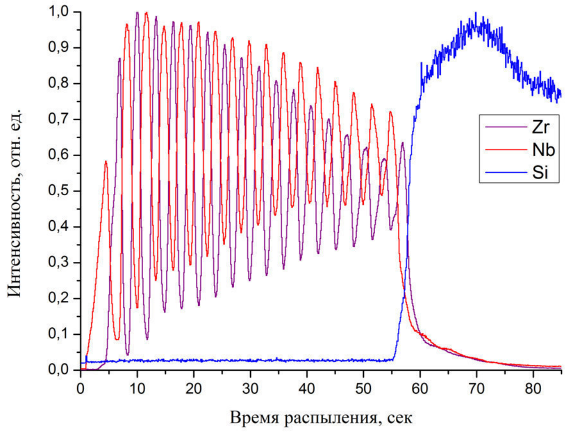


Рис. 4. Зависимость интенсивности сечения элементов от глубины распыления для наноразмерных металлических слоев Zr и Nb на кремниевой подложке вплоть до границы раздела "покрытие - подложка"

Профилирование по глубине на рисунке 3 и 4 . производилось при следующих параметрах: давление - 350 Па и 650 Па, мощность - 40 Вт и 75 Вт, частота - 10 кГц и 5кГц, коэффициент заполнения - 25 % и 50 %, соответственно.

Заключение. В результате данной работы были подобраны режимы работы импульсного радиочастотного источника оптически-эмиссионного спектрометра тлеющего разряда GD-Profiler 2 для анализа тонких пленок на полупроводниковых и керамических подложках. Параметры режимов: давление 350-700 Па, мощность радиочастотного источника 20-80 Вт, частота импульсов 1-10 кГц, коэффициент заполнения 6,25-50%.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Fernández B., Pereiro R., Sanz-Medel A. Glow discharge analysis of nanostructured materials and nanolayers—A review //Analytica chimica acta. – 2010. – Т. 679. – №. 1-2. – С. 7-16.
2. Нехин М., Кузнецов А., Шапон П. Спектрометр тлеющего разряда PROFILER-2-мощный аналитический инструмент послойного анализа материалов //Аналитика. – 2012. – Т. 5. – №. 4. – С. 34-43.
3. Wilke M. et al. Glow discharge optical emission spectroscopy for accurate and well resolved analysis of coatings and thin films //Thin Solid Films. – 2011. – Т. 520. – №. 5. – С. 1660-1667.

ВЫЧИСЛЕНИЕ АНГАРМОНИЧЕСКИХ ПОСТОЯННЫХ X_{IJ} МНОГОАТОМНОЙ МОЛЕКУЛЫ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПАКЕТОВ ПРОГРАММ 'MATHEMATICA'

Лу Вэньцян
Научные руководитель: д.ф.-м.н., профессор Улеников О.Н.
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: qiangwenlu@gmail.com

THE CALCULATION CONCERNING ANHARMONIC CONSTANT xij OF GENERAL MOLECULES BASED ON THE 'MATHEMATICA'

Lu Wenqiang
Scientific Supervisors: Prof. O.N. Ulenikov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin av., 30, 634050
E-mail: qiangwenlu@gmail.com

Abstract. *With the increase of system complexity, it becomes more and more difficult to solve the problem with polyatomic molecule straightly based on the frame quantum mechanics (QM). Hence, it is useful to find an applicable method which could provide an effective way to simplify the calculation. Here we choose the vibrational perturbation theory (VPT) [1] and propose a new way to calculate the anharmonic constant of general molecules based on programm 'MATHEMATICA'.*

Введение. Методы молекулярной спектроскопии являются одними из важнейших для эффективного анализа структурных, динамических и экологических эффектов молекулярных систем [2-5]. Среди них колебательная спектроскопия играет важную роль в современной науке, поскольку она дает информацию о геометрической структуре молекул и взаимодействии между ядрами в определенном электронном состоянии, которая широко применяется в исследованиях динамики химических реакций, химии полимеров и полупроводников [6,7]. Для точного описания колебательных состояний молекул требуется, в первую очередь, подходящий гамильтониан, который содержит всю информацию о колебательных состояниях, и, следовательно, целесообразный метод для приближенного решения уравнения Шредингера. Для решения колебательной задачи существуют два широких класса методов: вариационный метод [8] и теория возмущений. При этом вариационный метод оказался очень точным для малых молекул [9], однако, при увеличении количества атомов, размерность матрицы гамильтониана становится очень большой. Суть теории возмущений заключается в выборе подходящего нулевого приближения и классификации гамильтониана по порядку малости, а колебательные состояния отыскиваются путем вычисления различных порядков теории возмущений. Широко применяемое нулевое приближение является гармоническим, при котором потенциальная функция разлагается по нормальным координатам, ангармонизм самой моды и взаимодействие между различными нормальными модами учитываются до второго порядка теории возмущений включительно. Ангармонические постоянные описывают нелинейные вклады чисто колебательной энергии. Используя метод теории возмущений Релея-Шредингра, можно найти связи между параметрами малой поправкой колебательной энергии и невозмущенной колебательной энергией, таким образом ангармонические постоянные второго порядка x_ij представляет собой некоторую функцию фундаментальных параметров молекулы. Оказывается, для получения ангармонической константы второго порядка x_ij, достаточно учитывать колебательный гамильтониан и теорию возмущений до второго порядка. В данной работе мы вычислили колебательную энергию до второго порядка и ангармонические постоянные xij произвольной многоатомной молекулы.

Метод исследования. В данной работе с помощью теории возмущений Релея-Шредингера и гамильтониана Ватсона [10] был проведен расчет на основе пакетов программ «Mathematica» и дополнительного пакета «quantum» для аналитических вычислений ангармонических постоянных.

Результат. Были получены ангармонические постоянные многоатомной молекулы второго порядка

$$x_{ii} = \frac{1}{4}\left[6k_{iiii} - \frac{15}{\omega_i}k_{iii}^2 - \sum_j^{j\neq i} k_{iij}^2 \frac{\left(8\omega_i^2 - 3\omega_j^2\right)}{\omega_j\left(4\omega_i^2 - \omega_j^2\right)}\right]$$

$$x_{ij} = \frac{1}{2}\left\{2k_{iijj} - \frac{6}{\omega_i}k_{iii}k_{ijj} - 4k_{iij}^2 \frac{\omega_i}{\left(4\omega_i^2 - \omega_j^2\right)} - \frac{6}{\omega_j}k_{jjj}k_{jii} - -4k_{jji}^2 \frac{\omega_j}{\left(4\omega_j^2 - \omega_i^2\right)} \right.$$
$$\left. - \sum_k^{k\neq i,j} 2k_{iik}k_{jjk}\frac{1}{\omega_k} + k_{ijk}^2 \frac{\omega_k\left(\omega_k^2 - \omega_i^2 - \omega_j^2\right)}{N_{ijk}}\right\},$$

Где

$$N_{ijk} = \left[\left(\omega_i + \omega_j + \omega_k\right)\left(\omega_i - \omega_j - \omega_k\right)\left(\omega_i - \omega_j + \omega_k\right)\left(\omega_i + \omega_j - \omega_k\right)\right].$$

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Cheglokov A.E., Ulenikov O.N., Zhilyakpov A.S., Cherepanov V.N., Makushikin Yu.S., Malikova A.B. On the determination of spectroscopic constants as functions of intramolecular parameters // J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. –1989. – V. 22. – P. 997-1015.
2. Laane J. Frontiers of Molecular Spectroscopy. –A.: Elsevier, 2008. – P. 740.
3. Berova N., Polavarapu P.L., Nakanishi K., Woody R.W. Comprehensive Chiroptical Spectroscopy: Instrumentation, Methodologies, and Theoretical Simulations, Volume 1. : Wiley, 2012. –P. 808.
4. Alonso J.L., López J.C. Microwave Spectroscopy of Biomolecular Building Blocks. // Rijs A.M., Oomens J. Gas-Phase IR Spectroscopy and Structure of Biological Molecules: Springer International Publishing, 2015. – P. 406
5. Rijs A.M., Oomens J. Gas-Phase IR Spectroscopy and Structure of Biological Molecules: Topics in Current Chemistry –S.: Springer International Publishing, 2015. – P. 406
6. Erik T.J. Nibbering, Fidder H., Pines E. Ultrafast chemistry: Using time-resolved vibrational spectroscopy for interrogation of structural dynamics. // Annu. Rev. Phys. Chem. –2005. – V. 56. – P. 337-367
7. Paul C.P., Michael M.Co., Jack L. K. Theory of vibrational spectroscopy and its application to polymeric materials.: Wiley, 1982. – P. 530
8. Vincenzo B. Anharmonic vibrational properties by a fully automated second-order perturbative approach. // J. Chem. Phys. – 2005. – V. 122.

9. Carter S., Handy N.C. A variational method for the calculation of vibrational levels of any triatomic molecule. // Molecular Physics – 1982. – V. 47. – P. 1445–1455
10. Papousek D., Aliev M.R. Molecular Vibrational-Rotational Spectra. – A.: Elsevier Scientific Publishing Company, 1982. – P. 461

ТЕНЗОРНАЯ АНАЛИЗИРУЮЩАЯ СПОСОБНОСТЬ НЕКОГЕРЕНТНОГО ФОТОРОЖДЕНИЯ НЕЙТРАЛЬНЫХ ПИОНОВ НА ДЕЙТРОНАХ

С.Е. Луконин, В.В. Гауздтейн, А.Ю. Логинов
Научный руководитель: к.ф-м.н. В.В. Гауздтейн
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: pensioner@tpu.ru

TENSOR ANALYZING POWER OF INCOORENT PHOTOPRODUCTION OF NEUTRAL PIONS ON DEUTERONS

S.E. Lukonin, V.V. Gauzshtein, A. Yu. Loginov
Scientific Supervisor: V.V. Gauzshtein
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: pensioner@tpu.ru

Abstract. *The results of measuring the three components of the tensor analyzing power of the reaction of the incoherent π0-meson photoproduction on the deuteron in the region of the proton energy 15 - 200 MeV and the neutron energy 15 - 150 MeV are presented. The experiment was performed on an internal tensor-polarized gas deuterium target of the electron-accumulator VEPP-3 using the method of registration of a proton and a neutron on coincidences. The results of measurements of the components of the tensor analyzing ability are compared with the results of statistical modeling performed in the framework of a theoretical model.*

Введение. Изучение некогерентного фоторождения пионов на дейтроне, в частности реакции $\gamma d \to pn\pi^0$, позволит получить ценную информацию о структуре дейтрона, а также о πN и NN взаимодействиях. В отличие от теоретических предсказаний, экспериментальные данные реакции $\gamma d \to pn\pi^0$ были получены только для дифференциальных сечений. В настоящей работе мы представляем результаты измерения T_{20}, T_{21} и T_{22}-компонент тензорной анализирующей способности реакции некогерентного фоторождения π^0-мезона на дейтроне в диапазоне энергий фотонов 250 – 500 МэВ, энергий протонов 15 – 200 МэВ и энергий нейтронов 15 – 150 МэВ.

Постановка эксперимента. Экспериментальная статистика исследуемой реакции была выделена из эксперимента, который проектировался для исследования фоторасщепления дейтрона [1]. В этом эксперименте нейтроны регистрировались верхним, а протоны нижним плечом детектирующей системы; общая схема эксперимента приведена на рис. 1. Измеренные асимметрии выходов по отношению к смене знака тензорной поляризации дейтронов P_{zz} были использованы для расчета компонент тензорной анализирующей способности реакции $\gamma d \to pn\pi^0$. С учетом систематических и статистических ошибок, средняя тензорная поляризация мишени за время эксперимента составила $P_{zz}^{+} = 0.341 \pm 0.025 \pm 0.009$, $P_{zz}^{-} / P_{zz}^{+} = -1.70 \pm 0.15$. Подробное описание экспериментальной установки и детектирующей аппаратуры приведено в работах [1, 2].

Обработка экспериментальных данных. Для идентификации и измерения энергии протонов, зарегистрированных в первом сцинтилляторе нижнего плеча, используется метод времени пролета, а для протонов, остановившихся во втором и третьем сцинтилляторах – $\Delta E/E$ анализ. Фоновыми частицами в нижнем плече являются дейтроны, электроны и заряженные π-мезоны. Идентификация и измерение энергии нейтронов, зарегистрированных в верхнем плече, осуществляется по их времени пролета. Здесь фоновыми частицами являются электроны и заряженные π-мезоны. Подробное описание идентификации и измерения энергии зарегистрированных протонов и нейтронов приведено в работе [2].

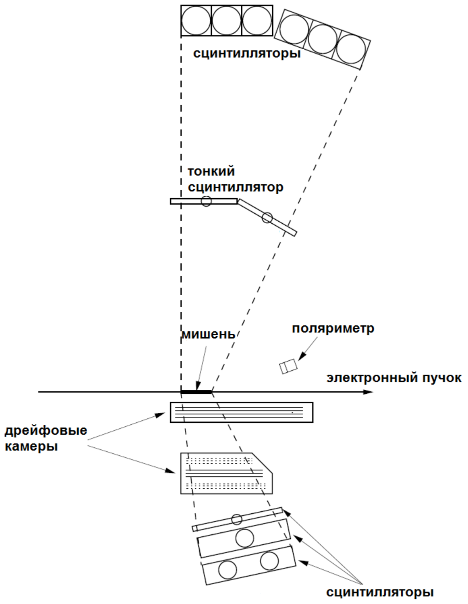


Рис. 1. Схема расположения детектирующей аппаратуры

В отличии от [2], в представленной работе основным фоновым процессом, дающим протон-нейтронные совпадения, является реакция фоторасщепления дейтрона $\gamma d \to pn$. Разделение событий процессов $\gamma d \to pn$ и $\gamma d \to pn\pi^0$ осуществляется по недостающей массе M_x, определяемой как:

$$M_x^2 = \left(P_{ed} - P_{pn}\right)^2,$$

где $P_{ed} = P_e + P_d$ – 4-импульс начальной системы $e+d$, $P_{pn} = P_p + P_n$ – 4-импульс протон-нейтронной системы.

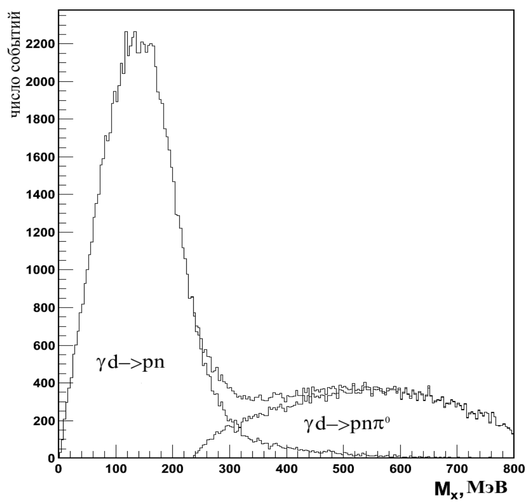


Рис. 2. Распределение событий по недостающей эффективной массе

На рисунке 2 приведено распределение экспериментальных событий по параметру идентификации M_x.

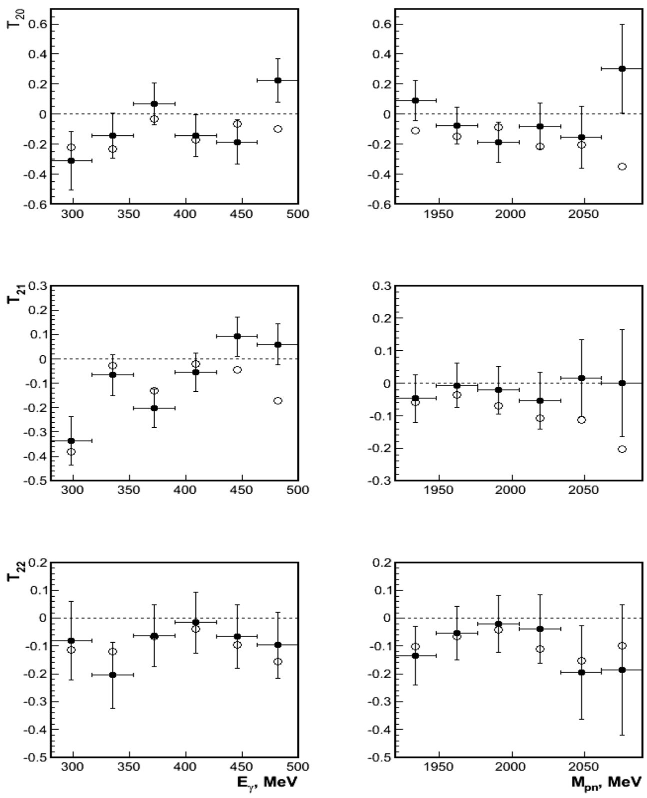


Рис. 3. Зависимости T_{20}, T_{21} и T_{22}-компонент тензорной анализирующей способности реакции $\gamma d \to pn\pi^0$ от энергии фотона и инвариантной массы pn-системы. Заполненные точки соответствуют результатам эксперимента, незаполненные точки – результатам статистического моделирования

Результаты эксперимента. На рис. 3 представлены результаты измерений T_{20}, T_{21} и T_{22}-компонент тензорной анализирующей способности реакции $\gamma d \to pn\pi^0$. Левая колонка графиков соответствует зависимости компонент тензорной анализирующей способности реакции $\gamma d \to pn\pi^0$ от энергии фотона, правая – зависимости тех же компонент от инвариантной массы pn-системы. Для каждой экспериментальной точки приведена полная ошибка измерения, в которой учтены вклады статистической и систематической ошибок, и показан интервал усреднения по соответствующей кинематической переменной (E_γ или M_{pn}). Полученные экспериментальные данные сравниваются с результатами статистического моделирования реакции $\gamma d \to pn\pi^0$.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-32-00013.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Rachek I.A., Barkov L.M., Belostotsky S.L. et al. // Phys. Rev. Let. – 2007. – V. 98. – N. 17. P. 182-303.
2. Гаузштейн В.В., Зеваков С.А., Логинов А.Ю. и др. // Ядерная Физика. – 2015. – Т. 78. – № 1-2. – С. 3

ПОСТРОЕНИЕ ГАМИЛЬТОНИАНА УОТСОНА МОЛЕКУЛЫ ВОДЫ

Лю Синжуй

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Е.С. Бехтерева

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: 1916197220@qq.com

THE CONSTRUCTION OF WATSON-TYPE HAMILITONIAN OF WATER MOLECULE

Liu Xingrui

Scientific Supervisor: Prof., Dr. E.S. Bekhtereva

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin av., 30, 634050

E-mail: 1916197220@qq.com

Abstract. *A computer program which can fit simultaneously the energy levels of any number of interacting vibrational states for an asymmetric top molecule H_2O of the group C_{2v} has been developed. Interactions up to fourth-order terms in the Hamiltonian, including three kinds of Fermi-type interaction and three kinds of Coriolis-type interaction have been taken into account in the computer program. The part of the Hamiltonian which is diagonal in the vibrational quantum numbers is a Watson-type Hamiltonian with a maximum of 29 parameters. This program has been applied to the five interacting states (101), (021), (120), (200), and (002) of H_2O.*

Введение. Современное развитие лазерных технологий значительно стимулирует изучение теории молекулярной спектроскопии. Среди всех типов исследуемых молекул особенное внимание было обращено на молекулу воды по следующим причинам: с одной стороны, поскольку молекула воды является простейшей нелинейной многоатомной молекулой, ее можно рассматривать как типичную систему для проверки различных вычислительных методов. С другой стороны, теоретическое вычисление колебательно-вращательных энергетических уровней молекулы типа асимметричного волчка H_2O усложняется в связи с присутствии резонансных эффектов, возникающих из-за близости расположения колебательных состояний [1]. По этой причине часто возникает необходимость одновременно вычислять вращательные энергии нескольких колебательных состояний с учетом различных резонансных взаимодействий. Для многоатомной молекулы H_2O резонансные эффекты происходят из-за случайного вырождения, к которому приводит соотношение $\nu_1\approx2\nu_2\approx\nu_3$, где ν_1, ν_2 и ν_3 - колебательные квантовые числа [2], которые соответствуют A_1, A_1, B_1 неприводимым представлениям группы C_{2v}. Введем $\mu=2\nu_1+\nu_2+2\nu_3$ и найдем набор колебательных состояний, находящихся в резонансе.

Одновременное вычисление уровней энергии трех взаимодействующих низколежащих возбужденных колебательных состояний (μ = 2, 3) молекулы H_2O было успешно выполнено Flaud и Camy-Peyret [3, 4]. Для случая $\mu\geq4$, когда возникает взаимодействие между более чем тремя возбужденными колебательными состояниями, вычисления становятся намного сложнее.

В рамках данной работы была создана компьютерная программа на языке аналитического программирования FORTRAN. Разработанная программа была использована, чтобы провести теоретический расчёт для энергетических уровней молекулы H_2O с μ=4. Из-за отсутствия экспериментальных данных об энергетических уровнях состояния (040) в расчет были включены только 5 взаимодействующих состояний (101), (021), (120), (200) и (002) молекулы H_2O.

Метод исследования. Из таблицы характеров группы C_{2v} видим, что волновые функции молекулы воды могут быть разделены на четыре класса по типу симметрии: A_1, A_2, B_1, B_2. Для исследуемых состояний колебательные волновые функции имеют следующие типы симметрии: A_1 (состояния (120), (200) и (002) для удобства обозначаем V=3, 4, 5) и B_1 (состояния (101), (021), т.е. V=1, 2). Колебательно-вращательная волновая функция является произведением колебательной и вращательной функций:

$$|V,J,K,\gamma>=\psi_V S(J,K,\gamma),$$

$$S(J,K,\gamma)=2^{-\frac{1}{2}}[|J,k>+(-1)^{\gamma}|J,k>], \text{для } К\neq 0$$

$$S(J,0,0)=|J,0> \qquad (1)$$

где K=|k| и γ=0 или 1, ψ_V - колебательная волновая функция, $S(J,K,\gamma)$ - вращательная волновая функция, так называемая “Wang function”, которая показывает вращательную симметрию состояний системы [5]. Таким образом, полные волновые функции можно разделить на четыре класса: +s, -s, +a и -a.

Эффективный гамильтониан представляется в виде матрицы [6] (см. рисунок 1), недиагональные вклады в которой соответствуют резонансу Ферми (F_{ij}) и резонансу Кориолиса (C_{ij}).

	Γ_V	B_1	B_1	A_1	A_1	A_1	A_1
Γ_V	V.	1	2	3	4	5	6
B_1	1	W_{11}	F_{12}	C_{13}	C_{14}	C_{15}	C_{16}
B_1	2		W_{22}	C_{23}	C_{24}	C_{25}	C_{26}
A_1	3			W_{33}	F_{34}	F_{35}	F_{36}
A_1	4				W_{44}	F_{45}	F_{46}
A_1	5					W_{55}	F_{56}
A_1	6						W_{66}

Рис. 1. Иллюстрация эффективного гамильтониана Ватсона

Матрица эффективного гамильтониана была построена с базисом (1) до *J*=5 с помощью языка программирования FORTRAN. Затем она была диагонализована для получения колебательно-вращательных энергий молекулы воды.

Результаты. Часть полученных результатов для возбуждённого состояния (021) представлена в таблице 1.

Таблица 1

Колебательно-вращательные уровни энергии возбуждённого состояния (021) до J=3

Вращательные квантовые числа			Полная симметрия волновой функции	Энергия, $см^{-1}$
J	K_a	K_c		
0	0	0	+a	6877.731
1	0	1	+a	6904.295
1	1	0	-a	6925.781
1	1	1	+s	6919.865
2	0	2	+a	6957.369
2	1	1	-a	6978.896
2	2	0	+a	7033.618
2	1	2	+s	6961.179
2	2	1	-s	7033.618
3	0	3	+a	7036.842
3	1	2	-a	7058.431
3	2	1	+a	7104.522
3	3	0	-a	7207.604
3	1	3	+s	7023.095
3	2	2	-s	7104.522
3	3	1	+s	7207.604

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Beardsworth R., Bunke P.R., Jensen P., Kraemer W.P. Rotation-Vibration Energy Levels of H_2O and C_3 Calculated Using the Nonrigid Bender Hamiltonian // J. Mol. Spectrosc. – 1986. – V. 118. – P. 50-63.
2. Camy-Peyret C., Flaud J.M. Vibration-Rotation Intensities in H_2O-Type Molecules Application to the $2\nu_2$, ν_1 and ν_3 Bands of $H_2{}^{16}O$ // J. Mol. Spectrosc. – 1975. – V. 55. – P. 278-310.
3. Flaud J.M., Camy-Peyret C. The Interacting States (020), (100), and (001) of $H_2{}^{16}O$ // J. Mol. Spectrosc. – 1974. – V. 51. – P.142-150.
4. Camy-Peyret C., Flaud J.M. The Interacting States (030), (110), and (011) of $H_2{}^{16}O$ // J. Mol. Spectrosc. – 1976. – V. 59. – P. 327-337.
5. Yelyashevich M.A. Rotational Vibrational Energy of Polyatomic Molecules // Tr. Gos. Opt. Inst. – 1938. – V. 106. – P. 938.
6. Kwan Y.Y. The Interacting States of an Asymmetric Top Molecule XY_2 of the Group C_{2v}: Application to Five Interacting States (101), (021), (120), (200), and (002) of $H_2{}^{16}O$ // J. Mol. Spectrosc. – 1978. – V. 71. – P. 260-280.

СПОСОБ НЕОДНОРОДНОГО НАВОДОРОЖИВАНИЯ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА

Лю Уян, В.Н. Кудияров, В.В. Ларионов
Научный руководитель: профессор В.В. Ларионов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: 1345995879@qq.com

METHOD OF INHOMOGENIOUS HYDROGENATION ZIRCONIUM ALLOYS

Liu Wuyang, V.N. Kudiiarov, V.V. Larionov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.V. Larionov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Lenin str., 30, 634050
E-mail: 1345995879@qq.com

Abstract. *This paper describes a method for heterogeneous hydrogenation of zirconium products. The method consists in that a thin layer of up to 1.5 μm titanium nitride is applied to the surface of the alloy. In this part of the plate remains uncoated. As a result, hydrogenation occurs at a value of 10 mm along the length of the plate, the total size of which is 100 mm. The process of studying the hydrogenation of the remaining part of the plate was carried out by the thermopower method.. The main regularities of hydrogen migration in a zirconium alloy under the conditions considered are established.*

Введение. Сплавы на основе циркония широко используются в высокотехнологичных узлах атомной промышленности в качестве элементов конструкции активной зоны ядерных реакторов на тепловых нейтронах. Это основной материал для изготовления тепловыделяющих элементов, кассет, дистанционных решёток и др. [1]. Цель данной работы является создание способа неоднородного наводороживания циркониевых изделий и исследование переноса (миграцию) водорода в этих условиях методом термоэдс. Как известно основной причиной возникновения термоэдс в металлах и сплавах при создании в них градиента температуры является отклонение электронной системы от равновесия [2,3]. Термоэдс реального металла определяется механизмом или несколькими механизмами рассеяния носителей тока на фононах, дефектах решетки, примесных атомах, магнонах (в магнитоупорядоченных металлах), границах зерен (в чистых металлах при низких температурах) и т. д., а также электронным спектром, в частности геометрией поверхности Ферми и температурой. В данной работе этот процесс усложнен тем, что в отличие от предыдущих работ, на поверхность сплава наносится пленка из TiN. В результате процесс переноса заряда происходит в слоистой среде, где существенное влияние оказывает наличие границы металл-полупроводник. Это связано с увеличением рассеяния зарядов (протонов и электронов) на дефектах, вызванных как водородным насыщением, так и наличием границы [4,5].

Теоретическая часть. В данной работе описан способ неоднородного наводороживания циркониевых изделий. Способ состоит в том, что на поверхность сплава наносится тонкий слой величиной до 1.5 мкм нитрида титана. При этом часть пластины остается без покрытия. В результате наводороживание происходит на расстоянии 10 мм по длине пластины, общий размер которой составляет 100 мм. Исследование наводороживания пластины производилось методом термоэдс. Особенность состоит в том, что процесс переноса заряда происходит в слоистой среде, где существенное влияние оказывает наличие границы металл-полупроводник. Это связано с увеличением рассеяния зарядов (протонов и электронов) на дефектах, вызванных как водородным насыщением, так и наличием границы. При этом при наводороживании изменяется проводимость σ металла. Её оценку можно проводить по закону Видемана – Франца по известной величине теплопроводности. При этом на величину термоэдс влияют рассеяния на ионизованных примесях, рассеяния на точечных дефектах, рассеяния на нейтральных атомах примеси, рассеяния на акустических фононах примеси и рассеяния на оптических фононах. Изменение термоэдс на границе металл-диэлектрик требует оценки электропроводности сплава. Обычно для этого применяют закон Видемана – Франца по методике, описанной в нашей предыдущей работе [6].

Материалы и методы. В работе применяли плоские образцы из циркониевого сплава Э110 с размерами 100 × 20 × 1 мм. Образцы вырезали из листа циркония. Поверхность образцов была механически отшлифована для удаления поверхностных загрязнений. Поверхностные напряжения и дефекты удаляли отжигом в вакууме при температуре 580 ºС в течение 180 минут. Циркониевый сплав был покрыт пленкой TiN с использованием установки (Rainbow-Spectrum), разработанной в Томском политехническом университете. В качестве подложки использовали образец сплава Э110 размером 100 × 20 × 1 мм. Использовался вакуумный дуговой испаритель с коаксиальным плазменным фильтром. Перед осаждением образцы подвергались воздействию ионов в аргоновой плазме тлеющего разряда при 1500 В в течение 5 мин. Толщину пленки измеряли с использованием устройства Calotest CAT-S-0000 методом истирания стальным шаром с определенным радиусом. Дополнительно среднюю толщину пленки TiN измеряли весовым методом.

Экспериментальная часть. В работе измерена термоэдс слоистой системы металл-диэлектрик от температуры зонда (рис.1, 2).

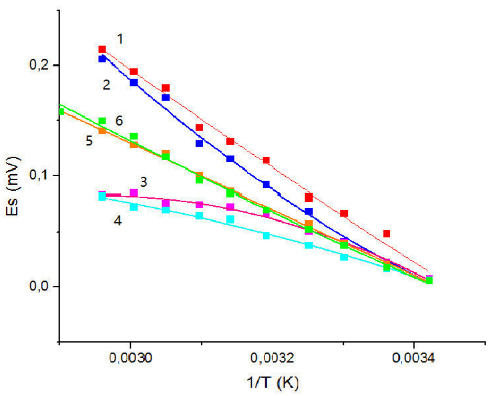


Рис. 1. Зависимость величины термоэдс от обратной температуры зонда и его координаты X по длине пластины (1,2 для X=1 см; 3,4 для X=3 см; 5, 6 для X=9см)

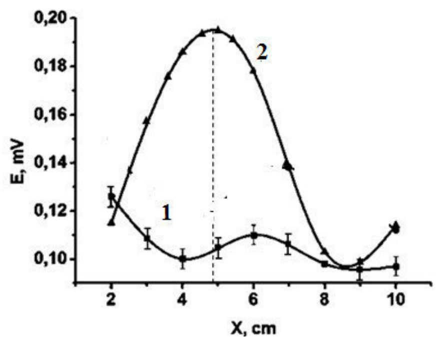


Рис. 2. Пример изменения величины термоэдс от координаты зонда в зависимости от времени (1 – до наводороживание, 2 – через 144 часа)

Из рис. 1 следует, что эффективная величина энергии активации имеет наибольшее значение для чистого сплава без покрытия пленкой TiN и сильно зависит от толщины пленки TiN (при X =3 см h=1.5 μm, при X =9 см h=1.24 μm). Полученные данные свидетельствуют о различных вкладах процессов рассеяния в электропроводность циркониевого сплава и соответственно на величину измеряемой термоэдс. Информационная значимость измерений термоэдс увеличивается, если использовать изотермы при различных температурах. Заметно влияние времени миграции водорода в циркониевом сплаве на величину термоэдс. Эксперименты показывают, что максимум значений термоэдс постепенно смещается вдоль пластины и зависит от координаты X. С течением времени максимум на графике изменения термоэдс исчезает, так как происходит выравнивание концентрации водорода по длине пластины. Последнее обстоятельство позволяет автоматизировать процессы контроля материала. Т.е. появляется возможность фиксации критического значения водорода в изделии и соответствующего его водородного охрупчивания. Оценка вклада эффектов рассеяния электронов проводимости на дефектах и границе металл-проводник может быть определена по величине термоэдс. В докладе приводятся влияние обсуждаемых основных параметров на величину термоэдс.

Заключение. Разработан способ создания неоднородно наводороженного циркониевого сплава путем напыления на поверхность сплава пленки TiN. Метод позволяет исследовать процесс миграции водорода по длине образца. В качестве инструмента для анализа выбран метод измерения термоэдс. Таким образом, по величине экспериментально измеренной термоэдс можно дистанционно определить процесс миграции водорода в конструкционных материалах, оценить влияние рассеяния электронов проводимости на дефектах материала циркониевого сплава, включая краевые эффекты, и тем самым оперативно оценивать концентрацию водорода в материале. С помощью простого метода измерения термоэдс интерпретирован анализ нового материала в условиях создания покрытия TiN циркониевый сплав на специализированной установке.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Альфельд Г, Фелькль И. Водород в металлах: в 2-х т., М.: Мир, 1981. Т. 1. – 457 с.: Т. 2. –430 с.
2. William M. Mueller, James P. Blackledge, George G. Libowitz. Metal Hydrides. London-NewYork, 1968. C. 282, 309.
3. Lider, A.M., Larionov, V.V., Syrtanov, M.S. Hydrogen concentration measurements at titanium layers by means of thermo-EMF 2016 Key Engineering Materials 683, pp. 199-202.
4. Lider, A., Larionov, V., Kroening, M., Kudiiarov, V. Thermo-Electromotive Force and Electrical Resistivity of Hydrogenated VT1-0 Titanium Alloy 2016 IOP Conference Series: Materials 012004.
5. Akatsu, T., Kato T., Shinoda Y., F. Wakai. Thermal barrier coating made of porous zirconium oxide on a nickel-based single crystal superalloy formed by plasma electrolytic oxidation. Surface and Coating Technology. 2013. V. 223. P. 47-51.
6. Larionov V.V., Shupeng Xu, Kun Shi, Krening M.X. Effect of Hydrogen on Conductivity of Metals // Advanced Materials Research Vol. 1084 (2015) pp. 21–25.

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОЛЯ НА ДЕСОРБЦИЮ ВОДОРОДА ИЗ СПЛАВА ПАЛЛАДИЙ СЕРЕБРО

Лю Юйчэнь
Научный руководитель: к.ф.-м.н., старший преподаватель В.С .Сыпченко
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: 2718294366@qq.com

INFLUENCE OF ELECTRIC FIELD ON HYDROGEN DESORPTION FROM ALLOY PALLADIUM SILVER

Liu Yuchen
Scientific supervisor: Ph.D., teacher V.S. Sypchenko
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: 2718294366@qq.com

Abstract. *The results of the study of hydrogen accumulation in the palladium-silver alloy (Pd–40Ag) after electrolytic saturation in D2SO4 are presented. A significant shift (by ΔT ≈ 70° C) in the position of the maxima of the thermal gas desorption of hydrogen and deuterium to the low-temperature region has been found. It is assumed that this shift of the temperature peak is related to the influence of the electric field and depends on the heating method. The isotope effect is relatively weak.*

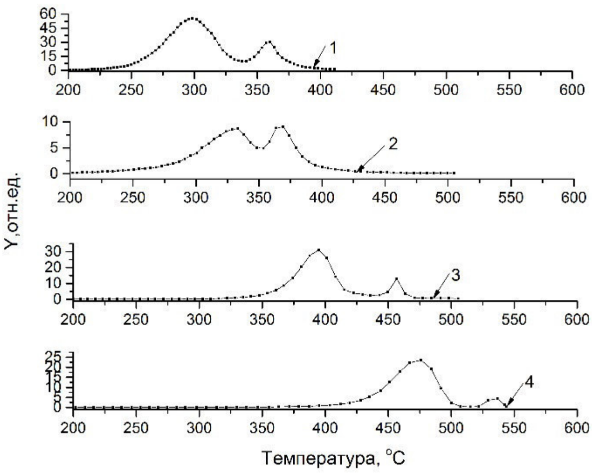
Введение. В настоящее время сплавы палладия находят весьма ценное применение в сплаве с другими металлами. Например, сплавы сорок шестого элемента с серебром применяют в аппаратуре связи (изготовление контактов), в ювелирном деле, зубоврачебной практике (зубные протезы) и даже идут на изготовление деталей кардиостимуляторов. Изучение сплавов палладия с серебром актуально и для водородной энергетики, так как водород активно диффундирует через палладий для глубокой очистки водорода. Под небольшим давлением газ пропускают через закрытые с одной стороны палладиевые трубки, нагретые до 600 °С. Водород быстро проходит через палладий, а примеси (пары воды, углеводороды, кислород, азот) задерживаются в трубках. Для удешевления процесса используют не чистый палладий, а сплавы с серебром.

Частицы, адсорбированные на поверхности, обладают определенной энергией связи с поверхностью, и скорость их десорбции определяется фактором Больцмана. Увеличение температуры поверхности приводит к росту скорости десорбции, а десорбированные частицы могут быть обнаружены при помощи масс-спектрометров. Изучение таких зависимостей скорости десорбции может дать информацию об энергии связи адсорбата с поверхностью, а точнее об энергии активации десорбции (E_{des}) [1]. Целью работы является получение закономерности влияния скорости нагрева и электрического поля на десорбцию изотопов водорода из сплава палладий-серебро.

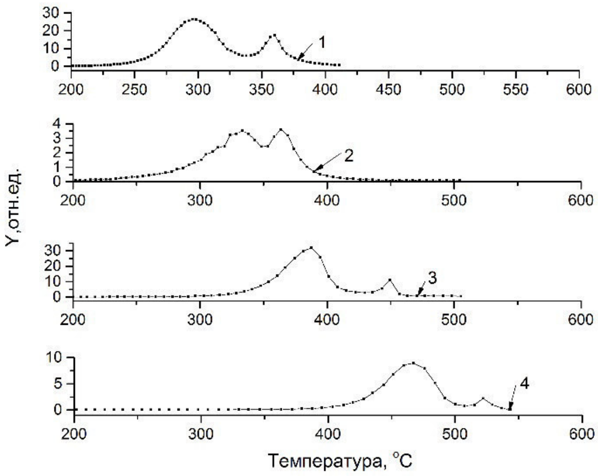
Материал и методика исследований. Наличие процесса разряда ионов водорода представляет собой необходимое условие наводороживания палладии в водных средах. В качестве объекта исследования использовался сплав Pd–40Ag. Насыщение изотопами водорода проводилось в 1M D_2SO_4

плотность тока j = 40 А/см^2, временя t = 20мин. Нагрев исследуемых образцов производился тепловым излучением и прямым пропускание тока (джоулево тепло) через исследуемый образец.

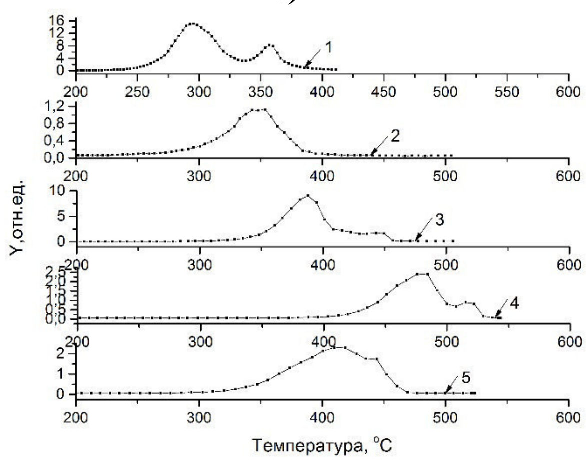
Результаты исследований. На рис. 1 представлены зависимости интенсивности изотопов выхода от температуры при различных скоростях нагрева. На всех зависимостях наблюдается 2 пика, первый пик соответствует десорбции водорода из палладия, а второй пик из серебра. Полученные данные при скорости нагрева 1 град/с хорошо согласуется с результатами представленными в [2]. Из рис. 1 *а-в* видно, что по мери увеличения скорости нагрева температурные пик смещается в область более высоких температур [1], не зависима от изотопа. В случае же увеличения массы изотопа, наблюдаются небольшие сдвиги ~0,2 эВ (таб. 1) в область повешенных температур и этот воздвиг наиболее выражен при малых скоростях нагрева.



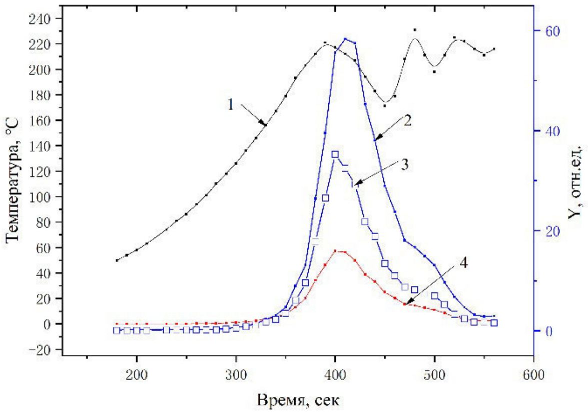
а)



б)



в)



г)

Рис. 1. Зависимость интенсивности выхода изотопов водорода а) – H_2 *б) –* DH, *в) –* D_2 *от температуры при различных скоростях нагрева в стальной ячейке: 1 - 1 град/с; 2 – 1,6 град/с; 3 – 2,3 град/с; 4 – 2,9 град/с. г – Зависимость интенсивности выхода и температуры* H_2 , DH, D_2 *от времени при нагреве джоуливым теплом*

На рис. 1*г* приведен спектр выхода изотопов водорода при скорости нагрева 1 град/с джоуливым теплом. Сравнивая данные рис. 1 *а* и *г* по температурным пикам видно, что при нагревании прямым пропусканием тока через образец приводит, что пик наблюдается в области 220 °С (кривая 1 на рис .1*г*), а при тепловом 290 °С. Разность по температурам составляет 70 °С, такое расхождение очевидно связано с влияние электрического поля на десорбированную частицу.

В табице 1 предоставлены результаты, рассчитанные по формуле Редхеда, энергий активации E_{des} полученные из рис. 1 *а-в*

$$E_{des} = kT_{\text{макс}}(\ln\left(\frac{\upsilon_1 T_{\text{макс}}}{\beta}\right) - 3{,}64)$$

где β=dT/dt – скорость нагрева, чистота колебаний атомов $v_1=10^{13}c^{-1}$, $k=1{,}38*10^{-23}$Дж/K – постоянная Больцмана.

Таблица 1

Энергия активации изотопов водорода

	H_2		DH		D_2	
Скорость нагрева β, °C/c	E_{dPd}, эВ	E_{dAg}, эВ	E_{dPd}, эВ	E_{dAg}, эВ	E_{dPd}, эВ	E_{dAg}, эВ
1	1,61	1,99	1,78	1,99	1,78	1,98
1,6	1,69	1,79	1,69	1,77	1,74	1,91
2,3	1,84	2,02	1,82	2,00	1,82	1,98
2,9	2,03	2,17	2,03	2,17	2,08	2,23

Смещение положения максимумов выделения водорода в низкотемпературную область для сплава палладий-серебро при нагреве электрическим током можно связать с достаточно большими сечениями рассеяния электронов проводимости на атомах водорода, высокими энергиями свободных электронов вблизи уровня Ферми, возможностью передачи электроном при соударении с легким примесным атомом существенно большей энергии- в Mi/M_H раз, чем при соударении с тяжелым атомом и рассеянии на фононах. При плотностях тока проводимости в наших экспериментах порядка 40А/см^2 , удельном сопротивлении $120 \cdot 10^{-6}$ Ом·см, плотности свободных электронов вблизи уровня Ферми $6 \cdot 10^{20}$ см$^{-3}$ подводимой плотности энергии достаточно для разогрева проводника до температур соответствующих равновесному термостимулированному диффузионному выходу водорода из металлов. В этих условиях наличие легкой, подвижной водородной атмосферы в металлах создает условия для реализации неравновесных процессов выхода водорода из металлов: электромиграция и электромагнитные стимулирующие эффекты в ИК области.

Изотопный эффект выражен относительно слабо, но проявляется тенденция к увеличению температурных смещений для легких изотопов при наличии неравновесной составляющей в подводимой энергии, стимулирующей выход изотопов водорода из металлов

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Вудраф Д., Делчар Т. Современные методы исследования поверхности. – М: Мир, 1989. – 564 с.
2. Сыпченко В.С., Никитенков Н.Н., Сигфуссон Т.И., Тюрин Ю.И. и др. Особенности накопления водорода в металлах при насыщении в плазме, электролите и в водородной атмосфере под давлением // Известия РАН. Серия физическая – М. 2012. – Т.76 – №6. – С. 794 – 797

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОБРАЗЦОВ СТАЛИ 12Х18Н10Т, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГИБРИДНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СВАРКИ

А.П. Малюк[1], А.Н. Ступаков[1]
Научный руководитель: профессор, д.т.н. С.Ю. Тарасов[2]
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: antohindenis@mail.ru

STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF STEEL 321 SAMPLES OBTAINED BY THE METHOD OF HYBRID LASER WELDING

A.P. Malyuk[1], A.N. Stupakov[1]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. S.Yu. Tarasov[2]
[1]Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,
Russia, Tomsk, Akademicheskii str., 2/4, 634055
E-mail: antohindenis@mail.ru

Abstract. *In our work, we are research macrostructure of 12X18H10T steel, using optical microscopy and revealed the mechanical properties of the samples in tensile tests. Strength parameters of welded joints demonstrate high strength, located at base metal level. The structure of the welds did not reveal the presence of macro defects in the form of pores, cracks and non-metallic inclusions.*

Введение. В настоящее время широко используется метод гибридной лазерной сварки. Экспериментальные и смоделированные исследования по лазерной сварке продвигаются вперед. Гибридная лазерная сварка одновременно использует лазерный луч и электрическую дугу, в общей сварочной ванне. С фундаментальной точки зрения влияние лазерного луча и дуги на материал оказывает синергетический эффект лазерного луча и электрической дуги приводят к увеличению скорости сварки, и глубины проплавления, а так же стабильности процесса [1-2]. Аустенитные нержавеющие стали такая как 12Х18Н10Т имеют высокую пластичность ударную вязкость и коррозионную стойкость, в качестве элементов для криогенной техники или деталей сварных конструкций, которые будут функционировать при очень низкой температуре, а так же производства емкостного, теплообменного, реакционного оборудования [4]. Гибридная лазерно-дуговая сварка может покрыть дефицит единого источника тепла, что увеличивает использование энергии и уменьшает сварочные дефекты [3].

Материал и методика эксперимента. Получены образцы неразъемных соединений методом гибридной лазерной сварки из листового проката стали 12Х18Н10Т толщиной 2,5 мм. Схема процесса гибридной лазерной сварки приведена на рисунке 1. Сварка осуществляется комбинированным методом посредством дуги 3 от дугового источника 1 и лазерного луча 2. в результате образуются сварочные ванны от лазера 5 и дуги 4 с запаздыванием ванны от дуги на некоторое расстояние относительно ванны от лазера. Мощность лазера при сварке находилась на уровне 3,5 кВт, ток сварочной дуги порядка 145 А, напряжение дуги 21,2 В, скорость сварки – 2,5 м/мин.

Исследования макроструктуры проводили на оптическом микроскопе Altami Met 1c. Механические свойства определяли на универсальной испытательной машине УТС 110М в экспериментах на растяжение.

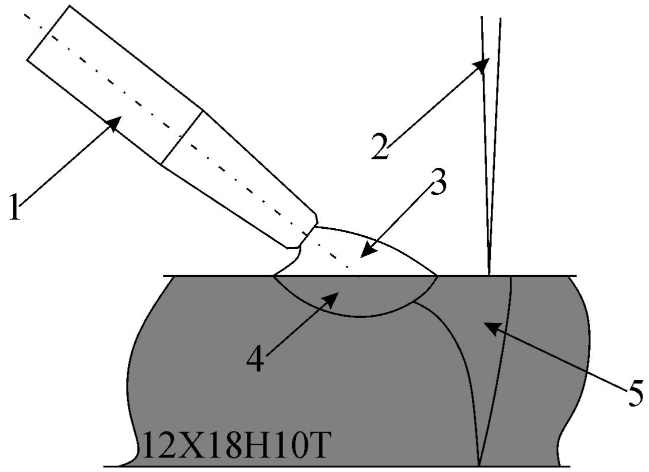


Рис. 1. Схема процесса гибридной лазерной сварки

Результаты и обсуждение. Макроструктура образцов (рис. 2) представлена классическим строением с четко выделяющимися ваннами расплава от сварочной дуги и от лазера. Ванна расплава от сварочной дуги в данном случае имеет слишком большой размер, предположительно, по причине слишком большой мощности дуги. Структура металла обоих зон представлена литой крупнокристаллической дендритной структурой. Зона термического влияния как от сварочной дуги, так и от лазерного воздействия невелика и на изображении четко не выделяется.

Испытания на растяжение (рис. 3) показывают, что образцы, вырезанные поперек сварного шва, демонстрируют высокие значения прочности и, особенно, пластичности образцов. Разрушение образцов происходит в центральной части шва после длительной стадии пластического течения. При этом предел прочности образцов находится на уровне прочности основного металла и разупрочнения в зоне шва при сварке не выявляется.

Рис. 2. Структура сварного шва стали 12Х18Н10Т, полученного методом гибридной лазерной сварки

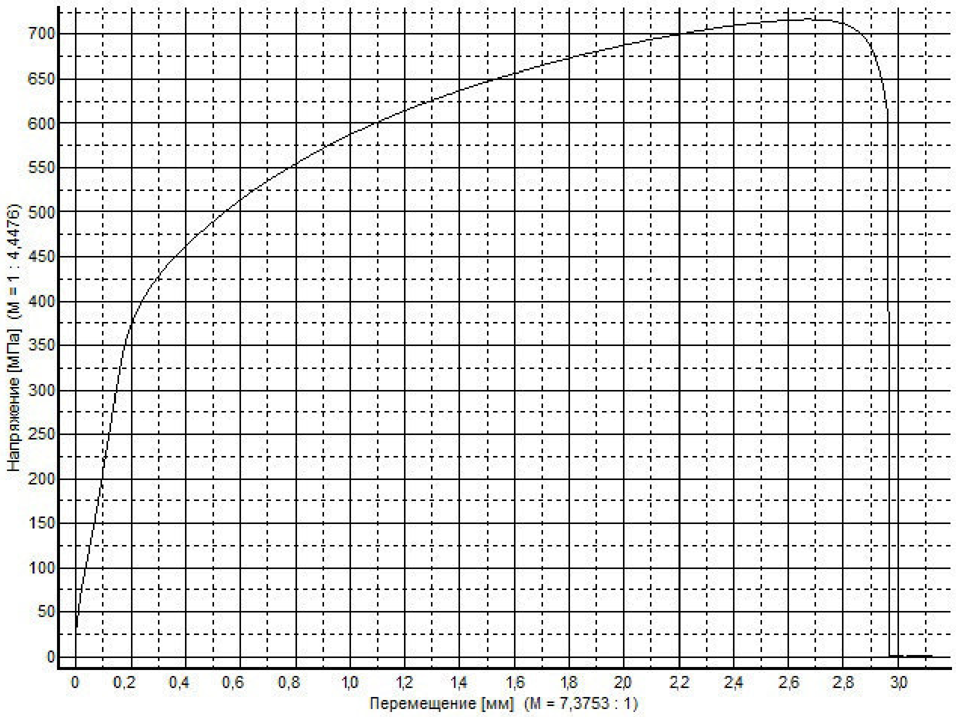


Рис. 3. Диаграмма испытания сварного шва стали 12Х18Н10Т, полученного методом гибридной лазерной сварки

Заключение. Проведенные механические испытания показывают, что разрушение сварного шва, полученного методом гибридной лазерной сварки из стали 12Х18Н10Т происходит в зоне сварного шва по линии стыка изначальных свариваемых листов. При этом не происходит разупрочнения материала и прочность сварного шва находится на уровне прочности основного металла. Макроструктура сварного соединения представляет собой классический вид, с достаточно малой зоной термического влияния, как от сварочной дуги, так и от лазера. В образцах можно выделить повышенный размер ванны расплава сварочной дуги, вероятно, связанное с повышенной мощностью дуги для данной толщины металла.

Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.607.21.0190, идентификатор проекта RFMEFI60717X0190).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. B. Acherjee Hybrid laser arc welding: State-of-art review// Optics and Laser Technology 99 (2018) 60–71.
2. Туричин Г.А. Технология гибридно-лазерно дуговой сварки: учеб.пособие / Г.А. Туричин, И. А. Цибульский, М. В. Кузнецов. – СПб. : Изд-во Политехн. ун-та, 2015. – 48 с.
3. Lin Chen Numerical and experimental investigation on microstructure and residual stress of multi-pass hybrid laser-arc welded 316L steel// Materials & Design – vol. 168 – 12 February 2019.
4. Абрамова Т.Н. Математическое моделирование сопряжённой задачи теплообмена в проточной части пружинно-витых каналов: Науч. рук. Золотоносов Я.Д. док. тех. наук. – Казань, 2015. – 9 с.

ИЗГОТОВЛЕНИЕ КОЛЛИМАТОРОВ СТАНДАРТНЫМ МЕТОДОМ И МЕТОДОМ 3D-ПЕЧАТИ

С.В. Мельченко, И.А. Милойчикова, А.А. Красных
Научный руководитель: к.ф-м.н. С.Г. Стучебров
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: annigilus@mail.ru

COLLIMATORS MANUFACTURING USING CONVENTIONAL METHODS AND 3D-PRINTING

S.V. Melchenko, I.A. Miloichikova, A.A. Krasnykh
Scientific Supervisor: PhD, S.G. Stuchebrov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Avenue, 30, 634050
E-mail: annigilus@mail.ru

Abstract. *In this study, we compare apertures of metal and plastic collimators manufactured by conventional melting method and 3D-printing respectively. As it is shown, the accuracy of collimator manufacturing by 3D-printing based on data calculated using dosimetry planning system is significantly higher, that allows to minimize radiation dose absorbed by healthy tissues.*

Введение. Одним из методов лечения онкологических заболеваний является дистанционная лучевая терапия электронными пучками [1]. Для облучения очага злокачественного образования применяются линейные ускорители, бетатроны, микротроны, с допустимым рабочим диапазоном энергий 1–45 МэВ [2].

При облучении злокачественных образований неправильной формы требуются коллиматоры индивидуальной формы, используемые для ограничения воздействия излучения на здоровые ткани [2]. На сегодняшний день в медицинской практике преобладает производство коллиматоров путем металлической отливки. В состав таких изделий входят свинец и висмут, пары которых в процессе изготовления коллиматоров могут нанести вред здоровью персонала [3].

Авторами работы [4] предложен способ изготовления пластиковых коллиматоров с помощью применения технологии послойного наплавления. Показано, что такой альтернативный подход позволяет сформировать электронное поле облучения заданной конфигурации.

Для изучения применимости предложенного способа в медицинских целях необходимо в первую очередь создать 3D модели коллиматоров, пригодных для изготовления изделий методами трехмерной печати, для реальных клинических случаев. Затем напечатать пластиковые образцы. После чего провести сравнение со стандартными металлическими изделиями.

Таким образом, целью данного исследования является сравнение формы коллимационного отверстия пластиковых и металлических изделий, изготовленных на основе данных системы дозиметрического планирования.

Материалы и методы исследования. Технологический процесс изготовления стандартных металлических коллиматоров для формирования электронного поля облучения включает в себя несколько этапов. В системе дозиметрического планирования XiO создается форма коллимационного отверстия в соответствии с условиями облучения и конфигурацией опухолевого очага [5]. После чего файл данных с координатами коллимационного отверстия в разрешении .dat передается на станцию изготовления пенополистиролового макета. Данный макет помещается в специальную печь для выплавки металлического коллиматора.

В качестве альтернативы металлическим изделиям предлагается использовать пластиковые коллиматоры, изготовленные методом 3D-печати. Их изготовление намного менее трудоемкое и затратное, по сравнению со стандартным методом и не несет какого-либо риска здоровью персонала в процессе их изготовления [4].

Файл, формируемый в системе дозиметрического планирования, содержит необходимую информацию для построения 3D-модели пластикового коллиматора. Информация представлена в числовом виде, где числа – координаты линии коллимационного отверстия. По данным координатам, в работе проводилось построение сначала 2D эскиза, а затем 3D-модели в системе автоматического проектирования (САП) SolidWorks [6].

В качестве материала изготовления в работе передоложено использовать PLA-пластик, исходя из его физико-механических свойств и ценовых характеристик [7]. Для изготовления пластикового коллиматора был использован принтер Picaso3D DESIGNER X [8].

Результаты и обсуждения. В рамках работы проводилось сравнение формы коллимационного отверстия пластиковых и металлических коллиматоров, изготовленных на основе данных системы дозиметрического планирования. Внешний вид изделий представлен на рисунке 1.

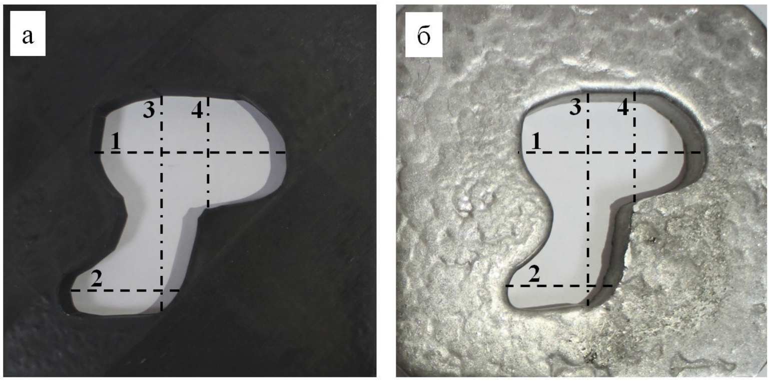


Рис 1. Внешний вид а – пластикового и б – металлического коллиматоров

При изготовлении коллиматоров как с помощью 3D-принтера так и стандартным методом выплавки невозможно избежать погрешности в размерах коллимационного отверстия. Данная погрешность будет искажать результаты лучевой терапии при использовании коллиматора: облучение патологических тканей может оказаться недостаточным, а здоровых – избыточным.

Для оценки соответствия формы коллимационного отверстия готовых изделий данным системы планирования было проведено сравнение линейных размеров отверстия заданных программой с размерами изделий, полученными с помощью 3D-печати и стандартным методом. Направления измерений представлены на рисунке 1 пунктирными линиями. Было определено, что изменение линейных размеров коллимационного отверстия в сравнении с программными данными для пластикового изделия составили для направления 1 – 3,2%, 2 – 1,4%, 3 – 1,3%, 4 – 1,6% (рисунок 1, а);

для металлического образца отклонения по соответствующим направлениям составили – 11,5%, 17,9%, 8,5%, 10,4% (рисунок 1, б).

Из полученных данных видно, что изготовление коллиматора методом 3D-печати позволяет на порядок уменьшить отклонение линейных размеров отверстия по сравнению со стандартным методом изготовления. Это происходит за счет того, что метод 3D-печати не искажает форму коллимационного отверстия при изготовлении. Изменение линейных размеров с максимальной погрешностью до 17,9% характерное для металлических коллиматоров, объясняется особенностью их изготовления. Нагретый металл при заливке сдавливает пенополистироловую форму, тем самым уменьшая размеры коллимационного отверстия по сравнению с данными системы планирования. Данный факт учитывается при планировании путем создания дополнительного отступа от облучаемого объема. Однако деформация границ по периметру отверстия при выплавке происходит неравномерно, что приводит к увеличению области облучения здоровых тканей. В свою очередь пластиковые коллиматоры, изготовленные методами 3D-печати, соответствуют данным системы планирования с максимальным отклонением в 3,2%, что позволит избежать необходимости наличия дополнительных отступов при планировании, и как следствие переоблучения здоровых тканей.

Заключение. В ходе проведенного исследования было выявлено, что применение трехмерной печати для изготовления пластиковых коллиматоров, использующихся для создания клинических полей облучения электронными пучками, позволяет достичь большего соответствия формы коллимационного окна данным системы дозиметрического планирования, чем при применении стандартного подхода по выплавке металлических изделий.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 18-79-10052).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Garibaldi C. et al. Recent advances in radiation oncology //Ecancermedicalscience. – 2017. – V. 11. – Article number: 785.
2. Hogstrom K. R., Almond P. R. Review of electron beam therapy physics //Physics in Medicine & Biology. – 2006. – M. 51. – №. 13. – P. R455.
3. Workstation for melting and casting alloy. [Электронный ресурс] Режим доступа: http://www.parscientific.com/Workstation.html.
4. Милойчикова И. А. и др. Применение пластиковых формирующих элементов для проведения лучевой терапии пучками электронов // Актуальные вопросы фундаментальной и клинической онкологии. – 2017. – С. 81-83.
5. XiO Comprehensive RTP system [Электронный ресурс]. Режим доступа:https://www.elekta.com/dam/jcr:12b6794c-a8e8-4672-805a-94b964f4ac7a/XiO%C2%AE%20 Brochure.pdf.
6. Tran P. (2018) SolidWorks 2018: Basic Tools. SDC Publications.
7. PLA-пластик для 3D-печати [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://3dtoday.ru/wiki/PLA_plastic.
8. Picaso3D DESIGNER X [Электронный ресурс]. – Режим доступа: https://picaso-3d.com/ru/products/printers/designer-x.

ВЛИЯНИЕ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ СТАРЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ

А.С. Михно[1], М.Ю. Панченко[2], И.А. Тумбусова[1]
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. Е.Г. Астафурова
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: nastia.mihno@yandex.ru

EFFECT OF DURATION OF AGE-HARDENING ON MECHANICAL PROPERTIES AND PHASE COMPOSITION OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEELS

A.S. Mihno[1], M.Yu. Panchenko[2], I. A. Tumbusova[1]
Scientific Supervisor: assistant professor, Doctor of Sciences (Phys & Math) E.G. Astafurova
[1]National Research Tomsk Polytechnic University,
Russia, Tomsk, Akademichesky pr. 2/4, 634055
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS,
Russia, Tomsk, Lenin pr., 30, 634050
E-mail: nastia.mihno@yandex.ru

Abstract. *The effect of age-hardening at a temperature of 700°C for 0.5-50 hours on mechanical properties and phase composition of high-nitrogen V-alloyed austenitic steel Fe-19Cr-22Mn-1,5V-0,3C-0,9N was investigated. After solid-solution treatment (1200°C, 30 min) steel possesses austenitic structure with coarse (V,Cr)(C,N) particles. Age-hardening at 700°C for 0.5-50 hours leads to discontinuous precipitation of chromium nitrides, which cause an increase in yield strength and a decrease in ductility. Aging at 700°C for 50 h results in formation of an intermetallic σ-phase, it leads to a sharp decrease in ductility.*

Введение. Аустенитные нержавеющие стали благодаря антикоррозийным свойствам, податливости, высокой прочности и экологичности являются широко востребованными материалами. Многие исследования показали, что легирование стали азотом повышает прочностные свойства, стабильность аустенита, устойчивость к локальной коррозии по сравнению с традиционными нержавеющими сталями. [1]. Известно, что высокоазотистые аустенитные стали обладают термической нестабильностью в интервале 500–1000°С: происходят процессы образования карбидов ($Cr_{23}C_6$), прерывистое выделение нитридов Cr_2N, а также выделение интерметаллидной σ-фазы, что может приводить к ухудшению механических характеристик [2]. Добавление сильных карбидо- и нитридообразователей, таких как ванадий, уменьшает негативные эффекты от формирования частиц Cr_2N [3]. Распределение и морфология выделившихся частиц являются важными факторами, определяющими механические и пластические свойства высокоазотистых сталей, что требует дальнейших исследований.

Материалы и методы. Для исследования была выбрана высокоазотистая ванадийсодержащая аустенитная сталь Fe-19Cr-22Mn-1.5V-0.15Ni-0.3C-0.86N (мас. %) (ВАС). После горячей прокатки при температуре 1150°C из пластин вырезали образцы для испытаний на растяжение в форме двойных лопаток с размерами рабочей части: 1,3 × 2,5 × 18 мм. Далее проводили закалку образцов после выдержки при температуре 1200°C (30 мин.), затем старение при температуре 700°C (0,5-50 ч). Старение образцов проводили в среде инертного газа с последующей закалкой в воду. Для исследования микроструктуры образцов проводили стандартную обработку шлифованием, а затем электролитическую полировку в растворе 25 мл CrO_3 + 210 мл H_3PO_4. Поверхности образцов были исследованы при помощи световой микроскопии (Altami Met 1C). Дифрактометр DRON-7 с Co-Kα излучением использовали для исследования фазового состава стали. Одноосное растяжение образцов с начальной скоростью 5×10^{-4} $с^{-1}$ проводили при комнатной температуре на установке LFM 125 (Walter+Bai AG).

Результаты. На рентгенограмме, соответствующей исходному состоянию ВАС (после закалки от 1200°C, 30 мин) (рис.1), наблюдали рефлексы от азотистого аустенита γ_{N1} с параметром решётки a=3,63 Å. Также обнаружены рефлексы с межплоскостными расстояниями, соответствующими частицам на основе ванадия (V,Cr)(C,N) (ГЦК). Электронно-микроскопическое изображение частиц (V,Cr)(C,N) представлено на рисунке 2а, размер частиц составляет 300 – 400 нм. Старение при температуре 700°C продолжительностью 0,5-50 ч вызывает изменения на рентгенограммах, появляются линии нитрида хрома Cr_2N, аустенита с параметром решетки γ_{N2}=3,58 Å, меньшим, чем в исходной аустенитной фазе до старения γ_{N1}=3,63 Å (рис. 1). На металлографических шлифах так же обнаружены свидетельства прерывистого распада аустенита с образованием пластин нитрида хрома Cr_2N по границам аустенитного зерна (рис. 2 б). Также в ходе гомогенных реакции происходит формирование частиц V(N,C) в теле зерен. После старения 700°C, 0,5 ч на металлографических шлифах наблюдали повышенную травимость границ, зерен и центры зарождения прерывистого распада аустенита с образованием частиц Cr_2N и γ_N. При увеличении времени старения видно, что реакция распада произошла не только по границам зерен, но и распространилась вглубь зерна (рис 2 в). С увеличением продолжительности старения доля зерен, претерпевших распад, растет. При большой продолжительности старения (50 ч) на границах зерен, претерпевших прерывистый распад и обедненных по азоту, происходит выделение σ-фазы, которая выявляется методом рентгенофазового анализа (рис. 1) и при электронно-микроскопических исследованиях.

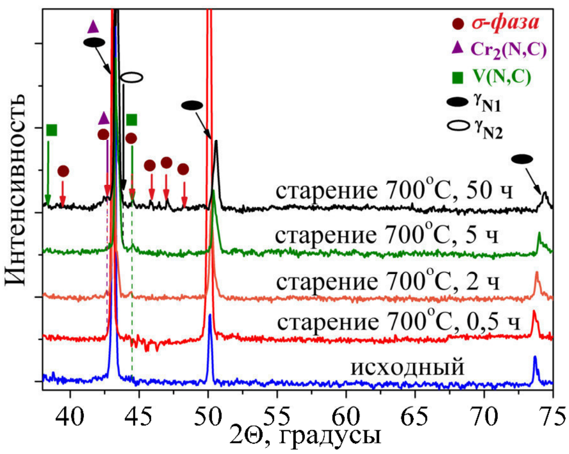


Рис. 1. Влияние продолжительности старения при температуре 700°C на рентгенограммы, полученные для образцов ВАС

Описанная последовательность фазовых и структурных превращений коррелирует с изменениями пластических и прочностных свойств стали Fe-19Cr-22Mn-1,5V-0,3C-0,9N. В таблице 1 приведены данные исследований механических свойств при одноосном растяжении образцов стали Fe-19Cr-22Mn-1,5V-0,3C-0,9N, состаренных в течение 0,5-50 часов.

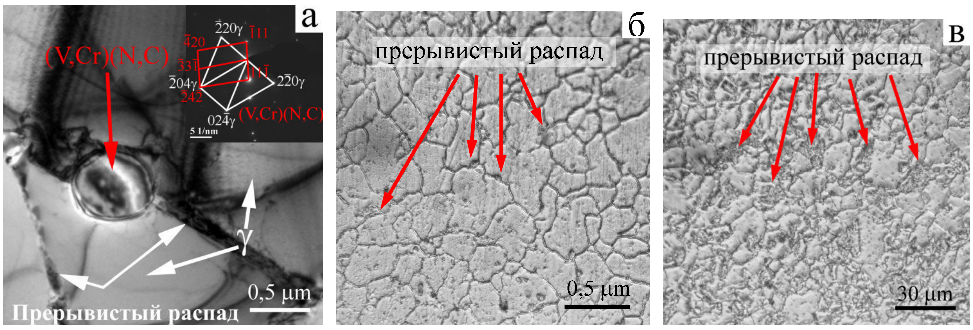


Рис. 2. Электронно-микроскопическое светлопольное изображение структуры ВАС после старения при 700°C, 2 ч (а). Изображения протравленных поверхностей образцов, полученные методом световой микроскопии, после старения при 700°C, 0,5 ч(б) и 2 ч(в)

Анализ представленных данных показывает, что увеличение продолжительности старения с 0,5 ч до 50 ч приводит к повышению предела текучести и значительному снижению пластичности, что обусловлено прерывистым выделением нитридов $Cr_2(N,C)$ и гомогенным ростом частиц V(N,C). При длительной выдержке в течение 50 ч наблюдается максимальное значение предела текучести $\sigma_{0,2}$ = 974 МПа и почти полная потеря пластичности. Образцы, состаренные при 700°C в течение 50 ч, разрушаются вблизи предела текучести, что связано с дисперсным твердением и формированием хрупкой интерметаллидной σ-фазы на границах зёрен (рис. 1), которая приводит к дополнительному охрупчиванию ВАС.

Таблица 1

Влияние продолжительности старения при температуре 700°C на механические свойства ВАС

Механические свойства	Старение при температуре 700°C				
	-	0,5 ч	2 ч	5 ч	50 ч
$\sigma_{0,2}$, МПа	740	791	805	926	974
$\sigma_в$, МПа	1811	1670	1567	1365	1153
δ удлинение, %	53	33	24	8	1
ε, однородное удлинение	0,35	0,23	0,19	0,06	-

Заключение. Закаленные образцы (1200°C, 30 мин) высокоазотистой ванадийсодержащей стали с однородно распределёнными крупными частицами (V,Cr)(N,C) обладают высокими прочностными свойствами и хорошей пластичностью. В ходе старения при температуре 700°C в течение 0,5-50 ч происходит комплексная реакция прерывистого распада аустенита с образованием нитридов хрома Cr_2N и непрерывное выделение нитридов ванадия. Дисперсионное твердение приводит к росту предела текучести и снижению пластичности стали.

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

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сагарадзе В.В., Уваров А.И. Упрочнение и свойства аустенитных сталей. –Екатеринбург: РИО УрО РАН, 2013. – 720 с.
2. Qin F., Li Y., He W., et al. Aging precipitation behavior and its influence on mechanical properties of Mn18Cr18N austenitic stainless steel // Met. Mater. Int. – 2017. – Vol.23. – № 6. – pp.1087–1096.
3. Blinov V. M. Progress in the study of high-nitrogen corrosion-resistant aging nonmagnetic vanadium steels // Russian Metallurgy. – 2007. – Vol.2. – № 2007. – pp.127–135.

ПОЛУЧЕНИЕ НОВОГО Ti–35Nb–7Zr–5Ta СПЛАВА МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПЛАВЛЕНИЯ ДЛЯ МЕДИЦИНСКОГО ПРИМЕНЕНИЯ

О.И. Мишукова, Д.А. Храпов, М.А. Сурменева
Научный руководитель: к.ф.-м.н. Р.А. Сурменев
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: oksana_mishukova@mail.ru

NEW Ti–35Nb–7Zr–5Ta ALLOY PRODUCED USING ELECTRON-BEAM MELTING FOR MEDICAL APPLICATION

O.I. Mishukova, D.A. Khrapov, M.A. Surmeneva
Scientific Supervisor: Dr. R.A. Surmenev
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: oksana_mishukova@mail.ru

Abstract. *The wide application of metals and their alloys at medicine for bone regeneration is associated with ability of the metal to bear different continual and variable mechanical loadings for long time. The most relevant problem of a popular Ti-alloy Ti-6Al-4V is high value of Young's module. New alloy on the base of Ti, Zr, Nb and Ta may be a good replacement of Ti-6Al-4V. Reasoning from literature data it is the first time samples have been made using with electron beam melting method (EBM). Structure of the samples was studied by scanning electron microscopy method (SEM) and X-rays diffraction (XRD). The fabrication conditions allowed to form a homogeneous β-solid solution in the alloy.*

Введение. Широкое применение металлов и сплавов в медицине для костной регенерации обусловлено их способностью выдерживать постоянные и переменные механические нагрузки продолжительный период времени [1]. Среди металлов, применяющихся в данной области, титан занимает особое место; его относительно низкая плотность, механические свойства, нетоксичность и хорошая биосовместимость делают его самым популярным компонентом сплавов регенеративной медицины на сегодняшний день. Для стабилизации α- и β-фаз титана, а также изменения механических и коррозионных характеристик используют различные легирующие добавки [2]. Оптимальными свойствами обладает сплав Ti-6Al-4Al, в настоящее время повсеместно применяемый для изготовления имплантатов. Однако, модуль Юнга Ti–6Al–4V (~ 110 ГПа) существенно выше, чем у кости (~ 10…40 ГПа), что является причиной деградации кострой ткани – так называемой резорбции [1-3]. Еще одним недостатком данного сплава является токсичное воздействие на здоровье человека ванадия и связь алюминия с заболеванием Альцгеймера [4].

В настоящее время исследователи концентрируют свое внимание на новом поколении сплавов на основе титана, не содержащих токсичных элементов. Сплав Ti–35Nb–7Zr–5Ta (TNZT) может стать кандидатом для замены Ti–6Al–4Al. Исследования показывают [1-2, 4], что сплав отличается исключительными механическими свойствами: низким модулем упругости – 48…65 ГПА [1], что является рекордно низким значением для титанового сплава, лучшими коррозионными свойствами, отличной биосовместимостью.

Наиболее перспективными методами изготовления металлических имплантатов являются методы аддитивных технологий [5]. В их основе лежит послойное изготовление изделия [6]. Методы, наиболее часто применяемые в настоящее время – лазерное спекание и электронно-лучевое плавление. Существуют исследования получения монолитных и сетчатых структур из TNZT методом лазерного спекания. Однако, упоминаний получения сплава TNZT методом электронно-лучевого плавления в литературе найдено не было. Целью данной работы являлось изучение возможности использования метода лучевого плавления для получения новых сплавов TNZT и оценка его структуры и фазового состава

Материалы и методы исследования. Образцы были изготовлены методом электронно-лучевого плавления (Electron Beam Melting, EBM) на аппарате ARCAM EBM A2 (Arcam AB, Швеция). Исходным материалом для изготовления модельных образцов служил порошок TNZT указанного ранее состава с размером частиц ~ 100 мкм.

Предварительно каждый слой проходил процедуру предварительного спекания для предотвращения распространения частиц порошка металла в вакуумной камере. При проведении процесса EBM каждый слой делился на две области – контур и внутренняя область. Сначала происходило изготовление контура, затем – внутренней области. Процесс проводился в вакууме. После охлаждения детали переносились в камеру продувки для удаления оставшегося полуспеченного порошка [6]. Режим сплавления подбирался вручную с использованием имеющихся литературных данных о сплаве TNZT. Образцы в первую очередь анализировались визуально на целостность. Фазовый состав определен методом рентгенофазового анализа (РФА). Структура полученных изделий была изучена методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ).

Результаты. Дифрактограммы образцов и порошка представлены на рис. 1. Фазовый состав образца полностью представлен низкомодульной β-фазой титана с кубической объёмно-центрированной кристаллической решеткой, как и порошок. Для образца был рассчитан *a* параметр ОЦК решетки, который имеет значения 3,2960 Å. Размер ОКР и микронапряжения составляют 25 нм и 0,003.

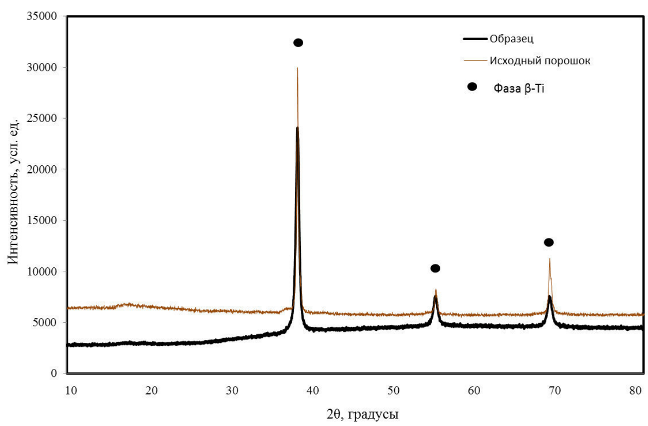


Рис.1. Дифрактограммы образца и исходного порошка

В работе использовался порошок TNZT, который был получен компанией Tosch (США). Согласно спецификации частицы порошка, имеют размер <150 мкм. Согласно СЭМ изображению порошка на рис.2 в порошке присутствует большое количество мелкой фракции, в результате чего порошок демонстрирует низкие показатели текучести. Полученный образец имеет выраженную слоистую структуру, что свидетельствует о плохом сцеплении слоев между собой (Рис. 2). Это может быть связано с большим диапазоном размеров частиц исходного порошка и теплопроводных свойств сплава TNZT.

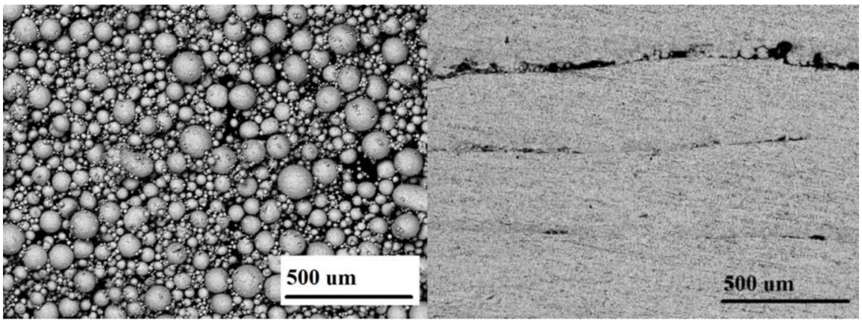


Рис.2. СЭМ изображения исходного порошка и полученных образцов TNZT

Заключение. В результате проведенных исследований впервые были получены образцы TNZT сплава методом для медицинского применения. Были подобраны режимы, которые позволили сформировать в сплаве состояние гомогенного β-твердого раствора. Однако, выявлено наличие слоистой структуры. В дальнейших исследованиях планируется оптимизация режимов электронно-лучевого сплавления, проведение коррозионных и клеточных испытаний, а также пробное изготовление сетчатых образцов.

Исследование выполнено при поддержке грантов РНФ No. 15-13-00043. Авторы выражают благодарность профессору Андрею Коптюгу за помощь в получении образцов и компании Tosch (США) за предоставленный порошок.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sowa M., Parafiniuk M., Mouzelo C. M.S., etc. (2019). DC plasma electrolytic oxidation treatment of gum metal for dental implants [Electronic version]. Electrochimica Acta, no. 302, pp. 10–20.
2. Niinomi M. (2002). Recent metallic materials for biomedical applications [Electronic version]. Metallurgical and Materials Transactions, no.33, pp. 477–486.
3. Banerjee R., Nag S., Samuel S., Fraser H.L. (2006). Laser-deposited Ti-Nb-Zr-Ta orthopedic alloys [Electronic version]. Journal of Biomedical Materials Research Part A, no. 78, pp. 298– 305.
4. Daudt N.F., Hackemüller F.J., Bram M. (2019). Manufacturing of Ti-10Nb based metal sheets by tape casting [Electronic version]. Materials Letters, no. 237, pp. 161–164.
5. Ahmadi S.M., Hedayati R., Ashok Kumar Jain R.K., Li Y., Leeflang S., Zadpoor A.A. (2017). Effects of laser processing parameters on the mechanical properties, topology, and microstructure of additively manufactured porous metallic biomaterials: A vector-based approach [Electronic version]. Materials and Design, no. 134, pp. 234–243.
6. Singh S., Ramakrishna S., Singh R. (2017). Material issues in additive manufacturing: A review [Electronic version]. Journal of Manufacturing Processes, no. 25, pp. 185–200.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В ТИТАНОВОМ СПЛАВЕ Ti-6Al-4V ПРИ ГИДРИРОВАНИИ

Му Цаоюань
Научный руководитель: Ассистент М.С. Сыртанов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail:1225617092@qq.com

INVESTIGATION OF STRUCTURE AND PHASE TRANSFORMATIONS IN TITANIUM Ti-6Al-4V ALLOY UNDER HYDROGENATION

Mu Caoyuan
Scientific Supervisor: Assistant Syrtanov M.S.
National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Ave., 30, 634050
Email: 1225617092@qq.com

Abstract. *In this paper, the hydrogen effect on the structure and phase transformation of titanium Ti-6Al-4V alloy was investigated. X-ray analysis was used to identify phase composition and determine the parameters of titanium crystal structure. The phase transformation was investigated under gas phase hydrogenation at 500 °C and hydrogen pressure of 1 atm.*

Введение. Титановые сплавы обладают высокой прочностью, малым весом, хорошей коррозионной стойкостью, высокойпластичностью, высоким сопротивлением ползучести и отличной свариваемостью. Поэтому титановый сплав имеет большую исследовательскую ценность. [1].

Титановые сплавы способны поглощать и накапливать водород в процессе эксплуатации в водородсодержащих средах. При достижении предела растворимости водорода в решетке титана образуются хрупкие гидридные фазы. Увеличение объемного содержания гидридов приводит к разрушению материала вследствие водородного охрупчивания. Для защиты титановых сплавов от водородного охрупчивания необходимо оценить влияние концентрации водорода на структурные и фазовые изменения в процессе наводороживания.

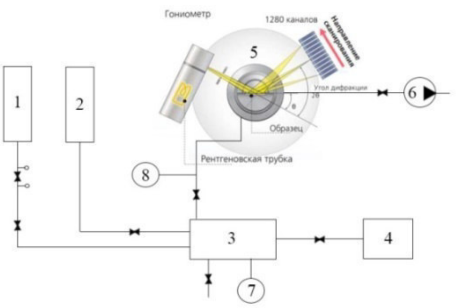


Рис.1 Принципиальная схема дифракционного комплекса: 1 – баллон инертного газа (аргон, гелий); 2 – генератор водорода; 3 – газовый смеситель; 4 – камера временного хранения газа; 5 – высокотемпературная камера; 6 – вакуумный пост; 7, 8 – датчики давления

Приборы и методы исследования. Для исследования были приготовлены плоские образцы титанового сплава марки Ti-6Al-4V, размер которых составлял $10 \times 10 \times 1$ мм^3. Образцы подвергались механической шлифовке для удаления поверхностных загрязнений. Затем образец помещался в дифракционный комплекс для контроля фазовых и структурных изменений в материалах при наводороживании из газовой фазы.

Дифракционный комплекс для исследования фазовых и структурных изменений в поликристаллических материалах в условиях повышенной температуры и газовой среде был разработан на базе лабораторного рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD 7000 [2]. Схема разработанного комплекса представлена на рисунке 1.

Высокотемпературные измерения обеспечиваюся за счет использования высокотемпературной камеры HTK 2000N. Металлическая пластина из вольфрама или платины используется в качестве нагревателя. Пластина нагревается резестивным методом [3].

Проведение высокоскоростных измерений осуществлялось за счет использования матричного 1280 канального детектора OneSight, установленного на дифракционный комплекс.

Результаты и их обсуждение. Исследование фазовых изменений проводилось в два этапа. На первом этапе образцы подвергались нагреву от 25 до 500 ° С в высокотемпературной камере HTK-2000N. На втором этапе осуществлялось наводороживание титанового сплава при температуре 500°С и давлении водорода 1 атмосфера.

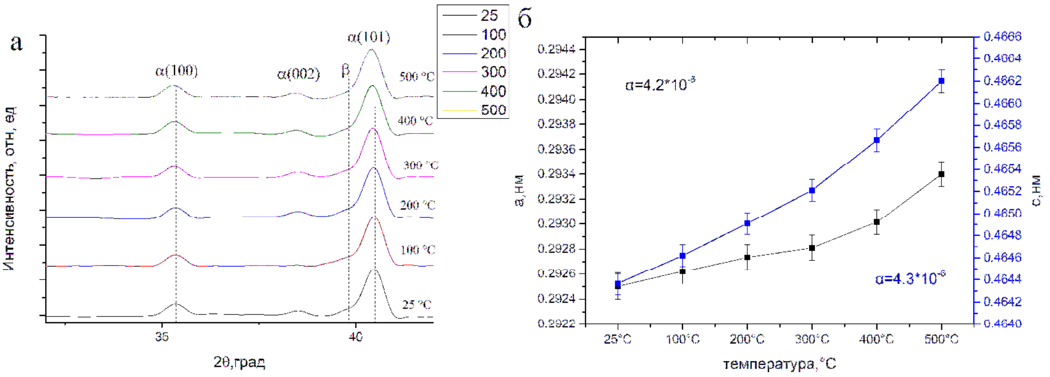


Рис. 2. Дифрактограммы титанового сплава Ti-6Al-4V при линейном нагреве от 25 до 500 °С (а) и изменения параметров решетки в процессе нагрева (б)

На первом этапе проводился линейный нагрев сплава Ti-6Al-4V от комнатной температуры до 500 °С со скоростью 5°/мин (рис. 2а). Предварительно реакционная камера откачивалась до давления $2 \cdot 10^{-2}$ Па [3].

Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что исходный образец титанового сплава Ti-6Al-4V при 25 °С состоит из α и β фаз титана с гексагональной плотноупакованной решеткой(a = 0,2925 нм, c = 0,4643 нм) и объемоцентрированной кубической решеткой, соответственно. На рис. 2б показано изменение параметров a (черная кривая, левая ось ординат) и c (синяя кривая, правая ось ординат) при увеличении температуры нагрева. В интервале температур (25-500) °С коэффициент термического расширения образца рассчитывается по линейному наклону кривой. Полученные из эксперимента значения попадают в интервал допустимых значений КТР, что свидетельствует о корректности работы прибора.

На втором этапе осуществлялось наводороживание титанового сплава Ti-6Al-4V, результаты которого представлены на рисунке 3.

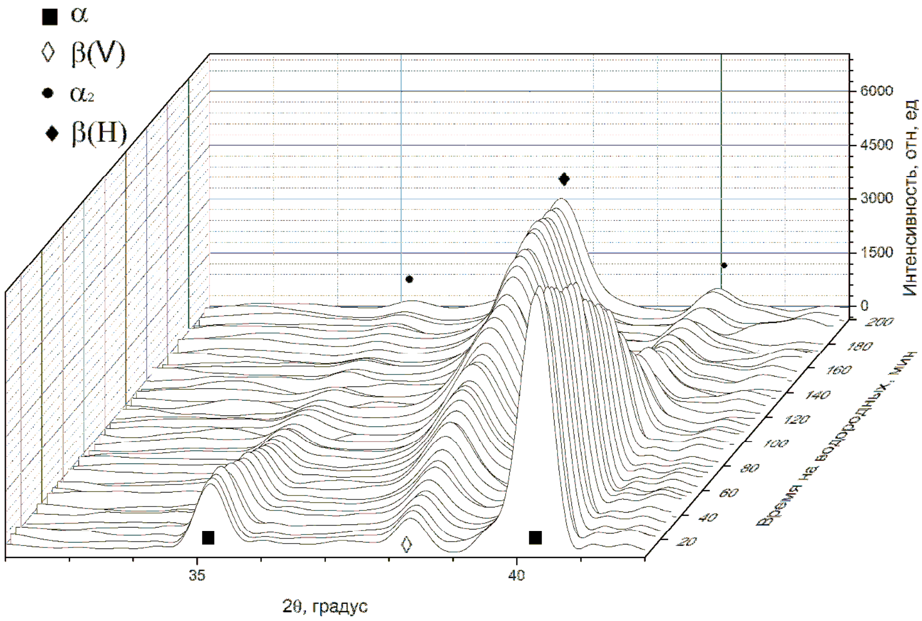


Рис.3Фрагменты дифрактограмм титанового сплава Ti-6Al-4V в процессе газофазного наводороживания при температуре 500 °C

В первые 20 минут наводороживания положения рефлексов α фазы титана существенно не изменяются, в то время как рефлексы принадлежащие β(V) фазе титана сдвигаются в сторону меньших углов. После 20 минут газофазного наводороживания наряду с активным ростом содержания β фазы в сплаве наблюдается фазовый переход α фазы в фазу α_2, которая представляет интерметаллид Ti_3Al. После120 минут α фаза полностью трансформируется в α_2 фазу. После160 минут β (V) фаза практически полностью переходит в фазу β (H), которая представляет собой β фазу стабилизированную водородом.

Заключение. Линейный нагрев титанового сплава Ti-6Al-4V в диапазоне температур 25-500°C приводит к термическому расширению решетки титана. Значение КТР в указанном диапазоне температур соответствуют табличным данным. Результаты *in situ* дифракционных измерений показывают формирование β фазы и α_2 фазыв в процессе гидрирования титанового сплава Ti-6Al-4V при температуре наводороживания 500 ° C и давлении водорода в камере 1 атмосфера. Растворенный водород в основном аккумулируется в β фазе титана. Увеличение концентрации водорода сопровождается ростом объемной доли β фазы и фазовым переходом $\alpha \rightarrow \alpha_2$.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Моисеев В.Н. Титан в России.//Металловедение и термическая обработка металлов. – 2005. – Т.5., №8 - С. 18.
2. Илларионов А. Г., Попов А. А..Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов.-М.:Екатеринбург Издательство Уральского университета,2014. – 137 с
3. Сыртанов.М.С. Рентгенодифракционный комплекс для контроля структурно –фазовых изменений в материалах при динамических процессах в газовых средах: 212.269.09. канд. тех. наук. – Томск,2018, - 116с.

ДИАГНОСТИКА НАНОСУСПЕНЗИЙ МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОЙ ГОЛОГРАФИИ

А.В. Мяготин

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. В.И. Иванов

Дальневосточный государственный университет путей сообщения,

Россия, г. Хабаровск, ул. Серышева, 47, 680021

E-mail: valivi@mail.ru

DIAGNOSTICS OF NANOSUSPENSIONS BY THE DYNAMIC HOLOGRAPHY METHOD

A.V. Myagotin

Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.I. Ivanov

Far Eastern State Transport University, Russia, Khabarovsk, Seryshev str., 47, 680021

E-mail: valivi@mail.ru

Abstract. *The theoretical analysis of the dynamic holograms efficiency in the dispersion liquid medium is carried out. The mechanism of optical nonlinearity of the medium is due to the forces operating on the particles of the dispersed phase in gradient light field. The recording of the dynamic hologram is significantly at non-linear regime at high intensities of radiation it is shown. The phase grating is non sinusoidal when the change in concentration is greater than or comparable to the initial. The holographic efficiency is growing strongly with the intensity of the light in this case.*

Введение. Оптические методы диагностики имеют целый ряд преимуществ, к которым относятся прежде всего бесконтактность и возможность исследования различных процессов практически в реальном времени. Нелинейно-оптические методы основаны на использовании силового воздействия излучения на исследуемую среду, что позволяет определять ее характеристики [1]. В жидкофазных наноматериалах (наносуспензиях) нелинейно-оптический отклик может быть обусловлен светоиндуцированным концентрационным потоком наночастиц из-за перераспределения концентрации дисперсных частиц в градиентном световом поле. Существующие экспериментальные и теоретические результаты исследования данной нелинейности в различных средах получены для случая малых изменений концентрации наночастиц по сравнению с первоначальной (для относительно малых интенсивностей излучения) [1-3].

В данной работе анализируется дифракционная эффективность динамических голограмм при относительно больших интенсивностях излучения, когда изменение концентрации может быть больше или сравнимо с начальной.

Теоретическая модель. Пусть наносуспензия представляет собой прозрачную жидкофазную среду с непоглощающими наночастицами. Простейшая голограмма формируется двумя когерентными пучками с плоскими волновыми фронтами. При этом пространственное распределение интенсивности падающего излучения в плоскости слоя среды имеет вид $I(x) = I + ICosKx$, где I - интенсивность световой волны, $K = 2\pi/\Lambda$ – волновой вектор интерференционной решетки, Λ - ее период, x - координата в плоскости слоя среды.

Пространственное распределение концентрации наночастиц находим из уравнения диффузии во внешнем поле [4]:

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D\nabla^2 C - div\,(\gamma C\nabla I)\,, \tag{1}$$

где $C(x,t) = m_0/m$ - массовая доля нанофазы, D - коэффициент диффузии, $\gamma = 4\pi\beta D(\bar{c}nk_B T)^{-1}$, β - поляризуемость наночастицы, k_B - постоянная Больцмана, n - эффективный показатель преломления среды, $\bar{c}$ - скорость света в вакууме.

Для малых интенсивностей излучения изменение концентрации наночастиц мало по сравнению с первоначальной C_0, при этом амплитуда модуляции концентрации наночастиц пропорциональна интенсивности излучения, что соответствует случаю обычной кубичной нелинейности среды с коэффициентом $n_2 = (\partial n/\partial I)$. В случае немалых изменений концентрации частиц рассмотрим первоначальное уравнение (1) в стационарном режиме [3]:

$$D\nabla C + \gamma C\nabla I = 0\,, \tag{2}$$

Ведем безразмерный параметр $\alpha = I/I_s$, который показывает превышение интенсивности над интенсивностью насыщения $I_s = \gamma^{-1}D$, когда изменение концентрации становится сравнимым с начальной ее величиной. Далее ищем общее решение уравнения (3) в виде $C = Be^{\alpha\cos Kx}$, где B — константа, которая находится из условия сохранения числа частиц. В отличие от предыдущего случая для больших изменений концентрации частиц имеем $\alpha >> 1$. Используя нормировку, получаем следующее выражение для зависимости концентрации частиц от приведенной координаты $(y = Kx)$

$$C(y) = \pi e^{\alpha\cos y}\left(\int_0^{\pi} e^{\alpha\cos y}dy\right)^{-1}, \tag{3}$$

Дальнейший расчет амплитуды концентрационных решеток по формуле (3) проводился с помощью Mathcad. Полученные зависимости для разных интенсивностей (α_1=0,1; α_2=1; α_3=10) приведены на Рис.1. Видно, что для больших интенсивностей концентрационные решетки существенно негармонические. Амплитуды первых гармоник C_n растут при увеличении интенсивности излучения экспоненциально.

Для тонких фазовых голограмм дифракционная эффективность находится как $\eta = t_0^2 J_1^2(F_1)^2$, где t_0 - амплитудное пропускание неосвещенной голограммы; F_1 - амплитуда фазовой модуляции прошедшего излучения, J_n - бесселева функция n-го порядка [1]. Если среда прозрачна и амплитуда фазовой модуляции мала ($F_1 << 1$), то для 1-й гармоники получаем:

$$\eta = \left\{2\pi n_1 f_0 \delta L C_1 \lambda^{-1}\right\}^2, \tag{5}$$

где L - толщина слоя среды, $\delta = (n_2 - n_1)/n_2$; n_1 и n_2 - показатели преломления вещества дисперсионной среды и дисперсной фазы соответственно, $f = (4/3)\pi r^3 C$ - объемная доля дисперсной среды, r – радиус наночастицы.

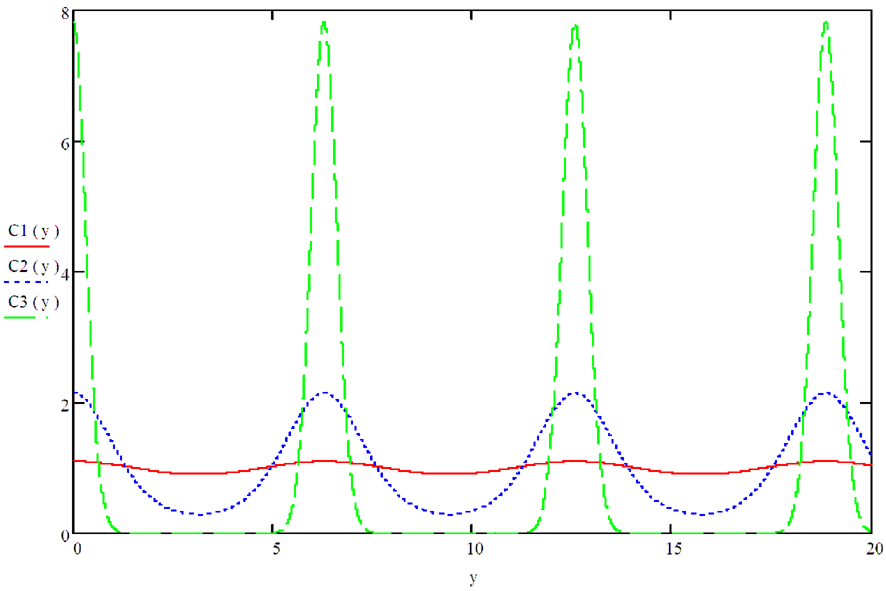


Рис. 1. Концентрационные решетки для разных интенсивностях излучения (C1(y)=C/C_0 *при* α_1*;* C2(y) =C/C_0 *при* α_2*;* C3(y) =C/C_0 *при* α_3)

Заключение. Таким образом, показано, что при больших интенсивностях излучения запись динамической голограммы происходит в существенно нелинейном режиме, когда фазовая решетка становится несинусоидальной. Поскольку амплитуда пространственной решетки практически экспоненциально растет с увеличением интенсивности, то для целей, например, оптической диагностики можно значительно увеличить эффективность записи голограмм, используя большие интенсивности излучения. При этом максимальная интенсивность может быть намного больше интенсивности насыщения, что представляет особенный интерес для импульсных режимов записи голограмм в дисперсных средах [4].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Иванов В.И. Термоиндуцированные механизмы записи динамических голограмм: монография. – Владивосток: Дальнаука, 2006. – 142 с.
2. Иванов В.И., Иванова Г.Д., Кирюшина С.И., Мяготин А.В. Нанодисперсные среды для динамической голографии // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – Т. 58, № 11-3. – С. 153-156.
3. Vicary L. Pump-probe detection of optical nonlinearity in water-in-oil microemulsion // Philosoph. Mag. B. – 2002. – Vol. 82, № 4. – P.89.
4. Иванов В.И., Мяготин А.В., Иванова Г.Д. Электрострикционный механизм светолинзового отклика в наносуспензии //Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов: межвуз. сб. науч. тр./под общ. ред. В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова. – Тверь: Твер. гос. ун-т, – 2017. – Вып. 9. – С. 205-209.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПУЧКА УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ МЕХАНИЧЕСКОГО ДАВЛЕНИЯ И В ГАЗОВЫХ СРЕДАХ

А.В. Николаева
Научный руководитель – канд. физ.-мат. наук, Н.В. Чистякова
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: philip371g@gmail.com

MODELING OF A CARBON NANOTUBE BUNCH UNDER THE INFLUENCE OF MECHANICAL PRESSURE AND IN GAS ENVIRONS

A.V. Nikolaeva
Scientific Supervisor – Candidate of Physical and Mathematical Sciences, N. V. Chistyakova
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: philip371g@gmail.com

Abstract. *In this work, a simulation of a carbon nanotube beam by the molecular dynamics method was performed. The change in the structure of the tubes under the influence of mechanical pressure and when placed in gaseous media - argon, molecular hydrogen was investigated.*

Введение. Развитие человечества требует создания новых технологий в области альтернативной энергетики, которая имеет проблему хранения энергии. Для того чтобы ее решить нужны новые виды энергетических материалов-накопителей. Существуют углеродные материалы, которые можно применять по-разному. К ним относятся графен, фуллерен, углеродные нанотрубки (УНТ). Нанотрубки являются многообещающим материалом в качестве накопителя энергии.

Для создания материалов с необходимыми свойствами необходимы исследования в области их сорбционных способностей. Ввиду сложности получения таких материалов, большое значение приобретают методы моделирования, которые позволяют выбрать, категорировать материалы для их дальнейшего использования и поставить задачи для ученых экспериментаторов.

Целью моей работы является моделирование изменения структуры УНТ под воздействием механического фактора и давления газов. Т. к. с точки зрения материалов накопителей для меня важно как изменяется структура при разных воздействиях на исследуемый материал.

Материалы и методы исследования. В программе LAMMPS с помощью команды replicate создали гексагонально упакованный пучок нанотрубок длинной 96 Å с межтрубным расстоянием 3 Å

В МД можно применить разные способы повышения давления в системе - команда wall/piston и команда fix deform. Симуляция методом wall/piston связана с движением поршня бесконечной массы, отражающим частицы в указанной группе. Поэтому в LAMMPS мы создали поршень, движущийся с постоянной скоростью 10 Å/пс в положительном направлении z. Скорость деформации задавалась 10 Å/пс, что означает уменьшение длины коробки на 20% каждую пикосекунду. С помощью программы Ovito получили кадры состояния системы на последнем шаге моделирования (N = 20000 шагов расчета или 2 пс) см. рисунок 1.

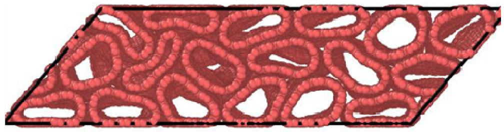


Рис.1. Состояния системы на последнем шаге моделирования

Построили график зависимости напряжения от деформации (рисунок 2).

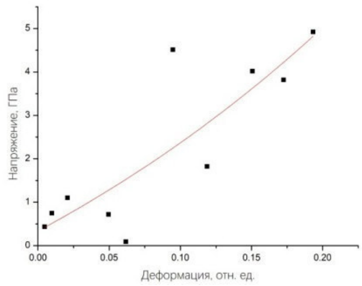


Рис. 2. Зависимость напряжения от деформации

При использовании алгоритма сжатия с wall/piston из рисунка 2 видим, что где-то трубки сжались сильнее, где-то слабее, поэтому наблюдается большой разброс напряжений.

Также объем расчетной ячейки был отрегулирован командой fix deform. В команде использовался стиль erate, изменяющий размер коробки при постоянной скорости деформации. Скорость деформации, равная 10 Å/пс, означает уменьшение длины коробки на 20% каждую пикосекунду. Сжатие происходит вдоль оси y (рисунок 3).

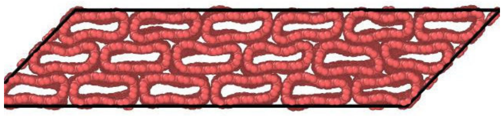


Рис.3. Состояния системы на последнем шаге моделирования

Построили график зависимости напряжения от деформации (рисунок 4).

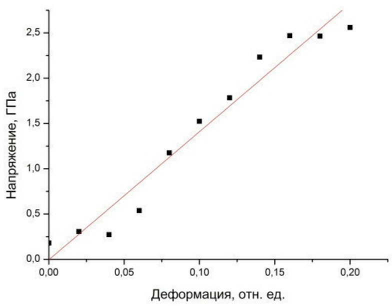


Рис.4. Зависимость напряжения от деформации

При использовании алгоритма сжатия с fix deform из рисунка 4 видим, что происходит равномерная деформация трубок и кривая напряжение – деформация идет плавно.

В начальный момент времени в расчетную область импортировался пучок из 16 нанотрубок шириной 135 Å и межтрубным расстоянием 3 Å. Вокруг этого пучка с помощью команды create_atoms создавались 1600 молекул водорода, которые получили с помощью команды lattice custom. Всем атомам расчетной области задавалась температура 300 К (рисунок 5).

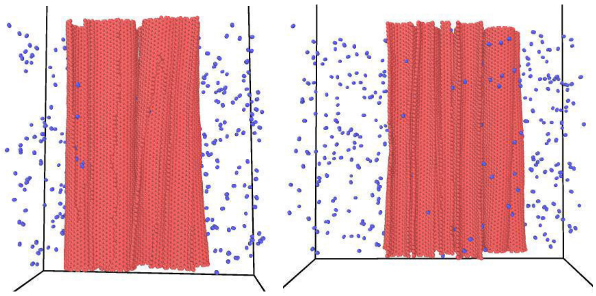


Рис. 5. Осевое сечении пучка нанотрубок вдоль оси z на последнем шаге моделирования

Из рисунка 5 видим, что молекулы водорода находятся как внутри трубок, так и в межтрубном пространстве, мы предполагаем, что молекулы H_2 заходят через открытые концы трубок. Также наблюдаются молекулы водорода внутри пучка УНТ. Давление газа равно 16 атм.

Был проведен эксперимент с аргоном. Вокруг пучка УНТ создавались 2400 атомов аргона. Всем атомам расчетной области задавалась температура 300 К (рисунок 6).

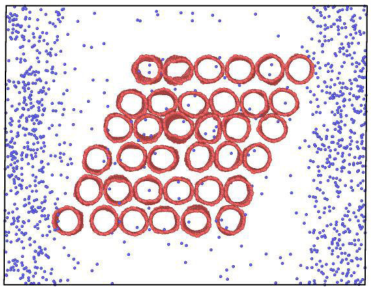


Рис. 6. Состояния системы на последнем шаге моделирования

Анализируя рисунок 6 видно, что при температуре T=300 К атомы аргона проникают во внутрь пучка УНТ. Давление газа равно 20 атм.

Заключение. В случае применения техники одноосного сжатия и алмазного поршня, получается равномерная деформация трубок и равномерный рост давления. При использовании техники поршня, трубки деформируются неравномерно. В результате сжатия уменьшается объем сводного пространства как внутри, так и снаружи трубок, что может являться причиной уменьшения времени жизни позитронов, наблюдаемой в экспериментах. По результатам моделирования выдержки нанотрубок в атмосфере аргона при давлении 20 атм и температуре 300 К можно сделать вывод, что аргон проникает внутрь нанотрубок. В результате моделирования пучка УНТ в водородной атмосфере при давлении 16 атм и температуре 300 К молекулы водорода хранятся как внутри трубок, так и в межтрубном пространстве и наблюдается деформация пучка.

ДЕФЕКТНАЯ СТРУКТУРА ДВУХФАЗНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ВИДАХ НАГРУЖЕНИЯ

Е.Н. Николенко, Т.С. Куницына
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м. н. Л.А. Теплякова
Томский государственный архитектурно-строительный университет,
Россия, г. Томск, пл. Соляная, 2. 634003
E-mail:kma11061990@mail.ru

DEFECT STRUCTURE OF TWO –PHASE TITANIUM ALLOY UNDER DIFFERENT WAYS OF DEFORMATION

E.N. Nikolenko, T. S. Kunitsyna,
Scientific Supervisor: Prof. L. A. Teplyakova
Tomsk State University of Architecture and Building, Solyanaya sq., 2, Tomsk, Russia; 634003
E-mail:kma11061990@mail.ru

Abstract. *The paper deals with the type VT6 alloy defect structure, which forms during the static and dynamic loadings. It is shown that both at static and dynamic loadings the similar structures form nearby the fracture surface. Under the dynamic loading, polarization of the dislocation structure is more pronounced.*

Введение. Титановые сплавы обладают целым рядом преимуществ, которые открывают большие перспективы их применения в самых различных областях жизнедеятельности. Этим объясняется интерес исследователей к изучению структуры и свойств титановых сплавов и их изменению при различных способах воздействия. Высокий уровень деформационного упрочнения в этих сплавах достигается в результате термомеханической обработки и легирования. Состав сплава ВТ-6 подобран таким образом, что он обладает высокой прочностью и хорошей пластичностью. Благодаря этому сплав может выдерживать значительные нагрузки при статическом нагружении, когда скорость деформации невелика. Однако этот сплав проявляет ярко выраженную локализацию деформации при воздействии ударного нагружения, которая приводит к быстрому разрушению материала. Ранее были исследованы закономерности эволюции дефектной структуры двухфазного титанового сплава ВТ6 формирующейся при пластической деформации с постоянной скоростью, в широком интервале степеней деформации [1]. В настоящей работе была поставлена задача: исследовать дефектную структуру сплава ВТ-6, подвергнутого динамическому внедрению в зоне разрушения. Цель работы – выявить различия дефектной структуры сплава, разрушенного в результате динамического внедрения и в результате статической деформации.

Материал и методы исследования. Исследованный сплав ВТ-6 по данным рентгеноструктурного анализа содержит 17 вес. % β-фазы имеющей ОЦК кристаллическую решетку и 83 вес% α-фазы с ГПУ решеткой. Из пластины сплава, полученной горячей прокаткой и подвергнутой динамическому разрушению были вырезаны образцы из зоны разрушения. Из этих образцов вырезались фольги, которые утонялись электролитически и исследовались методом просвечивающей электронной микроскопии. Для механических испытаний с постоянной скоростью, из пластины сплава, полученной горячей прокаткой. были вырезаны образцы размером: 3х3х6(мм), которые затем были деформированы одноосным сжатием на машине Инстрон с постоянной скоростью 0,02 мин$^{-1}$ до разрушения. При изучении этих образцов также использовался метод просвечивающей микроскопии фольг.

Результаты исследования. Как показали исследования поверхности сплава в исходном (недеформированном) состоянии, он уже имеет развитую дефектную структуру. Основными масштабно-структурными элементами сплава являются: зерно, колония, ламель. На рис. 1 представлены микроснимки, иллюстрирующие морфологию этих элементов. В исследованном состоянии сплава зерна имеют сравнительно правильную полиэдрическую форму (Рис 1, (а)). Внутри зерен сформирована структура колоний, которые состоят из ламелей. Каждая ламель представляет собой образование из пластинчатой формы α-фазы и прослойки β-фазы (Рис 1, (б)). Средняя ширина пластин α-фазы составляет приблизительно 0,85 мкм, средняя толщина прослоек β-фазы- 0, 04 мкм. Число ламелей, составляющих колонию, варьирует от нескольких штук до нескольких десятков штук. Металлографический анализ показал, что относительно оси нагружения существует некоторая преимущественная ориентация колоний под углами 30 и 60º, которые занимают, соответственно, 12 и 20% площади поверхности образца.

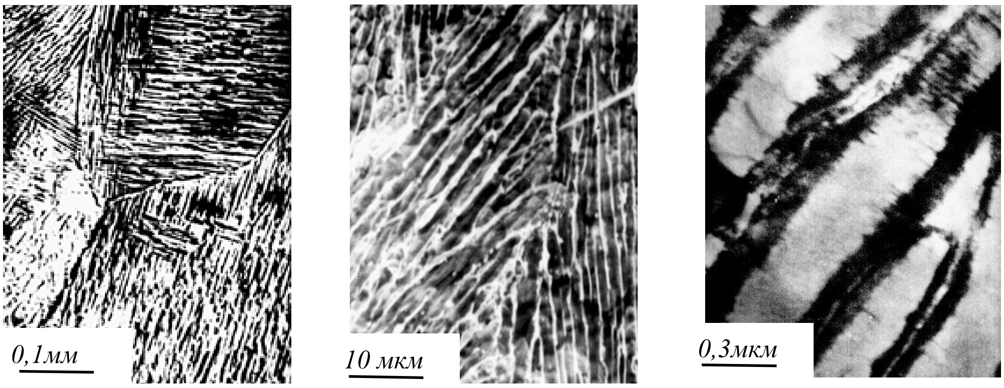
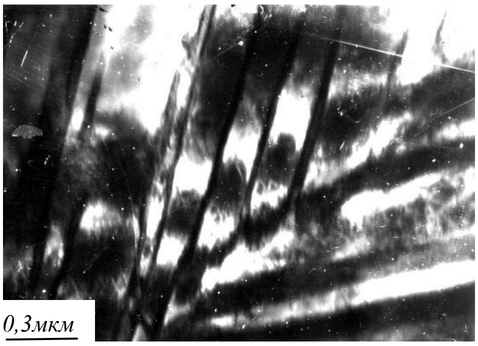


Рис. 1. Зеренная структура (а), ламельная структура колоний (б) и электронно – микроскопическое изображение (с) структуры сплава ВТ6 в исходном состоянии

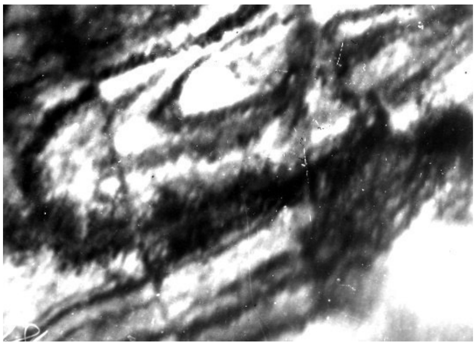
В недеформированном состоянии сплава обе фазы, составляющие ламель, содержат дефекты кристаллической решетки (Рис 1, (в)). В β- фазе дефектная подсистема представлена дислокациями со средней скалярной плотностью $3 \cdot 10^{-14}$ м$^{-2}$. Дислокационная структура в β-фазе преимущественно сетчато- ячеистая, типичная для ОЦК сплава субструктура. В α-фазе дефектная структура разнообразна. Она включает дислокационную субструктуру, микродвойники. Плотность дислокаций в β-прослойках существенно выше, чем в α-фазе. Таким образом, перед нагружением сплав ВТ6 уже имеет развитую разномасштабную дефектную структуру с высокой скалярной плотностью дислокаций.

В работе [1] были идентифицированы основные типы деформационной субструктуры на двух структурно-масштабных уровнях и установлены закономерности ее эволюции в широком интервале степеней деформации. Было установлено, что с ростом степени деформации скалярная плотность дислокаций увеличивается в обеих фазах, причем в α-фазе с ростом степени деформации плотность дислокаций увеличивается быстрее, чем в β-фазе.

Изучение дефектной структуры двухфазного титанового сплава ВТ6, формирующейся в зоне разрушения при динамическом внедрении и разрушенного в результате деформации с небольшой скоростью показало, что при обоих способах разрушения наблюдаются одинаковые типы субструктур: субструктура с непрерывными, с непрерывными и дискретными разориентировками и фрагментированная субструктура. Значения средней скалярной плотности дислокаций в α- и β-фазе в зоне разрушения оказались примерно одинаковы. Однако, на фоне этих общих черт дефектной структуры существуют и некоторые отличия в картине и плотности экстинкционных контуров. В сплаве, деформированном с небольшой скоростью до разрушения, контуры ориентированы большей часть перпендикулярно межфазным границам (рис. 2, (а)).



(а)



(б)

Рис. 2. Дефектная структура двухфазного титанового сплава ВТ6, формирующаяся в зоне разрушения при статическом (а) и динамическом (б) способах нагружения

В сплаве, разрушенном в результате динамического внедрения, на фоне сетчатой субструктуры с высокой плотностью дислокаций, наблюдается сложная картина изогнутых контуров, содержащая также и замкнутые участки (рис. 2б). При этом наблюдается разрушение межфазных границ. Источниками этих контуров являются те границы ламелей, организация сдвига через которые затруднена в результате чего происходит накопление избыточных дислокаций, создающих поля напряжений на границах. Следует отметить, что при обоих способах разрушения, наблюдается и вторая система изгибных экстинкционных контуров, источниками которых являются границы колоний. Как правило, это сравнительно широкие контуры.

Заключение.

1. Дефектная структура незакаленного сплава ВТ6, в исходном (до пластической деформации) состоянии является многоуровневой системой, структурные элементы которой имеют масштабы в интервале от сотен микрометров до десятых и менее долей микрометров.

2. При статическом и динамическом способах разрушения исследованного сплава ВТ6 наблюдаются одинаковые типы субструктур: субструктура с непрерывными, с непрерывными и дискретными разориентировками и фрагментированная субструктура.

3. Поляризация дислокационной структуры происходят на двух структурно-масштабных уровнях: колония и ламель. При этом, поляризация дислокационной структуры более выражена в сплаве, разрушенном в результате динамического внедрения.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Куницына Т. С., Теплякова Л.А. Эволюция дефектной структуры двухфазного титанового сплава при активном нагружении // Изв. вузов. Физика. – 2017. - Т. 60., №5, - С. 93 - 98.

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ СУПЕРСПЛАВА НА ОСНОВЕ NI-AL-CR

А.В. Никоненко[1], Н.А. Попова[2], Е.Л. Никоненко[2]

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Н.А. Конева[2]

[1]Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,

Россия, Томск, пр. Ленина, 40, 634050

[2]Томский государственный архитектурно-строительный университет,

Россия, Томск, пл. Соляная, 2, 634003

E-mail: vilatomsk@mail.ru

PHASE COMPOSITION OF THE SUPERALLOY ON BASIC OF NI-AL-CR ALLOY

A.V. Nikonenko[1], N.A. Popova[2], E.L. Nikonenko[2]

Scientific Supervisor: Prof., Dr. N.A. Koneva[2]

[1]Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics, Tomsk, Lenin str., 40, 634050

[2]Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, Soljanaja str. 2, 634003

E-mail: vilatomsk@mail.ru

Abstract. *The study of phase composition and substructure of the alloy on Ni -Al-Cr basic alloyed by La was carried out by the diffraction electron microscopy method and X-ray analysis. The alloy was produced by the directional crystallization method and then was subjected by high-temperature annealing. The annealing was completed at temperature $T = 1100^0C$ in duration t=1 hour. It was determined that γ - and γ′- phases having FCC lattice are key phases in both of the states of the alloy. γ′- phase has ordered arrangement of atoms with $L1_2$ structure. This phase is basic in both of the states of the alloy. It was established that La is not soluble in the basic phases. It is phase formation element. Phase composition and phase morphology were studied.*

Введение. Успехи современной техники в значительной степени обусловлены созданием и применением металлических материалов, обладающих необходимыми служебными свойствами. Примером являются суперсплавы на основе (γ+γ′)-фаз, в которых γ-фаза представляет собой неупорядоченный ГЦК-твердый раствор, а γ′-упорядоченная фаза со сверхструктурой $L1_2$ Такие сплавы создаются часто на основе Ni, Al и Cr, поскольку в системе Ni–Al возможно существование интерметаллидных соединений Ni_3Al и NiAl. Суперсплавы используются в условиях достаточно высоких температур и должны обладать значительным сопротивлением ползучести. Для повышения сопротивления ползучести используется легирование различными элементами, что обуславливает создание сплавов с различной морфологией и различным содержанием γ- и γ′- фаз [1].

Целью настоящей работы явилось изучение фазового и структурного состояния многокомпонентного сплава на основе Ni-Al-Cr, легированного La. Сплав изготовлен методом направленной кристаллизации и подвергнут высокотемпературному отжигу.

Материал и методы исследования. В настоящей работе целью исследования было изучение сплава, легированного лантаном, основными элементами которого: Ni – ~70 ат.%, Al – ~17 ат.% и Cr – ~5 ат.%. Основными легирующими элементами были Mo, W, Si, Ti, C, Fe с суммарным количеством ~7 ат.%, и La – 0,12 ат.% Сплав исследовался после высокотемпературного отжига при T=1100°C.

Для изучения структуры сплава применяли четыре метода: 1) сканирующую электронную микроскопию; 2) просвечивающую дифракционную электронную микроскопию и 3) рентгеноструктурный анализ (рентгеновскую дифрактометрию).

Результаты исследования и их обсуждение. В исследуемом сплаве основной фазой является упорядоченная γ'-фаза с ГЦК кристаллической решеткой типа $L1_2$. Объемная доля γ'-фазы в сплавах такого класса обычно достигает 0.90, но может быть и больше. Второй фазой является γ-фаза – неупорядоченный твердый раствор на основе ГЦК кристаллической решетки. Введение в сплав элементов, склонных к растворению в γ- и, особенно, γ'-фазе, мало осложняет фазовый состав сплава. Но введение легирующих элементов, склонных к образованию новых фаз, осложняют картину фазового состава этого сплава. К таким элементам относятся La и Re. В данной работе исследуется сплав, легированный лантаном. Лантан является сильным фазообразующим элементом.

Дифракционный анализ позволил установить, что в общем случае в исследуемых образцах сплава присутствует шесть фаз. Основные фазы - γ'(кубическая, *Pm3m*) и γ (кубическая, *Fm3m*).
Помимо основных фаз (γ'-, γ-фазы), присутствуют α_2-фаза, лантаниды Al_2La, Ni_3La_2 и карбид лантана La_2C_3. Отметим, что из шести наблюдаемых фаз пять фаз являются кубическими и лишь одна орторомбическая. Из кубических фаз три фазы (γ', γ и Al_2La) обладают ГЦК кристаллическими решетками и две фазы (α_2 и La_2C_3) – ОЦК кристаллическими решетками. Изображения структуры исследуемого сплава, полученные методом РЭМ, даны на рис.1.

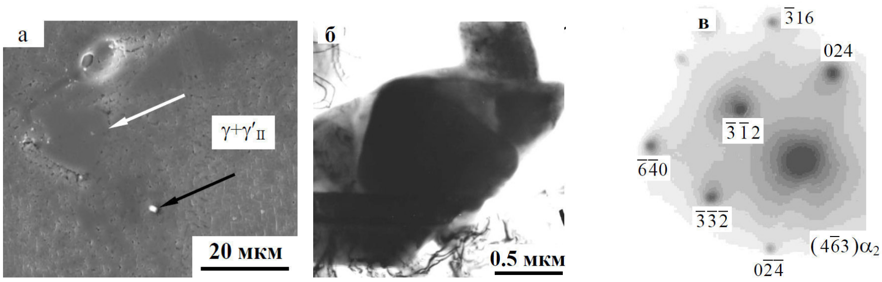


Рис.1. РЭМ-изображение (а) смеси γ'_I и ($\gamma + \gamma'_{II}$) (белая стрелка – частицы γ'-фазы, черная – частицы α_2-фазы); ПЭМ-изображение частицы α_2-фазы (б) и её микродифракционная картина (в)

Согласно принятой нами ранее классификации, в сплаве присутствует смесь γ'_I и ($\gamma+\gamma'_{II}$)-фаз, что и представлено на рис.1, а также на этом рисунке представлено изображение частиц α_2-фазы. Подчеркнем, что для идентификации фаз в работе использовался метод рентгеноструктурного анализа (РСА) и просвечивающая дифракционная электронная микроскопия (ПЭМ). Дело в том, что метод РСА позволяет идентифицировать лишь фазы, присутствующие в количестве более 3-5% от объема материала. В отличие от метода РСА с помощью метода ПЭМ можно идентифицировать фазы, присутствующие в материале фактически в любом количестве, в том числе и весьма малом. Именно по этой причине в работе было использовано два метода (РСА и ПЭМ).

В исследуемом суперсплаве одной из причин появления α_2-фазы является расслоение расплава еще в жидком состоянии на участки жидкости, обогащенные ОЦК металлами, с одной стороны, с другой – лантаном. Выполненный в работе тщательный дифракционный анализ позволил найти α_2-фазу с симметрией $I\bar{4}3m$. Характерный вид частиц α_2-фазы можно видеть на рис.1б. В отличие от лантанидов Al_2La и Ni_3La_2, присутствующих в исследуемом сплаве, α_2-фаза не имеет четкой огранки.

Для лантанидов Al_2La и Ni_3La_2, присутствующих в исследуемом сплаве, характерна кристаллографически заметная огранка (рис.2). Как правило, частицы лантанидов локализованы в отдельных участках сплава, нередко соседствуя с α_2-фазой.

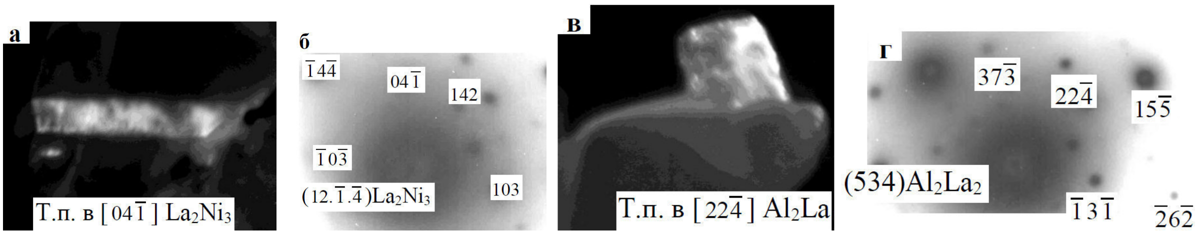


Рис.2. ПЭМ-изображение участка сплава: а - темнопольное изображение лантанида Al_2La; б - микродифракционная картина, полученная с участка (а); в - темнопольное изображение лантанида La_2Ni_3; г – его микродифракционная картина

Фактически еще одним лантанидом является карбид лантана La_2C_3 (рис.3). Он наблюдается в небольших количествах в виде мелких частиц, расположенных на дислокациях, находящихся в γ'-фазе со средним размером ~10 нм.

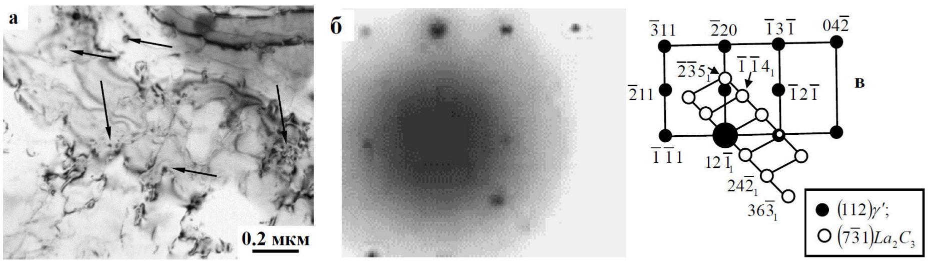


Рис.3. ПЭМ-изображение участка сплава: а - светлопольное изображение; б – микродифракционная картина; в – её индицированная схема. Частицы карбида La_2C_3 на (а) отмечены стрелками

Заключение. Рассмотрено участие лантана в фазообразовании в суперсплавах. Проанализировано участие La в твердых растворах и в формировании многочисленных интерметаллидов. В работе исследовано влияние лантана на фазовый состав суперсплава. Установлено, что введение лантана изменяет фазовый состав сплава, подавляя образование γ-фазы и вызывая формирование ОЦК α_2-фазы. Последняя сформирована, в основном, переходными элементами и обязана своим появлением возможному расслоению в жидком состоянии лантанидов Ni, Al и C, с одной стороны, и тугоплавких переходных элементов – с другой.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Козлов Э.В., Смирнов А.Н., Никоненко Е.Л., Попова Н.А., Конева Н.А. Морфология фаз и фазовые превращения при термической обработке суперсплавов на основе Ni-Al-Cr и Ni-Al-Co. Масштабные и концентрационные эффекты. – М.: Инновационное машиностроение, 2016. – 175 с.

ВЛИЯНИЕ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНАМИ АЛЮМИНИЯ НА ИЗМЕНЕНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА УМЗ - ТИТАНА

А.В. Никоненко[1], Н.А. Попова[2], Е.Л. Никоненко[2]
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. И.А. Курзина[3]
[1]Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники,
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 40, 634050
[2]Томский государственный архитектурно-строительный университет,
Россия, г.Томск, пл. Соляная, 2, 634003
[3] Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г.Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: aliska-nik@mail.ru

INFLUENCE OF IMPLANTATION BY IONS OF ALUMINIUM ON CHANGE OF SIZE OF GRAIN OF UFG-TITANIUM

A.V. Nikonenko[1], N.A. Popova[2], E.L. Nikonenko[2]
Scientific Supervisor: доцент, д.ф.-м.н. I.A. Kurzina[3]
[1]Tomsk State University of Control Systems and Radioelectronics, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
[2]Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, Solyanaya sq. 2, 634003
[3] Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: aliska-nik@mail.ru

Abstract. *Using the TEM method, detailed studies of the granular structure of the initial titanium samples were carried out before and after irradiation with different average grain sizes (~ 0.2 and ~ 0.3 µm). Implantation with aluminum ions with a dose of 1 · 10^{18} ions / cm^2 leads to a decrease in the transverse and longitudinal grain sizes. Ion implantation leads to a decrease in the anisotropy coefficients of grain size.*

Введение. Титан как конструкционный материл в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии обладает такими свойствами как высокая механическая прочность, коррозионная стойкость, малая плотность и жаропрочность. Титан, полученный методом интенсивной пластической деформации, занимает среди УМЗ - материалов лидирующее место. Эксплуатационные свойства титана в УМЗ состоянии могут быть улучшены с помощью поверхностной модификации.

Целью данной работы является сравнительный анализ результатов исследования зеренной структуры УМЗ титана с разным размером зерна до и после имплантации ионами алюминия при дозе $1{\cdot}10^{18}$ ион/см^2.

Материалы и методы исследования. В качестве объекта исследования являлись образцы марки ВТ1-0 с разным средним размером зерна ~0.2 и ~0.3 мкм . Ионная имплантации проведена на ионном источнике MEVVA-V.RU при температуре 400 °С, ускоряющем напряжении 50 кВ, плотности тока пучка ионного источника 6.5 мА/см^2, расстоянии 60 см от ионно-оптической системы. Доза облучения $1{\cdot}10^{18}$ ион/см^2 достигалась за счет времени облучения в 5.25ч. Изучение зеренной структуры проведено на просвечивающем электронном микроскопе ЭМ-125К при ускоряющем напряжении 120 кВ.

Результаты. Методом ПЭМ проведены подробные исследования зеренной структуры исходных образцов титана, до и после облучения. Исследования показали, что перед имплантацией присутствуют сильно вытянутые зерна с хорошо выраженной текстурой. Форма зерен является анизотропной из-за способа приготовления образца: многократное одноосное abc-прессование с последующей многократной прокаткой в ручьевых валках. Для начала рассмотрим титан с средним размером зерна ~0.2 мкм.

На рис. 1 представлены электонно-микроскопическое изображения зеренной структуры и распределение зерен по размерам, полученные для титана с средним размером зерна ~0.2 мкм. В результате ионного воздействия наблюдается значительное изменение зеренного состояния титана. Хорошо видно, что имплантация приводит к уменьшению продольного размера зерен почти в 3 раза. Уменьшается и поперечный размер зерна, но не так значительно.

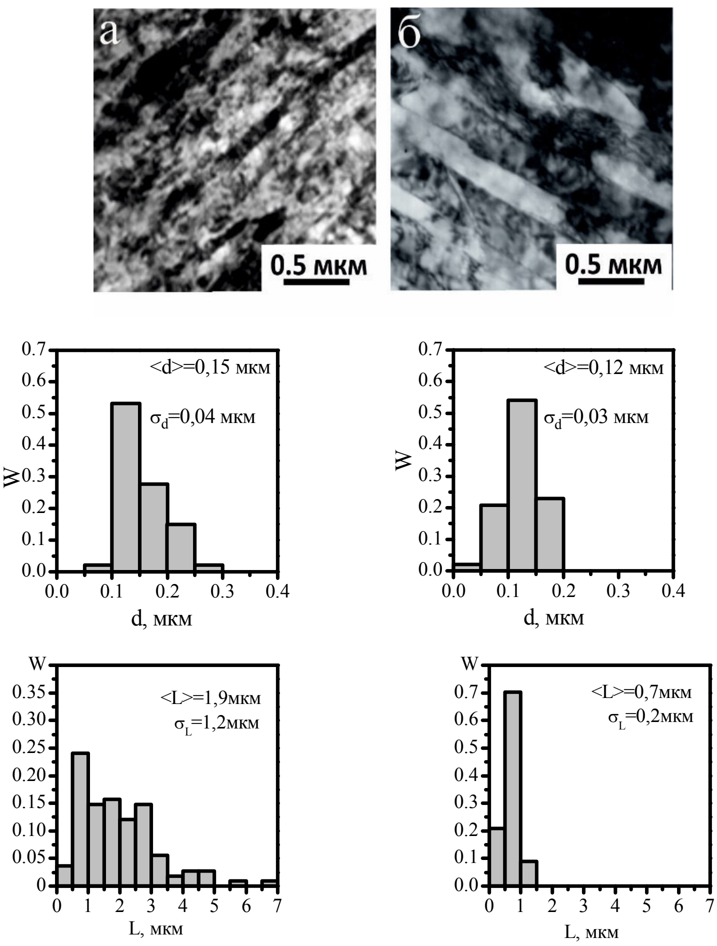


Рис.1. Электронно-микроскопические изображения и распределения зерен по размерам (d-поперечный и L-продольный размер) в УМЗ-титане со средним размером зерна ~0.2 мкм: а – исходное состояние, б – после имплантации с дозой $1{\cdot}10^{18}$ *ион/см*^{2}

Перейдем к рассмотрению титана с средним размером зерна ~0.3 мкм. На рис. 2 представлены электонно-микроскопические изображения зеренной структуры и распределения зерен по размерам, полученные для титана с средним размером зерна ~0.3 мкм. Так же, как и у титана с средним размером зерна ~ 0.2 мкм, зерна являются вытянутыми, средний размер зерна после ионной имплантации уменьшается. Интересно отметить, что в данном случае критичному изменению подвергнуты как поперечный, так и продольный размеры зерен.

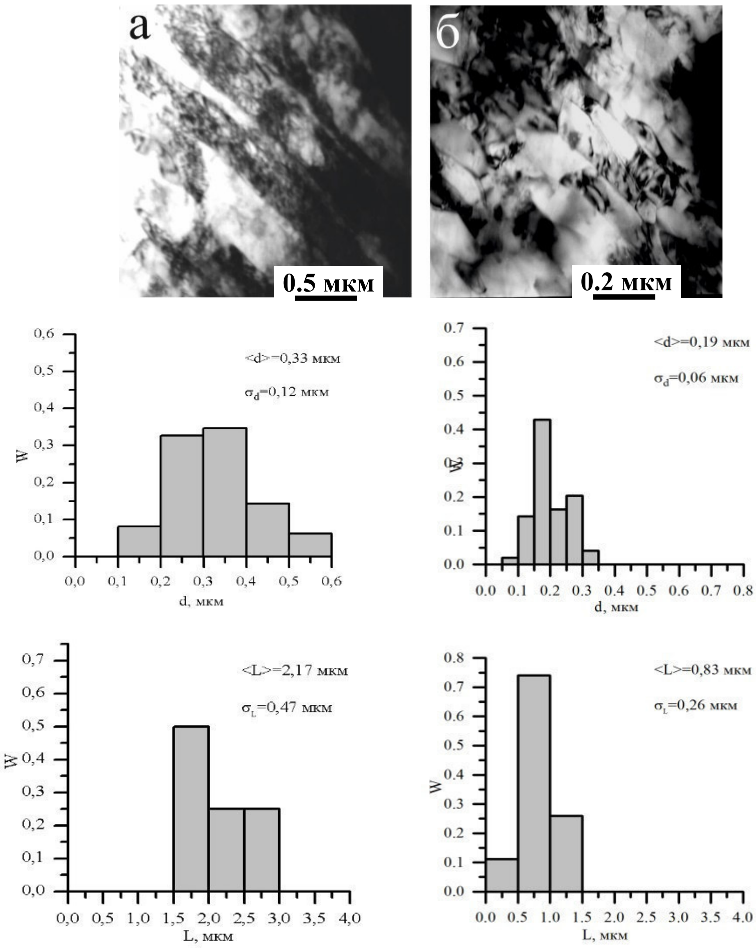


Рис.2. Электронно-микроскопические изображения и распределения зерен по размерам (d-поперечный и L-продольный размер) в УМЗ-титане со средним размером зерна ~0.3 мкм: а – исходное состояние, б – после имплантации с дозой $1{\cdot}10^{18}$ ион/см^2

Также важно отметить, что для титана со средними размерами зерен, как 0.2 мкм, так и 0.3 мкм, функции распределения, как поперечных размеров, так и продольных остаются одномодальными. Максимумы функций, по-прежнему, находятся вблизи их средних значений. Также при имплантации наблюдается уменьшение коэффициента анизотропии. Это означает, что после имплантации зерна становятся более изотропными. Значительное изменение структуры связано, в первую очередь, с энергетическим воздействием в условиях имплантации.

Заключение. В результате проведенных исследований был проведен сравнительный анализ титановых образцов с разным средним размером зерен ~ (0.2 мкм и 0.3 мкм) как в исходном состоянии, так и после облучения. Установлено, что имплантация ионами алюминия с дозой $1{\cdot}10^{18}$ ион/см^2 приводит к уменьшению поперечного и продольного размеров зерен. Но при этом функции распределения остаются одномодальными и максимумы находятся в районе средних значений. Ионная имплантация приводит к уменьшению коэффициента анизотропии размера зерен.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ № 19-08-01041.

СВЕТОИНДУЦИРОВАННЫЙ ТЕРМОКАПИЛЛЯРНЫЙ ОТКЛИК НА ПОВЕРХНОСТИ ЖИДКОСТИ

Д.А. Олесик, Д.С. Маленко
Научный руководитель: ст. преподаватель, Г.Д. Иванова
Дальневосточный государственный университет путей сообщения,
Россия, г. Хабаровск, ул. Серышева, 47, 680021
E-mail: galigd2015@yandex.ru

LIGHT INDUCED THERMOCAPILLARY RESPONSE ON THE LIQUID SURFACE

D.A. Olesik, D.S. Malenko
Scientific Supervisor: Assist., G.D. Ivanova
Far Eastern State Transport University, Russia, Khabarovsk, Seryshev str., 47, 680021
E-mail: galigd2015@yandex.ru

Abstract. *The light induced mechanism of relief formation on the liquid surface has been investigated experimentally. The photo-absorbing method was used for the registering a topography of the liquid and the subsequent computer processing. The proposed method shows high efficiency for the exploring of various mechanisms of the light induced relief formation.*

Введение. Светоиндуцированные механизмы образования рельефа в тонком слое жидкости исследовались в целом ряде работ (см. обзор в [1]). Продемонстрировано использование этого типа нелинейностей для записи динамических голограмм, создания элементов адаптивной оптики [2], для визуализации фазовых объектов [3]. Описание механизмов образования рельефа требует решения термогидродинамических задач, которые решаются только численно, что значительно увеличивает ценность экспериментальных результатов.

Целью данной работы является экспериментальное исследование рельефной нелинейности в схеме самовоздействия излучения с контролем температурного распределения на поверхности образованного рельефа, что позволяет разделить вклады от различных механизмов его образования.

Материалы и методы исследования. В работе использовался фотоабсорбционный метод. В данном методе интенсивность прошедшего излучения определяется толщиной поглощающей жидкости. Светоиндуцированный рельеф образовывался в результате нагрева слоя жидкости лазерным пучком (рис.1). В месте фокусировки пучка жидкость нагревалась и в результате теплопереноса формировалось неоднородное осесимметричное температурное поле, которое за счет термокапиллярных эффектов и конвекции приводило к образованию рельефа (впадины) на поверхности жидкости. Распределение интенсивности прошедшего излучения фиксировалось с помощью видеокамеры и в цифровом виде записывалось на ПК.

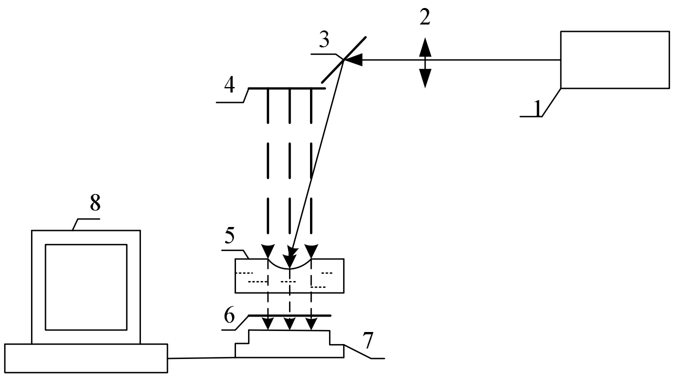
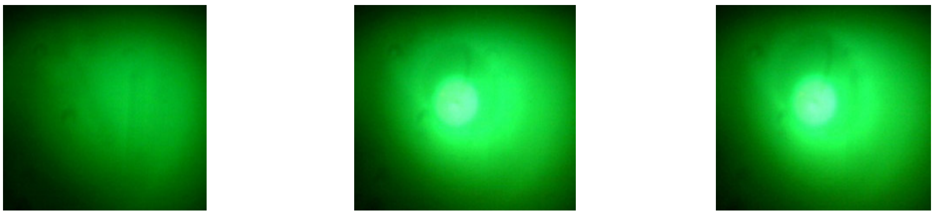


Рис. 1. Схема установки: 1 – гелий-неоновый лазер, 2 – фокусирующая линза, 3 – зеркало, 4 – источник опорного излучения, 5 – кювета с жидкостью, 6 – светофильтр, 7 – видеокамера 9060АК, 8 – персональный компьютер

По профилю пропускания рассчитывалась толщина (рельеф) слоя жидкости. Величина температуры и ее распределение измерялись термографом ИРТИС – 2000.

Экспериментальные результаты. Кювета заполнялась различными жидкостями с открытой поверхностью, что позволяло наблюдать образование светоиндуцированного рельефа на свободной поверхности под действием падающего вертикально лазерного луча. На рисунке 1 приведены изображения, демонстрирующие изменение рельефа поверхности жидкости.

В месте фокусировки инициирующего излучения наблюдалось просветление изображения, вызванное тем, что при неравномерном нагреве поверхности жидкости уменьшалась толщина пленки и, соответственно, увеличивалась интенсивность опорного излучения, падающего на объектив видеокамеры. На рис. 1 а-в, приведены полученные изображения с интервалом в 4с.

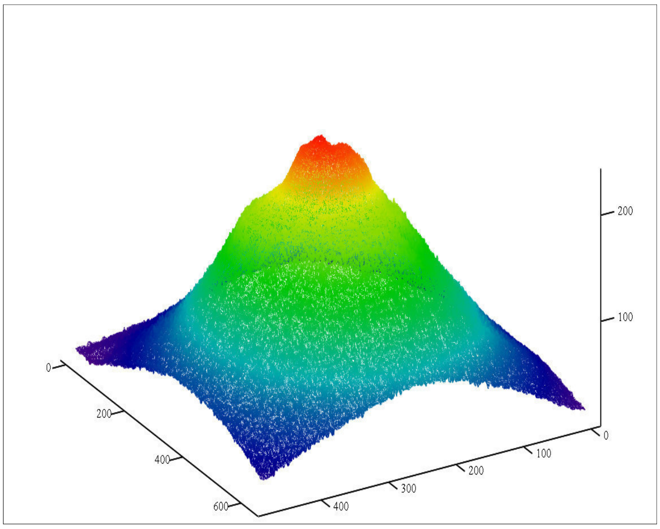


а) б) в)

Рис.2. Распределение интенсивности прошедшего излучения в разные моменты времени при воздействии инициирующего излучения, интервал между изображениями 4 с

На рис. 3 приведено распределение интенсивности прошедшего слой жидкости светового пучка, полученное после цифровой обработки в системе Mathlab.

Анализ полученных экспериментальных результатов показывает, что в случае вязкой жидкости преобладает термокапиллярный механизм модуляции рельефа, для маловязкой жидкости определяющим является термогидродинамический механизм [2].



c

Рис.3. Пространственное распределение интенсивности опорного излучения, прошедшего через слой жидкости при воздействии лазерного пучка (масштаб по осям на поверхности дан в мкм)

Заключение. Таким образом, предлагаемая методика позволяет регистрировать термоиндуцированный рельеф поверхности жидкости и исследовать вклады различных механизмов в его образование [4]. Преимуществом метода является бесконтактность и возможность регистрировать светоиндуцированный рельеф в реальном времени. Полученные результаты в области светоиндуцированного массопереноса представляют интерес для разработки чувствительных оптических методов диагностики жидкофазных материалов [5-7].

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Иванов В.И. Термоиндуцированные механизмы записи динамических голограмм: монография – Владивосток: Дальнаука, 2006. – 142 с.
2. Гущо Ю.П. Фазовая рельефография. – М.: Радио, 1974. – 168 с.
3. Брюханова Т.Н., Иванова Г.Д., Кузин А.А., Рекунова Н.Н. Пространственно-временные характеристики термооптической рельефографии//Фундаментальные исследования. – 2015. – № 8-2. – С. 243-246.
4. Иванов В. И., Ливашвили А. И., Брюханова Т. Н., Рекунова Н. Н. Пространственно-временные характеристики термоиндуцированного механизма записи рельефных динамических голограмм // Вестник Тихоокеанского государственного университета. – 2011. – № 1. – С.065-068.
5. Кузин А.А., Иванова Г.Д., Кирюшина С.И., Мяготин А.В. Светокапиллярный механизм образования пузырьковых кластеров//Фундаментальные исследования. – 2015. – № 8-2. – С. 293-296.
6. Иванов В.И., Иванова Г.Д., Хе В.К. Термолинзовая спектроскопия двухкомпонентных жидкофазных сред // Вестник Тихоокеанского государственного университета. – 2011. – № 4. – С. 39-44.
7. Ivanov V.I. Ivanova G.D., Krylov V.I., Khe V.K. Diagnostics of nanosuspension by the light-induced pseudo-prism method//Proc. SPIE. -2017. – v. 10176. – P.1017607.

ВЛИЯНИЕ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ МЕХАНОАКТИВАЦИИ И ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА МИКРОТВЕРДОСТЬ ОБРАЗЦОВ NI_3AL, СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

Д.А. Осипов[1]

Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. И.А. Дитенберг[1,2]

[1]Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

[2]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055

E-mail: osipov_ff_tsu@mail.ru

THE EFFECT OF THE DURATION OF PRELIMINARY MECHANICAL ACTIVATION AND THERMAL ACTION ON THE MICROHARDNESS OF SAMPLES OF NI_3AL SYNTHESIZED BY SPARK PLASMA SINTERING

[1]D.A. Osipov

Scientific Supervisor: Associate Professor, Dr. I.A. Ditenberg[1,2]

[1]National Research Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin pr., 36, 634050

[2]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademicheskiy pr., 2/4, 634055

E-mail: osipov_ff_tsu@mail.ru

Abstract. *A study of the influence of heat treatment on the microhardness synthesized spark plasma sintering methods Ni_3Al sample depending on the length of preliminary mechanical activation.*

Введение. Термическая стабильность является одним из основных требований, предъявляемых к материалам, которые эксплуатируются в экстремальных условиях авиации и космоса [1-3]. В настоящее время Ni_3Al часто используется в качестве основы для создания авиационных высокотемпературных сплавов. Одним из путей повышения жаропрочности интерметаллидных соединений системы Ni – Al является введение легирующих добавок из тугоплавких элементов замещения (Cr, W, Mo и Ti) [4]. При использовании механической активации на стадии получения прекурсоров целесообразно выяснение влияния продолжительности такого воздействия на структуру и свойства чистой и легированной системы Ni – Al после активации, синтеза Ni_3Al и термического воздействия.

Целью настоящей работы является изучение влияния термической обработки на микротвердость образцов Ni_3Al, синтезированных методом искрового плазменного спекания в зависимости от продолжительности предварительной механической активации.

Экспериментальная часть. Исследование проводилось на смеси порошков 3 Ni (99.85 %, марки ПНК 1Л5) - Al (98 %, марки ПА-4), механически активируемой в планетарной шаровой мельнице АГО-2 с водяным охлаждением. Объем каждого из двух стальных барабанов мельницы – 160 см^3. Диаметр шаров – 8 мм, масса шаров в каждом барабане – 200 г, масса образца – 10 г. Центробежное ускорение шаров – 400 м/с^2 (40 g). Для предотвращения окисления обработку и выгрузку образцов осуществляли в атмосфере аргона. Продолжительность механической активации составляла 1, 3.5, 5.5 и 10.5 минут, при этом на заключительном этапе (0.5 минуты) перед выгрузкой смеси обработка производилась с добавлением спирта для предотвращения слипания порошковой смеси. Искровое плазменное спекание выполнено на установке SPS Labox-1575. Синтез проведен в условиях давления 40 МПа при температуре 1100–1150 °C с выдержкой не менее 5 мин. После синтеза Ni_3Al выполнены часовые отжиги в вакуумной печи типа СШВЛ при температурах 1100, 1200 и 1300 °C. Микротвердость (H_μ) определяли методом Виккерса на приборе «Neophot 21» при нагрузке 0.5 Н с выдержкой не менее 10 с. После консолидации методом искрового плазменного спекания и последующего отжига, микротвердость измеряли на металлографических шлифах. Микроструктура образцов изучена с применением электронно-ионного микроскопа FEI Quanta 200 3D (30 кВ) с приставкой для EBSD анализа «Pegasus».

Результаты. В работе [5] нами было показано, что увеличение продолжительности предварительной механической активации в интервале от 1 до 3.5 минут сопровождается ростом микротвердости синтезированных образцов Ni_3Al от 5.27 до 7.58 ГПа (таблица 1). Микротвердость образцов, синтезированных после предварительной активации продолжительностью от 3.5 до 5.5 минут, практически не различается (таблица 1). Однако дальнейшее увеличение времени предварительной активации до 10.5 минут способствует росту микротвердости интерметаллидных образцов до 8.51 ГПа.

Таблица 1

Микротвердость Ni_3Al в исходном состоянии и после разной термической обработки в зависимости от продолжительности механической активации

t, мин		1	3.5	5.5	10.5
После механической активации	H_μ, ГПа	5.27	7.58	7.67	8.51
	ΔH_μ, ГПа	0.33	0.37	0.21	0.4
Отжиг 1100 °C	H_μ, ГПа	4.74	6.56	7.07	7.29
	ΔH_μ, ГПа	0.52	0.41	0.32	0.42
Отжиг 1200 °C	H_μ, ГПа	5.08	5.23	5.89	6.14
	ΔH_μ, ГПа	0.74	0.46	0.31	0.3
Отжиг 1300 °C	H_μ, ГПа	4.63	5.2	5.63	6.26
	ΔH_μ, ГПа	0.68	0.13	0.55	0.4

После часовых отжигов при температурах 1100, 1200 и 1300 °C наблюдается плавное снижение значений микротвердости образцов Ni_3Al. При этом отклонение от средних значений микротвердости при малых временах (1 и 3.5 минуты) механической активации с ростом температуры начинают возрастать. Такая особенность хорошо иллюстрируется на примере синтезированных образцов после предварительной механической активации продолжительностью 1 минута. Как видно (таблица 1), отклонений от средних значений микротвердости составляет 0.52, 0.74 и 0.68 ГПа соответственно для 1100, 1200 и 1300 °C. Подобное увеличение отклонений свидетельствуют о существенной неоднородности микроструктуры. Из таблицы 1 видно, что не зависимо от температуры сохраняется влияние продолжительности предварительной механической активации на микротвердость.

На рисунке 1 а представлена микроструктура синтезированного образца Ni_3Al после предварительной механической активации продолжительностью 1 минута. Неоднородность зеренной структуры проявляется в наличии крупных и мелких зёрен размерами около 10 и 2 мкм соответственно. Кроме того, имеются области с высокой плотностью «выбитых точек» (неиндексированная ориентация).

Часовой отжиг при 1300 °С приводит к формированию более неоднородной зеренной структуры. Наблюдаются как скопления, состоящие из крупных зерен до 20 мкм (рисунок 1 б), так и участки из мелких зерен размерами 5 мкм (рисунок 1 в). В отдельных областях существенно увеличивается плотность «выбитых точек». Подобная неоднородность зеренной структуры является причиной существенных разбросов в значениях микротвердости после синтеза и дополнительных отжигов.

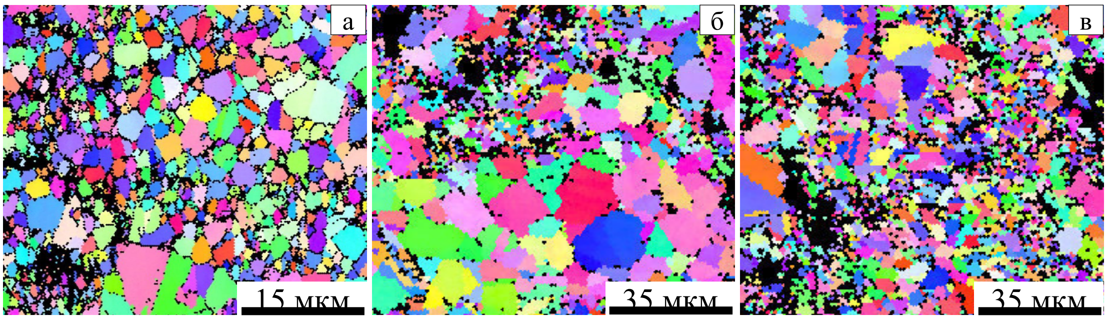


Рис. 1. Карты ориентации зёренной структуры Ni_3Al. а - синтез после предварительной механической активации продолжительностью 1 минута; б, в - дополнительный отжиг при 1300 °С

Заключение. Влияние продолжительности предварительной механической активации на структуру и свойства образцов Ni_3Al, синтезированных методом искрового плазменного спекания, сохраняется независимо от режима температурного воздействия. Повышение температуры отжига сопровождается плавным снижением микротвердости. Увеличение величины отклонений от средних значений микротвердости связаны с формированием более неоднородной зеренной структуры.

Структурные исследования проведены с использованием оборудования ТМЦКП ТГУ.

Автор выражает благодарность И.В. Смирнову, К.В. Гриняеву и д.т.н. М.А. Корчагину за содействие в получении и интерпретации научных результатов.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Государственное задание № 3.9586.2017/8.9).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Интерметаллидные никелевые сплавы для авиационных газотурбинных двигателей / Аргинбаева Э.Г. [и др.] // Вестник РФФИ. – 2017. - № 4. – С. 107-114.
2. Базылева О.А. Влияние высокотемпературного отжига на структуру и свойства сплавов на основе интерметаллида Ni_3Al// Вестник МГТУ. Машиностроение. – 2016. - № 1. - С. 112-122.
3. Базылева О.А., Аргинбаева Э.Г. Влияние термической обработки на структуру и жаропрочность ренийсодержащего интерметаллидного сплава на основе никеля // Авиационные материалы и технологии. – 2014. - № 2. - С. 21-26.
4. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением / Под ред. Е.Н. Каблова и Ю.Р. Колобова. – М.: Издательский дом МИСиС, 2008. – 328 с.
5. Дитенберг И.А. Влияние продолжительности предварительной механической активации на микротвердость образцов интерметаллида Ni_3Al, синтезированного в условиях искрового плазменного спекания // Изв. Вузов. Физика. – 2018. – Т. 61. – № 10. – С. 178-179.

МИКРОТВЕРДОСТЬ ПРЕКУРСОРОВ 3NI-AL И СИНТЕЗИРОВАННЫХ ОБРАЗЦОВ NI_3AL В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ

Д.А. Осипов[1]
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. И.А. Дитенберг[1,2]
[1]Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: osipov_ff_tsu@mail.ru

THE MICROHARDNESS OF THE PRECURSORS OF 3NI-AL AND NI_3AL SYNTHESIZED SAMPLES DEPENDING ON THE DURATION OF MECHANICAL ACTIVATION

[1]D.A. Osipov
Scientific Supervisor: Associate Professor, Dr. I.A. Ditenberg[1,2]
[1]National Research Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin pr., 36, 634050
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademicheskiy pr., 2/4, 634055
E-mail: osipov_ff_tsu@mail.ru

Abstract. *The effect of the duration of preliminary mechanical activation on the microhardness of precursors from the 3Ni-Al powder system and synthesized Ni_3Al samples obtained by spark plasma sintering was studied.*

Введение. Получение объемных образцов Ni_3Al с применением методов порошковой металлургии и аддитивных 3D-технологий по-прежнему остается актуальной проблемой современного физического материаловедения. Интерметаллиды на основе системы Ni-Al, являются основой для многих конструкционных материалов, работающих в экстремальных условиях авиации и космоса [1, 2].

Для получения объемных заготовок из порошков металлов и систем на их основе часто применяют методы самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) и искрового плазменного спекания (ИПС). При этом основные структурные параметры и механические свойства синтезированных материалов существенным образом зависят от предварительной обработки порошковых систем. Одним из таких способов является механическая активация (МА), применение которой обеспечивает возможность перемешивания плохо взаимодействующих либо несмешиваемых компонент, а также способствует существенному понижение (на сотни градусов) температуры протекания процессов синтеза материалов [3–6].

Целью настоящей работы является изучение влияния продолжительности предварительной механической активации на микротвердость прекурсоров из порошков системы 3Ni–Al и образцов интерметаллида Ni_3Al, синтезированных методом искрового плазменного спекания.

Экспериментальная часть. Исследование проводилось на смеси порошков три части Ni (99.85 %, марки ПНК 1Л5) и одна часть Al (98 %, марки ПА-4), механически активируемой в планетарной шаровой мельнице АГО-2 с водяным охлаждением. Объем каждого из двух стальных барабанов мельницы – 160 см^3. Диаметр шаров – 8 мм, масса шаров в каждом барабане – 200 г, масса образца – 10 г. Центробежное ускорение шаров – 400 м/с^2 (40 g). Для предотвращения окисления обработку и выгрузку образцов осуществляли в атмосфере аргона. Продолжительность механической активации составляла 1, 1.5, 2.5, 3.5, 4.5, 5.5 и 10.5 минут, при этом на заключительном этапе (0.5 минуты) перед выгрузкой смеси обработка производилась с добавлением спирта для предотвращения слипания порошковой смеси. Искровое плазменное спекание выполнено на установке SPS Labox-1575. Синтез проведен в условиях давления 40 МПа при температуре 1100–1150 °C с выдержкой не менее 5 мин. Микротвердость (H_μ) определяли методом Виккерса на приборе «Neophot 21» при нагрузке 0.5 Н с выдержкой не менее 10 с. После механической активации измерения проведены на отдельных порошинках и их конгломератах, для чего изготовляли компакты на основе смеси порошков 3Ni–Al с эпоксидным клеем. После консолидации методом искрового плазменного спекания микротвердость измеряли на металлографических шлифах.

Результаты. В зависимости от продолжительности механической активации смеси порошков 3Ni-Al микротвердость в интервале от 1 до 5.5 минут меняется почти линейно (от 2 до ~ 7.4 ГПа). Наибольшего значения микротвердости достигает порошок после 10.5 минут предварительной обработки (8.34 ГПа) как показано на рисунке 1, кривая 1. В интервале от 3.5 до 4.5 минут механической активации, микротвердость характеризуется очень сильным разбросом (от 0.87 до 1.36 ГПа), что может быть связано с высокой неоднородностью структурного состояния и требует проведения детальной структурной аттестации.

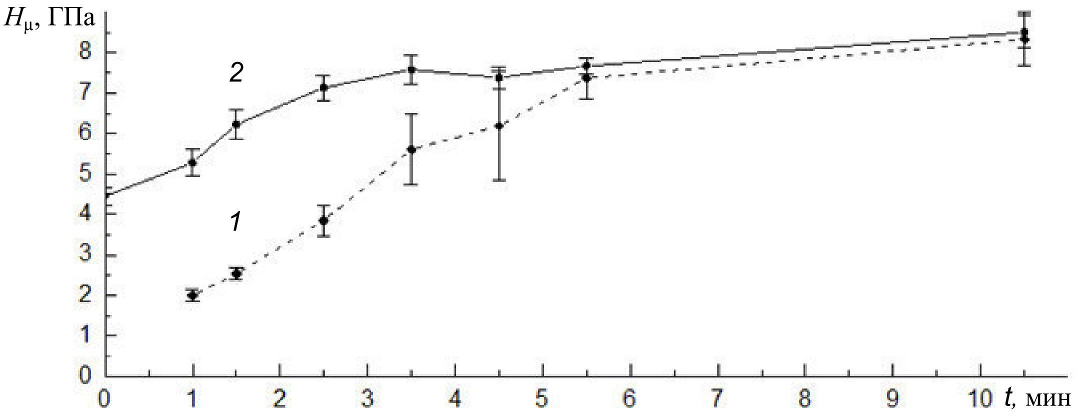


Рис. 1. Микротвердость прекурсоров смеси порошков 3Ni–Al (кривая 1) и синтезированных из них образцов Ni_3Al (кривая 2) в зависимости от продолжительности механической активации

После синтезирования интерметаллидных образцов Ni_3Al методом искрового плазменного спекания с предварительной активацией порошковой смеси, данные образцы характеризуются существенным повышением микротвердости, как видно на рисунке 1, кривая 2. Сопоставляя значения двух способов обработки порошков (перемешивание в ступке и механическая активация от 1 до 3.5 минут) наблюдается рост микротвердости образцов интерметаллида от 5.27 до 7.58 ГПа после данной механической активации. При этом разброс погрешности не превышает 0.37 ГПа, что косвенно свидетельствует о высокой однородности синтезируемого материала. С увеличением продолжительности механической активации порошков от 3.5 до 5.5 минут, величина микротвердости у этих образцов в среднем практически не меняется. Дальнейшее увеличение времени предварительной активации до 10.5 минут способствует росту микротвердости интерметаллидных образцов всего лишь на 1 ГПа (до 8.51 ГПа). В таблице 1 представленные усредненные значения величины микротвердости прекурсоров и интерметаллида Ni_3Al в зависимости от продолжительности механической активации порошков.

Таблица 1

Микротвердость порошковой смеси 3Ni-Al и интерметаллида Ni_3Al после продолжительной механической активации

t, мин	0	1	1,5	2,5	3,5	4,5	5,5	10,5
H_μ, ГПа	3Ni – Al							
	-	1,99	2,54	3,84	5,6	6,19	7,37	8,34
	Ni_3Al							
	4,45	5,27	6,23	7,13	7,58	7,38	7,67	8,51

Заключение. Из представленных результатов следует, что максимальное влияние предварительной механической активации порошковой смеси 3Ni–Al на микротвердость синтезируемых при искровом плазменном спекании образцов Ni_3Al наблюдается во временном интервале от 1 до 3.5 минут. По-видимому, именно в этом временном интервале активизируются процессы структурной трансформации, которые, с одной стороны, приводят к существенному уменьшению размеров исходных компонентов и, как следствие, значительному увеличению удельной поверхности их контактного взаимодействия. С другой – к фрагментации микроструктуры порошинок, приводящей к увеличению протяженности границ зерен и существенному повышению плотности дефектов кристаллического строения в объеме и на границах зерен, что в совокупности влияет как на специфику упрочнения материала, так и на реализацию процессов массопереноса. В то же время существенное увеличение продолжительности механической активации (до 10.5 минут) несмотря на то, что обеспечивает рост микротвердости почти на 1 ГПа, может способствовать сильному загрязнению прекурсоров в результате интенсивного взаимодействия упрочненного материала с элементами гарнитуры мельниц.

Таким образом, продолжительность предварительной механической активации смеси порошков 3Ni–Al оказывает определяющее влияние на значения микротвердости как получаемых прекурсоров, так и объемных образцов Ni_3Al, синтезируемых методом искрового плазменного спекания.

Автор выражает благодарность И.В. Смирнову, К.В. Гриняеву и д.т.н. М.А. Корчагину за содействие в получении и интерпретации научных результатов.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Государственное задание № 3.9586.2017/8.9).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Гатитулин М. Н., Башарин И. А. Ротационное измельчение порошков для аддитивных технологий и порошковой металлургии // Вестник современной науки. – 2015. - № 1. – С. 26-33.
2. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением / Под ред. Е.Н. Каблова и Ю.Р. Колобова. – М.: Издательский дом МИСиС, 2008. – 328 с.
3. Gaffet E., Bernard F. (2003). J. Metast. Nanocryst. Mater. V. 15–16, pp. 259–266.
4. Lu L., Lai M. O., Zhang S. (1994). Mater. Res. Bull. V. 29, No. 8, pp. 889–894.
5. Shevtsova L. I., Korchagin M. A., Thömmes A., et al. (2014). Adv. Mater. Res. V. 1040. pp. 772–777.
6. Suryanarayana C. (2001). Progress in Materials Science. № 46, pp. 1-184.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВОДОРОДНОГО ОХРУПЧИВАНИЯ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ, ПОДВЕРГНУТОЙ ДИСПЕРСИОННОМУ ТВЕРДЕНИЮ

М.Ю. Панченко[1], А.С. Михно[2], Е.А. Загибалова [2]
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. Е.Г. Астафурова
[1]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
[2]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: panchenko.marina4@gmail.com

HYDROGEN EMBRITTLEMENT OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEEL AFTER DIFFERENT REGIMES OF AGE-HARDENING

M.Yu. Panchenko[1], A.S. Mihno[2], E.A. Zagibalova[2]
Scientific Supervisor: assistant professor, Doctor of Sciences (Phys & Math) E.G. Astafurova
[1]Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademichesky pr. 2/4, 634055
[2]National Research Tomsk Polytechnic University,Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: panchenko.marina4@gmail.com

Abstract. *Hydrogen embrittlement peculiarities of high-nitrogen austenitic Fe-19Cr-22Mn-1,5V-0,3C-0,9N steel after age-hardening at temperature of 700°C for 0.5 and 10 h were investigated. After aging, grain boundaries and interphase boundaries act as effective trap sites for hydrogen atoms. The discontinuous decomposition of austenite with the formation of Cr_2N particles predominantly along the grain boundaries after age-hardening increases susceptibility to hydrogen embrittlement.*

Введение. Одной из актуальных проблем развития водородной энергетики является создание новых конструкционных материалов, устойчивых к водородному охрупчиванию. Как показано в [1], среди сталей наибольшей устойчивостью к водородному охрупчиванию обладают стабильные аустенитные стали. Высокоазотистые аустенитные стали (ВАС) сохраняют хорошие коррозионные и пластические свойства, при этом они избавлены от основного недостатка аустенитных сталей – низкого предела текучести. Известно, что при термических обработках в интервале температур 500 – 1000°С ВАС претерпевают структурно-фазовые превращения с образованием нитридов Cr_2N, карбидов $Cr_{23}C_6$ и интерметаллидной σ-фазы [2]. В работах [3,4] установлено, что в сталях частицы вторичных фаз могут выступать в качестве «ловушек» для атомов водорода и замедлять его диффузию. Таким образом, представляет интерес изучение влияние дисперсных частиц на основе хрома и ванадия на механизмы водородного охрупчивания в высокоазотистой аустенитной стали.

Материалы и методы. Объектом исследования была выбрана высокоазотистая аустенитная сталь, легированная ванадием: Fe-19Cr-22Mn-1.5V-0.15Ni-0.3C-0.86N (мас. %) (ВАС). После горячей прокатки при температуре 1150°С вырезали образцы в форме двойных лопаток с размерами рабочей части: 12 × 1,3 × 2,5мм. Образцы были закалены в воду после выдержки при температуре 1200°С, 30 мин, затем проводилось старение в среде инертного газа при температуре 700°С с продолжительностью 0,5 и 10 ч с последующей закалкой в воду. Электролитическое наводороживание образцов проводили при комнатной температуре в 3 % водном растворе NaCl, содержащем 3 г/л NH_4SCN, в течение 100 ч при плотности тока 100 А/м^2 (H). Поверхности разрушения образцов была изучены методом растровой электронной микроскопии (микроскоп VEGA3 TESCAN). Для исследования микроструктуры образцов использовался просвечивающий электронных микроскоп Technai G2 FEI.

Результаты. В исходном состоянии (после закалки от температуры 1200°C, 0,5 ч) структура ВАС представляет собой аустенит, содержащий частицы на основе ванадия (V,Cr)(C,N) с размером 300-400 нм (рис. 1 а). Электронно-микроскопические исследование показали, что при старении 700ºC, 0,5 ч по границам зерен начинается реакция прерывистого распада аустенита с образованием ячеек нитрида хрома Cr_2N и обедненного по азоту аустенита (рис. 1 б). После старения по режиму 700ºC, 10 ч прерывистый распад происходит не только по границам зерен, но и охватывает некоторые зерна целиком. Помимо прерывистого выделения нитридов Cr_2N в зернах аустенита при старении 700ºC, 10 ч происходит гомогенное зарождение и рост дисперсных нитридов ванадия (рис 1 в).

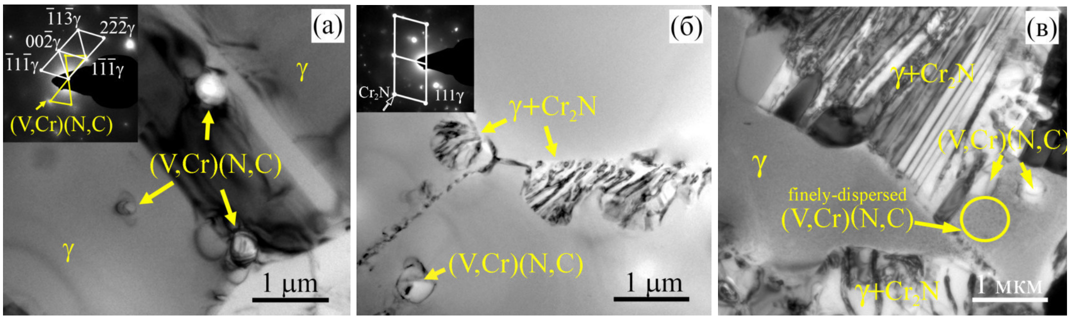


Рис. 1. Электронно-микроскопическое светлопольное изображение структуры стали после закалки от 1200°C, 0,5 ч (а) и после старении 700°C, 0,5 ч (б) и 10 ч(в)

В таблице 1 представлены данные о механических свойствах ВАС до и после наводороживания. Наводороживание не влияет на предел текучести и пластичность закаленных образцов. В состаренных образцах после наводороживания предел текучести не изменяется, но значительно уменьшается пластичность, причем увеличение продолжительности старения приводит к увеличению коэффициента водородного охрупчивания. На рисунке 2 показаны изображения поверхности разрушения наводороженных образцов, полученные методом растровой электронной микроскопии. При наводороживании закаленных образцов формируется хрупкий поверхностный слой 10-15 мкм, который разрушается преимущественно интеркристаллитно хрупко, и вязкая матрица (не насыщенная водородом).

Таблица 1

Влияние наводороживания на механические свойства стали Fe-19Cr-22Mn-1,5V-0,3C-0,9N

Обработка		$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	удлинение, %	ε, однородная деформация	I_H, %
Закалка 1200°C, 0,5 ч	без старения	740	1800	55.1	0.35	–
	Без старения + H	770	1770	56.0	0.37	
	700°C, 0.5 ч	820	1840	50.1	0.33	36
	700°C, 0.5 ч +H	820	1660	32.3	0.24	
	700°C, 10 ч	970	1550	14.5	0.12	57
	700°C, 10 ч +H	990	1390	6.3	0.05	

В поверхностных слоях образцов также наблюдали элементы транскристаллитного излома (квазисколов) и ямки от выкрошенных частиц (V,Cr)(N,C) на поверхностях разрушения, что свидетельствует о накопление водорода преимущественно по границам зерен и на межфазных границах (частицы/аустенит). При наводороживании состаренных 700ºC, 0,5 ч образцов на поверхности излома в поверхностном слое толщиной 5-10 мкм разрушение реализовывалось исключительно по границам зерен (рис. 2 б), а на больших расстояниях от боковой поверхности наблюдали вторичные интеркристаллитные трещины и области вязкого транскристаллитного излома (аналогично разрушению образцов без наводороживания). Толщина хрупкого наводороженного слоя, который разрушается по механизму квазискола, составляет 5 мкм в образцах при старении 700ºC, 10 ч (рис. 2 в). Это свидетельствует о том, что ячейки прерывистого распада (частицы $Cr_2(N,C)$, аустенит) на границах аустенитных зерен и межфазные границы внутри претерпевших распад зерен выступают эффективными «ловушками» для атомов водорода и препятствуют его объемной диффузии вглубь образца. Выделение наноразмерных частиц ванадия в аустенитных зернах и рост ячеек распада с образованием пластин $Cr_2(N,C)$ в аустените изменяют микромеханизм разрушения наводороженного слоя от интеркристаллитного к транскристаллитному по механизму квазискола.

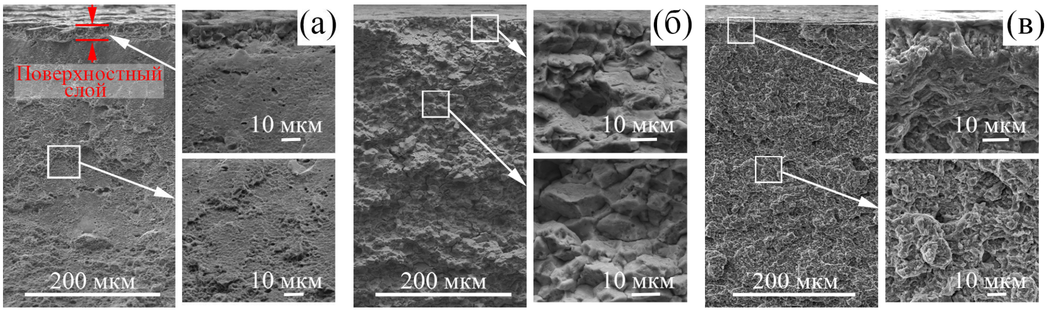


Рис. 2. Изображения поверхностей разрушения (сканирующая электронная микроскопия) после наводороживания исходного образца (а), после старения при 700°C, 0,5 ч(б) и 700°C, 10 ч(в)

Заключение. Наводороживание не вызывает сильных эффектов твердорастворного упрочнения и не приводит к потере пластичности закаленной (1200°С, 0,5 ч.) ВАС. Старение при температуре 700ºC, которое способствовало ячеистому распаду аустенита преимущественно по границам зерен с образованием нитридов хрома в аустените, способствует водородному охрупчиванию ВАС.

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

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lynch S. Hydrogen embrittlement phenomena and mechanisms // Corrosion reviews. – 2003 – Vol.30. – pp.105–123.
2. Gavrilyuk V.G., Berns H. High nitrogen steel. – Springer, Berlin, 1999. – 386 p.
3. Takahashi J. , Kawakami K., Kobayashi Y. Origin of hydrogen trapping site in vanadium carbide precipitation. // Acta Mater. – 2018. – Vol.153. – pp.193–204.
4. Wei F.G., Tsuzaki K. Quantitative Analysis on Hydrogen Trapping of TiC Particles in Steel // Metall and Mat Trans A. – 2006. – Vol.37. – pp.331–353.

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ВОЗНИКНОВЕНИЯ ТЕЧЕНИЯ ГАЗА ПОД ДЕЙСТВИЕМ ГЕНЕРАТОРА СТРУЙ НУЛЕВОГО МАССОВОГО РАСХОДА

Е.В. Перчаткина
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н., Л.Л. Миньков
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: perchatkinae@mail.ru

NUMERICAL SIMULATION OF THE OCCURANCE OF THE GAS UNDER THE ACTION OF ZERO-NET-MASS-FLUX GENERATOR

E.V. Perchatkina
Scientific Supervisor: Prof., Dr. L.L. Minkov
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: perchatkinae@mail.ru

Abstract. *In the paper we consider the gas flow inside the generator of zero net mass flow jets and the disturbances created by it in the environment. To solve this problem, a model of an inviscid gas flow and a model of a viscous gas for laminar and turbulent flow regimes were applied. The effect of the scheme viscosity on the solution is shown through the examples of the first and second order difference schemes. It is revealed that the usage of the first order difference scheme allowed us to obtain a smoothed solution, in which there are almost no vortices. The solution of the problem was obtained for the laminar and turbulent flow regime, which showed that the laminar formulation of the problem reflects better the flow structure.*

Введение. Струи нулевого массового расхода (СНМР), являются высокоперспективным средством управления потоком, перемешивания компонентов смесей и усиления теплообмена [1]. Наиболее значимым преимуществом таких струй является то, что для их создания не требуется никаких внешних источников, поскольку течение формируется из окружающего сопло газа. Генераторы СНМР, расположенные в пограничном слое, позволяют увеличить перенос импульса в поперечном направлении. В связи с этим оптимально подобранный режим работы генератора СНМР позволяет в значительной степени снизить возникающее при полете аэродинамическое сопротивление, вызванное отрывом потока на крыле [2].

В данной работе рассматривается упрощенная модель генератора СНМР на примере течения сжимаемого газа внутри области с открытой правой границей, изменяющейся под действием движущейся мембраны. Поставленная задача решается численно в программном пакете Ansys Fluent. Вначале отдельно рассматривается картина течения в полости генератора СНМР (актуатора), затем проводится моделирование работы актуатора в окружающем пространстве, заполненном газом. Рассматривается характер возмущений, производимых генератором СНМР, в зависимости от характеристик рабочего тела (газа): невязкий газ, вязкий газ при ламинарном и турбулентном режиме течения.

Целью данного исследования является численное исследование течения газа внутри генератора СНМР и создаваемых им возмущений в окружающей среде.

Постановка задачи. Рассматривается область, заполненная идеальным газом, содержащая актуатор и пространство внешней среды, рисунок 1. Здесь AB – подвижная диафрагма актуатора, BC – твердая стенка, BD, DE, EF – внешние границы рассматриваемой области, AF – ось симметрии. Геометрические параметры области: |AB|=0,5м; |AD|=|EF|=4м; |BC|=4м; |DE|=|AF|=8м.

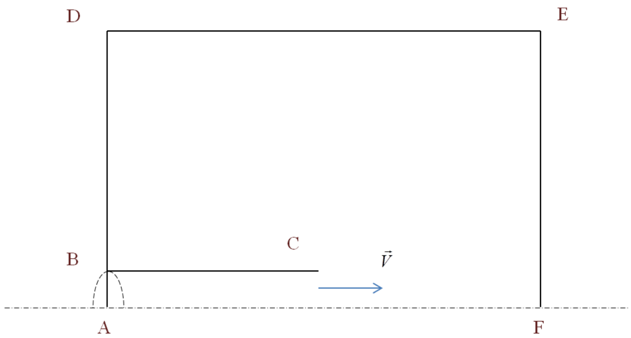


Рис. 1. Расчетная область

В начальный момент времени идеальный газ, находящийся при давлении в 1 атм, покоится, затем начинает приводиться в движение колебанием диафрагмы, которая перемещается по закону $u(y) = 0.17\sin(\omega t)\cos\left(y\frac{\pi}{2}\right)$. Частота колебаний мембраны ω=316 Гц.

Поскольку рассматриваемая область симметрична относительно продольной оси, течение газа в ней в общем случае описывается системой уравнений движения в цилиндрической системе координат (1).

$$\begin{cases} \frac{\partial\rho}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x}(\rho v_x) + \frac{\partial}{\partial r}(\rho v_r) + \frac{\rho v_r}{r} = 0; \\ \frac{\partial}{\partial t}(\rho v_x) + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial x}(r\rho v_x v_x) + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}(r\rho v_r v_x) = -\frac{\partial p}{\partial x} + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial x}\left[r\mu\left(2\frac{\partial v_x}{\partial x} - \frac{2}{3}(\nabla\cdot\vec{v})\right)\right] + \\ + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left[r\mu\left(\frac{\partial v_x}{\partial r} + \frac{\partial v_r}{\partial x}\right)\right]; \\ \frac{\partial}{\partial t}(\rho v_r) + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial x}(r\rho v_x v_r) + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}(r\rho v_r v_r) = -\frac{\partial p}{\partial r} + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial x}\left[r\mu\left(\frac{\partial v_r}{\partial x} + \frac{\partial v_x}{\partial r}\right)\right] + \\ + \frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left[r\mu\left(2\frac{\partial v_r}{\partial r} - \frac{2}{3}(\nabla\cdot\vec{v})\right)\right] - 2\mu\frac{v_r}{r^2} + \frac{2}{3}\frac{\mu}{r}(\nabla\cdot\vec{v}); \\ \frac{\partial}{\partial t}(\rho E) + \nabla\cdot\left(\vec{v}(\rho E + p)\right) = \nabla\cdot(\lambda\nabla T) \end{cases}, \quad (1)$$

где v_x и v_r - компоненты скорости в аксиальном и радиальном направлениях;

μ - молекулярная вязкость, 1.7894×10^{-5} $кг/(м\cdot с)$;

$\nabla\cdot\vec{v} = \frac{\partial v_x}{\partial x} + \frac{\partial v_r}{\partial r} + \frac{v_r}{r}$.

В начальный момент времени газ, находящийся при температуре 300 К и давлении в 1 атм, покоится. На твердых стенках области выполняется условие непротекания газа. На оси AF ставятся граничные условия симметрии. Газ, граничащий с мембраной, движется с ней с равной скоростью. На выходе из генератора СНМР задается давление. На внешних границах области задается давление и ставятся условия неотражения [3].

В данной работе рассматривается несколько математических моделей для решения данной задачи, а именно: модель течения невязкого газа, модель вязкого газа при ламинарном режиме течения и модель вязкого газа при наличии турбулентности.

Анализ результатов численного решения задачи. Результаты численного моделирования получены с помощью разностной сетки, шаг которой равен h=0.01 м, и представлены в виде полей статического давления и векторов скорости движения жидкости.

Для решения задачи в предположении течения невязкого газа были использованы две разностные схемы: схема первого порядка аппроксимации по пространственным и временным переменным и второго порядка аппроксимации по пространству. При сравнении полученных картин течения можно заметить, что при использовании схемы второго порядка аппроксимации для расчета данной задачи в результате работы актуатора, несмотря на невязкую постановку, образуется последовательность, состоящая из нескольких интенсивных вихрей. Такое поведение объясняется наличием явления схемной вязкости, которая в случае второго порядка точности разностной схемы оказывает меньшее влияние на решение (то есть не сглаживает его).

При решении задачи ламинарного течения вязкого газа расчет показал, что нет существенного различия в результатах, полученных с помощью разностной схемы второго и третьего порядка точности по пространству. Картина течения в этом случае схожа с картиной течения, полученной при решении задачи в невязкой постановке. Здесь также наблюдается образование завихрений при выходе газа из полости генератора СНМР, в этом случае причиной их появления является наличие молекулярной вязкости.

Для моделирования турбулентного течения вязкого газа была использована двухпараметрическая модель турбулентности k-ε. Результаты были получены с помощью разностной схемы второго порядка точности по пространству. По сравнению со случаем течения вязкого газа при ламинарном режиме картина течения при турбулентном режиме содержит менее выраженные вихри, образованные при выходе газа из полости актуатора. Это связано с тем, что осреднение исходных уравнений Навье-Стокса в целом сглаживает решение, позволяя разрешать только наиболее крупные и интенсивные вихри.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ в рамках государственного задания No 9.9625.2017/8.9.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Smith B. L. Vectoring a High Aspect Ratio Rectangular Air Jet Using a Zero-net-mass-flux Control Jet / B. L. Smith, A. Glezer // Bull. Am. Phys. Soc. – 1994 – vol. 39 – P. 1894.
2. Recent developments on synthetic jets / T. Murugan [et al.]// Defence Science Journal – 2016 – vol. 66, no. 5 – pp. 489-498.
3. Ansys Fluent 14.0 Theory Guide / Справочное пособие // Издательство ANSYS, Inc. Southpointe – 2011 г. – 862 с.

МОДЕЛИРОВАНИЕ ФОРМИРОВАНИЯ РАДИАЦИОННЫХ ДЕФЕКТОВ В МЕТАЛЛАХ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ УГЛЕРОДА

Прима А.И., Р.В. Зырянова, Ф.Т. Бакиев

Научный руководитель: Профессор, д.ф.-м.н. А.И. Пушкарёв,

Старший преподаватель, к.ф.-м.н. Н.В. Чистякова

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: artyom.prima@yandex.ru

SIMULATION OF RADIATION DEFECTS FORMATION IN METAL BY CARBON IONS IRRADIATON

Prima A.I., R.V. Zyryanova, F.T. Bakiev.

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.I. Pushkaryov

Senior Lecturer, Ph.D. N.V. Chistyakova

Tomsk Polytechnic University, Russia, Lenin str., 30, 634050

E-mail: artyom.prima@yandex.ru

Abstract. *In the purpose study, we performed a result of simulation of radiation defects formation in metal by carbon ion irradiation. For simulation SRIM, software based on Monte-Carlo, were used. Data about the formation of radiation defects per ion in various structural metals, the trajectory and depth of the ion in the sample and the distribution of energy losses are presented.*

Введение. Для развития космической и атомной промышленности необходимы конструкционные материалы, способные в течении долгого времени сохранять свои характеристики в условиях высокоэнергетических воздействий. Процесс повреждения кристаллической структуры конструкционного материала начинается с повреждения кристаллической решетки бомбардируемой заряженной частицей с дальнейшим образованием радиационных дефектов (РД): межузельного атома и вакансии (пара Френкеля). Дальнейшая диффузия, миграция и отжиг радиационных дефектов влияет на устойчивость конструкционного материала к высокоэнергетическим воздействиям. Экспериментальные исследования РД сложны из-за малого пространственного и временного масштаба. Поэтому для изучения РД на атомном уровне подходит компьютерное моделирование. Целью данной работы является исследование процесса формирования РД в конструкционных материалах при облучении ионами углерода различной энергии и анализ количества радиационных дефектов, образованных на один налетающий ион.

Экспериментальная часть. Эволюция развития РД имеет три основных этапа: Динамический (баллистический) – этап, за период которого увеличивается зона повреждения, пока энергия атома, внедренного в кристаллическую решетку, не распределиться среди атомов кристаллической решетки (ниже пороговой энергии смещения). Рекомбинационный (кинетический) – этап, во время которого происходит рекомбинация до тех пор, пока не будет достигнуто относительно стабильное количество РД. Диффузионный – этап, на котором начинается диффузионное (термодинамическое) развитие радиационно-поврежденной области [1]. В данной работе был смоделирован первый (баллистический) этап, траектория иона и количество РД, образованных на один ион.

Для моделирования использовалась среда *SRIM* (The Stopping and Range of Ions in Matter) – пакет программ, предназначенный для моделирования физических процессов возникновения каскадов радиационных дефектов при облучении слоистых твердотельных композиций заряженными частицами [2]. В основе программы лежит метод Монте-Карло, использующий генерирование случайных чисел, необходимых для расчёта процессов. В качестве образцов были выбраны конструкционные материалы: медь, железо, титан, цирконий. В *SRIM* для расчета взаимодействия между частицами используется Формула Бете — Блоха, более подробная информация имеется в [3,4].

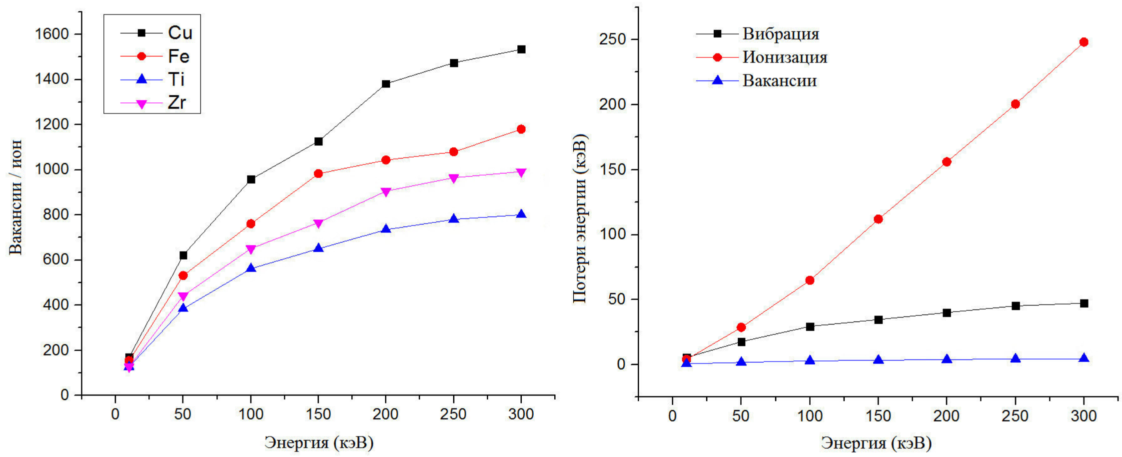
Результаты. С помощью программы *SRT* (Stopping/Range tables) была рассчитана глубина внедрения иона в зависимости от энергии иона. Данные представлены в таблице 1.

Таблица 1

Глубина пробега иона

Материал	Глубина пробега, Å						
	10 кэВ	50 кэВ	100 кэВ	150 кэВ	200 кэВ	250 кэВ	300 кэВ
медь	128	727	1332	1901	2484	2863	3391
железо	170	752	1385	1798	2318	2757	3378
титан	245	1069	1823	2690	3412	3949	4629
цирконий	244	1114	1760	2557	3185	3656	4551

В программе SRIM, для расчёта образования РД, был задан режим, дополнительно отслеживающий каждый отдельный атом отдачи до тех пор, пока его энергия не станет меньше энергии смещения того или иного атома мишени из равновесного состояния. Это позволило рассчитать количество РД, образовавшихся на 1 атом. Были получены зависимости количества вакансий на один налетающий ион (Рис. 1.а) и изменения потерь энергии на нагрев, вибрацию и образование вакансий (Таблица 2) для меди (Рис 1.б).



а) б)

Рис. 1. Зависимости изменения количества вакансий на один налетающий ион (а) и изменение потерь энергии для меди (б)

Количество радиационных дефектов рассчитывали по следующему алгоритму:

РД = Вакансии + Замещенные атомы + Межузельные атомы

Межузельные атомы = Вакансии + Замещенные атомы

Таблица 2

Распределение потерь энергии в металлах при энергии иона 300 кэВ

Материал	Энергия, кэВ		
	Потери на ионизацию	Потери на вибрацию	Потери на образование вакансий
медь	248,16 (82,72%)	47,28 (15,76%)	4,56 (1,52%)
железо	258,99 (86,33%)	37,5 (13,7%)	3,51 (1,17%)
титан	267,72 (89,24%)	29,88 (9,96%)	2,4 (0,8%)
цирконий	261,93 (87,31%)	35,13 (11,71%)	2,94 (0,98%)

Таблица 3

Образование РД при энергии иона 300 кэВ

Материал	Вакансии	Замененный атом	Межузельный атом	РД
медь	1534	89	1623	3246
железо	1180	96	1275	2550
титан	801	56	857	1714
цирконий	992	70	1061	2123

Заключение. В ходе моделирования были получены данные по количеству радиационных дефектов, которые образуются на один налетающий ион в меди, железе, титане и цирконии, распределение потерь энергии иона в образце. При энергии иона 300 кэВ количество РД на один ион в меди составило 1714 шт, в железе 2550 шт, в цирконии 2123 шт и в титане 1714 шт. Наибольший пробег иона при энергии 300 кэВ в цирконии, он равен 7000 $\acute{A}$, а наименьший в железе до 4900 $\acute{A}$. Так же следует заметить, что энергия иона расходуется не только на ионизацию и образование вакансий в мишени. При низких энергиях иона ее большая часть тратится на вибрацию кристаллической решетки и может составлять более 50% от общей энергии. потери на ионизацию увеличиваются пропорционально увеличению энергии иона.

Исследования были выполнены при поддержке гранта РФФИ № 17-08-00067.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Корчуганов А. В., Чернов В. М., Зольников К. П., Крыжевич Д. С., Псахье С. Г. Молекулярно-динамическое моделирование радиационной повреждаемости металлов с внутренней структурой // Перспективные материалы. – 2016. – №. 3. – С. 5.
2. James Ziegler - SRIM & TRIM. URL: http://www.srim.org/
3. F. Ziegler, “Handbook of Stopping Cross-Sections for Energetic Ions in All Elements”, Pergamon Press (1980).
4. ICRU-49, H. O. Wyckoff (ICRU Scientific Counsellor), “Stopping Powers and Ranges for Protons and Alpha Particles”, Intl. Comm. on Rad. Units, Bethseda, MD (1993).

ФОРМИРОВАНИЕ ГРАДИЕНТНОГО СЛОЯ ХРОМ–ЦИРКОНИЙ С ПОМОЩЬЮ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

М. Р. Ромбаева

Научный руководитель: ст. преподаватель НОЦ Вейнберга ИЯТШ, Д.В. Сиделёв

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, д. 30, 634050

E-mail: mrr2@tpu..ru

THE FORMATION OF CHROME-ZIRCONIUM GRADIENT LAYER BY MAGNETRON SPUTTERING

M. R. Rombaeva

Scientific Supervisor: sen. lecturer, D.V. Sidelev

National Research Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: mrr2@tpu..ru

Abstract. *The gradient Cr-Zr layer was formed by means of magnetron sputtering and ion mixing. There is shown that the optimal ion fluence on Zr substrate with Cr film was* $8 \cdot 10^{19}$ *ion/m*^{2}*. At higher ion dose, the intensive sputtering of deposited coating was observed.*

Введение. Основным материалом оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ) водо-водяных реакторов является циркониевый сплав с добавкой 1% ниобия (Zr–1%Nb). Для защиты тепловыделяющих элементов от высокотемпературного окисления в большом количестве литературных источников [1, 2] предлагается использовать хромовые покрытия. Выбор именно хрома в качестве защитного покрытия обусловлен его высокой стойкостью к окислению, высокой теплопроводностью (93,9 Вт/м·K) и низким сечением захвата тепловых нейтронов (3,05 барн). В случае нештатной ситуации на ядерном реакторе (потеря теплоносителя) при большой скорости нагрева оболочки ТВЭЛа возможно отслаивание защитных покрытий вследствие различия коэффициентов линейного расширения материалов покрытия и оболочки (α_{Zr}=7,8·10^{-6} 1/K, α_{Cr}=9,2·10^{-6} 1/K), перехода циркония из α– в β–фазу (1136 K), окисление покрытия. Для улучшения адгезии хромового покрытия к материалу оболочки возможно сформировать градиентный (переходный) слой с помощью метода ионного перемешивания [3, 4]. Главным его достоинством является незначительное воздействие на основной слой материала оболочки (исключен нагрев и пр.). Цель настоящей работы – определение условий формирования градиентного слоя Cr-Zr на подложке из Zr-1%Nb.

Экспериментальная часть. Осаждение покрытий из Cr и Zr проводилось на установке плазменного осаждения, оборудованной дисковыми магнетронными диодами, ионным источником, имплантером газовых ионов с ненакаливаемым катодом, планетарным подложкодержателем, системой подачи рабочих газов (Ar, N_2, O2).

Выбор дозы облучения. Для определения оптимального режима осаждения слоёв хрома и циркония предварительно были определены скорости их осаждения методом магнетронного распыления в среде Ar при давлении 0,3 Па. Контроль толщины осуществлялся при помощи кварцевого измерителя толщины «МИКРОН-5».

Выбор дозы облучения осуществлялся исходя из данных, полученных в результате исследования пленок Cr (табл. 1), облученных с дозами методом GDOES на приборе GD-Profiler-2 («Horiba Ltd.», Япония) при давлении 650 Па и мощности 40 Вт (см. рис. 1). Толщина пленок Cr составляла 14, 1 нм, что равно проективному пробегу ионов Ar^+ с энергией 25 кэВ в плёнке хроме.

Таблица 1

Параметры процесса осаждения и обработки Zr и Cr покрытий

№	***Параметры осаждения***	***Параметры ионной очистки***	***Параметры ионного облучения***	$t_{облучения}$, ***с***	$h_{распыл}$, ***нм***
Cr-1	U=514 В I=0,58 А P=0,3 кВт t=3 мин	*U*=2,5 кВ *I*=45 мА *t*=15 мин	*j*=0,205 мА/см^2 *U*=25 кВ *p*=0,1 Па	5	1,1
Cr-2				20	4,4
Cr-3				49	10,7

Оценка толщины *h* распыленного слоя в образцах, облученных с разными дозами облучения проводилась по формуле 1:

$$h = \frac{V}{S_{обр.}} = \frac{S \cdot M \cdot j \cdot t}{q_e \cdot \pi \cdot N_A \cdot \rho}, \qquad (1)$$

где S – коэффициент распыления материала мишени, ат./ион (S_{Cr}=4,47 ат./ион, S_{Zr}=2,24 ат./ион); *M* – молярная масса, г/моль; *j* – плотность тока, мА/см^2; *t* – время облучения; q_e – заряд электрона, Кл; N_A – число Авогадро, 1/моль; ρ – плотность, г/см^3.

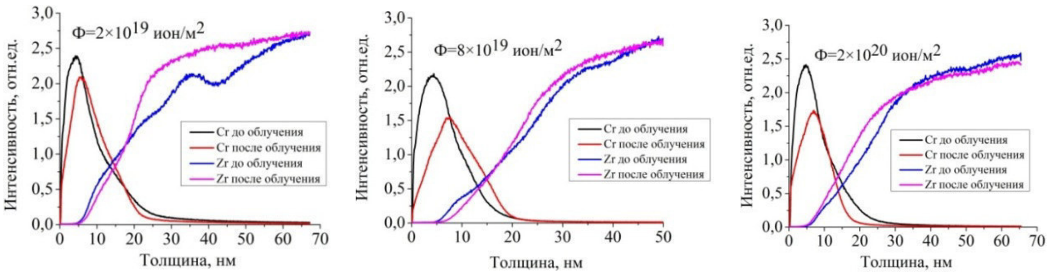


Рис. 1. Профили распределения Zr и Cr в образцах до и после облучения с разными дозами

Доза *Ф*=8·10^{19} ион/м^2 была выбрана как наиболее оптимальная, поскольку при меньшей дозе облучения ионное перемешивание происходит менее интенсивно, а при большей *Ф*, согласно нашим оценкам, распыляется значительный слой осаждённого материала.

Формирование градиентного покрытия. Предварительно поверхность подложек в течение 15 минут обрабатывалась ионным пучком источника с замкнутым дрейфом электронов (ООО «Прикладная электроника», Россия) при напряжении 2,5 кВ и токе 45 мА.

Осаждение градиентного Cr-Zr покрытия на циркониевую подложку производилось в среде Ar при рабочем давлении 0,3 Па. Было получено два образца с четырехслойным покрытием. Состав слоёв, условия их формирования и обработки представлены на рис. 2. Время напыления одного слоя – 3 мин. Один из образцов был подвергнут облучению ионами Ar^+ с дозой 8·10^{19} ион/м^2 последовательно после осаждения каждого из слоёв. Профили распределения Zr и Cr в образцах были получены методом GDOES на приборе GD-Profiler-2 («Horiba Ltd.», Япония) при давлении 650 Па и мощности 40 Вт при измерении. Образец, не подвергавшийся облучению ионами, имел идентичные условия осаждения.

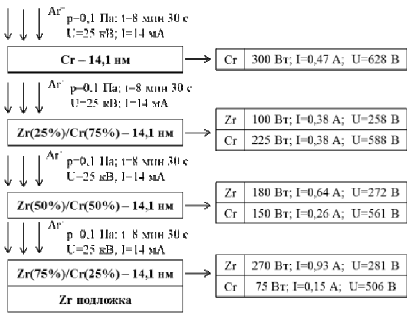


Рис. 2. Схема формирования градиентного Zr-Cr покрытия с ионной обработкой

Оценка толщины распыленного слоя при ионной обработке с дозой $8{\cdot}10^{19}$ ион/м^2 проводилась по формуле 1 (табл. 3). Коэффициент распыления многокомпонентной плёнки принимался как:

$$S = \sum_{i=1}^{n} C_i \cdot S_i,$$

где C_i – объемная концентрация элемента, C_i=0…1; S_i – коэффициент распыления элемента.

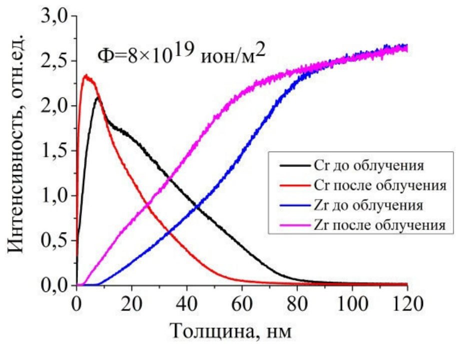


Рис. 3. Профили распределения Zr и Cr в градиентном Z-Cr покрытии

Получено, что суммарная толщина распылённого слоя составила 18,9 нм.

Заключение. В работе были определены условия формирования градиентного слоя Cr-Zr на подложке из Zr-1%Nb с помощью магнетронного распыления и ионного перемешивания.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Петельгузов И.А. Влияние защитных покрытий из алюминия и хрома на окисление циркония и его сплавов // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение, 2012, № 2 (78), с. 114-119.
2. Селезнева Л.В. и др. Взаимодействие водорода с циркониевым сплавом с вакуумными ионно-плазменными покрытиями // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез, 2008, № 2, с. 108-111.
3. Arranz A. Influence of the ion type on the ion beam mixing of Cr/Al interfaces //Applied Surface Science. – 2012. – Т. 258. – №. 7. – С. 3264-3268.
4. Tobbeche S. et al. Mixing of Cr and Si atoms induced by noble gas ions irradiation of Cr/Si bilayers //Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 2011. – Т. 269. – №. 24. – С. 3242-3245.

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЗАЭВТЕКТИЧЕСКОГО СИЛУМИНА, ПОДВЕРГНУТОГО ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКЕ

М.Е. Рыгина[1,2], А.Д. Тересов[2], Е.А. Петрикова[2]
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Ю.Ф. Иванов[1,2]
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 30, 634050
[2]Институт сильноточной электроники СО РАН
Россия, г. Томск, пр-т. Академический, 2/3, 634055
E-mail: L-7755me@mail.ru

STRUCTURE AND MECHANICAL CHARACTERISTICS OF HYPEREUTECTIC SILUMINE SUBJECTED TO ELECTRON BEAM TREATMENT

M.E. Rygina[1], A.D. Teresov[2], E.A. Petrikova[2]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. Yu.F. Ivanov[1,2]
[1]Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, 30, Lenin str., 634050
[2]Institute of High Current Electronics SB RAS, Russia, Tomsk, 2/3, Akademichesky ave., 634055
E-mail: L-7755me@mail.ru

Abstract*. The irradiation of silumin with the hypereutectic composition (18–20 wt.% Si) by an intense pulsed electron beam in the melting mode of the surface layer was performed. It had been established that the irradiation of surface of a cast hypereutectic silumin specimens with a pulsed electron beam is accompanied by a multiple increase in strength and plastic properties of the material. It had been shown that the main reason for increase in the mechanical properties of silumin is the formation of an extended (up to 100 μm thick) surface layer with a submicro-nanocrystalline structure, as a result of high-speed crystallization, initiated by irradiation with a pulsed electron beam.*

Введение. Сплавы на основе алюминия нашли широкое применение в машино-, авиа- и судостроении. Силумины благодаря хорошим литейным свойствам, малому весу, стойкости к коррозии применяются в основном в до- и эвтектическом составе, то есть содержание кремния в них не превышает 13 вес. % [1]. При увеличении содержания кремния выше эвтектического в литых образцах возникают поры. Еще одним недостатком заэвтектических силуминов является наличие первичных зерен кремния, размер которых может достигать (100-120) мкм. Современные методы легирования и отливки позволяют получить заготовки, в которых заэвтектическая зона характеризуется эвтектическим кремнием со средним размером 4 мкм и кристаллами первичного кремния дисперсностью 18 мкм. Данный метод центробежного литья с использованием воды позволяет получать преимущественно полые заготовки [2].

Как было показано в предыдущих работах [3, 4] использование интенсивного импульсного электронного пучка позволяет получать структуры, находящиеся в нано- и субмикроразмерном диапазоне. а также осуществлять поверхностное легирование материала путем облучения системы «пленка/подложка».

Целью настоящей работы является анализ структуры и свойств силумина заэвтектического состава, разрушенного в результате испытаний на растяжение.

Материалы и методы исследования. В качестве материала исследования были использованы образцы заэвтектического силумина, концентрация кремния в которых изменялась в пределах (18-20) вес. %. Образцы имели форму цилиндра высотой 5 мм, диаметром 30 мм. Из данных образцов заэвтектического силумина были подготовлены лопатки для испытания на растяжения в соответствии с ГОСТ 1497-84 [5]. Испытания на растяжение до разрушения осуществляли на установке Instron. Перед испытаниями часть образцов облучали интенсивным импульсным электронным пучком (установка «СОЛО» [6]). Режим облучения: энергия ускоренных электронов 18 кэВ, плотность энергии пучка электронов 35 Дж/см^2, частота следования импульсов 0,3 с$^{-1}$, длительность воздействия пучка электронов 200 мкс, число импульсов воздействия 20. Режим облучения выбран согласно тепловым расчетам [7]. Образцы исследовали методами оптической (μVizo-MET-221) и сканирующей электронной (SEM-515 Philips) микроскопии. Испытания на твердость осуществляли на установке ПМТ-3. Испытание на разрыв производились в соответствии с ГОСТ 1497-84.

Результаты и их обсуждение. В работе [8] было показано, что облучение интенсивным импульсным электронным пучком поверхностного слоя заэвтектического силумина приводит к формированию в поверхностном слое толщиной до 100 мкм структуры высокоскоростной ячеистой кристаллизации. Размеры ячеек твердого раствора на основе алюминия изменяются в пределах (0,4-0,6) мкм. По границам ячеек располагаются частицы кремния и интерметаллиды округлой формы, размеры которых не превышают 100 нм.

На рисунке 1 приведены электронно-микроскопические изображения поверхности разрушения заэвтектического силумина в исходном состоянии (а) и после облучения интенсивным импульсным электронным пучком (б, в).

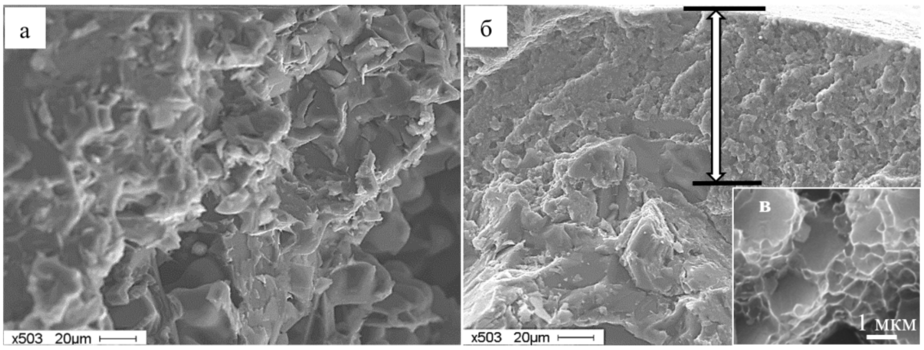


Рис. 1. Структура поверхности разрушения заэвтектического силумина в исходном (литом) состоянии (а) и дополнительно облученного интенсивным импульсным электронным пучком (б, в)

Отчетливо видно, что излом силумина в литом состоянии является преимущественно хрупким (рис. 1, а). Облучение поверхности силумина интенсивным импульсным электронным пучком и последующее разрушение в результате испытания на растяжение сопровождается формированием в поверхностном слое толщиной до 100 мкм (рис. 1, б) ячеек вязкого излома (рис. 1, в). Размеры ячеек изменяются в пределах от 0,5 мкм до 2 мкм. Очевидно, что формирование подобной структуры является следствием высокоскоростной кристаллизации поверхностного слоя силумина, имеющей место при облучении интенсивным импульсным электронным пучком.

Установлено, что облучение литого силумина заэвтектического состава импульсным электронным пучком приводит к увеличению предела прочности материала на разрыв более чем в 70 раз, пластичность облученных образцов увеличивается в ≈ 2 раза по отношению к литому состоянию. Очевидно, что многократное увеличение прочностных и пластических свойств силумина заэвтектического состава обусловлено формированием субмикро- нанокристаллического поверхностного слоя, инициированного облучением интенсивным импульсным электронным пучком.

Заключение. В результате проведенных исследований установлено, что облучение поверхности образов литого заэвтектического силумина (содержание кремния (18-20) вес. %) интенсивным импульсным электронным пучком сопровождается многократным увеличением прочностных и пластических свойств материала. Установлено, что основной причиной повышения механических свойств силумина является формирование, в результате высокоскоростной кристаллизации, инициированной облучением импульсным электронным пучком, протяженного (толщиной до 100 мкм) поверхностного слоя с субмикро- нанокристаллической структурой.

Авторы выражают благодарность профессору В.В. Углову (БГУ, Минск) и профессору А.П. Ласковневу (ФТИ НАН Беларуси), предоставившим образцы заэвтектического силумина.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ (проект № 19-52-04009 Бел_мол_а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ласковнев А.П., Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А. и др. Модификация структур и свойств эвтектического силумина электронно-ионно-плазменной обработкой. - Минск: Белоруская навука, 2013. - 287 с.
2. Стеценко В.Ю., Баранов К.Н., Гутев А.П. Способ охлаждения отливок из силумина АК15М3 при вертикальном центробежном литье // Литье и металлургия. - - 2013. - №3(72).– С. 116-117.
3. Rygina (Gracheva) M.E., Ivanov Y.F., Laskonev A.P., Teresov A.D., Cherenda N.N., Uglov V.V., Petrikova E.A., Krysina O.V. (2017). Mechanical Properties and Structure of the Hypereutectic Silumin Treated by an Electron Beam. Key Engineering Materials. Vol. 743, pp. 146-150.
4. Rygina (Gracheva) M.E., Ivanov Y.F., Laskonev A.P., Teresov A.D., Cherenda N.N., Uglov V.V., Petrikova E.A., Krysina O.V. (2018). Modification of Hypereutectic Silumin by Ion-Electron-Plasma Method. Key Engineering Materials.Vol. 769, pp. 54-59.
5. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. - М: Стандартинформ. – 2005 – 24 с.
6. Ivanov Yu.F., Petrikova E.A., Ivanova O.V., Ikonnikova I.A., Teresov A.D., Shugurov V.V., Krysina O.V. (2015). Structure and properties of a coating (TiCuN) – substrate (A7) system modified with a high-intensity electron beam. Russian Physics Journal. V.58, Issue 3, pp. 373-379.
7. Иванов Ю.Ф., Петрикова Е.А., Иванова О.В., Иконникова И.А., Ткаченко А.В. Численное моделирование температурного поля силумина, облученного интенсивным электронным пучком // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2015. – Т. 58. – №4. С. 46-51.
8. Рыгина (Грачева) М.Е., Петрикова Е.А., Тересов А.Д. Модифицирование приповерхностного слоя заэвтектического силумина электронно-пучковым методом // Физика твердого тела: сборник материалов XV Российской научной студенческой конференции, Томск, 18-20 Мая 2016. - Томск: ТГУ, 2016 - С. 78-80.

РАСЧЕТ КОЭФФИЦИЕНТА ДИФФУЗИИ ВОДОРОДА В ЦИРКОНИЕВОМ СПЛАВЕ Zr-1Nb МЕТОДОМ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПРОНИЦАЕМОСТИ

И.С. Саквин
Научный руководитель: старший преподаватель, к.т.н. В.Н. Кудияров
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина 30, 634050
E-mail: sakvinis@gmail.com

CALCULATION OF COEFFICIENT OF HYDROGEN DIFFUSION IN ZIRCONIUM Zr-1Nb ALLOY BY HIGH-TEMPERATURE PERMEABILITY

I.S. Sakvin
Scientific Supervisor: Senior Lecturer, Ph.D. V.N. Kudiyarov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: sakvinis@gmail.com

Abstract. *In this paper, we apply the method for calculating the diffusion coefficient of hydrogen at high temperatures using a mass spectrometer as an analyzer. In the study of the zirconium Zr-1Nb alloy at a temperature of 550 ºC, it was noticed that using this technique it is possible to trace the phase transformations occurring in the process of one-sided hydrogen absorption.*

Введение. Исследование взаимодействия водорода с металлами и сплавами имеет широкое распространение в мире. Водород оказывает негативное воздействие на кристаллическую решетку металлов, тем самым приводя к охрупчиванию материалов. Следовательно, необходимо разрабатывать различные защитные покрытия, производить модификации поверхности и т.д. Циркониевые сплавы нашли широкое применение в реакторостроении в виде оболочек тепловыделяющих носителей. Это связанно с высокой прочностью и коррозионной стойкостью материала, а также с низким сечением захвата тепловых нейтронов. В связи с тем, что реакторы с теплоносителем в виде воды работают при высоких температурах, в них может начаться пароциркониевая реакция с выделением водорода. Следовательно, одним из важных требований к циркониевым сплавам является водородостойкость. Одним из методов позволяющих качественно определить эффективность покрытий, защищающих материал от пагубного воздействия водорода, является метод высокотемпературной проницаемости.

Материалы и методы. Для проведения экспериментов по диффузии водорода использовался автоматизированный комплекс Gas Reaction Controller со специально разработанной газовой камерой [1]. Данный комплекс способен исследовать воздействие всевозможных процессов одностороннего наводораживания металлической мембраны на различные защитные покрытия, используя широкий спектр различных параметров насыщения, что помогает исследовать системы металл-водород еще более углубленно. В исследовании используется следующая методика: после подготовки образца путем утончения до 100 мкм, он закрепляется между входным и выходным объемами. Далее производится вакуумирование данных объемов и нагрев до рабочей температуры. После нагревания производится напуск водорода во входную часть камеры. При этом с выходной стороны с помощью массспектрометрической регистрации производится измерение давления водорода, прошедшего сквозь образец. В данном методе для нахождения параметров проницаемости водорода сводится к решению уравнения Фика с граничными условиями первого рода:

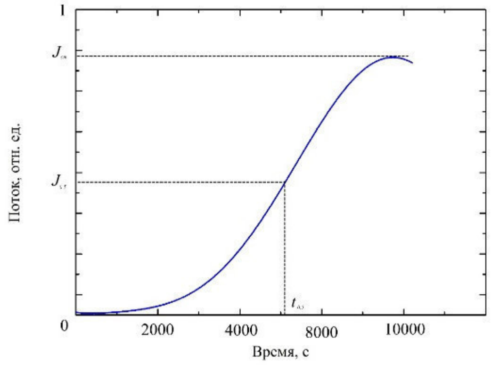


Рис. 1. Кривая проницаемости водорода сквозь металлическую мембрану

$$J = -D\frac{\partial C}{\partial x},$$

$$\frac{\partial C}{\partial t} = D\frac{\partial^2 C}{\partial x^2},$$

$$\begin{cases} C|_{t=0} = 0, 0 \le X \le l \\ C|_{t\ge 0} = S_H\sqrt{P_0}, X = 0 \\ C|_{t\ge 0} = 0, X = l \end{cases}$$

Для расчёта коэффициента диффузии можно воспользоваться величиной стационарного потока, имеющего следующее выражение:

$$J_{\text{ст}} = J(t,l)|_{t\to\infty} = \frac{DS_H}{l}$$

Исследуя зависимость *J(t)* (рисунок 1) можно выделить характеристическую точку, это время установления половины стационарного потока $t_{0.5}$.

В исследованиях с использованием масс-спектрометрического анализа для диффузии из среды с постоянной концентрацией необходимо использовать следующее выражение [2]:

$$D = \frac{l^2}{4Zt_{0.5}}$$

Значение коэффициента *Z* находится из таблицы функции интеграла вероятности *erf(Z) = x*. Где *x* – ошибка определения потока методом масс-спектрометрического анализа.

Результаты. Анализируя полученную диффузионную кривую для циркониевого сплава Э110 с нанесенным на поверхность никелевым покрытием (рисунок 2а) можно выделить несколько характеристических точек. Данные точки связанны с изменением значения касательной к графику функции потока от времени. Точка t_1 – характеризует начало превращения α – фазы циркония в метастабильную γ – фазу. Точка t_2 – характеризует начало диффузии в α + δ – фазе циркония. Точка t_3 – характеризует полное превращение α – фазы в δ – фазу. (degrees – градусы, Time – Время, min – мин, Intensity – Интенсивность, a.u. – отн.ед.)

а) б)

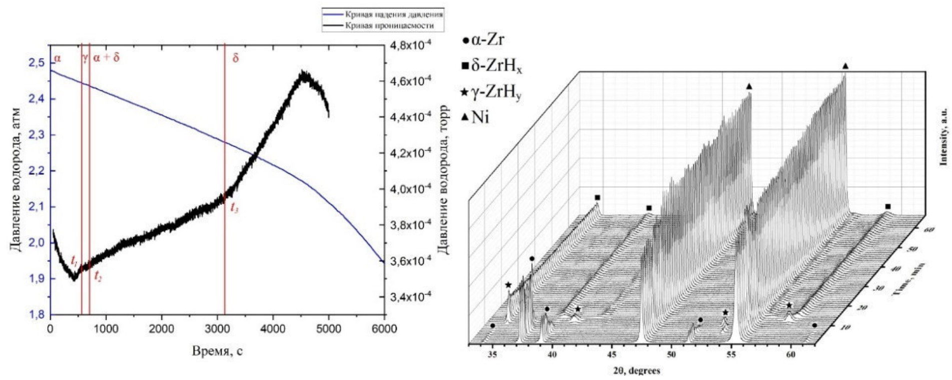


Рис. 2. Кривая проницаемости водорода в циркониевом сплаве Zr-1Nb (а) и фазовые переходы в системе Zr-H (б) при температуре 550 ºС [3]

Данные точки хорошо коррелируются с теоретическими данными, полученными путем применения синхротронного облучения для дифракции рентгеновских лучей при наводораживании циркониевого сплава Zr-1Nb из газовой среды [3]. При температуре 550 ºC имеются следующие данные (рисунок 2б). Из графика можно заметить, что при наводораживании исследуемых образцов время существования α – фазы ограниченно 10 минутами. Метастабильная γ – фаза существует не более 5 минут. Далее можно заметить присутствие δ – гидрида циркония.

Используя ранее описанную методику определения коэффициента диффузии водорода получены следующие результаты, представленные в таблице 1.

Таблица 1

Полученные параметры при исследовании диффузии в α – и δ – цирконии

Параметр	α – фаза	δ – фаза
Время установления половины стационарного потока, сек	505	3870
Максимальная ошибка значения	$4{,}107\cdot10^{-4}$	0.0103
Значение коэффициента Z	10^{-3}	$3{,}98\cdot10^{-3}$
Коэффициент диффузии, см^2/с	$5\cdot10^{-5}$	$1{,}6\cdot10^{-6}$
Литературные данные коэффициента диффузии, см^2/с	$2{,}5\cdot10^{-5}$[4]	$1{,}8\cdot10^{-7}$[4]

Заключение. В данной работе была проверена методика расчета коэффициента диффузии водорода в металлических фольгах при высоких температурах с использованием в качестве регистратора водорода масс – спектрометр. Для негидридобразующих материалов результаты, полученные с помощью данной методики, могут коррелироваться с теоретическими данными. Совпадение коэффициентов диффузии в α – цирконии говорит о работоспособности данной методики. Различие в коэффициентах для δ – гидрида обусловлено тем, что теоретические данные получены для предварительно гидрированного циркония, а в эксперименте же используется материал, подвергнутый непрерывным фазовым превращениям.

В случае же гидридобразующих материалов, в некоторых случаях, можно наблюдать фазовые превращения, а именно время существования некоторых фаз при одностороннем наводораживании. Полученные данные хорошо коррелируются с теоретическими, что говорит о работоспособности данной методики.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Зайкин А. Н. Проведение исследований проницаемости водорода через циркониевые сплавы в различных состояниях [Электронный ресурс] – Режим доступа: http://earchive.tpu.ru/handle /11683/39755 (дата обращения: 12.12.2018)
2. Барашева Т. В. и др. Диффузия водорода в титановых и циркониевых сплавах //Металловедение и термическая обработка металлов. – 1978. – №. 4. – С. 75-78.
3. Syrtanov M. S. et al. Application of synchrotron radiation for In Situ XRD investigation of zirconium hydrides formation at gas-phase hydrogenation //Physics Procedia. – 2016. – Т. 84. – С. 342-348
4. Черняева Т. П., Остапов А. В. Водород в цирконии часть 2. Состояние и динамика водорода в цирконии //Вопросы атомной науки и техники. – 2014. – № 2. – С. 3-16.

ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ СПЛАВА СИСТЕМЫ V–Cr–W–Zr НА СКОРОСТЬ ОКИСЛЕНИЯ ПРИ ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

И.В. Смирнов, К.В. Гриняев
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. И.А. Дитенберг
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, Томск, пр. Академический, 2/4, 634021
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: smirnov_iv@bk.ru

INFLUENCE OF V–Cr–W–Zr ALLOY MICROSTRUCTURE ON OXIDATION RATE DURING CHEMICAL-HEAT TREATMENT

I.V. Smirnov, K.V. Grinyaev
Scientific Supervisor: Assoc. Prof., Dr. I.A. Ditenberg
Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii, 2/4, 634021
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: smirnov_iv@bk.ru

Abstract. *The influence of grain and defect structure features of V–Cr–W–Zr alloy on the oxidation rate during low-temperature annealing in air has been studied. It is shown that the formation of a defect state results in a multiple increase in the oxidation rate and a corresponding increase in oxygen concentration in the alloy at the final stage of chemical-heat treatment.*

Введение. Как правило [1, 2], химико-термическая обработка (ХТО) методом внутреннего окисления является двухстадийной: (1) формирование поверхностной окалины; (2) диффузионное насыщение кислородом всего объема материала путем растворения этой окалины. Как известно [3], формирование высокодефектных структурных состояний при деформационных обработках приводит к увеличению диффузионных потоков элементов внедрения и замещения в материале. В связи с этим, при разработке таких режимов ХТО важной задачей является изучение особенностей процессов окисления в кислородосодержащей среде в зависимости от дефектной структуры. В настоящей работе проведено исследование влияния микроструктуры сплава системы V–Cr–W–Zr на скорость окисления при низкотемпературном отжиге на воздухе.

Экспериментальная часть. ХТО сплава V–4,41 Cr–2,23 W–1,00 Zr–0,09 C–0,07 O–0,04 N (ат. %) методом внутреннего окисления [4] проведена после различных вариантов термомеханической обработки (ТМО) (таблица 1): № 1 – ТМО-II [4] с заключительным этапом деформационной обработки прокаткой; № 2 – ТМО-II [4] с заключительным отжигом при 1200 °C; № 3 – ТМО-II [2] с заключительным отжигом при 1400 °C. Реализованный режим ХТО [2]: термообработка на воздухе (окисление, формирование поверхностной окалины) при 600 – 700 °C продолжительностью 3 и 6 часов; вакуумный ступенчатый (от 600 до 1000 °C) отжиг продолжительностью 9 часов для перевода кислорода из поверхностной окалины внутрь образцов. Массу и концентрацию вводимого кислорода измеряли методом точного (не хуже 10^{-8} кг) взвешивания на аналитических лабораторных весах ВЛР-200. Площадь (S) поверхности каждого окисляемого образца составляла $1{,}75\cdot10^{-4}$ м^2.

Результаты. В результате структурной аттестации установлено, что образцы после обработки № 1 (таблица 1) характеризуются вытянутыми в направлении прокатки (НП) зернами длиной более 100 мкм и шириной 5 – 20 мкм (рис. 1 а). Внутри этих зерен наблюдается градиентная окраска, свидетельствующая о наличии малоугловых разориентаций. Определено, что среднее значение скалярной плотности дислокаций составляет $4\cdot10^{10}$ см$^{-2}$ (рис. 1 г). После ТМО-II с заключительным отжигом при 1200 °С (№ 2, таблица 1) на фоне вытянутых в НП зерен (ширина: 10 – 20 мкм и длина не более 50 мкм) формируются более мелкие (5 – 20 мкм) зерна, близкие к равноосной форме (рис. 1 б). При этом скалярная плотность снижается до $2\cdot10^{10}$ см$^{-2}$ (рис. 1 д). После отжига при 1400 °С (№ 3, таблица 1) существенный рост зерен сопровождается дальнейшей релаксацией дефектной структуры (рис. 1 в). Во-первых, во всех зернах, несмотря на значительный разброс по их размерам, практически отсутствует градиентная окраска. Во-вторых, скалярная плотность дислокаций (рис. 1 е) не превышает 10^{10} см$^{-2}$.

Таблица 1

Влияние параметров зеренной (d, $d_{ПНП}$, $d_{НП}$) и дефектной ($\rho_{ск.д.}$) структуры на изменение массы (Δm), концентрацию кислорода (C_O), и скорость окисления (k) при ХТО разной продолжительности (t_O)

№	Размеры зерен, мкм	$\rho_{ск.д.}$, см$^{-2}$	t_O, с (ч)	$\Delta m\cdot10^{-6}$, кг	C_O, ат. %	k, кг^2/(м$^4\cdot$с)$\cdot10^{-10}$
1	$d_{ПНП} \approx 5 – 20$; $d_{НП} \geq 100$	$4\cdot10^{10}$	10800 (3)	1,75	1,34	1,5
			21600 (6)	2,39	1,77	
2	$d_{ПНП} \approx 10 – 20$; $d_{НП} \leq 50$; $d \approx 5 – 20$	$2\cdot10^{10}$	10800 (3)	1,42	1,06	1,0
			21600 (6)	2,20	1,67	
3	$d \approx 20 – 130$	10^{10}	10800 (3)	1,07	0,83	0,7
			21600 (6)	1,72	1,32	
d – размер равноосных зерен; $d_{НП}$ и $d_{ПНП}$ – размер зерен вдоль и перпендикулярно НП.						

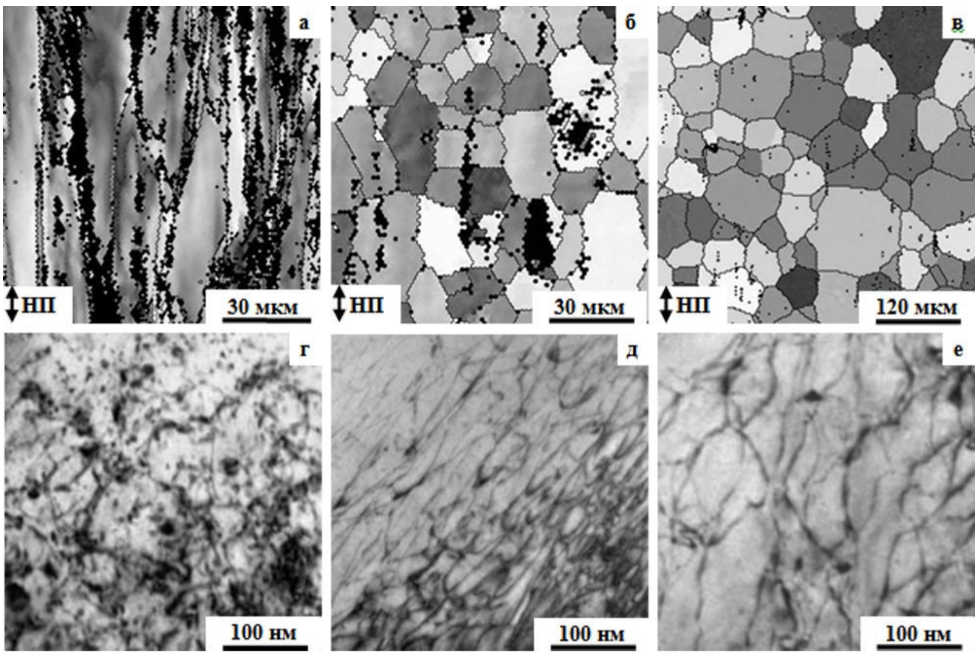


Рис 1. Микроструктура после ТМО-II без отжига (а, г) и с отжигами при 1200 °С (б, д), 1400 °С (в, е)

Установлено, что при окислении продолжительностью 3 и 6 часов максимальное увеличение концентрации вводимого кислорода (C_O) наблюдается в образцах, характеризуемых наиболее дефектным структурным состоянием (№ 1, таблица 1). В образцах, стабилизированных при 1200 °С (№ 2, таблица 1), указанная концентрация C_O на 20 % ниже после 3 часов окисления и на 10 % после 6 часов. Наиболее существенным снижением C_O (на 40 % и 30 % после 3 и 6 часов соответственно) характеризуются образцы, подвергнутые предварительному рекристаллизационному отжигу при 1400 °С (№ 3, таблица 1).

Как известно [1], в процессе окисления увеличение массы образца (Δm), нормированной на единицу поверхности ($\Delta W = \Delta m/S$) обычно описывается формулой: $\Delta W^2 = k \cdot t_O$, где t_O – время окисления, k – скорость окисления. Исходя из этого, можно записать формулу для расчета скорости окисления:

$$k = \Delta m^2/(S^2 \cdot t_O). \qquad (1)$$

По формуле (1) для каждого структурного состояния определена скорость окисления (k), усредненная по времени окисления (таблица 1). Таким образом, наиболее интенсивно процессы окисления протекают в высокодефектном состоянии (№ 1, таблица 1), k в котором в 1,5 раза выше, чем в стабилизированном при 1200 °С состоянии (№ 2, таблица 1) и более чем в 2 раза выше по сравнению с состоянием после рекристаллизации при 1400 °С (№ 3, таблица 1). В свою очередь, для выяснения численного изменения коэффициента диффузии кислорода в зависимости от состояния микроструктуры необходимы точные количественные данные о концентрации кислорода в зависимости от времени и расстояния от поверхности, что требует специальных постановочных экспериментов. Тем не менее, представленные результаты иллюстрируют существенное влияние дефектных структурных состояний на процесс диффузионного легирования, что необходимо учитывать при разработке режимов ХТО.

Заключение. Проведено исследование влияния особенностей зеренной и дефектной структуры сплава системы V–Cr–W–Zr на скорость окисления при низкотемпературном отжиге на воздухе. Установлено, что наиболее интенсивно процессы окисления протекают в высокодефектном состоянии, скорость окисления в котором в 1,5 раза выше, чем в стабилизированном при 1200 °С состоянии и более чем в два раза выше по сравнению с состоянием после рекристаллизации при 1400 °С. Данную особенность необходимо учитывать при разработке режимов ХТО.

Авторы выражают благодарность Тюменцеву А.Н., Чернову В.М. за предоставленные образцы сплавов и обсуждение полученных результатов. Исследования проведены на оборудовании ТМЦКП ТГУ. Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Данилия Е.П., Розенберг В.М. Внутреннеокисленные сплавы. – М.: Металлургия, 1978. – 232 с.
2. Horz G. Mechanisms and Kinetics of Absorption and Desorption Reactions in Systems of Refractory Metals with Nitrogen, Oxygen or Carbon // Metallurgical Transactions. – 1972. – V. 3. – P. 3069–3076.
3. Колобов Ю.Р., Валиев Р.З., Грабовецкая Г.П. и др. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов – Новосибирск: Наука, 2001. – 232 с.
4. Тюменцев А.Н., Овчинников С.В., Дитенберг И.А. и т.д. Микроструктура и механические свойства сплавов V–Me(Cr, W)–Zr–(C, N, O) в зависимости от режимов химико-термической обработки // ВАНТ. Сер. Термоядерный синтез – 2014. – Т. 37, вып. 1. – С. 27–33.

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ОТЖИГА НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА СИСТЕМЫ V–Cr–Ta–Zr ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ

И.В. Смирнов, А.С. Цверова, К.В. Гриняев
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. И.А. Дитенберг
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, Томск, пр. Академический, 2/4, 634021
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: smirnov_iv@bk.ru

INFLUENCE OF ANNEALING TEMPERATURE ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF V–Cr–Ta–Zr ALLOY AFTER DEFORMATION TREATMENT

I.V. Smirnov, A.S. Tsverova, K.V. Grinyaev
Scientific Supervisor: Assoc. Prof., Dr. I.A. Ditenberg
Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, pr. Akademicheskii, 2/4, 634021
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: smirnov_iv@bk.ru

Abstract. *The influence of annealing temperature on microstructure transformation features and mechanical properties changes of V–Cr–Ta–Zr alloy after TMT-II deformation stage was studied. The main stages of relaxation processes were revealed. The microstructure parameters characteristic for each stage and the values of short-term strength and plasticity were determined.*

Введение. Малоактивируемые ванадиевые сплавы рассматриваются в качестве перспективных конструкционных материалов для новых поколений ядерных и термоядерных реакторов [1]. В [2] предложен режим термомеханической обработки (ТМО-II) сплава системы V–Cr–Ta–Zr обеспечивающий увеличение значений прочности при сохранении приемлемого уровня пластичности по сравнению со стандартной обработкой. Кроме того, в этой работе показано, что повышение механических свойств сплава обусловлено трансформацией микроструктуры при проведении циклов «деформация и низкотемпературный отжиг» вследствие изменения кинетических параметров. Для дальнейшего усовершенствования режима ТМО важной задачей является изучение влияния температуры отжига после деформационной обработки на особенности трансформации микроструктуры.

В настоящей работе проведено исследование влияния температуры стабилизирующих отжигов на особенности трансформации микроструктуры и изменения механических свойств сплава V–Cr–Ta–Zr после ТМО-II.

Экспериментальная часть. В работе использован сплав V–6,80 Cr–6,10 Ta–0,79 Zr–0,03 C–0,05 O–0,01 N (вес. %) (V–Cr–Ta–Zr) после ТМО-II [2], включающей гомогенизирующий часовой отжиг при 1400 °C и несколько циклов прокатки ($\varepsilon \approx 20 \div 30$ %) при комнатной температуре с промежуточными часовыми отжигами при 600 – 700 °C. Для изучения термической стабильности после заключительного цикла деформации при ТМО-II образцы подвергали часовым отжигам при 700, 800, 900, 1000 и 1100 °C.

Механические испытания образцов в форме двойных лопаток с размерами рабочей части 13×2×0,7 мм осуществляли методом активного растяжения в вакууме со скоростью 2×10^{-3} $с^{-1}$ при 20 °C и 800 °C.

Результаты. Зеренная структура деформированных (ТМО-II без заключительного отжига) образцов (рис. 1 а) характеризуется вытянутыми в направлении прокатки (НП) полосами шириной от 3 до 35 мкм. Такие полосы, как правило, разбиты на более мелкие зерна шириной от нескольких мкм до 20 мкм, которые также вытянуты в НП. Внутри зерен наблюдается градиентная окраска, что свидетельствует о наличии малоугловых границ разориентации дискретного и непрерывного типа.

После отжига при 700 °C (рис. 1 б) ширина полос уменьшается и находится интервале от 3 до 25 мкм. Сохраняется градиентная окраска внутри зерен. Установлено, что после такого отжига образцы характеризуются максимальным уровнем прочностных свойств при температурах испытания ($T_и$) 20 °C и 800 °C (таблица 1).

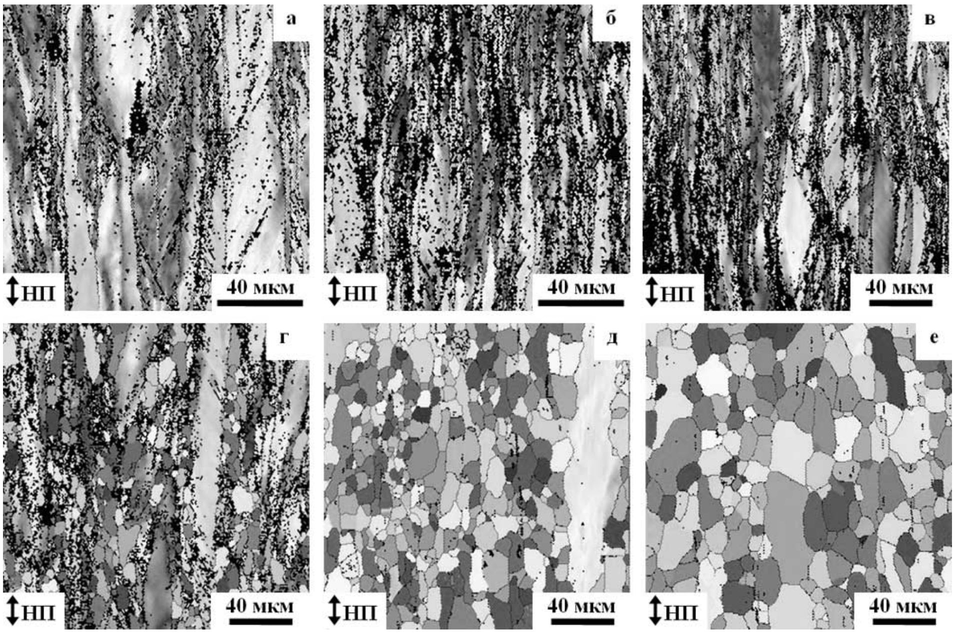


Рис 1. Микроструктура сплава V–Cr–Ta–Zr после ТМО-II без заключительного отжига (а) и с отжигами при 700 °C (б), 800 °C (в), 900 °C (г), 1000 °C (д), 1100 °C (е)

Таблица 1

Кратковременная прочность ($\sigma_{0,1}$) и пластичность (δ) сплава V–Cr–Ta–Zr при 20 °C и 800 °C в зависимости от температуры заключительного отжига после деформационного этапа ТМО-II

Температура испытаний		Температура отжига				
		700 °C	800 °C	900 °C	1000 °C	1100 °C
$T_и$ = 20 °C	$\sigma_{0,1}$, МПа	660	635	570	340	320
	δ, %	12	11	11	20	26
$T_и$ = 800 °C	$\sigma_{0,1}$, МПа	480	460	365	175	170
	$\sigma_{0,1}$, %	4	11	7	18	31

Увеличение температуры отжига до 800 °C приводит к активизации процессов возврата, в результате чего только в отдельных крупных зернах (размерами до нескольких десятков мкм) сохраняется градиентная окраска. При этом значения предела текучести при комнатной и повышенной температуре незначительно (на ≈ 4 %, $\Delta\sigma_{0,1} \approx 20 – 25$ МПа) уменьшаются по сравнению со значениями после отжига при 700 °С. В то время как пластичность при $T_и$ = 20 °С не меняется, а при $T_и$ = 800 °С увеличивается более чем в два раза (таблица 1).

После отжига при 900 °С на фоне полосовой разориентированной структуры наблюдается формирование зерен первичной рекристаллизации размерами от 3 мкм до 20 мкм (рис. 1 г). Внутри таких зерен градиентная окраска отсутствует. Обнаруженные изменения микроструктуры сопровождаются значительным снижением $\sigma_{0,1}$ – при $T_и$ = 20 °С на 14 % ($\Delta\sigma_{0,1}$ ≈ 90 МПа), при $T_и$ = 800 °С на 24 % ($\Delta\sigma_{0,1}$ ≈ 115 МПа) по сравнению с отжигом при 700 °С. Однако значения относительного удлинения при $T_и$ = 20 °С и $T_и$ = 800 °С практически не меняются (таблица 1).

После 1000 °С во всем объеме образцов активизируются процессы первичной рекристаллизации, что приводит к формированию зерен почти равноосной формы размерами от 3 до 35 мкм (рис. 1 д). Средний размер таких зерен составляет 9 мкм. В структуре сохраняются отдельные крупные (шириной до 35 мкм) зерна, вытянутые (более 100 мкм) в НП. Указанные процессы сопровождаются релаксацией дефектной субструктуры, вследствие чего в зернах почти не наблюдается градиентная окраска. Значения предела текучести снижаются на 48 % ($\Delta\sigma_{0,1}$ ≈ 320 МПа) при $T_и$ = 20 °С, и на 64 % ($\Delta\sigma_{0,1}$ ≈ 305 МПа) при $T_и$ = 800 °С. В то время как значения δ увеличиваются почти в два раза (таблица 1).

Структурное состояние после отжига при 1100 °С (рис. 1 е) также характеризуется высокой разнозернистостью – размеры зерен изменяются в интервале от 3 до 45 мкм, а средний размер зерен составляет 12 мкм. По сравнению со значениями после отжига при 1000 °С предел текучести практически не меняется. При этом пластичность увеличивается до значений 26 % и 31 % при $T_и$ = 20 °С и $T_и$ = 800 °С соответственно.

Вывод. Изучено влияние температуры отжига на особенности трансформации микроструктуры и изменения механических свойств сплава V–Cr–Ta–Zr после деформационного этапа ТМО-II. Установлено, что при 800 °С начинаются процессы возврата при сохранении высоких прочностных свойств ($\sigma_{0,1}$). Повышение температуры отжига до 900 °С инициирует процессы первичной рекристаллизации, что сопровождается снижением значений $\sigma_{0,1}$ при сохранении уровня пластичности. При дальнейшем увеличении до 1000 и 1100 °С активизируются процессы рекристаллизации во всем объеме материала, приводящие к значительному (более чем в два раза) уменьшению $\sigma_{0,1}$ и увеличению δ.

Авторы выражают благодарность д.ф.-м.н. Тюменцеву А.Н. и д.ф.-м.н. Чернову В.М. за содействие в научной работе и обсуждение полученных результатов.

Исследования проведены на оборудовании ТМЦКП ТГУ. Термомеханические и термические обработки, механические испытания выполнены при поддержке РФФИ (грант № 18-08-00213_А). Изучение микроструктуры проведено в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chen J.M., Chernov V.M., Kurtz R.J. Muroga T. Overview of the vanadium alloy researches for fusion reactors // Journal of Nuclear Materials. – 2011. – V. 417. – pp. 289–294.
2. Дитенберг И.А., Смирнов И.В., Цверова А.С. и др. Влияние режимов термомеханической обработки на особенности гетерофазной и зеренной структуры и уровень механических свойств сплава V-Cr-Zr-Ta // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2018. – Т. 61, № 5. – С. 115–120.

ДИСЛОКАЦИОННЫЕ СУБСТРУКТУРЫ МОНОКРИСТАЛЛОВ Ni, СФОРМИРОВАННЫЕ В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ РАЗНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

А.Н. Соловьёв, С.В. Старенченко, Ю.В. Соловьёва
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. В.А. Старенченко
Томский государственный архитектурно-строительный университет
Россия, Томск, пл. Соляная, 2, 634003
E-mail: tsk_san@mail.ru

DISLOCATION SUBSTRUCTURES IN PURE NI SINGLE CRYSTALS DEFORMED AT DIFFERENT TEMPERATURES

A. N. Solov'ev, S. V. Starenchenko, Yu. V. Solov'eva,
Scientific Supervisor: Prof., Dr. V. A. Starenchenko
Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, pl. Solyanaya., 2, 634003
E-mail: tsk_san@mail.ru

Abstract. *The dislocation substructures in pure Ni single crystals oriented for [100] compression axis and deformed at temperatures of 293 and 673 K were studied using transmission electron microscopy. It was found that at these temperatures the same sequence of dislocation substructures occurs: cellular, then microbandand fragmented. The parameters of the deformation substructures change significantly with the increasing temperature*

Введение. Деформационные процессы проходящие в чистых металлах позволяют обнаружить особенности деформирования, выделить детали изменения дислокационной структуры. В работе [1] изучено влияние деформации на состояние монокристаллов Ni с осью сжатия [100]. Результаты исследования, дислокационной структуры и ее деталей на разных стадиях деформации [2, 3], показали, что, как и в работе [4] наблюдается многостадийность эволюции субструктуры при деформации материала. Температура является важным фактором влияющим на состояние вещества и процессы в нем. Поэтому целью данной работы является исследование дислокационной структуры на разных стадиях деформации монокристаллов Ni с осью сжатия [100] при повышенных температурах (Т=673 К) и выяснение особенностей температурного воздействия.

Экспериментальная часть. Образцы для исследования получены из монокристаллов никеля, выращенных методом Бриджмена из никеля марки Н-0, электроискровой резкой. Они были вырезаны размером $6\times6\times12$ мм вдоль оси [100]. Деформацию проводили при температурах и Т=293 и 673 К на испытательной машине типа «Инстрон» сжатием со скоростью 3×10^{-4}сек$^{-1}$. Для изучения дислокационной структуры на просвечивающем электронном микроскопе ЭМВ-100АК из деформированных монокристаллов Ni изготовлены тонкие фольги. Стадии на кривой деформации выделялись по методике, описанной в работе [5].

Результаты. Изучение дислокационной субструктуры в монокристаллах Ni, полученной при температуре 673 К в процессе деформации выявило присутствие неразориентированной ячеистой структуры, сопровождающейся формированием ячеистой структуры с разориентациями между группами ячеек, периодической полосовой структуры, фрагментированной структуры с непрерывными и дискретными разориентациями. Такая же совокупность субструктур наблюдалась и при деформации при комнатной температуре.

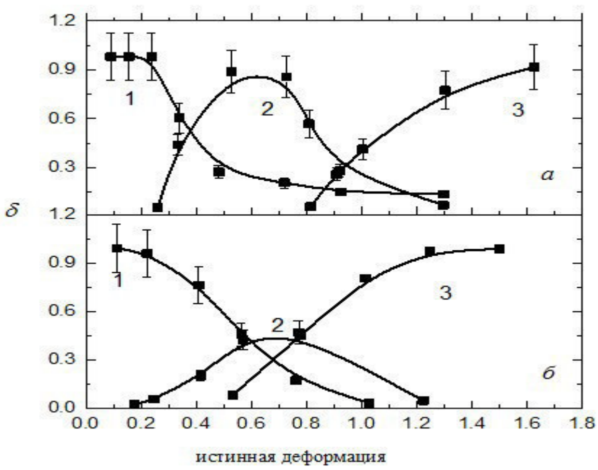


Рис. 1. Доля дислокационной субструктуры δ в зависимости от степени деформации: 1 - ячеистая субструктура, 2 - полосовая субструктура, 3 - фрагментированная субструктура (а - Т=293 К, б - Т=673 К)

Основные различия наблюдаемых структур при разных температурах проявляются в изменении параметров дислокационных субструктур, их доли и величин степени деформации, при которых они появляются.

Обнаружено, что с первых стадий пластической деформации при обеих температурах формируется ячеистая субструктура. Она отчетливо сформирована и полностью заполняет объем деформируемого кристалла (рис. 1 *а,* кривая 1*,* 1 *б,* кривая 1). Эта структура характерна и для стадии III деформационного упрочнения. При переходе к стадии IV происходит формирование полосовой субструктуры. При этом наблюдается исчезновение стенок предшествующей ячеистой структуры.

При повышенной температуре зарождение полосовой структуры начинается при более низких степенях деформации и плотностях дислокаций. При Т= 673 К уже при деформации ε=0,15 и плотности дислокаций $\rho=0{,}6\cdot10^{14}$ м$^{-2}$ возникает полосовая структура, а при Т= 293 К она появляется только при деформации ε=0,23 и плотности дислокаций $\rho=1{,}4\cdot10^{14}$ м$^{-2}$ (рис. 1 *а,* кривая 2*,* 1 *б,* кривая 2).

Развитие деформации приводит к возрастанию доли полосовых структур. Однако, если при комнатной температуре при деформациях ε=0,5-0,7 полосовые структуры являются основным элементом, и их объемная доля достигает 0,8-0,9, то при температуре Т=673 К их доля не превышает 0,5. Протяженность интервала деформаций, в котором наблюдаются полосовые структуры, мало зависит от температуры, при комнатной температуре и Т=673 К она составляет около $\Delta\varepsilon \approx 1{,}0$.

Увеличение степени деформации приводит к постепенному возрастанию доли фрагментированной структуры (рис. 1 *а,* кривая 3*,* 1 *б,* кривая 3), которая при Т=673 К появляется уже при деформации ε=0,5, в то время как при Т= 293 К возникает только при деформации ε=0,8. Полное заполнение объема кристалла фрагментированными структурами достигается при $\varepsilon \geq 1{,}3$ (Т=673 К) и $\varepsilon \geq 1{,}6$ (Т=293 К)

Переход от одной к другой субструктуре сопровождается изменениями характеристик внутри одной дислокационной субструктуры в процессе деформирования. С увеличением степени деформации при обеих температурах происходит монотонное уменьшение среднего размера ячеек. Однако повышение температуры приводит к увеличению размеров ячеек.

Полосовая структура имеет исходный размер полос, приближенно равный 1,0 мкм. С увеличением степени деформации ширина полос уменьшается, проявляя тенденцию к достижению стабильных значений. При обеих температурах деформирования возникающие полосы имеют одинаковые размеры, но при развитии процесса при повышенных температурах их размеры уменьшились в меньшей степени.

При комнатной температуре средние размеры фрагментированной структуры, возникающие при $\varepsilon \geq 0{,}7$ возрастают от величин $\approx 0{,}75\textit{мкм}$ с момента возникновения до $\approx 1{,}0\textit{мкм}$. При Т=673 К возникшая после $\varepsilon \geq 0{,}5$ фрагментированная структуры имеет средние размеры $\approx 1{,}5\textit{мкм}$ и не изменяют свою величину при увеличении степени деформации.

Заключение. Сопоставление процессов деформации при обеих температурах показало, что при повышенных температурах закономерности подобны тем, которые наблюдаются в материале, деформированном при комнатной температуре. Прежде всего, типы дислокационных субструктур и их последовательность одинаковы. Однако деформационные области существования разных типов субструктур при увеличении температуры более размыты, возникают при меньших степенях деформации. Средние размеры элементов дислокационных субструктур характеризуются тем, что повышение температуры деформации приводит к увеличению размеров ячеек, полос и фрагментов

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Соловьев А.Н., Старенченко В.А., Старенченко С.В., Соловьева Ю.В. Эволюция дислокационной структуры в монокристаллах никеля и механизмы деформации // Перспективные материалы в технике и строительстве. Материалы II Всероссийской научной конференции молодых ученых с международным участием (ПМТС-2015) Сборник научн.трудов. – Томск, 2015. – С. 27-31.
2. Соловьев А.Н., Старенченко С.В., Соловьева Ю.В. Дислокационная фрагментированная субструктура монокристаллов никеля и ее вклад в деформирующее напряжение // Молодежь, наука, технологии: идеи и перспективы (МНТ - 2015). Материалы II Международной научной конференции студентов и молодых ученых [Электрон. текстовые дан.]. – Томск, 2015. – С. 1121-1124.
3. Соловьев А.Н., Старенченко С.В., Соловьева Ю.В. Эволюция дислокационной субструктуры в монокристаллах никеля и механизмы деформации // Известия вузов. Физика. – 2017. – Т.60, № 4. – С. 73-78.
4. Конева Н.А., Козлов Э.В. Физическая природа стадийности пластической деформации // Известия вузов. Физика. – 1990. – № 2. – С. 89-98.
5. Старенченко В.А. Лычагин Д.В. Геометрический эффект в упрочнении и локализации деформации ГЦК монокристаллов // Физическая мезомеханика. – 2000. – 3/2. – С. 47-54.

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ОСАЖДЕНИЯ ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦ ДВУХФАЗНОГО ПОТОКА В ШНЕКОВОЙ ОСАДИТЕЛЬНОЙ ЦЕНТРИФУГЕ

А.Е. Соломаха

Научный руководитель: профессор, д. физ.-мат. наук. В.Н. Брендаков

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634505

E-mail: solomahaartem@yandex.ru

MATHEMATICAL SIMULATION OF PARTICLE DEPOSITION OF TWO-PHASE FLOW IN SCREW-CONVEYOR SEDIMENTATION CENTRIFUGE

A. E. Solomakha

Scientific Supervisor: Prof., Dr. V. N. Brendakov

National Research Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin Ave., 36, 634505

E-mail: solomahaartem@yandex.ru

Abstract. *The paper simulates the aerodynamics of the gas flow in the cylindrical part of the screw-conveyor sedimentation centrifuge in order to assess the centrifugal forces in the Central region of the centrifuge, in relation to the problems of solid fraction deposition from the suspension, matching the rotor speed and the discharge auger.*

Введение. Осадительные центрифуги со шнековой выгрузкой осадка широко применяются для разделения суспензий, буровых растворов с нерастворимой твердой фазой. Осадительные центрифуги имеют ряд преимуществ перед отстойными центрифугами за счет центробежного выделения твердого осадка из суспензии. Несмотря на свою принципиальную однотипность, шнековые осадительные центрифуги имею разнообразное исполнение в зависимости от своего технологического назначения: когда выгрузка шнеком твердой фазы осуществляется в том же направлении, что и слив осветленной жидкости – прямоточная схема; встречное движение потока суспензии и твердой фазы – противоточная схема. Противоточная схема имеет существенные недостаток – уносить с собой осевшие на роторе частицы, что ухудшает показатели разделения.

Физико-математическая постановка. Шнековая осадительная центрифуга состоит из цилиндрической и конической секций; винтового шнека, расположенного на оси симметрии, через который происходит подача суспензии в аппарат; окон выгрузки осветлённой жидкости и твердого осадка. Наиболее важными параметрами являются центробежная сила, которая задается скоростью вращения ротора и обеспечивает процесс центрифугирования; скорость вращения шнека для выгрузки осадка твердой фракции в окна выгрузки и скорость подачи суспензии, определяемая расходом суспензии через центрифугу.

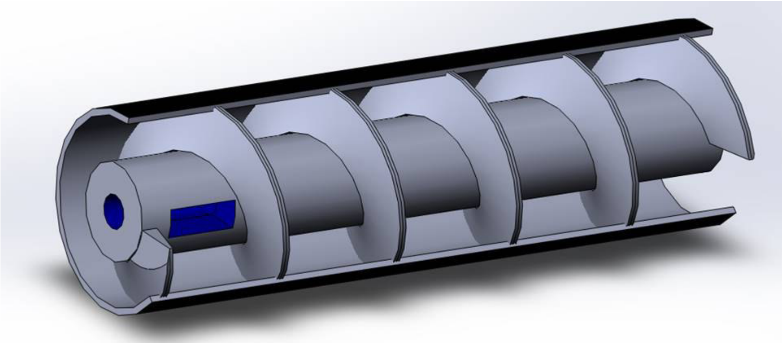


Рис.1. Схема шнековой осадительной центрифуги

Моделирование вязкого закрученного газа в рабочей зоне центрифуги проводится на основе уравнений Навье-Стокса в цилиндрической системе координат. Таким образом получаем осесимметричную систему безразмерных дифференциальных уравнений переноса импульса и уравнения неразрывности в виде:

$$\frac{\partial u_r}{\partial \tau}+\frac{\partial u_r^2}{\partial r}+\frac{\partial u_r u_z}{\partial z}+\frac{u_r^2}{r}-\frac{u_\varphi^2}{r}=-\frac{\partial p}{\partial r}+\frac{1}{\mathrm{Re}}\left[\frac{\partial^2 u_r}{\partial r^2}+\frac{\partial^2 u_r}{\partial z^2}+\frac{1}{r}\frac{\partial u_r}{\partial r}-\frac{u_r}{r^2}\right]; \quad (1)$$

$$\frac{\partial u_\varphi}{\partial \tau}+\frac{\partial u_r u_\varphi}{\partial r}+\frac{\partial u_z u_\varphi}{\partial z}+2\frac{u_r u_\varphi}{r}=\frac{1}{\mathrm{Re}}\left[\frac{\partial^2 u_\varphi}{\partial r^2}+\frac{\partial^2 u_\varphi}{\partial z^2}+\frac{1}{r}\frac{\partial u_\varphi}{\partial r}-\frac{u_\varphi}{r^2}\right]; \quad (2)$$

$$\frac{\partial u_z}{\partial \tau}+\frac{\partial u_r u_z}{\partial r}+\frac{\partial u_z^2}{\partial z}+\frac{u_r u_z}{r}=-\frac{\partial p}{\partial z}+\frac{1}{\mathrm{Re}}\left[\frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2}+\frac{\partial^2 u_z}{\partial z^2}+\frac{1}{r}\frac{\partial u_z}{\partial r}\right]; \quad (3)$$

$$\frac{\partial u_r}{\partial r}+\frac{\partial u_z}{\partial z}+\frac{u_r}{r}=0. \quad (4)$$

Результаты моделирования. Численная модель, представляющая собой систему дифференциальных уравнений в частных производных второго порядка, аппроксимировалась методом конечных разностей.

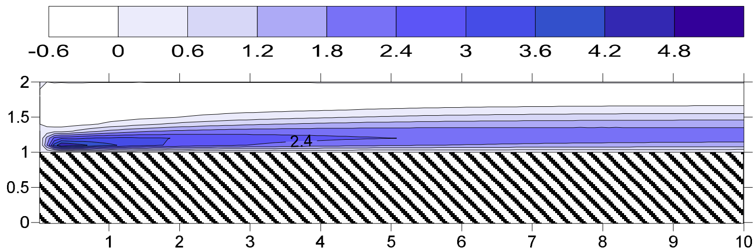


Рис.2. Распределение компоненты скорости u_z при истечении суспензии из питающей трубы

Модель расширяется уравнениями, позволяющими рассчитать поведения ансамбля твердых частиц в поле действия центробежной силы:

$$\frac{\partial w_r}{\partial \tau} = \frac{w_\varphi^2}{r} + \frac{u_r - w_r}{Stk}\xi; \qquad \frac{\partial w_\varphi}{\partial \tau} = -\frac{w_\varphi w_r}{r} + \frac{u_\varphi - w_\varphi}{Stk}\xi; \qquad \frac{\partial w_z}{\partial \tau} = \frac{u_z - w_z}{Stk}\xi - \frac{1}{Fr};$$

$$d\tau = \frac{dr}{w_r} = \frac{rd\varphi}{w_\varphi} = \frac{dz}{w_z}.$$

Так как объемная концентрация твердых частиц в суспензии относительно мала, поэтому при постановке задачи взаимодействием частиц между собой и их обратным влиянием на несущую фазу пренебрегаем. В модели движение сплошной среды и дискретных частиц рассматриваются отдельно.

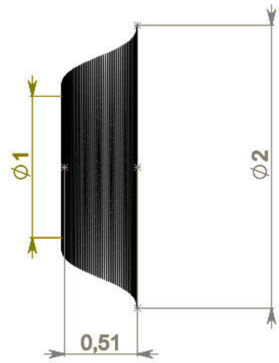


Рис.3. Траектория осаждения частиц диаметром 100 мкм

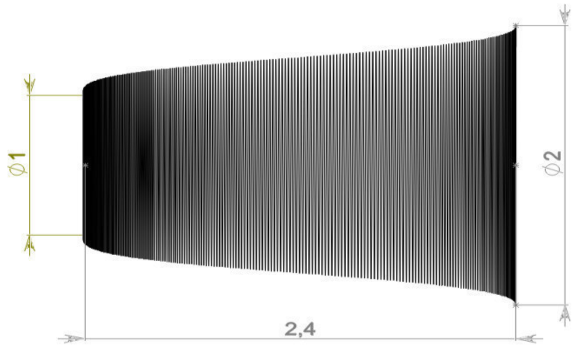


Рис.4. Траектория осаждения частиц диаметром 50 мкм

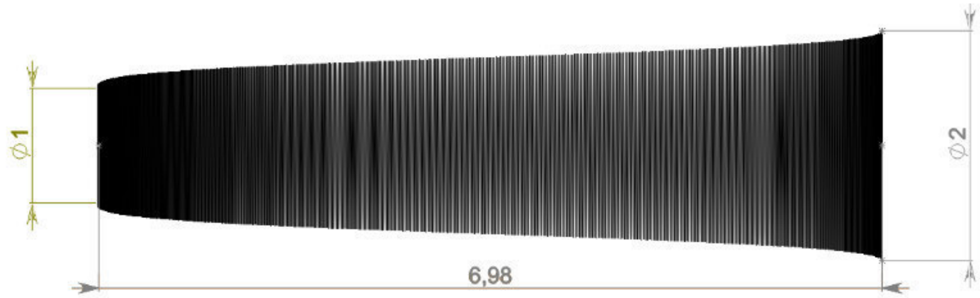


Рис.5. Траектория осаждения частиц диаметром 30 мкм

Заключение. Созданная математическая модель течения двухфазного потока в шнековой осадительной центрифуге может быть использована при конструировании новых устройств подобного типа и оптимизации режимов работы существующих аппаратов.

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НЕРАЗЪЕМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СТАЛИ 09Г2С, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГИБРИДНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СВАРКИ

А.Н. Ступаков[1], А.П. Малюк[1]
Научный руководитель: профессор, д.т.н. С.Ю. Тарасов[2]
[1]Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: ans52@tpu.ru

STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF PERMANENT CONNECTIONS OF STEEL 13Mn6 OBTAINED BY THE METHOD OF HYBRID LASER WELDING

A.N. Stupakov[1], A.P. Malyuk[1]
Scientific Supervisor: Prof., Dr. S.Yu. Tarasov[2]
[1]Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
[2]Institute of Strength Physics and Materials Science Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,
Russia, Tomsk, Akademicheskii str., 2/4, 634055
E-mail: ans52@tpu.ru

Abstract. *The structure of welded joints of steel 13Mn6 obtained by hybrid laser welding was investigated by optical microscopy. The mechanical properties of the joints were determined by tensile tests across the seam. The conducted researches show high quality of welds, absence of large defects and high indexes of mechanical properties.*

Введение. Лазерно-дуговая технология сочетает преимущества двух испытанных сварочных процессов. Лазерный луч расплавляет металл внутри небольшого пятна нагрева. Благодаря высокой плотности энергии лазерный луч глубоко проникает в материал и испаряет его. Процесс дуговой сварки плавящимся электродом в среде защитного газа, напротив, образует широкое пятно нагрева и вводит в общую сварочную ванну присадочный материал. Этот присадочный материал заполняет образованную лазерным лучом воронку и обеспечивает надежное соединение кромок. В результате получаются сварные швы с глубоким проплавлением и высокой прочностью [1]. Лазерно-дуговая сварка обладает рядом преимуществ как по сравнению с лазерной сваркой, так и с традиционными сварочными технологиями. Взаимодействие лазерного излучения и электрической дуги стабилизирует горение дуги при высокоскоростной обработке, а качество швов при этом не уступает лазерным [2]. В результате взаимодействия лазерного излучения и электрической дуги при ГЛС происходит нивелирование недостатков каждого из процессов за счёт преимуществ другого. благодаря этой комбинации ГЛС приобретает ряд преимуществ перед лазерным и дуговым способами сварки [3]. Большинство сварных конструкций, выполняются из распространенных углеродистых видов сталей. Например, корпуса судового транспорта различных типов (например, сухогрузов) и грузовые железнодорожные вагоны изготавливаются из сталей типа 09Г2С [4].

Материал и методика эксперимента. Образцы получены методом гибридной лазерной сварки из листового проката стали 09Г2С толщиной 5 мм. Схема процесса гибридной лазерной сварки приведена на рис. 1. Сварка осуществляется комбинированным методом посредством дуги 3 от дугового источника 1 и лазерного луча 2. в результате образуются сварочные ванны от лазера 5 и дуги 4 с запаздыванием ванны от дуги на некоторое расстояние относительно ванны от лазера. Мощность лазера при сварке находилась на уровне 7 кВт, ток сварочной дуги порядка 149 А, напряжение дуги 24,3 В, скорость сварки – 4 м/мин.

Исследования макроструктуры проводили на оптическом микроскопе Altami Met 1c. Механические свойства определяли на универсальной испытательной машине УТС 110М в экспериментах на растяжение.

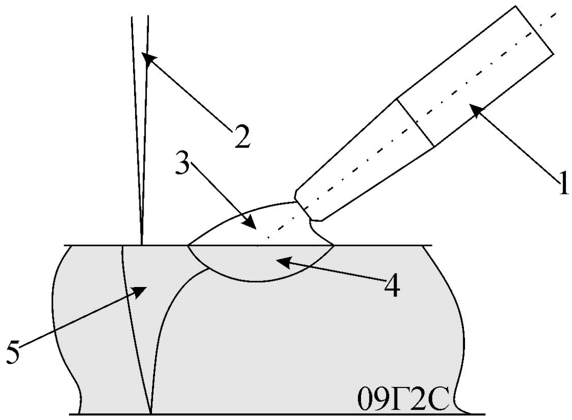


Рис. 1. Схема процесса гибридной лазерной сварки

Результаты и обсуждение. Исследования макроструктуры сварных соединений, полученных методом гибридной лазерной сварки показывают, что при сварке в условиях заданных технологических параметров происходит образование достаточно крупнозернистой структуры без дефектов в виде пор, трещин или неметаллических включений (рис. 2). Такое строение для образцов, полученных методом гибридной лазерной сварки является классическим и наблюдается во многих работах. На макроснимке четко выделяется область плавления металла и область термического влияния, при этом, от сварочной дуги область термического влияния является более протяженной, чем от лазера.

Механические свойства образцов, полученных ГЛС, по результатам испытаний на растяжение (рис. 3), находятся на уровне основного металла, что свидетельствует о достаточно высокой прочности сварного шва. Прочность образцов составляет порядка 650 МПа, разрушение происходит после образования шейки в зоне, отдаленной от сварного шва. Разрушение образцов в зоне основного металла показывает, что прочность сварного шва выше, чем у металла исходного проката, что свидетельствует об упрочнении металла в шве.

Рис. 2. Структура сварного шва стали 09Г2С, полученного методом гибридной лазерной сварки

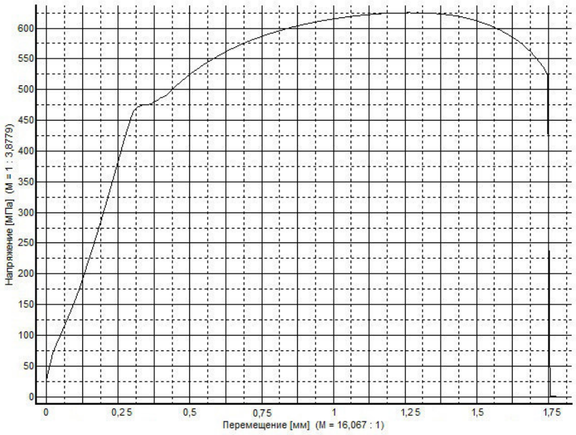


Рис. 3. Диаграмма испытания сварного шва стали 09Г2С, полученного методом гибридной лазерной сварки

Заключение. Проведенные механические испытания показывают, что разрушение образцов поперек сварного шва, полученного методом гибридной лазерной сварки, происходит не по сварному соединению, а в стороне от него, что свидетельствует о высокой прочности материала соединения. Макроструктура образцов представляет собой классическое строение. Зона термического влияния является для образцов достаточно протяженной и, при этом, для сварочной ванны от дуги несколько выше, чем от сварочногй ванны лазера.

Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.607.21.0190, идентификатор проекта RFMEFI60717X0190).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ООО «Смарт Техникс» Гибридный лазерно-дуговой процесс сварки в среде защитного газа не нов, но весьма актуален [http://www.stroyvitrina.ru]. – Режим доступа: http://www.stroyvitrina.ru/articles /gibridnyj-lazerno-dugovoj-process-svarki-v-srede-zaschitnogo-gaza-ne-nov-1765.html.
2. Потехин В. Лазерно-дуговая сварка [http://втораяиндустриализация.рф]. – Режим доступа: http://xn--80aaafltebbc3auk2aepkhr3ewjpa.xn--p1ai/lazerno-dugovaya-svarka. (дата обращения: 28.02.2019).
3. Туричин Г. А., Цибульский И. А., Кузнецов М. В. Технология гибридной лазерно-дуговой сварки: учеб. пособие. – СПб.: изд-во Политехн. ун-та, 2015. – 48 с.
4. Хаскин В. Ю., Коржик В. Н., Жерносеков А. М., Пелешенко С. И., Ву Б. Гибридная лазерно-дуговая сварка сталей с импульсной модуляцией дуги плавящегося электрода // Первый независимый научный вестник. – 2016. – Т. 1., № 5. – С. 54–59.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СИНХРОННОСТИ/НЕСИНХРОННОСТИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ВЗРЫВА ДВУХ ПРОВОЛОК ИЗ РАЗНОРОДНЫХ МЕТАЛЛОВ

К.В. Сулиз, А.В. Первиков
Научный руководитель: к.т.н. А.В. Первиков
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: konstantin.suliz@gmail.com

DETERMINATION SYNCHRONOUS/ASYNCHRONOUS ELECTRIC EXPLOSION TWO WIRES OF DISSIMILAR METALS

K.V. Suliz, A.V. Pervikov
Scientific Supervisor: Ph.D. A.V. Pervikov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: konstantin.suliz@gmail.com

Abstract. *In this article, we present the results of the research into the characteristics of the conditions of heating and explosive destruction of Fe-Cu wires under a pulse of current.*

Введение. Результаты фундаментальных и прикладных исследований свидетельствуют о перспективности использования биметаллических наночастиц в материаловедении, медицине, катализе. Биметаллические наночастицы могут быть получены различными методами. Одним из таких методов является электрический взрыв проводников (ЭВП). Анализ литературных данных показывает, что при электрическом взрыве проволок из разных металлов, за различные временные интервалы в проволоки могут быть введены различные энергии. Это может привести к тому, что проволоки будут взрываться не одновременно (несинхронный взрыв проволок), препятствуя формированию наночастиц сплавов.

Методы исследования. В работе было проведено исследование влияния электропроводности, теплоемкости металла, а так же диаметра проволоки на временные характеристики процесса ЭВП меди и железа. В таблице 1 приведены параметры экспериментов.

Таблица 1

Параметры экспериментов

Образцы	Металлы	d_0, мм	l, мм	U_0, кВ	C, мкФ	Группа	Среда, 10^5 Па
Cu		0,30	80	29	2	I	Воздух
Fe		0,30	80	29	2	II	Воздух
Cu-Fe	Cu	0,20	80	29	2	I	Воздух
	Fe	0,30				II	
Cu-Fe	Cu	0,14	80	29	2	I	Воздух
	Fe	0,23				II	

Полученные результаты. На рисунке 1 представлены временные зависимости токов меди и железа при одиночном взрыве проволок.

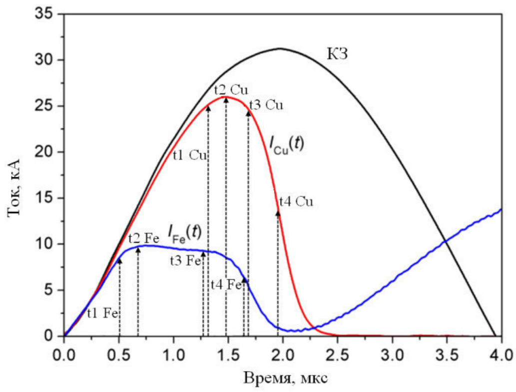


Рис. 1. Временные зависимости токов при одиночном взрыве проволок меди и железа

Анализ временных зависимостей токов позволяет выделить времена, характеризующие фазовые переходы проволок [1, 2]: 0 … t_1 – нагрев проводника в твердом состоянии; t_1 … t_2 – плавление проводника; t_2 … t_3 – нагрев проводника в жидком состоянии; t_3… t_4 – интенсивное расширение проводника; t_4 – взрыв проводника.

При ЭВП металлов I группы или металлов II группы, проволоки нагреваются в жидком состоянии примерно в одном временном интервале (от t_2 до t_3). Опираясь на это, был введен безразмерный коэффициент, который равен отношению времени нагрева от момента плавления до начальной точки электрического взрыва каждого проводника:

$$k_l = \frac{t_{l\ MeA}}{t_{l\ MeB}};$$

Из закона Джоуля-Ленца, через энергию можно выразить время:

$$W = \frac{U^2}{R} \cdot t \rightarrow t = \frac{W \cdot R}{U^2};$$

Энергия характеризуется теплоемкостью металла, массой проволоки и разницей температур кипения и плавления металла. Масса в свою очередь характеризуется плотностью металла. Сопротивление характеризуется удельным электрическим сопротивлением. Учитывая равенство длин проводников, коэффициент можно записать следующим образом:

$$k_l = \frac{c_{MeA} \cdot \gamma_{MeA} \cdot \rho_{MeA} \cdot \left(T_{\hat{e}\grave{e}\ddot{\imath}\ MeA} - T_{\ddot{\imath}\ddot{e}\grave{a}\hat{a}\ MeA}\right)}{c_{MeB} \cdot \gamma_{MeB} \cdot \rho_{MeB} \cdot \left(T_{\hat{e}\grave{e}\ddot{\imath}\ MeB} - T_{\ddot{\imath}\ddot{e}\grave{a}\hat{a}\ MeB}\right)} \qquad (1)$$

Здесь c – удельная теплоемкость металла; γ – плотность металла; ρ – удельное электрическое сопротивление металла; $T_{\hat{e}\grave{e}\ddot{\imath}}$, $T_{\ddot{\imath}\ddot{e}\grave{a}\hat{a}}$ – температуры кипения и плавления соответственно.

Но данный критерий не отображает зависимости от диаметров проводников, поэтому судить о синхронности взрыва только по этому параметру нельзя. При ЭВП на стадии нагрева проволок в твердом состоянии (от 0 до t_1) токи, протекающие через каждую проволоку, одинаковые. На основании этого был введен ещё один безразмерный коэффициент, равный отношению времени нагрева проволок в твердом состоянии:

$$k_s = \frac{t_{s\ MeA}}{t_{s\ MeB}};$$

Из закона Джоуля-Ленца, через энергию можно выразить время:

$$W = I^2 \cdot R \cdot t;$$

Аналогично k_l , получено выражение для k_s :

$$k_s = \frac{c_{MeA} \cdot \gamma_{MeA} \cdot \rho_{MeB} \cdot \left(T_{\grave{e}\grave{e}\ddot{i}\ MeA} - T_{300}\right)}{c_{MeB} \cdot \gamma_{MeB} \cdot \rho_{MeA} \cdot \left(T_{\grave{e}\grave{e}\ddot{i}\ MeB} - T_{300}\right)} \cdot \left(\frac{r_{MeA}}{r_{MeB}}\right)^4 \qquad (2)$$

Здесь r – радиус взрываемой проволоки; $T_{300} = 300\ K$ – начальная температура взрыва.

На рисунке 2 представлены временные зависимости токов при совместном взрыве скрученных проволок меди и железа, при разных диаметрах.

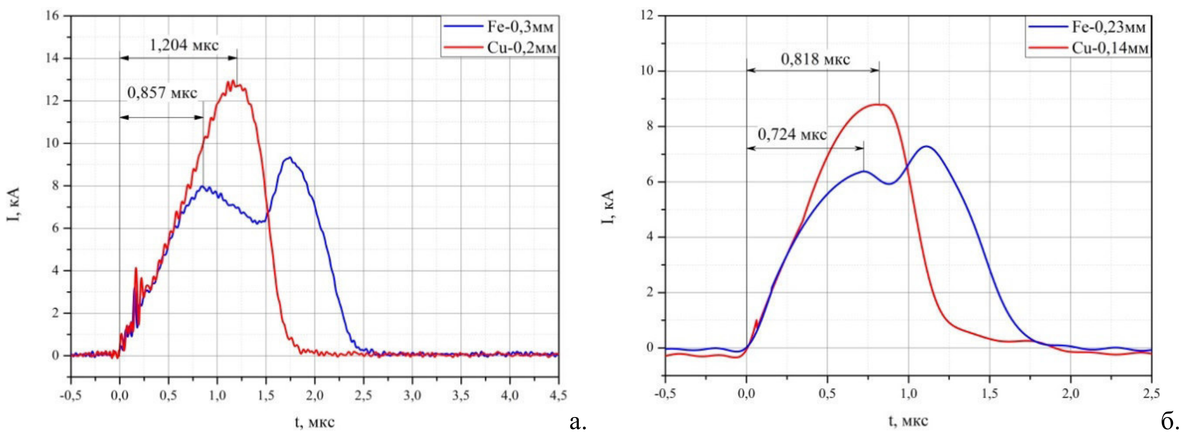


Рис.2 Временные зависимости токов при совместном взрыве скрученных проволок меди и железа: а. Cu-Fe 0,20/0,30; б. Cu-Fe 0,14/0,23

Для исследуемых пар металлов рассчитаны коэффициенты по полученным данным и по выведенным формулам (1) и (2). Полученные результаты представлены в таблице 2.

Таблица 2

Полученные результаты

Металлы	k_l экспериментальный	k_l теоретический	k_s экспериментальный	k_s теоретический
Cu-Fe 0,20/0,30	2,88	7,96	1,41	1,44
Cu-Fe 0,14/0,23	1,91	7,96	1,13	1,00

Заключение. Применяя в совокупности полученных коэффициенты (1) и (2), можно качественно прогнозировать какой тип взрыва (синхронный/несинхронный) будет реализовываться при электрическом взрыве двух переплетенных проволок из разнородных металлов.

Работа выполнена в рамках проекта РНФ No. 17-19-01319.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Webb F.H., Hilton H.H., Levine P.H., Tollestrup A.V. (1962) The Electrical and Optical Properties of Rapidly Exploded Wires. In: Chace W.G., Moore H.K. (eds) Exploding Wires. Springer, Boston, MA.
2. A. Pervikov, E. Glazkova, M. Lerner Energy characteristics of the electrical explosion of two intertwined wires made of dissimilar metals, Phys. Plasmas V. 25, (2018) 070701.

ЭФФЕКТ «ЗАСТРЕВАНИЯ» МАЯТНИКА НА ВРАЩАЮЩЕМСЯ ВАЛУ. МОДЕЛИРОВАНИЕ И АНАЛИЗ

О.Ю. Суменков

Научный руководитель: профессор, д.т.н. А.И. Артюнин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: oys5@tpu.ru

THE EFFECT OF “STICKING” OF A PENDULUM INSTALLED ON A ROTATING SHAFT. MODELING AND ANALISYS

O.Yu. Sumenkov

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A. I. Artyunin

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: oys5@tpu.ru

Abstract. *The authors carried out the modeling of the motion of a pendulum mounted with the possibility of free rotation on the rotor shaft of an electric motor fixed in a housing on elastic supports. The peculiarities of the motion of the pendulum within the range from zero to a given value of the angular velocity of the rotor of the electric motor with the presence in this range of natural frequencies of oscillations of the mechanical system are revealed. It is established that when changing the inertia moment of a pendulum or friction moment in pendulum support, there is possible mode of movement when the rotor rotates with a given angular velocity, and the angular velocity of the pendulum rotation is equal to one of the natural frequencies of the mechanical system. In previous studies this effect was named the effect of “sticking”.*

Введение. Основанием для проведения настоящей работы послужили результаты экспериментальных исследований движения маятника на вращающемся валу двигателя механической системы [1]. В этой работе было обнаружено новое явление в механике, которое заключалось в том, что для маятника, установленного с возможностью свободного вращения на валу двигателя механической системы, при изменении его момента инерции массы, оказался возможным такой режим движения, когда вал двигателя вращается с заданной угловой скоростью, а угловая скорость (частота вращения) маятника близка или совпадает с одной из собственных частот колебаний механической системы. Это явление было названо эффектом «застревания» маятника на вращающемся валу. Целью настоящей работы является механико-математическое моделирование эффекта «застревания» маятника на вращающемся валу механической системы.

Выбор и описание движения модели механической системы с маятником на вращающемся валу. Для исследований была выбрана модель, представляющая собой корпус в виде твердого тела, закрепленного на неподвижном основании с помощью симметрично расположенных четырех вертикальных и четырех горизонтальных невесомых упругих опор. В корпусе закреплен двигатель с ротором, а на валу ротора установлен с возможностью вращения относительно вала маятник массой m и длиной l. Ось вращения ротора проходит через центр масс корпуса (точка O_1 на Рис. 1). На Рис.1 также изображены демпферы, условно обозначающие наличие сопротивления пропорционального скорости движения корпуса. Движение модели будем изучать по отношению к неподвижной системе координат *Oxyz*, начало которой (точку *O*) совместим с центром масс корпуса в положении его статического равновесия. Будем считать, что движение вдоль оси *z* и повороты вокруг осей *x*, *y*, *z* отсутствуют. Для описания движения модели используем три обобщенных координаты: x_1, y_1 – перемещение центра масс корпуса O_1 и φ – угол отклонения маятника от его нижнего положения.

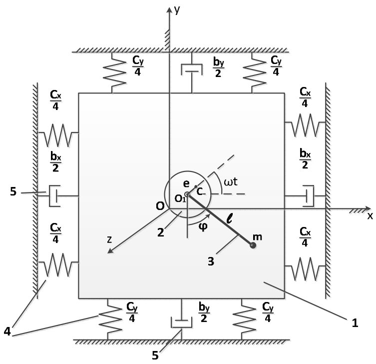


Рис. 1. Механическая модель маятника на вращающемся валу двигателя, установленного в корпусе: 1 – корпус; 2 – ротор с валом (точка С – центр масс ротора); 3 – маятник; 4 – невесомые упругие опоры корпуса; 5 – демпферы корпуса

Составляя выражения для кинетической и потенциальной энергий и функции Релея в выбранных обобщенных координатах с помощью уравнения Лагранжа 2-го рода (1), получим систему трех дифференциальных уравнений, описывающих движение механической модели с маятником на вращающемся валу:

$$\begin{aligned}
&1)\quad M\ddot{x}_1 + ml\ddot{\varphi}\cos(\varphi) = ml\dot{\varphi}^2\sin(\varphi) - c_x x_1 - b_x\dot{x}_1 \\
&2)\quad M\ddot{y}_1 + ml\ddot{\varphi}\sin(\varphi) = -ml\dot{\varphi}^2\cos(\varphi) - c_y y_1 - b_y\dot{y}_1 \\
&3)\quad ml^2\ddot{\varphi} + ml\ddot{x}_1\cos(\varphi) + ml\ddot{y}_1 sin(\varphi) = k(\omega - \dot{\varphi}) - \mathrm{mg}\, l\, sin(\varphi)
\end{aligned} \tag{1}$$

В этих уравнениях приняты обозначения $\mathrm{M} = \mathrm{M}_к + m$, где $\mathrm{M}_к$ – масса корпуса с ротором; c_x, c_y – суммарная жесткость опор в горизонтальном и вертикальном направлениях; b_x, b_y – суммарные коэффициенты демпфирования в горизонтальном и вертикальном направлениях; g – ускорение свободного падения, ω – угловая скорость ротора, k – коэффициент сопротивления относительному вращению маятника на валу ротора.

Моделирование эффекта «застревания» маятника на вращающемся валу. Суть моделирования этого явления заключалась в исследовании законов разгона маятника при различных его массах *m* и коэффициенте трения в опоре маятника при численном решении уравнений (1). Численное интегрирование уравнений (1) осуществлялось в среде MATLAB с помощью функции ode15i при следующих исходных данных: $\mathrm{M}_к$ = 10 кг; $b_x = b_y$ = 25 Н·с/м; $c_x = 4\times10^5$Н/м; $c_y = 1\times10^5$ Н/м; l = 0,05м. Масса маятника *m* изменялась от 0,005…0,02 кг, а коэффициент трения *k* от $0{,}14\times10^{-3}$…0,01 Н·м·с. При этих исходных данных выбранная модель имеет две собственные частоты колебаний $k_1 = \sqrt{c_x/\mathrm{M}} =$ 100 рад/с; $k_2 = \sqrt{c_y/\mathrm{M}}$ = 200 рад/с. Принято также, что при $0 \le t \le 10$ с угловая скорость ротора изменялась по закону: $\omega = 30t$, а при $t > 10$ с по закону: ω = 300 рад/с.

Результаты численного эксперимента приведены на рис. 2, где показаны области различных режимов движения маятника на вращающемся валу.

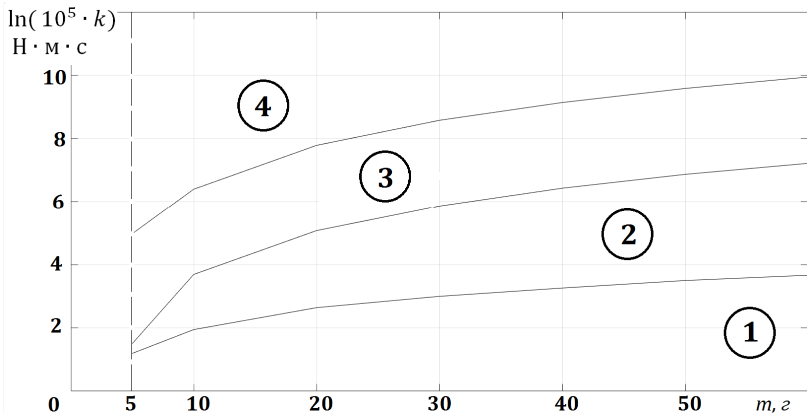


Рис. 2. Области режимов движений маятника на вращающемся валу в зависимости от массы маятника m и коэффициента трения k

Установлено, что в зависимости от массы маятника m (значения откладывались по оси абсцисс) и коэффициента трения k в опоре маятника (значения откладывались по оси ординат по логарифмической шкале) имеют место четыре режима движения.

1. Вал ротора вращается с угловой скоростью $\omega = 300$ рад/с, а маятник не вращается. Он совершает малые колебания около нижнего положения равновесия (область 1 на рис. 2).

2. Вал ротора вращается с угловой скоростью $\omega = 300$ рад/с, а маятник вращается с угловой скоростью $\dot{\varphi} = 100$ рад/с, которая совпадает с первой собственной частотой колебаний механической системы (область 2 на рис. 2).

3. Вал ротора вращается с угловой скоростью $\omega = 300$ рад/с, а маятник вращается с угловой скоростью $\dot{\varphi} = 200$ рад/с, которая совпадает со второй собственной частотой колебаний механической системы (область 3 на рис. 2).

4. Вал ротора и маятник вращаются с угловой скоростью $\omega = \dot{\varphi} = 300$ рад/с (область 4 на рис. 2).

Заключение. Таким образом, в результате численного эксперимента при моделировании движения маятника на вращающемся валу ротора двигателя, закрепленного в корпусе на упругих опорах, установлено, что при одной и той же угловой скорости вращения ротора угловая скорость вращения маятника в зависимости от его массы и трения в опоре маятника может совпадать с одной из собственных частот колебаний механической системы. Тем самым, наше исследование подтвердили результаты натурного эксперимента в работах [1], где это явление названо эффектом «застревания» маятника.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Artyunin A. I. , Eliseev S. V. , Sumenkov O. Y. Experimental Studies on Influence of Natural Frequencies of Oscillations of Mechanical System on Angular Velocity of Pendulum on Rotating Shaft // Lecture Notes in Mechanical Engineering. - 2019 - №. 9783319956299. - pp. 159-166

КВАЗИВЯЗКАЯ МОДА ДЕФОРМАЦИИ В НЕРАВНОВЕСНЫХ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СТРУКТУРАХ

И.И. Суханов, Д.С. Зайцев

Научный руководитель: профессор, д. ф.-м. н. А.Н. Тюменцев

Национальный исследовательский Томский Государственный университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: suhanii@mail.ru

QUASI-VISCOUS MODE OF DEFORMATION IN NON-EQUILIBRIUM NANOCRYSTALLINE STRUCTURES

I.I. Suhanov, D.S. Zaytsev

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.N. Tyumentsev

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenina ave., 36, 634050

E-mail: suhanii@mail.ru

Abstract. *Based on the analysis of the elastic-stressed state of partial disclinations of nanodipoles the rates of the quasi-viscous deformation mode in nanocrystalline structures are estimated. It's shown that the local shear rate ($\dot{\gamma}$) and the movement of the nanodipole of partial disclinations ($\dot{L}$) within the quasi-viscous deformation mechanism, depending on the activation energy of the migration of point defects (vacancies, interstitial atoms) and deformation temperature, can reach high values close to the speed of sound in metals.*

Введение. В настоящее время концепция неравновесных состояний приобрела особый интерес при описании процессов формирования наноструктурных материалов, особенностей их пластической деформации и разрушения. Известно, что такие состояния в значительной степени определяют уникальный комплекс физико-механических свойств указанных материалов (низкотемпературная и высокоскоростная сверхпластичность, явление аномального массопереноса и т.д.). В работе [1] показана возможность формирования указанных выше наноструктур в рамках квазивязкого механизма движения нанодиполей частичных дисклинаций, контролируемого потоками неравновесных точечных дефектов в полях высоких локальных градиентов тензора напряжений. В настоящей работе на основе анализа упруго-напряженного состояния нанодиполей частичных дисклинаций проведена оценка скоростей квазивязкой моды деформации в нанокристаллических материалах.

Материалы и методы исследования. Вычислительный эксперимент проводился в программной среде Maple 17. Моделирование полей напряжений проведено с использованием явного вида компонент тензора напряжений [2]. На основе экспериментальных данных упругие модули континуума, в котором проводился анализ упруго-напряженных состояний, характеризовались модулями чистого никеля. Для удобства расчета рассматривались только клиновые компоненты дисклинаций. Визуализация полей напряжений и градиентов этих полей произведена с помощью графических средств пакета Maple 17.

Результаты. В работе [1] методами просвечивающей электронной микроскопии обнаружены нанополосы локализации деформации в широком классе металлических материалов после деформации на наковальнях Бриджмена. Эти нанополосы при размерах от нескольких до нескольких десятков нанометров характеризуются высокой (до сотен градусов на мкм) упругой кривизной кристаллической решетки. Пластическая аккомодация таких структурных состояний связана со значительными эффектами массопереноса. Эффекты аномального массопереноса могут быть реализованы в рамках квазивязкого механизма пластической деформации потоками неравновесных (генерируемых при пластической деформации) точечных дефектов в полях высоких локальных градиентов полей напряжений. В этом механизме переориентация кристаллической решетки в нанополосе осуществляется путем квазивязкого течения материала из областей сжатия OPQ в области растяжения ORS потоками неравновесных (генерируемых при пластической деформации) точечных дефектов в полях высоких локальных градиентов давления (рис. 1). В рамках этой модели, получены выражения для скорости пластической деформации в зоне сдвига ($\dot{\gamma}$) и скорости продвижения нанодиполей ($\dot{L}$):

$$\frac{\partial\gamma}{\partial t} \approx \frac{\partial\varphi}{\partial t} \approx \frac{2cD}{kT}\frac{\Omega}{L}\frac{\partial P}{\partial x} \qquad\qquad \frac{\partial L}{\partial t} \approx \frac{2cD}{kT}\frac{\Omega}{\varphi}\frac{\partial P}{\partial x}$$

Здесь c – концентрация неравновесных точечных дефектов; D – их коэффициент диффузии; k – постоянная Больцмана; T – температура; Ω - объем атома (вакансии); φ - угол переориентации нанополосы или мощность нанодиполя; $\partial P/\partial x$ – градиент давления в направлении массопереноса.

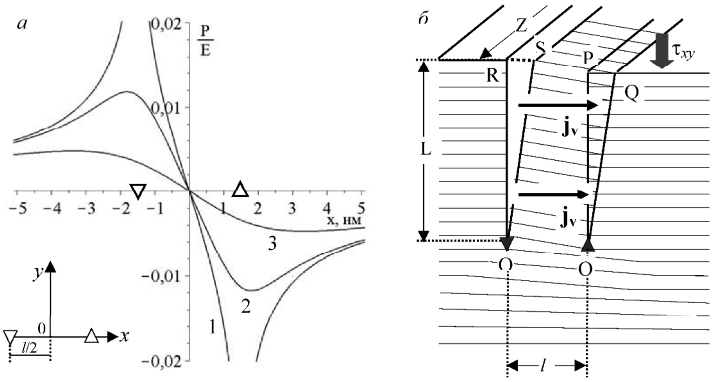


Рис. 1. а – изменение давления $P = (\sigma_{11}+\sigma_{22}+\sigma_{33})/3$ в направлении его максимального градиента в плоскости залегания диполя (кривая 1) и на расстояниях 1 нм (кривая 2) и 3 нм (кривая 3) от этой плоскости. б – схема переориентации кристаллической решетки диффузионными потоками точечных дефектов в процессе движения диполя частичных дисклинаций

В случае массопереноса потоками неравновесных вакансий при их концентрации $c_v \approx 10^{-4}$ для нанодиполей и локальных градиентов давления, представленных на рис. 1 а, проведены оценки ($\dot{\gamma}$ и $\dot{L}$) в зависимости от энергии активации миграции точечных дефектов и температуры деформации. Основными параметрами, определяющими скорость локального сдвига внутри нанополосы, являются энергия активации диффузии точечных дефектов (E_v^m) и температура деформации (таблица 1). Для вакансий при величине E_v^m = 0.6 эВ высокие значения $\dot{\gamma}$ и $\dot{L}$ достигаются при температуре деформации T = 473 К. В случае межузельных атомов при E_v^m = 0.1 эВ и T = 673 К скорость распространения фронта нанополосы достигает значений сравнимых со скоростью звука в металлах (рис. 2).

Таблица 1

Скорости локального сдвига ($\dot{\gamma}$) и движения точечных дефектов (V_ν) в зависимости от энергии активации миграции вакансий и температуры деформации.

E_ν^m, эВ	Межузельные атомы – 0,1			Вакансии – 0,6		
T, К	293	473	673	293	473	673
$\dot{\gamma}$, с$^{-1}$	3,8×10^{7}	1,3×10^{8}	2×10^{8}	0.12	600	3,5×10^{4}
V_ν, нм/с	1,9×10^{11}	6,6×10^{11}	10^{12}	600	3×10^{6}	1,5×10^{8}
$c_\nu \approx 10^{-4}$; $\partial P/\partial x \approx 15E$ мкм$^{-1}$.						

Приведенные выше значения скоростей квазивязкой моды деформации валяются оценочными и не учитывают ряд многих факторов и условий деформации. Среди них: увеличение концентрации неравновесных точечных дефектов, в частности, при их генерации ядрами движущихся дисклинаций; изменение относительного вклада парных вакансий; неравновесные границы нанозерен и частичные дисклинации как потенциальные источники точечных дефектов и т.д.

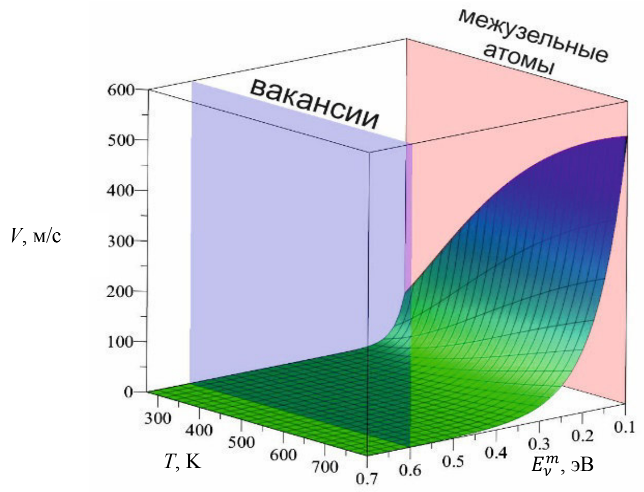


Рис. 2. Скорость квазивязкой моды деформации в зависимости от энергии активации миграции вакансий и температуры деформации

Заключение. Теоретические оценки скорости локального сдвига ($\dot{\gamma}$) и движения нанодиполя частичных дисклинаций ($\dot{L}$) в рамках квазивязкого механизма деформации демонстрируют, что в зависимости от энергии активации миграции точечных дефектов (вакансий, межузельных атомов) и температуры деформации указанные величины могут достигать высоких значений близких к скорости звука в металлах.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №17-19-01374).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Тюменцев А.Н. Структурные состояния с высокой кривизной кристаллической решетки в субмикрокристаллических и нанокристаллических металлических материалах / А.Н. Тюменцев, И.А. Дитенберг // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2011. – Т. 54, № 9. – С. 26–36.
2. Владимиров В. И. Дисклинации в кристаллах / В.И. Владимиров, А.Е. Романов //– Л.: наука, 1986. – 223 с.

РАСЧЕТ ПАРАМЕТРОВ ЭФФЕКТИВНОГО КОЛЕБАТЕЛЬНОГО ДИПОЛЬНОГО МОМЕНТА СОСТОЯНИЯ (001) НА ПРИМЕРЕ МОЛЕКУЛ $^{32}S^{16}O_2$ И $^{34}S^{16}O_2$

Сюй Тунгэ

Научный руководитель: д.ф.-м.н., профессор Улеников О.Н.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: abel.tongge@gmail.com

CALCULATION OF PARAMETERS OF AN EFFECTIVE VIBRATIONAL DIPOLE MOMENT OF STATE (001) ON THE TYPE OF $^{32}S^{16}O_2$ AND $^{34}S^{16}O_2$ MOLECULES

Xu Tongge

Scientific Supervisor: Prof. O.N. Ulenikov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin av., 30, 634050

E-mail: abel.tongge@gmail.com

Abstract*. The purpose of this article is to present a general theoretical treatment that can be used to set up the dipole moment operator into a form that is convenient to evaluate transition moment (000) to (001) on the type of* $^{32}S^{16}O_2$ *and* $^{34}S^{16}O_2$ *molecules. Symmetry considerations and method of effective Hamiltonians are used to give the most general form for the expansion of the transformed dipole moment for an* SO_2*-type molecule. As a result of this calculation, the first three constants involved in the expansion of the transformed transition moment operators have been obtained.*

Введение. В последние годы молекулярная спектроскопия с высоким разрешением все больше занимается изучением интенсивностей колебательно-вращательных линий. Это связано с необходимостью иметь наилучшие значения интенсивностей линий, чтобы извлечь максимум информации из экспериментов по дистанционному зондированию в области физики атмосферы и для интерпретации астрофизических данных и данных горения. Для получения надежных интенсивностей существуют два подхода, которые в некотором смысле дополняют друг друга. Первый подход заключается в экспериментальном измерении интенсивности, в котором используются все более и более сложные методы, такие как спектрометры с Фурье-преобразованием и диодными лазерами. Второй подход заключается в теоретическом расчете интенсивностей. В этом случае единственным способом решения проблемы станет использование различных приближений (приближение Борна-Оппенгеймера, метод эффективных гамильтонианов, учет свойств симметрии). Взятые отдельно, каждый подход редко может дать обширные и надежные результаты. Точное экспериментальное определение интенсивностей линий — это долгая и довольно трудная задача, которая дает точные результаты при правильном выполнении, хотя обычно ограничивается конечным числом линий. Напротив, из-за наличия компьютеров с большой мощностью, относительно легко генерировать расширенные наборы интенсивностей линий при наличии хорошей теоретической модели. Тем не менее, некоторые параметры модели, как правило, должны быть скорректированы, и в большинстве случаев это возможно только при наличии нескольких хороших и надёжно-подобранных экспериментальных данных. Интенсивности линий требуют расчета колебательно-вращательных матричных элементов оператора дипольного момента [1]. Перечисленные выше моменты позволяют говорить о важности и актуальности анализа спектров высокого разрешения молекулы $^{32}S^{16}O_2$ и $^{34}S^{16}O_2$, и извлечения из них высокоточной количественной информации.

Исходя из вышесказанного, была сформулирована следующая цель: Определение параметров эффективного колебательного дипольного момента состояния (001) на примере молекул $^{32}S^{16}O_2$ и $^{34}S^{16}O_2$.

Методы исследования. Для анализировать интенсивность линий, необходимо анализировать эффективный дипольный момент μ_z'. Известно, что оператор эффективного дипольного момента определяется из соотношения:

$$\mu_z' = G^+ \mu_z G = G^+ \left[\sum_\alpha k_{z\alpha} \left(\mu_\alpha^e + \sum_\lambda \mu_\alpha^\lambda q_\lambda + \sum_{\lambda,\nu \geq \lambda} \mu_\alpha^{\lambda\nu} q_\lambda q_\nu + \dots \right) \right] G, \tag{1}$$

В уравнении (1) μ_z — это z- компонента реального дипольного момента в пространственно-фиксированной системе координат. G – унитарный оператор; $k_{z\alpha}$ - элемент матрицы направляющих косинусов; $\mu_\alpha^e, \mu_\alpha^\lambda, \mu_\alpha^{\lambda\nu}$- параметры дипольного момента, q_λ, q_ν- нормальные координаты. Уравнение (1) может быть выражено как [2]:

$$\mu_z' = A_1 k_{zz} + A_2\{k_{zz}, J^2\} + \dots + A_8\{k_{zz}, J_{xz}^2\}, \tag{2}$$

поэтому оператор эффективного дипольного момента может быть представлен 8 параметрами. Поскольку другие операции с параметрами являются сложными и требуют приближения более высокого порядка, в этой статье вычисляются первый, четвертый и шестой параметры.

Уравнение (1) показывает, что для получения эффективного колебательного дипольного момента молекулы типа XY_2 требуется матрица *G* (унитарный оператор). Как известно [4], оператор *G* является функцией оператора *h*, который описывает поправки на ангармоничность. Гамильтониан системы при этом обычно выбирается в следующем виде [3]: $H = H_0 + h$, где H_0 – оператор, решение уравнения Шредингера с которым известно; *h* – малая добавка к оператору (возмущение) H_0. Для решения уравнения Шредингера с таким гамильтонианом также используют унитарное преобразование при операторе *G*, после которого собственные колебательно-вращательные волновые функции гамильтониана меняют на волновые функции эффективного гамильтониана [4]. После анализа малой добавки гамильтониана *h* имеет следующий вид [5]:

$$h = \frac{1}{2} \sum_{\alpha\beta} \mu_{\alpha\beta} (J_\alpha - G_\alpha)(J_\beta - G_\beta) \tag{3}$$

$$\sum_{\alpha\beta} \mu_{\alpha\beta} = \left(\mu^e{}_{\alpha\beta} + \sum_{\alpha\beta\lambda} \mu^\lambda{}_{\alpha\beta} q_\lambda + \sum_{\alpha\beta\lambda\mu} \mu^{\lambda\mu}{}_{\alpha\beta} q_\lambda q_\mu + \cdots \right) \tag{4}$$

Результаты. Ненулевой гамильтониан *h* для молекул типа XY_2 был получен с помощью теории симметрии для описания переходов между колебательными состояниями (000) и (001). Результаты разделены по порядку для последующих вычислений (таблица 1).

Таблица 1

Ненулевой гамильтониан h для молекул типа XY_2 для уровней энергии переходит от (000) к (001)

Порядок	h
$\varkappa^2$	$\frac{1}{2}[\sum_{\alpha=x,y,z} \mu^e{}_{\alpha\alpha}J_\alpha^2 - 2\mu^e{}_{yy}J_yG_y + \mu^e{}_{yy}G_y^2]$
$\varkappa^3$	$\frac{1}{2}[\sum_{\alpha=x,y,z}\sum_{\lambda=1,2} \mu^\lambda{}_{\alpha\alpha}q_\lambda J_\alpha^2 - \sum_{\lambda=1,2}\mu^\lambda{}_{yy}q_\lambda\left(2J_yG_y + G_y^2\right) + \mu_{xz}^3q_3(J_xJ_z + J_zJ_x)]$
$\varkappa^4$	$\frac{1}{2}[\sum_{\alpha=x,y,z}\sum_{\lambda\mu}\mu^{\lambda\mu}{}_{\alpha\alpha}q_\lambda q_\mu J_\alpha^2 - \sum_{\lambda\mu}\mu^{\lambda\mu}{}_{yy}q_\lambda q_\mu(2J_yG_y + G_y^2) + \sum_{\lambda\mu}\mu_{xz}^{\lambda\mu}q_\lambda q_\mu(J_xJ_z + J_zJ_x)]$

Подставляя эти ненулевые результаты в оператор G, а также учитывая уравнения (1) и (2) можно получить аналитические выражения для искомых коэффициентов A_1, A_4 и A_6 (таблица 2) в разложении эффективного колебательного дипольного момента для состояния (001) на примере молекул типа XY_2 ($^{32}S^{16}O_2$ и $^{34}S^{16}O_2$).

Таблица 2

Аналитический вид вращательных параметров молекул типа XY_2

Параметр	*Оператор*	*Теоретическое выражение*
A_1	k_{zz}	$\frac{1}{\sqrt{2}}\mu_z^3$
A_4	$\frac{1}{2}[\{k_{zx}, iJ_y\} - \{ik_{zy}, J_x\}]$	$\frac{\sqrt{2}}{2}B_y^e\left(\xi_{23}^y\frac{(\omega_2\omega_3)^{\frac{1}{2}}}{\omega_3^2-\omega_2^2}\mu_x^2 + \xi_{13}^y\frac{(\omega_1\omega_3)^{\frac{1}{2}}}{\omega_3^2-\omega_1^2}\mu_x^1\right) + \left(\frac{B_x^eB_y^eB_z^e}{\omega_3^3}\right)^{\frac{1}{2}}\mu_x^e$
A_6	$\frac{1}{2}[\{k_{zx}, iJ_y\} + \{ik_{zy}, J_x\}]$	$\frac{\sqrt{2}}{2}B_y^e\left(\xi_{23}^y\frac{(\omega_2\omega_3)^{\frac{1}{2}}}{\omega_3^2-\omega_2^2}\mu_x^2 + \xi_{13}^y\frac{(\omega_1\omega_3)^{\frac{1}{2}}}{\omega_3^2-\omega_1^2}\mu_x^1\right) - \left(\frac{B_x^eB_y^eB_z^e}{\omega_3^3}\right)^{\frac{1}{2}}\mu_x^e$

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Rao K.N. Molecular Spectroscopy (1985). Modern Research-Academic Press.
2. Flaud J. M. and Camy-Peyret C. (1975).: Vibration-Rotation Intensities in H_2O-Type Molecules Application to the 2 v_2, v_1, and v_3 Bands of $H_2{}^{16}O$. Journal Of Molecular Spectroscopy, 55, pp. 278-310.
3. Соколов А. А.,Тернов И.М., Жуковский В.Ч. : Квантовая механика. – Издательство. Наука, 1979. – 647 с.
4. Макушкин Ю. С., Улеников О. Н., Чеглоков А. Е. Симметрия и ее применение к задачам колебательно-вращательной спектроскопии молекул. Часть 1. – Томск: Издательство ТГУ, 1990. – 248 с.
5. O. N. Ulenikov et al.: “Expanded” local mode approach for XY_2 (C_{2v}) molecules.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ НА ДИСЛОКАЦИОННЫЕ ДЕФЕКТЫ В ЦИРОКОНИЕВОМ СПЛАВЕ Э110

Сюй Ханьюй

Научный руководитель: ассистент ОЭФ ИЯТШ ТПУ Ю.С. Бордулев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: 925419402@qq.com

STUDY OF TEMPERATURE EFFECT ON DISLOCATIONS IN ZR-1NB ALLOY

Xu Hanyu

Scientific supervisor: assistant Bordulev Yuriy

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: 925419402@qq.com

Abstract. *This paper describes an experiment to study deformation defects in Zr-1Nb alloy under thermal treatment. As a method of deformation the cold rolling was used. The Doppler broadening (DB) spectroscopy of positron annihilation line was used as a research method. As a result of this work, the dependence of the line-shape parameters of the DB spectra on the annealing temperature of the samples after deformation was determined.*

Введение. Сплавы на основе циркония широко используются для компонентов ядерных реакторов, таких как топливные оболочки, сетчатые распорки и направляющие трубы [1]. В ядерных реакторах типа ВВЭР ниобий-содержащий сплав Э110 (Zr-1Nb) используется в качестве материала для изготовления тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ) активной зоны. Топливный стержень выделяет много тепла во время использования, что повышает температуру окружающей среды (300-350 °C). В данных условиях эксплуатации, изделия из циркониевого материала подвергаются насыщению водородом как в результате паро-циркониевой реакции, так и при взаимодействии с газами внутри ТВЭЛа.

В ходе насыщения водородом циркониевого сплава происходят два параллельных процесса. Первый - образование гидрида циркония. Второй - это образование водород-индуцированных дефектов. Помимо создания новых дефектов, водород активно взаимодействует с уже имеющимися дефектами в материале. Концентрация дефекта будет также изменяться с повышением температуры топливного стержня. Состояние дефектной структуры определяет изменение физических свойств материала в процессе его эксплуатации. Таким образом, для решения задач прогнозирования и защиты от разрушения конструкционных материалов, необходимо иметь представление о развитии дефектной структуры в процессе насыщения водородом.

Электрон-позитронной аннигиляции (ЭПА) является хорошим методом обнаружения дефектов внутри металла. Этот метод является надежным, чувствительным и не повреждает металлы, поэтому он широко используется для обнаружения дефектов металла. Для эффективного применения данного методам для исследования таких сложных структур, как водород-индуцированные дефекты, необходимо иметь основные представления о параметрах позитронной аннигиляции в дефектах различного типа. В настоящее известны основные параметры позитронной аннигиляции в вакансиях и дислокациях циркония. Помимо этого, известно, как будут меняться данные параметры при взаимодействии водорода с дефектами вакансионного типа. Неисследованной до сих пор областью является изменение параметров аннигиляции позитронов в связанных дефектах типа «дислокация-водород».

Исходя из этого, целью данной работы является исследование влияния водорода на дислокационные дефекты в циркониевом сплаве. Соответственно, для достижения данной цели, нужно решить две задачи. Первая задача – исследование влияния температуры на дислокационные дефекты. Вторая задача - исследование влияние водорода на дислокационные дефекты. Решению первой задачи посвящена данная работа.

Материал и методика исследований. Исследуемые образцы были отшлифованы с целью удаления поверхностных загрязнений. Далее образцы были подвержены технологическому отжигу при температуре 580 °C в течение 3 часов. Операция этого этапа заключается в удалении дефектов внутри металла.

Следующим шагом является холодная прокатка металлического образца. Целью этого шага является создание высокой концентрации дислокаций в металлическом образце. Толщина образца до прокатки составляла 2,05 мм, после холодной прокатки - 1,96 мм, а коэффициент деформации составил 4,3%. Для исследования эволюции дефектной структуры в циркониевом сплаве в зависимости от отжига, был применен метод аннигиляции позитронов - измерение Доплеровского уширения аннигиляционной линии (ДУАЛ). Данный метод позволяет определить вклад валентных электронов и остовных электронов в процесс аннигиляции позитронов в металле.

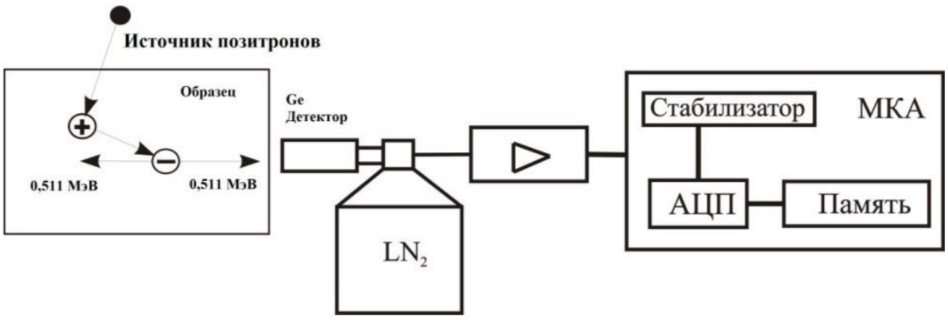


Рис.1. Система для измерения ДУАЛ [2]. LN2 – сосуд Дьюара с жидким азотом, АЦП – аналого-цифровой преобразователь, МКА –многоканальный анализатор

При обработке спектров ДУАЛ, внимание уделяется параметрам формы спектров. Параметр S в основном отражает аннигиляцию позитронов и электронов которые имеют низкую энергию (валентных электронов). При увеличении концентрации дефектов, параметр S также увеличивается. Параметр W в основном отражает аннигиляцию позитронов и электронов с высокой кинетической энергией (остовных электронов). При увеличении концентрации дефектов параметр W уменьшается.

Между измерениями образцы были отожжены при температурах в диапазоне 100 – 350 °C в течение 4 часов с шагом в 50 °C. Между процедурами отжигами, образцы были исследованы методом ДУАЛ.

Результаты исследований. Зависимость параметров формы спектров ДУАЛ от температуры представлена на рисунке 2.

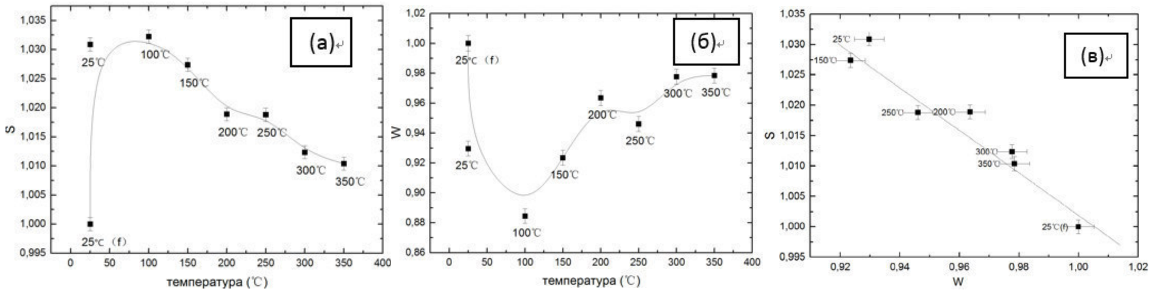


Рис.2 .(а) Изображение параметра S с температурой T (б) Изображение параметра W с температурой T (в) Изображение параметра S с параметрой W(f-это металл без дефектов)

По мере увеличения температуры параметр S уменьшается, в то время как параметр W растет. Уменьшение параметра S указывает на уменьшение концентрации свободных электронов, а увеличение параметра W указывает на увеличение концентрации остовных электронов. Это явление иллюстрирует снижение плотности дислокаций в циркониевых сплавах, поскольку дислокации являются дефектом, обладающим свободным объемом. Из Рисунка 2 (в) видно, что зависимость S-параметра от W-параметра имеет линейный характер. Это свидетельствует о том, что в сплаве только имеется только один тип дефектов, который не меняется при отжиге.

Заключение. В ходе проведенного исследования была изучена эволюция дислокационных дефектов в циркониевом сплаве Э110 при отжиге. В результате было показано что:

1) с повышением температуры концентрация дислокаций постепенно уменьшается;

2) после отжига при разных температурах в материале остается только один тип дефектов;

3) после отжига при 350 °C в сплаве сохраняется определенная концентрация дислокаций.

В ввиду того, что при температуре отжига 300-350 °C дислокационные дефекты все еще присутствуют в материале, а также данная температура достаточна для дальнейшего насыщения водородом из газовой фазы, это делает возможным дальнейший эксперимент по насыщению водородом деформированных образов и исследование влияния водорода на дислокационные дефекты в сплавах циркония.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. V. Novikov1, V. Markelov1, A. Gusev1, A. Malgin1, A. Kabanov1, Yu. Pimenov. Some Results on the Properties Investigations of Zirconium Alloys for WWER-1000 Fuel Cladding// NUCLEAR FUEL CYCLE AND FUEL MATERIALS (S11) – 2011. – № 26. – Vol.43. – pp.459-467.
2. Krause-Rehberg R., Leipner H. S. Positron annihilation in semiconductors: defect studies. – Berlin, Heidelberg ,New York.: Springer – Verlag, 1999. – pp. 20.

ИЗМЕРЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ДИСЛОКАЦИИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ВТ1-0 С РАЗЛИЧНЫМ СОДЕРЖАНИЕМ ВОДОРОДА МЕТОДОМ XRD

Сюй Шупэн, В.В. Ларионов
Научный руководитель: профессор В.В. Ларионов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: isxusp@qq.com

MEASURMENT THE DISLOCATION DENSITY OF TITANIUM ALLOYS VT1-0 WITH DIFFERENT CONTENT OF HYDROGEN BY METHOD XRD

Xu Shupeng, V.V. Larionov
Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.V. Larionov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Lenin str., 30, 634050
E-mail: isxusp@qq.com

Abstract. *In this study, we obtain dislocation density distributions. Measured the titanium alloy VT1-0 with different hydrogen concentrations by X-Ray diffraction. Hydrogenated by Sieverts's method. At the same time, measured the grain size of the titanium alloy with the hydrogen content 520ppm and 870ppm. The resistivity is measured by the four-probe method at the temperature 278K. After hydrogenation, the grain size of titanium disturbed in 30-130μm, the ratio reaches 0.96. The dislocation density obtained from the result of the XRD half-length of the Gaussian approximation curve. The result of dislocation density* 10^{13}*-*10^{14} m^{-2}*. To calculate the dislocation density by X-ray diffraction, we have the Ayers method [***Ошибка! Источник ссылки не найден.***] and the Kharkov method. Here we discussed these methods. For titanium VT1-0 in different hydrogen concentrations, we get the effect of hydrogen in titanium on the microstructure.*

Введение. Наиболее известными способами контроля наличия водорода и других газов в металлах являются методы измерения микротвёрдости, рентгеноструктурного и фотометрического анализа. Эти способы носят лабораторный характер, их использование затруднительно для массового производственного контроля и неэффективно для обнаружения локальных газонасыщенных участков. Данная работа касается разработки методики исследования наводороживания титана с применением рентгеноструктурного анализа (XRD). Известно, что при газонасыщении изменяется структура металлов [1, 2]. Среди всевозможных примесей внедрения особое место занимает водород. Водород перераспределяется в объеме материала так, что образуются его скопления и увеличивается вероятность выделения гидридов и образования пор и трещин. Для расчетов плотности дефектов N_d обычно используют модель полуширины дифракционной линии. Целью работы является разработка метода расчета плотности дефектов наводороженного титана.

Материалы и методы исследования. Для исследования применяли титан ВТ1-0, который имел следующий состав [%wt.]: 0.18Fe; 0.1Si; 0.07C; 0.12O; 0.01H; 0.04N. Наводороживание осуществлялось по методу Сивертса [3]. Плотность дислокаций в титане определяли по уширению рентгеновских линий с помощью дифрактометра Shimadzu XRD-6000 в излучении Cu-Kα. Анализ фазового состава проведен с использованием баз данных PCPDFWIN и PDF-4+ и программы полно профильного анализа POWDER CELL 2.5.

Экспериментальные результаты и их обсуждение. Дислокации увеличивают ширину кривой XRD на уровне половинной амплитуды (FWHM) по трем причинам: а) дислокация вводит вращение узла кристаллической решетки; б) дислокация увеличивает деформацию решетки; в) в сильном поврежденном кристалле дислокации могут образовывать подобие стенок между небольшими поликристаллами, что приводит к увеличению размера кристалла. Анализ уширения рентгеновских линий может быть использован как метод для расчета плотности дислокации. В данной работе расчет плотности дислокаций N_d проведен по формуле [4]:

$$N_d = \frac{\pi(\beta_{adj}(hkl))^2 ctg^2\theta_{hkl}}{16b_{hkl}^2},\ m^{-2}$$

где β - уширение линий рентгеновских спектра, Θ – угол, соответствующий максимуму рентгеновской линии, *b* - вектор Бюргерса. Пример искажения дифракционного спектра ВТ1-0 дан на рис.1.

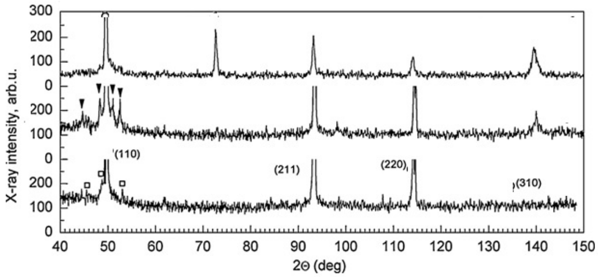


Рис. 1. Пример дифракционного спектра наводороженного образца титана ВТ1-0

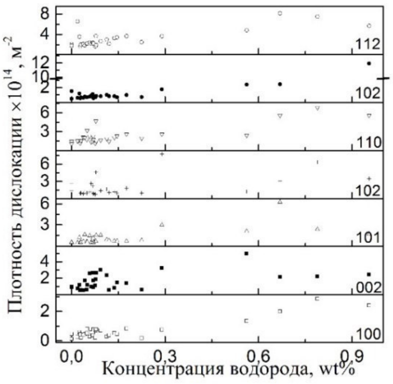


Рис. 2. Зависимость плотности дислокации от концентрации водорода для разных направлений

Нам нужно подумать разделение двойного линий. Описаны по этом функции $\Delta\theta$ град $= tg\theta \cdot (\Delta\lambda / \lambda) \cdot (180 / \pi)$. Гауссовое распределение было применено к пику, поскольку было бы лучше достигнуто. На рис. 1 видно, что происходит расщепление пика, что связано с сильной деформацией кристалла. Когда наблюдались плечо или разделение на пике кривой качания, многочисленные пики были прикреплены к указанной кривой, и определялись полуширину (FWHM) для каждого такого фитинга. Далее, усредненные значения для всех этих полуширин были использованы для последующего анализа плотности дислокаций. На рисунке 2 показаны результаты расчета величин плотности дислокации после обработки дифракционных спектров большого числа образцов. При повышении концентрации водорода, плотность дислокации увеличивается по разным направлениям. Величины плотности дислокации для наводороженного титана находится в диапазоне 10^{13}-10^{14} $м^{-2}$. Для сравнения приведены результаты расчета плотности дислокации, полученные из анализа рентгеновской кривой качания [6]. Плотность дислокации в этом случае находится в диапазоне (1,28-8,4)10^{13} $м^{-2}$. Таким образом наблюдается хорошее согласие двух независимых методов расчета. Источники уширения линий приводят к различным относительным величинам по откликам и вращения и деформации. Таким образом, согласие между двумя расчетами использовано для исключения погрешностей метода определения величин плотности дислокаций. Из теории длины ячеек Кулман -Вилсдорфа [6], которые не зависит от любой конкретной модели дислокаций, вытекает, что гетерогенные распределения дислокаций не приводят к стадии упрочнения. Для области легкого скольжения взаимодействие между дислокациями мало и обнаруживает лишь незначительное количество деформационного упрочнения. Плотность дислокации обычно увеличивается с концентрацией водорода и становится равномерной по всему образцу и равной $\geq 10^{14} м^{-2}$ [7]. Дополнительным усложнением этого анализа является то, что плотность дислокаций может изменяться с увеличением координаты расположения дефектов по толщине образца. Это связано с диффузионными процессами и перестройкой структуры материала при его насыщении водородом.

Заключения и выводы. Определены величины плотности дислокаций и характер их распределения из анализа уширения линий дифрактограмм. В практическом плане это позволяет определить концентрацию водорода в титане. Наблюдалось увеличение плотности дислокации в разных направлениях по кристаллу образца при увеличении концентрации водорода.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ayers, J. E. (1994). The measurement of threading dislocation densities in semiconductor crystals by X-ray diffraction. Journal of Crystal Growth, 135(1-2), 71-77.
2. Гельд П. В., Рябов Р. А., Кодес Е. С. Водород и несовершенства структуры металла //Металлургия. – 1979. – Т. 221.
3. Larionov, V., Xu, S., & Syrtanov, M. (2016, October). Measurements of hydrogenated titanium by electric methods. In AIP Conference Proceedings (Vol. 1772, No. 1, p. 040005). AIP Publishing.
4. Volokitina, T. L., Laptev, R. S., Kudiiarov, V. N., Gvozdyakov, D. V., & Babihina, M. N. (2016). Investigation of hydrogen sorption-desorption processes at gas-phase hydrogenation and defects formation in titanium by means of electron-positron annihilation techniques. In Defect and Diffusion Forum (Vol. 373, pp. 317-323). Trans Tech Publications.
5. Krivoglaz, M. A. (2012). X-ray and neutron diffraction in nonideal crystals.
6. Patterson, E. A., Major, M., Donner, W., Durst, K., Webber, K. G., & Rödel, J. (2016). Temperature□dependent deformation and dislocation density in SrTiO3 (001) single crystals. Journal of the American Ceramic Society, 99(10), 3411-3420.
7. Kuhlmann-Wilsdorf, D. (1987). LEDS: Properties and effects of low energy dislocation structures. Materials Science and Engineering, 86, 53-66.
8. Hertzberg, R. W. (1997). Deformation and fracture mechanics of engineering materials. JOURNAL OF MATERIALS EDUCATION, 19, 227-232.

ИССЛЕДОВАНИЕ МОЛЕКУЛЫ C_2H_4 МЕТОДАМИ СПЕКТРОСКОПИИ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

ТяньИфань
Научный руководитель: к.ф.-м.н., ассистент Ю.С.Аслаповская
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail:yifantian1@gmail.com

THE STUDY OF THE MOLECULE C_2H_4 METHODS OF HIGH-RESOLUTION SPECTROSCOPY

TianYifan
Scientific Supervisors: Ph.D., Teaching Assistant Yu.S. Aslapovskaya
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin av., 30, 634050
E-mail: yifantian1@gmail.com

Abstract. *We report here the results of high accurate, analysis of the ethylene molecule in the region of 1800 – 2000 cm*$^{-1}$*. More than 1044 transitions belonging to the* $\nu_7+\nu_8$ *band were assigned in the experimental spectrum with the maximum values of quantum numbers* J^{max}/K_a^{max} *, equal to 40/14,respectively.The inverse spectroscopic problem was solved using these transition energy and the Hamiltonian parameters was gotten.*

Введение. Актуальность работы заключается в том, что посредством исследования колебательно – вращательных спектров можно изучать строение и свойства молекул. С помощью анализа спектров можно получить большое количество информации, необходимой в различных разделах физики, химии, астрофизики и т.д. Например, изучая спектры, можно непосредственно определить отдельные уровни энергии молекулы. Причём, из спектра можно узнать конкретные особенности движения электронов в молекуле, вращательных и колебательных движений ядер. Из вышесказанного следует, что спектры являются очень точным инструментом для определения наиболее важных характеристик молекул [1].

Молекулярная колебательно-вращательная спектроскопия высокого разрешения играет ключевую роль в понимании структуры материи и развитии квантовой механики. В настоящее время достижения молекулярной спектроскопии имеют большое значение для астрофизики, плазменной и лазерной физики. Быстрое развитие колебательно-вращательной спектроскопии оказывает значительное влияние на исследования в экологии, химии и астрофизики, а в особенности на технологию электронной и лазерной спектроскопии.

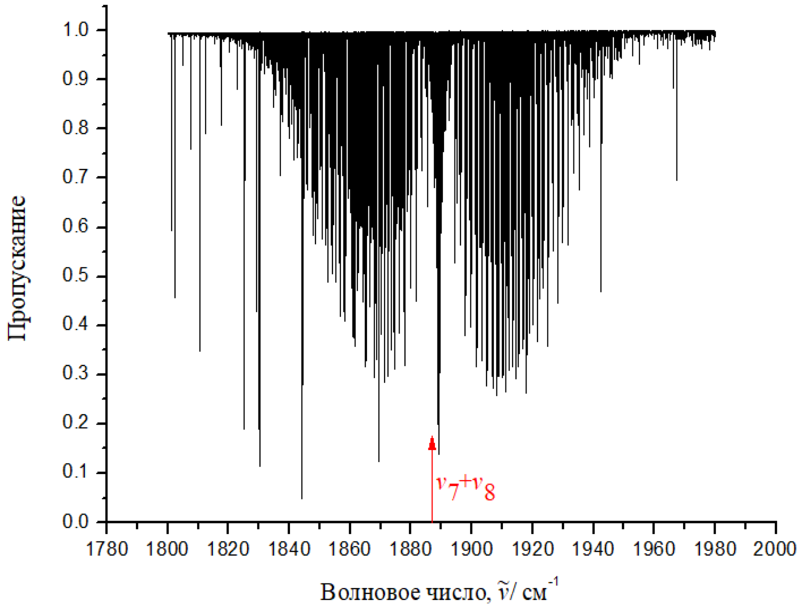


Рис. 1. Спектр высокого разрешения молекулы C_2H_4 в районе полосы $\nu_7+\nu_8$

В этой работе рассматриваются результаты исследования молекулы этилена(C_2H_4).Для анализа полученных из эксперимента данных о данной молекуле, была использована модель колебательно вращательного эффективного гамильтониана, которая получена на основе использования свойств симметрии молекулы и с использованием теории неприводимых тензорных операторов. Данная модель гамильтониана учитывает наличие резонансных взаимодействий [2]:

$$H^{vib.-rot.} = \sum_{\nu,\tilde{\nu}}^{2} |\nu\rangle\langle\tilde{\nu}| H^{\nu\tilde{\nu}},$$

где суммирование ведется по всем колебательным состояниям, а параметр - $H^{\nu\tilde{\nu}}$ представлен в следующем виде:

$$H^{\nu,\tilde{\nu}.} = E^{\nu} + \left[A^{\nu} - \frac{1}{2}\left(B^{\nu} + C^{\nu}\right)\right]J_z^2 + \frac{1}{2}\left(B^{\nu} + C^{\nu}\right)J^2 +$$
$$+ \frac{1}{2}\left(B^{\nu} - C^{\nu}\right)J_{xy}^2 - \Delta_K^{\nu} J_z^4 - \Delta_{Jk}^{\nu} J_z^4 J^2 - \Delta_J^{\nu} J^4 -$$
$$- \delta_K^{\nu}\left[J_z^2, J_{xy}^2\right] - 2\delta_J^{\nu} J^2 J_{xy}^2 + \ldots$$

где $J_{xy}^2 = J_x^2 - J_y^2$ и $[\mathrm{A}, \mathrm{B}]_+ = AB + BA$.

Метод исследования. В современных научных экспериментальных исследованиях мы часто используем метод комбинационных разностей для определения энергетических уровней молекулярных колебательных состояний. Суть этого метода состоит в том, что мы рассматриваем уровни вращательной энергии основного колебательного состояния и уровень возбужденного колебательного состояния. Всегда есть переходы от нескольких вращательных уровней основного колебательного состояния на вращательный уровень возбужденного колебательного состояния. Если известна точная вращательная структура основного колебательного состояния (положение линии), то возможно определить уровни вращательной энергии возбужденного колебательного состояния.

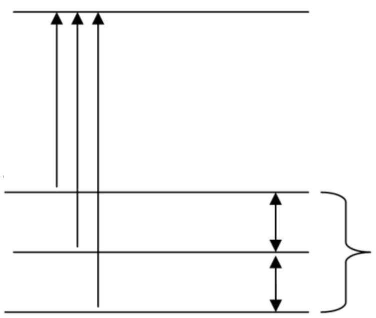


Рис. 2 Переход с вращательных уровней основного колебательного состояния на один из вращательных уровней возбужденного состояния

Результаты. В ходе выполнения научной работы был осуществлен анализ тонкой структуры экспериментально зарегистрированного спектра молекулы C_2H_4 в районе полосы v_7+v_8. Анализ спектра проводился методом комбинационных разностей. В результате проведенного исследования получена новая информация для полосы v_7+v_8 о порядка 1150 переходах с максимальным значением квантовых чисел J=40 и K_a=14. Полученные результаты позволили определить около 900 значений верхних уровней энергии.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-02-00819 А.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Банкер А. Симметрия молекул и молекулярная спектроскопия. –Москва: Мир, 1981. – 451 с.
2. Папусек А.В. , Алиев М.Р. Применение теории молекулярных колебательных вращательных спектров. - Амстердам: Elsevier, 1982. - 324с..

ВЛИЯНИЕ ОГНЕЗАЩИТНЫХ СОСТАВОВ НА ВОСПЛАМЕНЕНИЕ ДРЕВЕСИНЫ В РЕЗУЛЬТАТЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ГОРЯЩИХ ЧАСТИЦ

В.А. Тараканова, Д.П. Касымов А.Ю. Чечеков
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. Д.П. Касымов
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина,36, 634050
E-mail: veronika.tarakanova@mail.ru

THE EFFECT OF FIRE RETARDANTS ON THE FLAMMABILITY OF WOOD UNDER THE INFLUENCE OF FIREBRAND GENERATION

V.A. Tarakanova, D.P. Kasymov A.Y. Chechekov
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: veronika.tarakanova@mail.ru

Abstract. *The paper describes the study of the ignition of wood samples treated with a flame retardant in the presence of firebrand generation under the laboratory conditions, and to obtain data on fire resistance of wood samples exposed to heat. The charring depth of the wood samples was determined depending on the type of wood, as well as on the type of the fire retardant used. The experimental results show that fire retardants significantly increase the protective properties of wood exposed to firebrands.*

Введение. В настоящее время имеется потребность в экспериментально проверенной информации, как тлеющие частицы, которые образуются во фронте пожара, воспламеняют постройки в случае пожаров на природно-урбанизированной территории, являясь также источниками городских пожаров [1-2].

В данной работе представлены результаты исследований в лабораторных условиях по зажиганию образцов древесины в результате воздействия горящих частиц естественного происхождения, а также получение данных поведения и огнестойкости образцов древесины при обработке огнезащитными составами.

Методика проведения эксперимента. Для исследования вероятности воспламенения древесины, а также поведения огнезащитных составов при воздействии горящих частиц была модернизирована установка, позволяющая проводить исследования по зажиганию горящими частицами напочвенного покрова [3]. Схема установки представлена на рис.1.

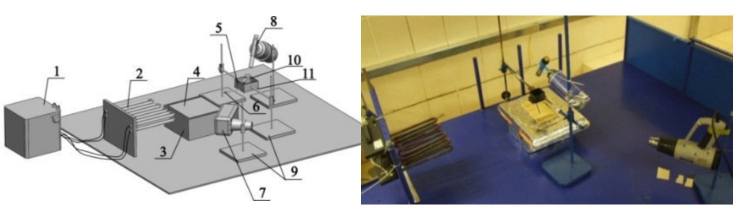


Рис. 1. Схема и фотография экспериментальной установки: 1 – латр; 2 – нагревательный элемент; 3 – поддон; 4 – образец древесины; 5 – кювета; 6 –стопор; 7 – строительный фен; 8 – горелка; 9 – штативы; 10 – образцы частиц; 11 – скоба

Рассматривались три вида огнебиозащитного состава для древесины: огнезащитная пропитка для древесины «Pirilax-Classic», средство защитное для древесины «СЕНЕЖ ОГНЕБИО ПРОФ» и огнезащитный состав «МИГ-09». В качестве технологии пропитки использовался метод поверхностной обработки образца огнезащитным составом, обеспечивающий II группу огнезащитной стойкости. В качестве древесины рассматривалась сосна и ель с размерами (0,23×0,095×0,022) ± 0,002 м. Частицы представляют собой веточки сосны диаметром (2÷4, 4÷6, 6÷8 мм) и длиной 10, 20, 40 и 60 мм. Древесина предварительно высушивалась до абсолютно сухого состояния.

Представленная в работе схема проведения огневых испытаний позволила экспериментально оценить влияние различного количества частиц на вероятность воспламенения предварительно нагретых образцов древесины при наличии, а также в отсутствии воздушного потока. В работах [4-5] подробно описана методика эксперимента, условия розжига частиц, а также измерительное оборудование.

Образец древесины предварительно нагревали до $200 - 220$ °C в течение 4 минут. Тем самым моделировались условия, когда деревянное строение подвергается воздействию теплового потока от надвигающегося фронта лесного пожара [4,5].

Результаты. Следует отметить, что в отсутствии ветра воспламенение образцов древесины не наблюдалось во всем диапазоне размеров и количества горящих частиц.

На рис. 2, в частности, представлены графики вероятности воспламенения образцов древесины в зависимости от размера тлеющих веточек сосны и их количества, а также скорости ветра.

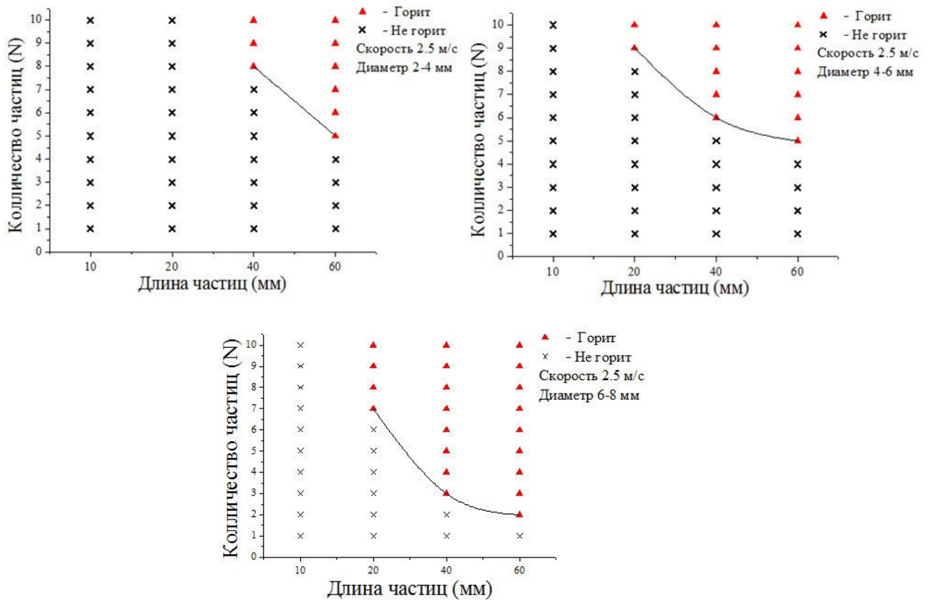


Рис. 2. Зависимость воспламенения образцов древесины от длины, диаметра и количества тлеющих веточек сосны при скорости воздушного потока 2.5 м/с

Анализ графиков показывает, что с ростом скорости ветра вероятность воспламенения образцов древесины частицами одного и того же размера растет. Например, при увеличении скорости ветра с 1 до 2.5 м/с минимальное количество частиц размером L = 60 мм и d = 6÷8, достаточных для воспламенения древесины, уменьшается с 9 до 2 соответственно. Также на процесс воспламенения древесины влияет количество частиц.

На рис. 3. в качестве примера, приведены результаты эксперимента по оценке воспламенения образца древесины, обработанной огнезащитным составом «Pirilax-Classic».

Рис. 3. Образцы древесины после воздействия группы горящих частиц

Результаты проведенных экспериментов показывают, что наличие огнезащитной пропитки на поверхности материала, увеличивает время зажигания образца, но не исключает возможности появления пламени на поверхности. Это может быть обусловлено образованием на поверхности карбонизированного слоя, кокса, препятствующего быстрому прогреву образца. При выбранных параметрах эксперимента образцы древесины, обработанные огнезащитными составами, оказались преимущественно невосприимчивыми к воздействию тлеющих частиц вне зависимости от сорта древесины.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 18-79-00232).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chandler C., Cheney P., Thomas P., Trabaud L., Williams D. Forest fire behavior and effects (Fire in Forestry) // New York: John Wiley and Sons, 1983. V. 1. 450 p.
2. Гришин А. М. Общая физико-математическая модель зажигания и горения древесины // Вестник Томского государственного университета. Математика и механика. 2010. № 2. С. 60–70. URL: http://vital.lib.tsu.ru/vital/access/manager/Repository/vtls:000461276.
3. Filkov A., Zima V., Kasymov D., Matvienko O. Experimental investigation of surface litter ignition by bark firebrands // AIP Conference Proceedings 1698, 060004 (2016); https://doi.org/10.1063/1.4937859.
4. Kasymov D. P., Filkov A. I., Baydarov D. A., Sharypov O. V. Interaction of smoldering branches and pine bark firebrands with fuel bed at different ambient conditions // Proc. SPIE 10035, 22nd International Symposium on Atmospheric and Ocean Optics: Atmospheric Physics, 100356H (2016); doi: 10.1117/12.2249083.
5. Kasymov D. P., Agafontsev M. V., Perminov V. V., V. Tarakanova A. Studying the resistance to fire of wood under the different type of thermal impact while forest fires // Proc. SPIE 10833, 24th International Symposium on Atmospheric and Ocean Optics: Atmospheric Physics, 1083356 (2018); doi: 10.1117/12.2504454.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СТАРЕНИЯ В МАРТЕНСИТЕ ПОД НАГРУЗКОЙ НА РАЗВИТИЕ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В МОНОКРИСТАЛЛАХ СПЛАВА $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_{6}$ (ат. %)

А.Б. Тохметова, Н.Г. Ларченкова, А.И. Тагильцев
Научные руководители: доцент, д. ф.-м. н. Е.Ю. Панченко; профессор, д. ф.-м. н. Ю.И. Чумляков
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: aida-tx@mail.ru

STUDY OF THE EFFECT OF STRESS-INDUCED MARTENSITE AGEING ON THE MARTENSITIC TRANSFORMATIONS IN $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_{6}$ SINGLE CRYSTALS

A.B. Tokhmetova, N.G. Larchenkova, A.I. Tagiltsev
Scientific Supervisor: Dr. Sci., docent, E.Yu. Panchenko; Dr.Sci., prof., Y.I. Chumlyakov
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: aida-tx@mail.ru

Abstract. *The effect of stress-induced martensite ageing (SIM-ageing) on martensitic transformations in [001]-oriented $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_{6}$ (at. %) single crystals with B2- and $L2_1$-structure of austenite was studied in present work. It is shown, that the most effective regime for SIM-ageing in B2-crystals is T = 373 K, 1 h, 300 MPa which results in the appearance of two-way shape memory effect (TWSME) up to ε = 7,0 % and the low stress level for martensite reorientation σ = 8,5 MPa. Crystals with $L2_1$ structure of austenite were obtained by ageing at T = 573, 8 h and after SIM-ageing are characterized by TWSME of ε = 4,0 % and the stress level for martensite reorientation of σ = 20,0 MPa which is in 2 times higher, than in B2-crystals.*

Введение. С конца XX века большое внимание исследователей направлено на изучение ферромагнитных сплавов Гейслера с термоупругими мартенситными превращениями (МП), которые можно получить путем изменения температуры, при приложении нагрузки и магнитного поля. Монокристаллы сплава на основе NiFeGa(Co) – перспективные ферромагнитные материалы с термоупругими МП, в которых обратимая деформация при проявлении таких эффектов как эффект памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ) при сжатии составляет ε = 6,25 %, при растяжении ε = 12,5 % [1]. Большой интерес с практической точки зрения представляет наведение двустороннего эффекта памяти формы (ДЭПФ), при котором наблюдается обратимая деформация при охлаждении/нагреве без приложения внешних напряжений. Как известно, ДЭПФ можно получить в монокристаллах $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_{6}$ с помощью, во-первых, термоциклирования через интервал МП [2]. Во-вторых, за счет механических тренировок нагрузка/разгрузка при постоянной температуре [3]. В-третьих, при помощи старения в мартенситном состоянии под нагрузкой (СМН) [4], которое заключается в выдержке монокристалла определенное время в мартенситном состоянии под действием сжимающей нагрузки. Однако систематических исследований СМН и его влияния на функциональные свойства ферромагнитных монокристаллов $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_{6}$ при исследовании ДЭПФ проведено не было. Поэтому целью данной работы является проведение СМН в B2- и $L2_1$-кристаллах сплава $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_{6}$ в, и исследование его влияния на развитие МП в циклах охлаждение/нагрев в свободном состоянии и под действием внешней постоянной нагрузки.

Экспериментальная часть. Для исследования выбраны монокристаллы сплава $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$, выращенные методом Бриджмена в атмосфере инертного газа. На рентгеновском дифрактометре «Дрон-3» с использованием FeK_α-излучения была определена ориентация образцов на сжатие размером 3×3×6 мм^3. Для СМН выбрана [110]-ориентация. СМН вдоль данной ориентации приводит к наведению внутренних растягивающих полей напряжений вдоль перпендикулярного [001]-направления. Поэтому для исследования МП [001]-ориентация выбрана благодаря: 1) большим обратимым деформациям при растяжении с учетом раздвойникования (ε_{detw} = 6,2 %) ε_{tr} = 12,5 %; 2) высоким прочностным свойствам аустенита и мартенсита. Исследования проводились в двух состояниях: закалка образцов от T = 1448 K, 1 ч – B2-кристаллы; закалка образцов от T = 1448 K, 1 ч + выдержка при T = 573 K, 8 ч с медленным охлаждением в воздухе – $L2_1$-кристаллы. Режим СМН подобран в соответствии с видом кривых СЭ. Для B2-кристаллов СМН проводилось при T = 373 K выдержкой 1 час заданной деформацией $\varepsilon_{зад}$ = 7,0 %, напряжения, при которых проведено СМН достигают 300 МПа. В $L2_1$-кристаллах выдержка осуществлялась при T = 398 K, 1 час $\varepsilon_{зад}$ = 14,5 % и напряжения СМН составляют 720 МПа. Образцы перед испытанием шлифовали и электролитически полировали. Механические испытания по старению в мартенсите проводились на установке «Instron 5969». Наблюдения ДЭПФ и ЭПФ осуществлялись на установке «ИМРС-1», погрешность измерения деформации которой не превышает ± 0,3 %.

Результаты. При СМН происходит перераспределение точечных дефектов и атомов разного сорта в соответствии с симметрией мартенсита. Это приводит к стабилизации ориентированного варианта мартенсита и наблюдению ДЭПФ [5]. На рисунке 1 а, б представлены кривые ε(T), полученные после СМН, которые демонстрируют ДЭПФ при минимальных напряжениях и ЭПФ при увеличении внешних приложенных напряжений вдоль [001]-направления до 15 МПа в B2-кристаллах и до 30 МПа в $L2_1$-кристаллах. В B2-кристаллах СМН приводит к наблюдению обратимой деформации ДЭПФ величиной ε = 7,0 % с термическим гистерезисом ΔT = 57 K. Деформация образца проходит в очень узком интервале температур Δ_1 = 16 K, Δ_2 = 13 K ($\Delta_1 = M_s - M_f$, $\Delta_2 = A_f - A_s$). С ростом внешних сжимающих напряжений вдоль [001]-направления до |σ| = 10,0 МПа обратимая деформация меняет знак на противоположный (рис. 1 а). Деформация становится равной 0 при |σ| ~ 8,5 МПа. Это означает, что приложенные напряжения становятся сравнимы с внутренними напряжениями монокристалла. В $L2_1$-кристаллах после СМН величина ДЭПФ достигает ε = 4,0 %, ΔT равен 38 K и наблюдаются более широкие температурные интервалы МП – Δ_1 = 47 K, Δ_2 = 49 K, по сравнению с B2-кристаллами (рис. 1 б). С ростом внешних противодействующих напряжений до 15,0 МПа в $L2_1$-кристаллах величина обратимой деформации уменьшается до 1,0 %, меняет знак и становится равной 0 при увеличении напряжений до 20,0 МПа. Предполагается, что причиной менее эффективного СМН для наведения ДЭПФ в $L2_1$-кристаллах является: 1) низкотемпературный отжиг, который способствует уменьшению плотности точечных дефектов по сравнению с B2-кристаллами; 2) различная структура мартенсита, т. е. при СМН происходит стабилизация $L1_0$-мартенсита, а в циклах охлаждение/нагрев формируется 10M/14M слоистый модулированный мартенсит; 3) возможно выделение дисперсных частиц γ’-фазы при выдержке, что требует более подробного электронно-микроскопического исследования.

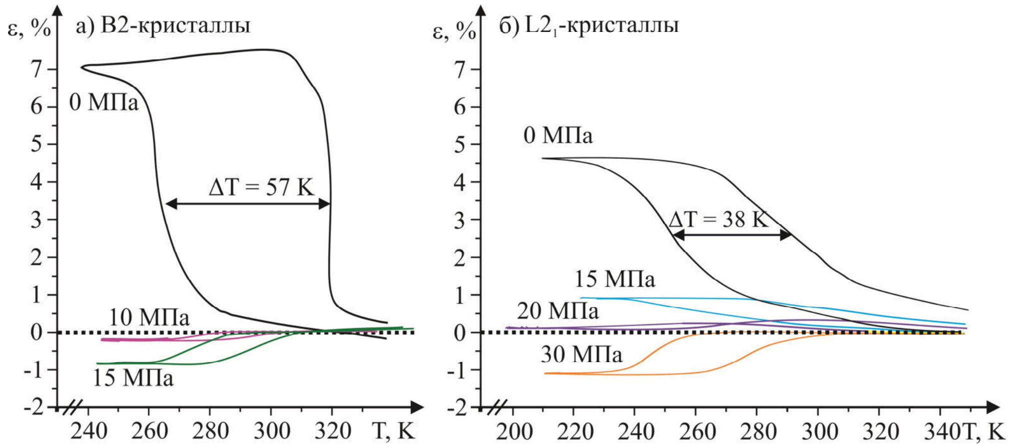


Рис. 1. Кривые зависимости ε(T) для монокристаллов $Ni_{49}Fe_{18}Ga_{27}Co_6$, ориентированные вдоль [001]-направления: а) B2-кристаллы; б) $L2_1$-кристаллы

Заключение. Экспериментально показано, что после СМН функциональные свойства определяются исходной микроструктурой аустенитной фазы монокристаллов. В B2-кристаллах СМН (при T = 373 K, 1 ч с $\varepsilon_{зад}$ = 7,0 %) приводит к наблюдению ДЭПФ величиной ε = 7,0 %, с термическим гистерезисом ΔT = 57 K и с узкими интервалами температур МП до 16 K. В $L2_1$-кристаллах СМН приводит к наблюдению ДЭПФ величиной ε = 4,0 % и наблюдаются широкие температурные интервалы МП до 49 K с термическим гистерезисом ΔT = 38 K. Также показано, что для $L2_1$-кристаллов напряжения, необходимые для переориентации мартенситных вариантов больше на 11,5 МПа, чем в закаленных монокристаллах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sutou Y., Kamiya N., Omori T., Kainuma R., Ishida K. Stress-strain characteristics in Ni-Ga-Fe Ferromagnetic Shape Memory Alloys / Appl. Phys. Lett. – 2004. – V.84.– pp. 1275–1277.
2. E.E. Timofeeva, E.Yu. Panchenko, Yu.I. Chumlyakov, N.G. Vetoshkina, H.J. Maier. One-way and two-way shape memory effect in ferromagnetic NiFeGaCo single crystals // Mater. Sci. Eng., A. – 2015. – V. 460. – pp. 465–470.
3. Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И., Тимофеева Е.Е., Казанцева Л.П., Maier H.J. Ориентационная зависимость высокотемпературной сверхэластичности в ферромагнитных монокристаллах Ni-Fe-Ga // «Деформация и разрушение материалов». – 2010. – № 2. – С. 22 – 29.
4. Otsuka K., Ren X. Mechanism of martensite aging effects and new aspects // Mater. Sci. Eng., A. – 2001. – V. 312. – pp. 207–218.
5. Niendorf T., KrooB P., Somsen Ch., Eggeler G., Chumlyakov Yu. I., Maier H. J. Martensite aging – avenue to new high temperature shape memory alloys // Acta Mater. – 2015. – V. 89. – pp. 298–304.

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, МИКРОСТРУКТУРА И МИКРОТВЕРДОСТЬ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ Х23АГ17, СОСТАРЕННОЙ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 600°С и 700°С

И.А. Тумбусова, А.С. Михно
Научные руководители: доцент, д.ф.-м.н. Е.Г. Астафурова, к.ф.-м.н Г.Г. Майер
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050,
Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: tumbusovairina@outlook.com

PHASE COMPOSITION, MICROSTRUCTURE AND MICROHARDNESS OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEEL AFTER AGE HARDENING AT THE TEMPERATURES OF 600°C AND 700°C

I.A. Tumbusova, A.S. Mihno
Scientific Supervisors: Assistant. Prof., Dr. E.G. Astafurova, Dr. G.G. Maier
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050,
Institute of strength physics and materials science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
Russia, Tomsk, Akademichesky ave., 2/4, 634055
E-mail: tumbusovairina@outlook.com

Abstract. *We studied the effect of age-hardening at temperatures of 600°C and 700°C (0,5, 1, 2, 5, 10, 50 h) on the phase composition, microstructure and microhardness of high nitrogen austenitic steel Fe-23Cr-17Mn-0,1C-0,6N. Age-hardening at the temperatures of 600°C and 700°C is accompanied by the formation of microstructures consisting of two types of grains: grains in which phase decomposition occurred with the release of $Cr_2(N,C)$ and σ-phase particles, as well as austenitic grains, not undergone phase decomposition. At temperature of 700°C, the process of phase decomposition realizes more intensive when compared to age-hardening at 600°C. Grains, which have undergone phase decomposition, have higher microhardness values in comparison with undecomposed grains.*

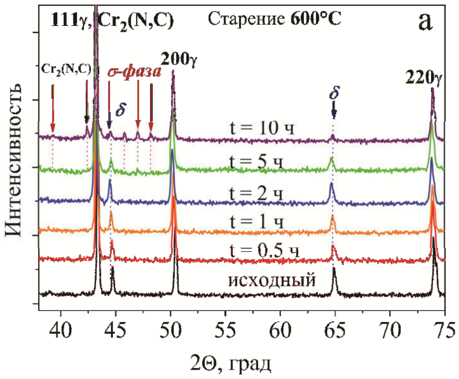
Введение. Аустенитные стали являются наиболее распространенными материалами, используемыми в различных отраслях промышленностях. Они обладают важным комплексом физико-механических служебных характеристик, но при этом имеют низкий уровень предела текучести и твердости, что ограничивает их применение в качестве конструкционных материалов, работающих в условия больших нагрузок. Получение аустенитных сталей с повышенным содержанием азота имеет ряд преимуществ. Во-первых, легирование азотом, за счет твердорастворного упрочнения, позволяет значительно повышать предел текучести стали. Во-вторых, азот стабилизирует аустенитную структуру и позволяет создавать альтернативу дорогостоящей никелевой стали. Наряду с этим существуют деформационные и термические методы, позволяющие дополнительно улучшить прочностные характеристики высокоазотистых сталей. Среди них можно выделить термическое старение. Разнообразие структуры и свойств высокоазотистых сталей в зависимости от их состава, механизма выделения частиц, типа упрочняющей фазы, количества и характера ее распределения предоставляет широкий спектр возможностей при решении проблем упрочнения высокоазотистых сталей [1-2].

Целью настоящей работы было исследование изменений фазового состава, микроструктуры и микротвердости высокоазотистой аустенитной стали в зависимости от продолжительности старения при температурах 600°C и 700°C.

Экспериментальная часть. Исходную структуру стали Х23АГ17 (Fe-23Cr-17Mn-0,3C-0,8N, мас. %) получали закалкой в воду после выдержки в течение 30 мин при температуре 1200°C. Старение образцов проводили при температурах 600 и 700°C в течение 0,5, 1, 2, 5, 10, 50ч. в среде гелия с последующей закалкой в воду комнатной температуры. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре Дрон-3 с использованием Cu K_α излучения в интервале углов 2θ = 35–100º. Структуру протравленных образцов изучали при помощи металлографического оптического микроскопа Альтами МЕТ 1С. Микротвердость стали Х23АГ17 в исходном состоянии и после старения измеряли с использованием прибора Duramin 5 с нагрузкой 200 г и t=10 с.

Результаты. Рентгеноструктурный анализ показал, что исходная структура стали Х23АГ17 состоит из зерен азотистого аустенита с параметром решетки *a*=3,629 Å и δ-феррита с параметром решетки *a*=2,88 Å (рис. 1). Установлено, что в процессе старения δ-феррит претерпевает распад с образованием σ-фазы и аустенита γ_{N2}-Fe (рис. 1а, б). При температуре 700°C распад δ-феррита происходил уже после 0,5 ч. старения (рис.1 б). При более низкой температуре 600°C только после 5 часов выдержки наблюдали появление рентгеновских линий от σ-фазы, свидетельствующее о распаде δ-феррита (рис.1 а). Изменение фазового состава стали при старении после 600°C, 5ч и 700°C, 0,5 ч. происходит по следующей схеме: γ_{N1}-Fe + δ-феррит (исходное состояние) → γ_{N1}-Fe + σ-фаза + γ_{N2}-Fe + $Cr_2(N,C)$ + δ-феррит (после старения).

На рисунке 2 представлены металлографические изображения структуры стали Х23АГ17 после старения. Светлые зерна соответствуют аустенитной фазе (γ_{N1}-Fe), а темные зерна, обладающие повышенной травимостью – остаточному δ-ферриту, σ-фазе и аустениту (γ_{N2}-Fe). Объемная доля δ-феррита после закалки составляла 25%. При температуре старение 600°C распад протекает вяло: объемная доля зерен, претерпевших фазовый распад, увеличилась с 25% (0,5 ч.) до 31% (10 ч.). С увеличением температуры старения до 700°C скорость распада увеличивается: наблюдали увеличение объемной доли зерен, претерпевающих распад с образованием σ-фазы, аустенита (γ_{N2}-Fe) и частиц $Cr_2(N,C)$, от 33% после выдержки в течение 0,5 ч. до 54% после старения в течение 50 ч. (рис 2 в)



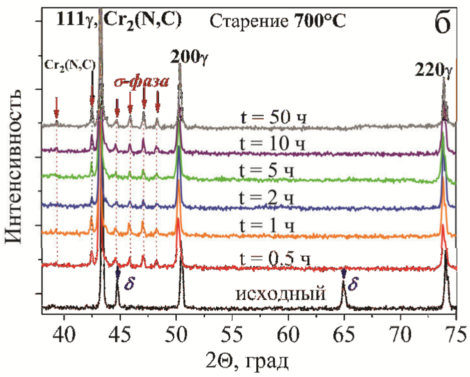


Рис. 1. Рентгенограммы стали Х23АГ17 после старения при температурах 600°C (а) и 700°C (б)

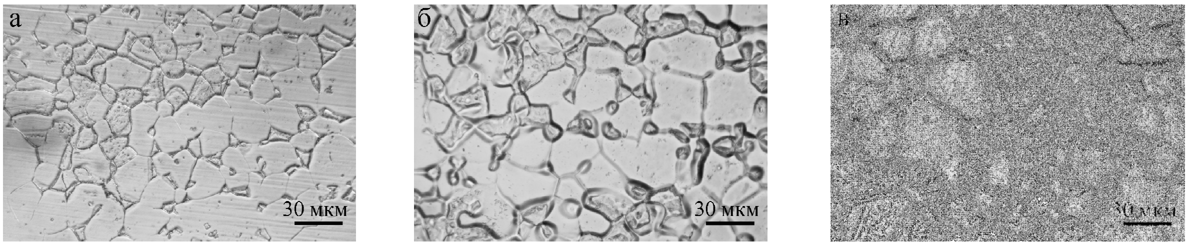


Рис.2. Изображения протравленных поверхностей образцов, полученные методом световой микроскопии для образцов стали Х23АГ17 после старения: а) 600°С, 5ч.; б) 700°С, 0,5ч; в) 700°С, 50ч

На рисунке 3 изображен график зависимости микротвердости от продолжительности старения при температурах 600°С и 700°С. В исходном состоянии микротвердость стали составляла 3,09±0,08 ГПа. После старения по режимам 600°С, 5 ч. и 700°С, 0.5 ч., когда в стали происходят заметные фазовые преобразования, микротвердость зерен, в которых произошел распад, и зерен, не претерпевших распад, различна. При этом в зернах, претерпевших фазовый распад после старения при температурах 600°С, 10 ч. и 700°С, 0,5 ч., наблюдали резкое возрастание значений микротвердости в результате выделения интерметаллидной σ-фазы и дисперсионного твердения. После старения при температуре 700°С, в течение времени 2 – 50 часов уменьшение микротвердости вызвано процессами огрубления и коагуляции дисперсных фаз.

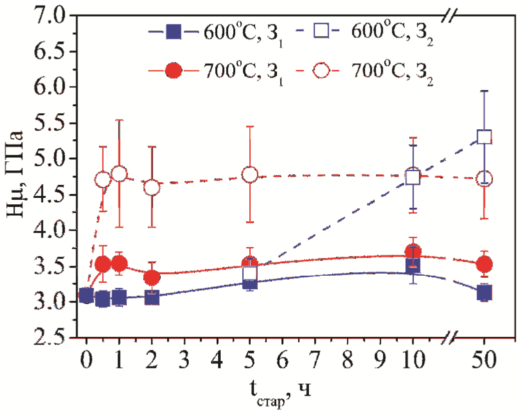


Рис. 3. Значения микротвердости в зависимости от температуры и продолжительности старения образцов стали Х23АГ17: $З_1$ – зерна аустенита, не претерпевшие распад; $З_2$ – зерна, претерпевшие распад

Заключение. Обнаружено, что старение стали Х23АГ17 при температурах 600°С и 700°С сопровождается изменением фазового состава стали и формированием гетерофазной структуры, микротвердость которой зависит от фазового состава зерен. Увеличение температуры приводит к более интенсивным процессам выделения фаз при старении.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Банных О. А., Блинов В.М., Костина М.В., Блинов Е.В., Мурадян С.О. О возможности применения в российском арматуростроении аустенитных азотистых сталей // Материалы в машиностроении – 2014.– С. 67-75.
2. Гальченко Н.К. Получение, структура и свойства высокоазотистых хромомарганцевых сталей аустенитного класса: канд. тех. наук. – Томск, 1997. – 130 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ INVITRO «ФОТОН-ЗАХВАТНОЙ» ЛУЧЕВОЙ ТЕРАПИИ НА ПУЧКЕ CO-60 ГАММА-ТЕРАПЕВТИЧЕСКОГО АППАРАТА

О.В. Тхорик, Е.С. Сухих
Научный руководитель: доцент ОЯТЦ, к.ф.-м.н. Е.С. Сухих
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: oxana.tkhorik@gmail.com

INVESTIGATION OF INVITRO «PHOTON-ENFORCEMENT» RADIATION THERAPY ON A BEAM OF THE CO-60 GAMMA-THERAPEUTIC EQUIPMENT

O.V. Tkhorik, E.S. Sukhikh
Scientific Supervisor: associate professor of the nuclear fuel cycle department, PhD, E.S. Sukhikh
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: oxana.tkhorik@gmail.com

Abstract. *Radiation therapy is one of the most commonly used methods of influence on malignant neoplasms. However, it has several disadvantages. One of the main problems of radiation therapy is to reduce the dose of radiation pertaining to critical organs, but, at the same time, an increase in energy release directly into the tumor. Currently, scientists around the world are working to solve this problem. The most promising of the current developments is the «photon-capture» therapy. Under photon irradiation conditions, due to the introduction into the tumor of drugs based on drugs containing metals with a high atomic number (from 53 and above), additional energy release occurs in the target due to secondary radiation.*

Введение. В настоящее время довольно остро стоит вопрос об эффективности лечения злокачественных и доброкачественных новообразований. Современная лучевая терапия нуждается в постоянной модернизации. Одним из наиболее передовых методов фотонной лучевой терапии является фотон-захватная терапия (ФЗТ). Термин «фотон-захватная терапия» (ФЗТ) предложен В.Ф. Хохловым [1] по аналогии с процессами, протекающими при нейтрон-захватной терапии. Физический принцип ФЗТ основан на увеличении локального энерговыделения в биологической ткани, при наличии в ней специальных препаратов, содержащих «тяжелые» элементы (с большим атомным номером Z), при облучении фотонами. В результате взаимодействия фотонного излучения с «тяжелыми» элементами число вторичных частиц увеличивается. Именно за счет этого дозовая нагрузка на опухоль значительно увеличивается. К достоинствам фотон-захватной терапии, в сравнении с традиционными методами лучевой терапии, относится то, что подведение необходимой терапевтической дозы к биологической мишени (опухоли) осуществляется созданием определенной концентрации препарата, а не нацеливанием и фокусировкой пучка излучений.

Важным элементом лучевой терапии является дозиметрическое планирование. В случае ФЗТ расчетные методы оценки формирования дозового поля излучения в биологической ткани определяются количественным описанием двух процессов: динамикой распространения в биологической ткани введенного препарата и формированием поля излучений и последующего энерговыделения в ткани с учетом изменения концентрации препарата [1].

Целью данной работы является изучение invitro биологического эффекта лучевой терапии в присутствии доз-дополняющего агента (цисплатина) на пучке излучения гамма-терапевтического аппарата Theratron Equinox 100 с изотопом Co-60 с энергией фотонов 1,25 МэВ.

Материалы и методы исследования. Для подтверждения данной гипотезы были проведены ряд экспериментов и компьютерного моделирования по анализу эффективности ФЗТ при заданной энергии. В первую очередь были проведены измерения глубинного распределения дозы в водном фантоме Blue Phantom на аппарате Theratron Equinox 100 (Рис. 1). Гамма-терапевтический аппарат Theratron Equinox 100 - это внешняя система, предназначенная для проведения лучевой терапии [2]. Theratron предназначен для доставки назначенной дозы радиации на определенный участок тела заданным способом (фиксированное лечение или лечение с перемещающимся пучком, с использованием устройств модификации пуска или без них и т.д.). В качестве источника выступает ^{60}Co.

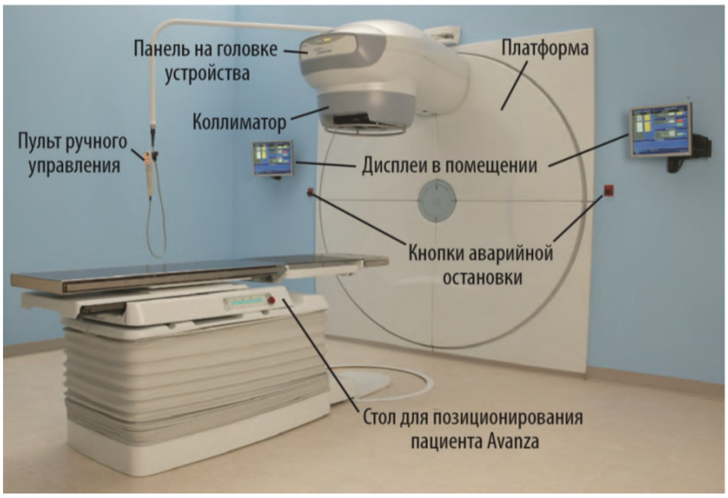


Рис.1 Гамма-терапевтический аппарат TheratronEquinox [2]

После чего была создана математическая модель головки аппарата Theratron Equinox 100 в 3-х мерной системе моделирования взаимодействия излучения с веществом в программе PCLab. Данная программа предназначена для моделирования методом Монте-Карло процессов распространения электронов, позитронов, фотонов и протонов в веществе, визуализация этих процессов распространения на экране дисплея и получение численных результатов взаимодействия (например, альбедо, коэффициентов пропускания частиц, энергетических и угловых распределений частиц, распределений поглощенной энергии в веществе, дозы за защитой и т.д.).

Было проведено моделирование глубинных распределений поглощенной дозы в воде в условиях, максимально приближенных к тем, при которых проводилась клиническая дозиметрия аппарата при вводе его в эксплуатацию. В результате сравнения дозовых распределений, полученных в эксперименте и при моделировании, убедились в хорошем согласии дозовых кривых между собой. Получили данные о спектральном составе первичного и вторичного излучения как в воде/ культурном флаконе.

Далее необходимо подготовиться к самому эксперименту. В системе XiO были рассчитаны дозовые распределения, полученные клетками в культурном флаконе. Клетки «HeLa» помещались в культурный флакон равномерным слоем толщиной 1 см. Облучение было спланировано таким образом, чтобы добиться максимально равномерного распределения дозы по объему клеток для разово дозы 2, 4, 6, 8 и 10 Гр. Аналогичным образом проводилось облучение культурных флаконов с равной концентрацией цисплатина.

В программе PCLab провели моделирование эксперимента с облучением культурных флаконов в присутствии цисплатина.

Результаты. В программе PCLab рассчитали спектры первичных и вторичных частиц в объемы культурного флакона для планируемой геометрии эксперимента. Также в данной программе рассчитали изменение дозы в растворе доз-дополняющих агентов по сравнению с чистым физическим раствором при облечении фотонами Co-60 со спектром, сходным со спектром аппарата.

После этого провели сравнение глубинных распределений дозы полученных в результате эксперимента и при моделировании. На основании полученных кривых можем сделать вывод о высокой сходимости экспериментальных и смоделированных данных.

Далее необходимо оценить клональную выживаемость клеток при радиобиологическом эксперимента. Для этого необходимо построить графики клональной выживаемости клеток на основе линейно-квадратичной модели.

Заключение. В конечном итоге, на основании экспериментальных и смоделированных данных, ожидается подтверждение гипотезы о высокой эффективности ФЗТ в сравнении с фотонной лучевой терапией на пучке Co-60 гамма-терапевтического аппарата Theratron Equinix 100.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. И.Н. Шейно, П.В. Ижевский, А.А. Липенгольц. Основание фотон-захватной терапии злокачественных новообразований // Саратовский научно-медицинский журнал. - 2013. - №4
2. Руководство пользователя Theratron Equinox. - IN/OM2068(RUS) - Канада: 2008. - С. 159.

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ВОДОРОДА С ТИТАНОМ: РАСЧЕТЫ ИЗ ПЕРВЫХ ПРИНЦИПОВ

Тянь Шучжэн

Научный руководитель: О.В. Лопатина

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: shzhtian@gmail.com

HYDROGEN INTERACTION WITH TITAN: CALCULATIONS FROM THE FIRST PRINCIPLES

Tian Shuzheng

Scientific Supervisor: O.V. Lopatina

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: shzhtian@gmail.com

Abstract. *The properties of titanium with different hydrogen concentrations were studied from the first principle. Self-consistent full-potential linearized augmented-plane-wave (FLAPW) band-structure calculations are performed for Ti2H and Ti16H. For different concentrations and structures of titanium-hydrogen systems, lattice constants, formation energies, state densities were calculated. We find that hydrogen prefers octahedral sites in the titanium-hydrogen system and at high hydrogen concentrations, the system tends to phase change to fcc phase.*

Введение. В настоящей работе теоретически исследовалась атомная и электронная структура титана с концентрацией водорода ~ 6 ат.% и ~33ат.% в ГПУ- ОЦК- и ГЦК-решетках. Самосогласованные расчеты полной энергии основного состояния выполнены для систем Ti2H и Ti16H. Для различных концентраций и структур титан-водородных систем были рассчитаны постоянная решетки, энергия растворения водорода, плотность электронных состояний. Мы считаем, что водород предпочитает занимать октаэдрические междоузлия в решетке титана, и при высоких концентрациях водорода система имеет тенденцию к переходу фазы в ГЦК-фазу.

Метод и детали расчета. В рамках теории функционала электронной плотности с использованием обобщенного градиентного приближения линеаризованным методом присоединенных плоских волн (FLAPW) [1], реализованным в пакете программ FLEUR, выполнены самосогласованные расчеты электронной структуры систем Ti-H с концентрацией примеси ~ 6 ат.% и ~33ат.%. Радиусы muffin-tin (MT) сфер атомов Ti выбирались равными 2,3 атомных единиц (a.u.), а атомов примеси H — по 0,7 a.u. Использованный параметр обрезания базиса из плоских волн kmax = 4,0 a.u.$^{-1}$ соответствовал ~170 базисным функциям на атом. Процедура самосогласования электронной плотности проводилась до достижения сходимости полной энергии не хуже 0,001 мэВ, что соответствовало сходимости зарядовой плотности не хуже $1 \cdot 10^{-7}$ *e*/a.u.^{3} , где *e* — заряд электрона.

Результаты и выводы. В качестве модели была выбрана элементарная ячейка ГЦК, ОЦК, ГПУ решеток, состоящая из двух атомов металла и одного атома водорода в октаэдрическом (O) либо в тетраэдрическом (T) междоузлиях. Элементарные ячейки трех рассматриваемых структур представлены на рисунке 1 и выделены красным цветом. Таким образом, формировалась концентрация водорода в решетке ~33 ат.%. Расчетная ячейка, содержащая 16 атомов металла и один атом водорода в О- либо в Т- междоузлиях моделировала концентрацию примеси ~6 ат.%.

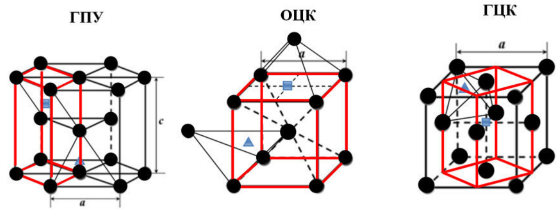


Рис. 1. Расчетные ячейки ГПУ, ОЦК, ГЦК решеток систем Ti-H. Квадратом обозначено октаэдрическое междоузлие, треугольником – тетраэдрическое междоузлие

Таблица 1

Параметр ГПУ решетки системы Ti-H

система	*a*, Å	*c*, Å
Ti-настоящая работа Другие расчеты Эксперимент	2,92 2,94[2] 2,95[3]	4,67 4,64[2] 4,68 [3]
Ti_2H^O	2,97	4,76
$Ti_{16}H^O$	2,93	4,68
Ti_2H^T	3,04	4,86
$Ti_{16}H^T$	2,93	4,66

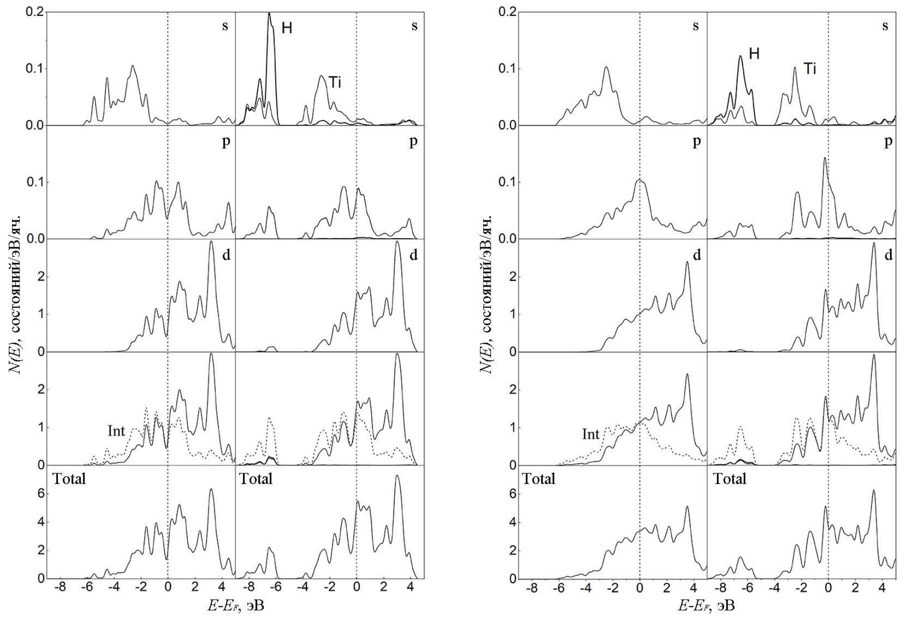
В таблице 1 приведены параметры решетки системы титан-водород, видно, что наши расчеты хорошо согласуются с результатами расчетов [2] и экспериментальными данными других авторов[3]. Это свидетельствует об адекватности используемого метода для расчета атомной и электронной структуры Ti с различными концентрациями водорода.

Таблица 2

Энергия растворения водорода в титане[эВ]

Ti	**ГПУ^{O}**	**ГПУ^{T}**	**ГЦК^{O}**	**ГЦК^{T}**	**ОЦК^{O}**	**ОЦК^{T}**
~ 33 ат.% Настоящая работа	-0,43	-0,24	-0,66	0,36	-0,20	-0,58
~ 6 ат.% Настоящая работа	-0,36	-0,12	0,21	0,18	1,57	1,57

В таблице 2 представлена энергия растворения водорода в титане, рассчитанная по формуле $\Delta E = E_{tot}$ (Ti–H) – E_{tot} (Ti) – (½) E_{tot} (H_2), где E_{tot}(Ti–H), E_{tot} (Ti), E_{tot} (H_2) – полные энергии системы Ti–H, чистого Ti и молекулы водорода, соответственно. Отрицательное значения величины ΔE означает, что водород способен растворятся в решетке Ti при нормальных условиях. Из таблицы видно, что величина ΔE водорода (~33 ат.%) с октаэдрической координацией в ГЦК-решетке Ti имеет наименьшее значение из всех рассмотренных нами решеток, это свидетельствует о том, что водород стабилизирует ГЦК структуру металла и предпочитает занимать октаэдрическое междоузлие в решетке. Также, из таблицы, следует, что при концентрации водорода ~6 ат.% ГПУ решетка остается стабильной, и водород предпочитает занимать октаэдрическоемеждоузлие.



(а) (б) (в) (г)

Рис. 2. Плотность электронных состояний N (E) чистого Ti (a, c) и системы Ti-H (b, d) с октаэдрической координацией атомов водорода ГПУ(слева) и ГЦК (справа) структуры

На рисунке 2 представлена полная и парциальная плотность электронных состояний. Из анализа ПЭС (рис.2 (*b,d*), нижняя панель) можно заключить, что растворение водорода ~33 ат % в Ti приводит к увеличению плотности электронных состояний на уровне Ферми на 2,17 и 0,24 состояний/эВ/яч. относительно значения ПЭС для чистого Ti в ГПУ- и ГЦК- решетках, соответственно. Это свидетельствует о более высокой степени металличности системы Ti-H по сравнению с чистым титаном. Из рисунка 2 также видно, что растворение водорода в ГПУ и ГЦК решетке металла приводит к изменению парциальных ПЭС в МТ-сферах атомов Ti (верхние три панели). Появление электронных состояний s-, p-типа в области энергий (-9,3 — -5,3) и (-9,4 — -4,9) эВ в ГПУ и ГЦК решетках, соответственно, обусловлено проникновением 1s состояния водорода в МТ-сферы титана. Это говорит о том, что в системе Ti-H имеются зоны гибридизованных состояний s_H – $(s–p)_{Ti}$ – типа. Этот факт может свидетельствовать о появлении химической связи между атомами водорода и металла.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wimmer E., Krakauer H., Wienert M., Freeman A.J. Full-potential self-consistent linearized-augmented-plane-wave method for calculating the electronic structure of molecules and surfaces: O2 molecule // Physical Review. B, 1981, V.2,no. 24, -pp. 864 - 875
2. Xu Q, Van der Ven A. First-principles investigation of metal-hydride phase stability: The Ti-H system[J]. Physical Review B, 2007,V.6, no. 76, 064207.
3. Alberto Gras-Martí, Herbert M. Urbassek, Nestor R. Arista, Fernando Flores. Interaction of Charged Particles and Atoms with Surfaces.Berlin, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1995. 21 с.

ДИФФУЗИОННЫЕ БАРЬЕРЫ ДЛЯ ВОДОРОДА В НИКЕЛЕ: РАСЧЕТЫ ИЗ ПЕРВЫХ ПРИНЦИПОВ

У Мэняо

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. И.П. Чернов

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: 2113400552@qq.com

DIFFUSION BARRIERS FOR HYDROGEN IN NICKEL: FIRST-PRINCIPLE STUDY

Wu Mengyao

Scientific Supervisor: Prof., Dr. I.P. Chernov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: 2113400552@qq.com

Abstract. *The results of first-principle calculations of volume changes of nickel–hydrogen system at different concentrations of hydrogen in nickel have been presented. The first-principle calculations of diffusion barriers for hydrogen in nickel at low hydrogen concentration (~ 6 at.%) have been carried out. With the result of the calculation, it is concluded that hydrogen diffusion at its low concentrations in nickel will pass from the octahedral interstitial site into nearest octahedral interstitial site through the tetrahedral interstitial site.*

Введение. Взаимодействие водорода с переходными металлами является темой многочисленных исследований. Научный интерес, в частности, представляет взаимодействие водорода с никелем. Никель широко используется для изготовления защитных покрытий от коррозии в химически активных средах. Эти покрытия часто подвергается интенсивному воздействию водородом, в результате чего возникает их водородное охрупчивание. Для понимания особенностей взаимодействия водорода с никелем на микроскопическом уровне необходимо изучить атомную и электронную структуру системы никель–водород. Целью настоящего исследования явилось изучение из первых принципов избыточного объема, вносимого атомами водорода в кристалл никеля в зависимости от положения и концентрации водорода в никеле и исследование барьеров диффузии водорода в никеле при низких концентрациях (~ 6 ат.%).

Метод и детали расчета. В работе в рамках теории функционала электронной плотности методами псевдопотенциала и проекционных плоских волн, реализоваными в пакете программ ABINIT [1], была проведена оптимизация параметров решетки и релаксация положений всех атомов в расчетной ячейке чистого никеля и системы никель–водород. Обменно-корреляционные эффекты рассматривались в приближении градиентного потенциала PBE [2]. Самосогласование считалось достигнутым, когда сходимости полной энергии составляла ~ 0,03 мэВ. Релаксация решетки считалась завершенной, когда силы, действующие на каждый атом расчетной ячейки, становились меньше 50 мэВ/Å.

Ранее было установлено [3], что до концентрации водорода $X = \text{H/Ni} = 1{,}0$ энергия его связи в никеле лежит в диапазоне от -25 до 25 мэВ. При этом положительные энергии связи водорода в никеле наблюдаются при октаэдрической координации атомов водорода. При концентрациях $X > 1{,}0$ величина энергии связи E_{H} является отрицательной. В связи с этим в настоящей работе рассмотрены только концентрации водорода в никеле $X < 1,0$. В решетке никеля атомы H размещались равномерно по кристаллу либо в тетраэдрических T, либо в октаэдрических O междоузлиях.

Чтобы рассчитать диффузионные барьеры для атома водорода в решетке никеля при относительной концентрации X = H/Ni = 0,0625, необходимо найти все возможные неэквивалентные направления диффузионных скачков атома H в Ni, и определить путь с минимальными по высоте и длине диффузионными барьерами. В работе предполагалось, что при высоких температурах время диффузионного скачка намного меньше времени релаксации решетки. В результате, при сдвиге атома водорода вдоль линий, соединяющих соседние междоузлия, атомы никеля были фиксированы в положениях, соответствующих ситуации, когда водород находится в исходном междоузлии.

Результаты. В работе рассчитан избыточный объем, вносимый атомами водорода в решетку никеля, на один атом водорода ΔV_H и на один атом металла ΔV_{Ni} (таблица 1) в зависимости от концентрации водорода**.** Анализ результатов в таблице 1 показал, что вне зависимости от концентрации атомы водорода в октаэдрических междоузлиях вносят объем от 2,00 до 2,20 Å^3, а в тетраэдрических междоузлиях в 1,5 раз больше. Исключение составляет твердый раствор $Ni_{16}H$, для которого величина избыточного объема, вносимого атомом водорода, составляет 1,44 Å^3 и 2,64 Å^3 в случае октаэдрической и тетраэдрической координации, соответственно. Отметим, что детальный анализ результатов расчета в таблице 1 показал, что избыточный объем, вносимый атомами водорода, на один атом никеля изменяется от концентрации водорода практически линейно.

Таблица 1

Изменение объема системы Ni–H при различной концентрации водорода

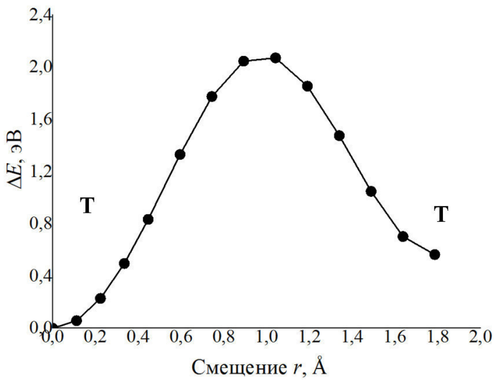
Система	ΔV_H, **Å^3**	ΔV_{Ni}, **Å^3**	**Система**	ΔV_H, **Å^3**	ΔV_{Ni}, **Å^3**
$\mathbf{Ni_{16}H^O}$	1,44	0,09	$\mathbf{Ni_{16}H^T}$	2,64	0,16
$\mathbf{Ni_8H^O}$	2,12	0,26	$\mathbf{Ni_8H^T}$	3,12	0,39
$\mathbf{Ni_4H^O}$	2,19	0,55	$\mathbf{Ni_4H^T}$	3,11	0,78
$\mathbf{Ni_2H^O}$	2,17	1,08	$\mathbf{Ni_2H^T}$	3,15	1,57
$\mathbf{Ni_2H_2^O}$	2,01	2,01	$\mathbf{Ni_2H_2^T}$	3,24	3,24

Для нахождения траектории движения атома водорода между междоузлиями мы использовали метод упругой ленты. Высота барьера ΔE в различных точках линии смещения рассчитывалась следующим образом

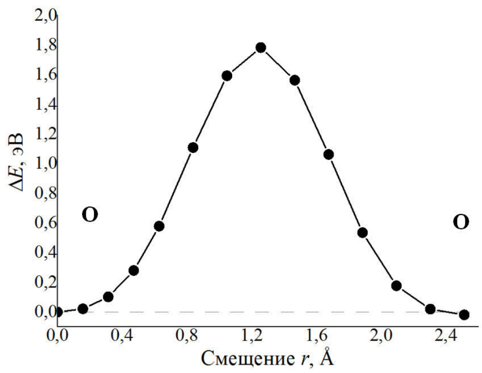
$$\Delta E = E_i - E_0,$$

где E_i – полная энергия элементарной ячейки с атомом водорода, расположенным в точке на линии смещения; E_0 – полная энергия элементарной ячейки с атомом водорода в исходном междоузлии. Результаты расчетов представлены на рис. 1.

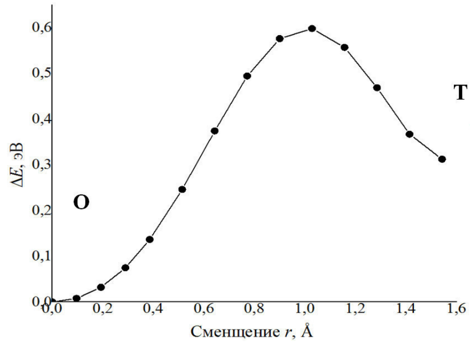
Из рис. 1 видно, что наименьшие барьеры диффузии находятся между октаэдрическими и тетраэдрическими междоузлиями. При этом при переходе из тетра- в октаэдрическое междоузлие барьер (~ 0,22 эВ) меньше, чем в обратном направлении (~ 0,60 эВ). Наибольшие барьеры диффузии соответствуют переходам атома водорода из тетраэдрического в тетраэдрическое (~ 2,07 эВ) и из октаэдрического в октаэдрическое междоузлия (~ 1,78 эВ). Наши результаты расчета диффузионных барьеров качественно хорошо согласуется с результатами расчетов диффузионных барьеров для атома водорода в палладии [4].



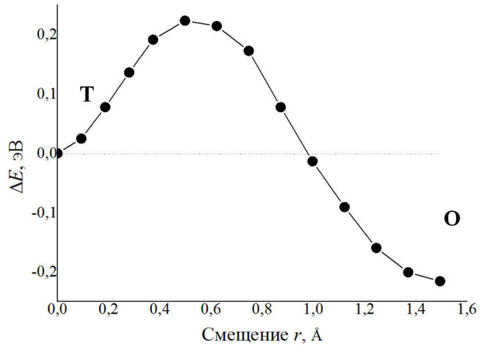
а)



б)



в)



г)

Рис. 1. Барьеры диффузии водорода в системе $Ni_{16}H$. Литеры Т и О обозначают тетраэдрическое и октаэдрическое междоузлие, соответственно

Заключение. Таким образом, в настоящей работе в рамках теории функционала электронной плотности методами псевдопотенциала и проекционных плоских волн рассчитаны профили диффузионных барьеров водорода при его низких концентрациях (~ 6 ат.%) в никеле. Установлено, что диффузия водорода в никеле будет осуществляться за счет переходов из октаэдрических междоузлий в тетраэдрические и обратно.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ABINIT – abinit [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.abinit.org. (дата обращения: 25.02.2019)
2. Perdew J.P., Burke K., Ernzerhof M. Generalized Gradient Approximation Made Simple // Phys. Rev. Lett. – 1996. – Vol. 77. – № 18. – P. 3865-3868.
3. Мэняо У Атомная структура системы никель–водород при различной концентрации водорода // Сборник научных трудов XIV Международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых. – Томск, 2017. – Т. 1. – С. 366–368.
4. Коротеев Ю.М., Гимранова О.В., Чернов И.П. Миграция водорода в палладии: расчеты из первых принципов // Физика твердого тела – 2011. – Т. 53, № 5. – С. 842-846.

ФОРМИРОВАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОДУГОВЫХ ОКЕРМАНИТ-ВОЛЛАСТОНИТОВЫХ БИОПОКРЫТИЙ

А.В. Угодчикова
Научный руководитель: доцент, д.т.н. М.Б. Седельникова
Институт физики прочности и материаловедения, СО РАН
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: ugodch99@gmail.com

FORMATION AND RESEARCH OF THE MICROARC AKERMANITE-WOLLASTONITE BIOCOATINGS

A.V. Ugodchikova
Scientific Supervisor: Assoc. Prof., Dr. M.B. Sedelnikova
Institute of Strength Physics and Materials Science, SB RAS
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: ugodch99@gmail.com

Abstract. *Research of microarc silicate biocoatings on the magnesium alloy (Mg0.8Ca) were presented. The dependences of the coating properties and on the microarc oxidation parameters and electrolyte composition were found. It was produced akermanite-wollastonite biocoatings with crystal structure.*

Введение. Композитные материалы, включающие металлическую подложку и биоактивное покрытие, на сегодняшний день являются наиболее перспективными материалами медицинского назначения [1]. Благодаря привлекательным механическим, физико-химическим свойствам металлические имплантаты широко, используются в травматологии, ортопедии, дентальной имплантологии, челюстно-лицевой хирургии. Магний и его сплавы в настоящее время вызывают большой интерес ученых из-за их высокой биосовместимости и способности к биорезорбции в организме человека [2]. Однако, проблемы, возникающие при использовании магниевых сплавов, связаны с высокой скоростью их биорезорбции, когда материал деградирует быстрее, чем происходит восстановление костной ткани. Для снижения скорости резорбции магниевых сплавов необходимо модифицировать их поверхность путем нанесения покрытий, выполняющих двойную функцию: повышения защитных антикоррозионных свойств и улучшения процессов формирования костной ткани [3].

Среди существующих методов нанесения покрытий на поверхность металлических имплантатов можно выделить метод микродугового оксидирования (МДО), позволяющий формировать биосовместимые пористые аморфные и аморфно-кристаллические покрытия толщиной до сотен микрометров. Известно, что силикатные покрытия на основе волластонита и окерманита успешно стимулируют регенерацию и рост кости на границе раздела ткань-имплантат без промежуточного слоя фиброзной ткани [4, 5].

Целью работы является получения силикатных биопокрытий методом МДО, исследование влияния напряжения процесса и состава электролита на формирование покрытий, их фазового и элементного состава.

Материалы и методы исследования. Для проведения экспериментов были подготовлены образцы – металлические пластинки (10×10×1 мм) из магниевого сплава Mg0.8Ca. Были разработаны два состава электролита, в состав электролита № 1 входили следующие компоненты: $CaSiO_3$, NaOH, NaF; в электролит №2 в кроме перечисленных компонентов, добавляли Na_2SiO_3. Нанесение покрытий осуществлялось на установке «MicroArc 3.0 System» (ИФПМ СО РАН). Основные параметры процесса МДО варьировали в следующих пределах: напряжение 350 – 500 В, время нанесения покрытия 5 мин. Исследования элементного состава покрытий проводили методом РЭМ (SEM 515 Philips с приставкой для энергодисперсионного анализа, ТРЦКП ТГУ, г. Томск). Фазовый состав покрытий исследовали на дифрактометре ДРОН-7 (ЦКП ИФПМ СО РАН «Нанотех», г. Томск).

Описание результатов и обсуждение. Варьирование напряжения процесса микродугового оксидирования от 350 В до 500 В позволило получить покрытия с максимальной толщиной до 55 и 150 мкм в электролите №1 и №2, соответственно.

Фазовый и элементный состав покрытий зависимости от состава электролита и напряжения процесса (U, В) представлены на рисунке 1.

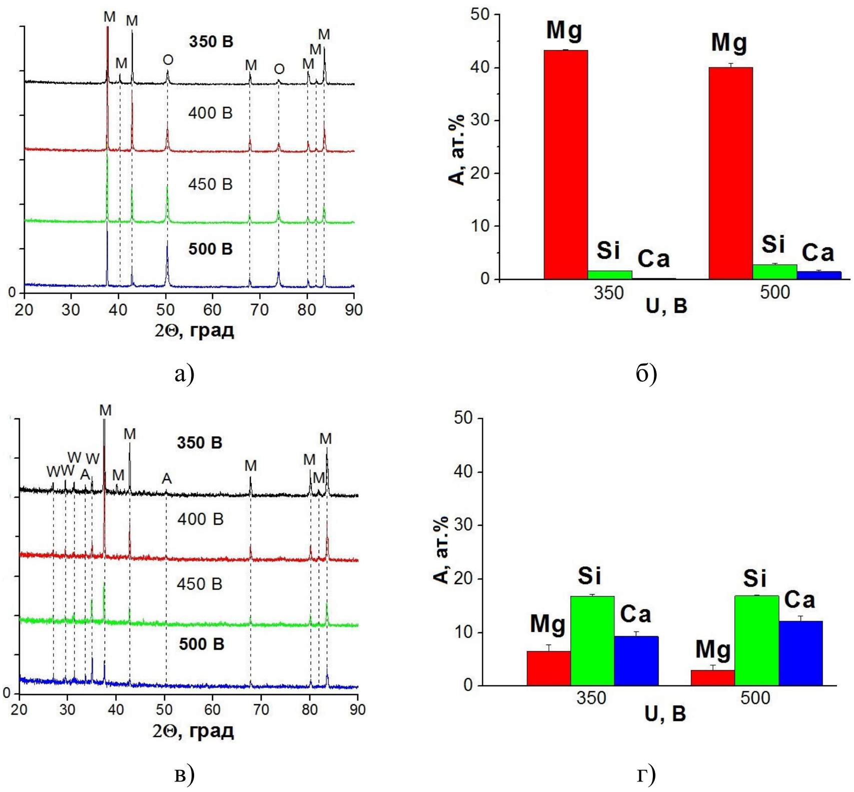


Рис. 1. Результаты исследования фазового (а,в) и элементного состава (б,г) покрытий, полученных в электролитах №1 (а,б) и №2 (в,г): А –содержание элемента в покрытии, ат.%. W - $CaSiO_3$; A - $Ca_2MgSi_2O_7$; M – Mg; O – MgO

На рентгенограммах покрытий, полученных в электролите №1, идентифицируются рефлексы магния и оксида магния (MgO). В составе покрытий, нанесенных в электролите №2, установлено наличие соединений волластонита ($CaSiO_3$) и окерманита ($Ca_2MgSi_2O_7$). Также на рентгенограммах данных покрытий присутствуют рефлексы магния.

В результате элементного анализа покрытий было выявлено повышенное содержание магния в покрытиях, нанесенных в электролите № 1, а также кремния и кальция в покрытиях, полученных в электролите № 2 (рис. 1 б,г), что подтверждает результаты рентгенофазового анализа. Кроме того, наблюдается следующая закономерность: с ростом напряжения процесса МДО до 500 В содержание кремния и кальция увеличивается, а содержание магния уменьшается. Особенно явно эта зависимость прослеживается для покрытий второго типа, что связано с формированием в покрытиях нового соединения – окерманита, при взаимодействии веществ, входящих в состав электролита, с магниевой подложкой.

Выводы. Методом МДО на поверхности магниевого сплава Mg0.8Ca получены покрытия, содержащие кристаллические фазы MgO, $CaSiO_3$, $Ca_2MgSi_2O_7$. При увеличении напряжения процесса МДО от 350 до 500 В в покрытиях, полученных в электролите с добавлением силиката натрия, наблюдается увеличение концентрации атомов кремния и кальция, что свидетельствует об осаждении волластонита на поверхность магниевой подложки и формировании нового соединения окерманит.

Работа выполнена в Институте физики прочности и материаловедения СО РАН, при финансовой поддержке программы фундаментальных исследований СО РАН, 2013–2020 гг., проект № III.23.2.5.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. M.A. Sainz, P. Pena, S. Serena, A. Caballero. Influence of design on bioactivity of novel CaSiO3–CaMg(SiO3)2 bioceramics: In vitro simulated body fluid test and thermodynamic simulation // Acta Biomaterialia. – 2010. – no.6. – pp. 2797–2807.
2. M.P. Staiger, A.M. Pietak, J. Huadmai, G. Dias. Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: A review. // Biomaterials. – 2006. – Vol. 27, no. 9. – pp. 1728-1734.
3. Zhanga J., Dai C., Wei J. Degradable behavior and bioactivity of micro-arc oxidized AZ91D Mg alloy with calcium phosphate/chitosan composite coating in m-SBF. // Colloids and Surfaces B: Biointerfaces. – 2011. – no. 111. – pp. 179-187.
4. Sedelnikova M.B., Sharkeev Yu.P., Komarova E.G., Khlusov I.A., Chebodaeva V.V. Structure and properties of the wollastonite–calcium phosphate coatings deposited on titanium and titanium–niobium alloy using microarc oxidation method // Surface and coatings technology. – 2016. – no. 307C. – pp. 1274-1283.
5. M. Razavi, M. Fathi, O. Savabi, B. H. Beni, D. Vashaee, L. Tayebi. Surface microstructure and in vitro analysis of nanostructuredakermanite (Ca2MgSi2O7) coating on biodegradable magnesium alloyfor biomedical applications. // Colloids and Surfaces B: Biointerfaces. – 2014. – Vol. 117. – pp. 432–440.

АЛГОРИТМ ЗАДАНИЯ ДАВЛЕНИЯ ГАЗА В РАБОЧЕЙ КАМЕРЕ УПРАВЛЯЕМОГО ГАЗОВОГО РЕАКТОРА

Д.Е. Халеев, П.И. Хомидзода
Научный руководитель: старший преподаватель, к.т.н. Г.В. Гаранин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: deh6@tpu.ru

THE ALGORITHM FOR PRESSURE SETTING IN THE WORKING CHAMBER OF THE GAS REACTOR CONTROLLER

D.E. Khaeev, P.I. Khomidzoda
Scientific Supervisor: senior lecturer., G.V.Garanin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: deh6@tpu.ru

Abstract. *Currently, import substitution of physical machines has a point in Russia. Creating a brand new machines for TPU will save additional money on the purchase of expensive equipment and software, that can also can be developed by TPU students. The ongoing work aims to the search for an algorithm capable of distributing the initial pressure across the volumes and obtaining the required pressure.*

Введение. В настоящее время особую актуальность приобретает импортозамещение физических установок. Создание собственной установки в стенах ТПУ позволит сэкономить не только на закупке дорогостоящего оборудования, но и на программном обеспечении, которое также может быть разработано студентами.

Материал и методика эксперимента. Начало работы сопровождается анализом полученных данных и поиском теоретических способов решения задачи. На чертеже газовой физической установки выделены значения объемов емкостей, номера клапанов, обозначены датчики давлений (PS) и направление движения газа (Рис. 1).

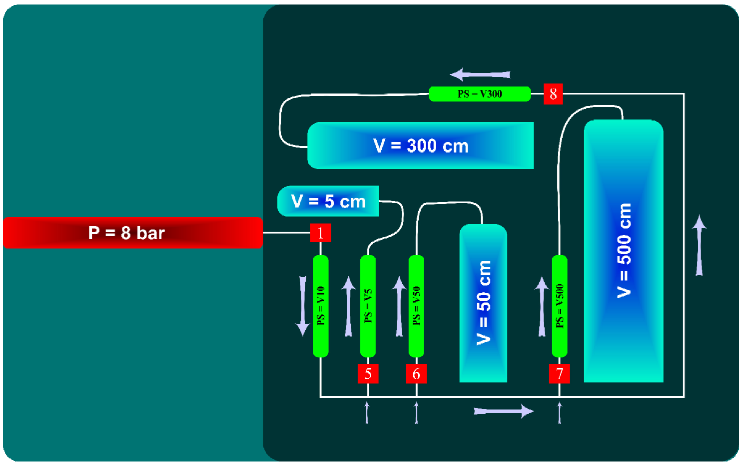


Рис. 1 Чертеж газовой физической установки

Газовые физические установки взаимодействуют исключительно с газами. Они способны менять температуру, объем и давление газа. Все газовые установки работают на принципе газовых законов, таких как законы идеального и реального газов. Закон идеального газа уравнением Клаперона – Менделеева $PV = \frac{m}{\mu}RT$, где μ – молярная масса газа, V – обхем газа, P – давление, T – температура, и законом Дальтона $P = \sum P_i$. Реальный газ – в общем случае – газообразное состояние реально существующего вещества. В термодинамике под реальным газом, понимается газ, который не описывается в точности уравнением Клапейрона – Менделеева, в отличие упрощенной его модели – гипотетического идеального газа, строго подчиняющегося вышеуказанному уравнению. Данные устройства предназначены для проведения экспериментов. В основном установки используются в учебных заведениях для исследования процессов сорбции и десорбции газов в твердом теле, например, для определения сорбционных характеристик материалов накопителей водорода.

Работа с данными производилась в программном обеспечении MS Excel. Была создана таблица из 16 столбцов, отображающая давление в каждой емкости (P_m – давление в трубе, P_{k5} – давление в емкости 5 см^3, P_{k50} – давление в емкости 50 см^3, P_{k500} – давление в емкости 500 см^3, P_c – давление в конечной емкости$^)$, действие с клапаном (открытие или закрытие) и номер шага. Для решения требуемой задачи – получить за N шагов нужное давление P_c – необходимо воспользоваться уравнением Клаперона – Менделеева $PV = \frac{m}{\mu}RT$ и законом Дальтона $P = \sum P_i$. Так как газ остается одинаковым, а изменяются только давление и объем, можно считать давление в конечной емкости по формуле $P_c = \frac{\sum P \cdot V}{\sum V}$, где в числителе $\sum PV = P_{k5}V_5 + P_{k50}V_{50} + P_{k500}V_{500} + P_m V_m$ – сумма произведений давлений всех емкостей на их объемы, в знаменателе $\sum V = V_5 + V_{50} + V_{500} + V_m + V_c$ – сумма всех объемов.

Давление в емкостях можно получить, открывая емкости поочередно и заполняя их газом из источника. Например, если поочередно открыть клапаны 1 и 5, то газ заполнит трубу объемом 10 см^3 и емкость 5 см^3. Давление в емкости V_5 рассчитывается по формуле $P_{i+1} = \frac{P_m \cdot V_m + P_i \cdot V_5}{V_m + V_5}$, где i – номер шага. Запись формулы в краткой форме: $P_5 = \frac{80}{15} + \frac{P_5}{3}$, $P_{50} = \frac{4}{3} + P_{50} \cdot \frac{5}{6}$, $P_{500} = \frac{8}{51} + P_{500} \cdot \frac{50}{51}$.

Все значения давлений от шага для i = 0..19 были посчитаны и записаны в таблицу Excel. Полученные зависимости можно проанализировать, построив графики давлений от шага. Можно увидеть, что каждый шаг давление в емкостях будет возрастать, пока не достигнет значения в 8 бар.

Значит, существует шаг, на котором давление всех емкостей, распределенное по объему, создаст требуемое давление в конечной емкости.

Формула для давления в конечной емкости: $P_c = \frac{80 + P_5 \cdot 5 + P_{50} \cdot 50 + P_{500} \cdot 500}{875}$.

Чтобы определить шаг, на котором давление в конечной емкости становится равным N бар, был написан алгоритм на языке С, в среде WATCOM IDE. Программа считает количество шагов для получения конечного давления N в P_c и выводит значения давлений в P_5, P_{50}, P_{500}. Для N = 2 бара, программа выдает 19 шагов.

В коде также была реализована возможность изменения температуры конечной емкости. Формула для давления $P_c = \frac{P_c T_2}{T_1}$. Программа с помощью цикла перебирает температуры от 300 K до 800 K. Таким образом заданное значение конечного давления можно получить за 4 шага, а не за 20, как было посчитано ранее.

Конечное значение давления в работе можно выразить с помощью количества вещества $\nu = \frac{m}{\mu} = \frac{PV}{RT}$. В MS Excel была составлена таблица с 5 столбцами $\nu_5, \nu_{50}, \nu_{500}, \nu_c$ и номер шага. Количество вещества в емкостях также, как и давление, можно получить, открывая емкости поочередно и заполняя их газом из источника. Если открыть клапаны 1 и 5, то газ заполнит трубу объемом 10 см^3 и емкость 5 см^3. Количество вещества в емкости V_5 рассчитывается по формуле $\nu_{i+1} = (\nu_m + \nu_i)\frac{V_5}{V_5+V_m}$, где $\nu_m = \frac{PV}{RT} = 0{,}003209$ – количество газа, находящееся в трубе, i – номер шага. Запись формулы для емкостей в краткой форме: $\nu_5 = (\nu_m + \nu_5)\frac{5}{15}$, $\nu_{50} = (\nu_m + \nu_{50})\frac{50}{65}$, $\nu_{500} = (\nu_m + \nu_{500})\frac{500}{510}$. Формула для количества вещества в конечной емкости: $\nu_c = (\nu_5 + \nu_{50} + \nu_{500})\frac{300}{875}$. Для N = 2 бара, программа выдает те же 19 шагов без учета нагрева.

Результаты исследования и их обсуждение. Выражение состояния газа в системе через количества вещества значительно упрощает подсчет и ориентирует вектор дальнейшей работы на создание ряда комбинаций последовательностей открывания клапанов таких, чтобы получить требуемое давление за меньшее число шагов.

Заключение. в ходе работы была проанализирована газовая система, написан алгоритм способный распределить начальное давление по объемам емкостей и получить требуемое давление в конечной емкости. Написан алгоритм, позволяющий получить заданное давление в требуемой емкости с помощью комбинации количества вещества в других емкостях. В работе было учтено изменение температуры конечной емкости и определен вектор дальнейшей работы.

ЭВОЛЮЦИЯ ЭЛЕКТРОННОГО СРОДСТВА НА ПОВЕРХНОСТИ GaAs(Cs,O) ПРИ ТЕРМОЦИКЛИРОВАНИИ

В.С. Хорошилов[1]

Научный руководитель: к.ф.-м.н. А.Г. Журавлев[2]

[1]Новосибирский национальный исследовательский государственный университет,
Россия, г. Новосибирск, ул. Пирогова, 2, 630090

[2]Институт физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН,
Россия, г. Новосибирск, пр. ак. Лаврентьева, 13, 630090

E-mail: khorosvladimir@mail.ru

ELECTRON AFFINITY EVOLUTION ON THE GaAs(Cs,O) SURFACE UNDER THERMAL CYCLING

V.S. Khoroshilov[1]

Scientific Supervisor: A.G. Zhuravlev[2]

[1]Novosibirsk State University, Russia, Novosibirsk, Pirogov str., 2, 630090

[2]Rzhanov Institute of Semiconductor Physics, Russia, Novosibirsk, ac. Lavrentyev str., 13, 634050

E-mail: khorosvladimir@mail.ru

Abstract. *Thermal stability of electron affinity on the GaAs(Cs,O) surfaces was studied. Electron affinity was measured using photoemission quantum yield spectroscopy under thermal cycling for the surfaces with various coverages. It was found that increase in oxygen dose leads to improvement of thermal stability of electron affinity.*

Введение. Поверхности арсенида галлия с цезий-кислородным покрытием десятилетиями находят применение в качестве фотокатодов с отрицательным эффективным электронным сродством (ОЭС), на поверхности которых уровень вакуума расположен ниже дна зоны проводимости в объёме. Благодаря высокому квантовому выходу фотоэмиссии (до 50 %) *p*-GaAs(Cs,O) ОЭС-фотокатоды широко используются в электронно-оптических преобразователях, фотоэлектронных умножителях и источниках спин-поляризованного тока [1].

Поверхности GaAs с небольшим положительным электронным сродством в последнее время привлекают внимание в связи с возможностью создания новых преобразователей солнечной энергии, более эффективных, чем фотовольтаические, за счёт использования фотонно-усиленной термоэлектронной эмиссии (photon-enhanced thermionic emission, PETE) [2]. В PETE-процессе электроны рождаются светом ниже уровня вакуума и приобретают энергию, необходимую для эмиссии, взаимодействуя с нагретой кристаллической решёткой. Таким образом, PETE-фотоэлектроны несут как энергию поглощённых ими фотонов, так и тепловую энергию решётки. Благодаря этому, при оптимальных параметрах фотокатода использование PETE теоретически может позволить превзойти (на ~ 30 %) предел эффективности однокаскадного фотовольтаического преобразователя [2].

Для практической реализации PETE-преобразования арсенид галлия является перспективным материалом из-за оптимальной для солнечного спектра ширины запрещённой зоны и возможности получить оптимальное электронное сродство (0,2-0,4 эВ) путём нанесения на поверхность цезиевого покрытия. Однако, использование поверхности Cs/GaAs осложняется неравновесностью и термической нестабильностью цезиевого слоя при нагревании. Нагрев всего до 80 °C приводит к необратимым изменениям поверхности Cs/GaAs, в результате которых при охлаждении до комнатной температуры её эмиссионные свойства отличаются от значений до нагрева: электронное сродство после термоциклирования оказывается на 100 мэВ больше [3]. Такая нестабильность приводит к невозможности использования Cs/GaAs при повышенных температурах, в то время как эффективное PETE-преобразование требует нагрева фотокатода до температуры более 200 °C [2].

Решением этой проблемы может оказаться использование поверхности с цезий-кислородным покрытием, так как на ней адатомы цезия обладают большей энергией связи, благодаря наличию кислорода [4]. Для исследования влияния кислорода на термостабильность эмиссионных свойств GaAs(Cs,O) в данной работе изучалась эволюция электронного сродства поверхности при термоциклировании для различных доз кислорода.

Экспериментальная часть. Эксперименты проводились на эпитаксиальных слоях *p*-GaAs(001) с концентрацией дырок $p \approx 7\times10^{18}$ cm^{-3}. Атомарно чистые поверхности были приготовлены путём удаления оксидов раствором HCl:C_3H_7OH в сухой азотной атмосфере и последующего прогрева в вакууме при температуре 540 °C [5]. Цезий и кислород наносились из диспенсеров, заполненных хроматом цезия и пероксидом бария, соответственно. Определение величины цезиевого покрытия производилось с помощью результатов рентеговской фотоэмиссионной спектроскопии, доза нанесённого кислорода контролировалась по давлению кислорода в аналитической камере. Определение электронного сродства поверхности производилось методом спектроскопии квантового выхода фотоэмиссии [3]. Для измерения спектров квантовго выхода регистрировался ток фотоэмиссии при освещении образца светом из монохроматора. Квантовый выход фотоэмиссии *Y* определялся путём нормировки на интенсивность падающего излучения. На рисунке 1 изображены спектры квантового выхода, полученные при нагреве образца до 80 °C и последующем охлаждении до комнатной температуры.

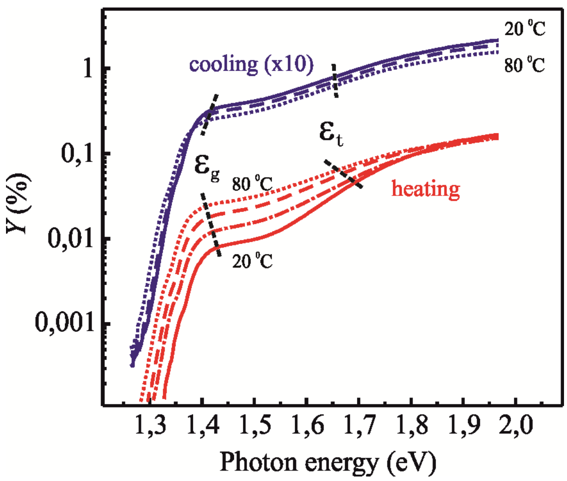


Рис. 1. Спектры квантового выхода фотоэмиссии из GaAs(Cs,O) при термоциклировании

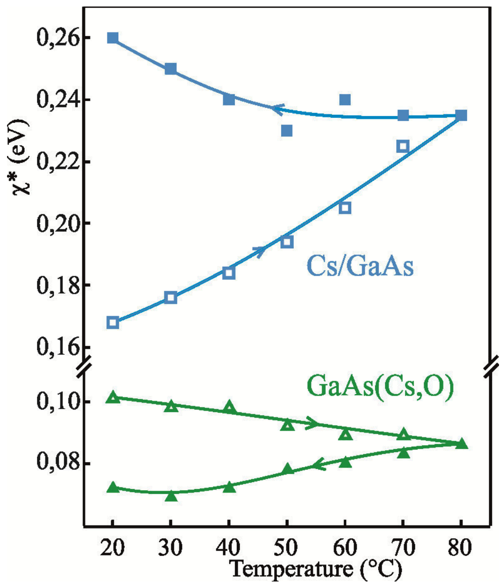


Рис. 2. Эволюция эффективного электронного сродства при термоциклировании

Анализ спектров производился путём выделения в них вкладов PETE-процесса и прямой фотоэмиссии. Полученные спектры обладают двумя характерными порогами ε_g и ε_t (показаны пунктирными линиями на рис. 1). Первый расположен при энергии фотонов, равной ширине запрещённой зоны ε_g, когда начинаются межзонные переходы электронов в зону проводимости и становится возможным PETE-процесс. Второй порог ε_t является порогом прямой фотоэмиссии и определяется работой выхода на поверхности GaAs(Cs,O). Температурное смещение порога ε_g связано с изменением ширины запрещённой зоны, ε_t – с изменением работы выхода. Измеренные спектры сопоставлялись с теоретическими и по положению порогов ε_g и ε_t определялось эффективное электронное сродство поверхности χ^*.

Результаты. На рисунке 2 квадратами показана эволюция χ^* при термоциклировании поверхности с покрытием в 0,85 ML цезия, приготовленным при комнатной температуре [3]. В течение всего термоциклирования χ^* росло, и в результате некоторых необратимых процессов в цезиевом слое, конечное значение оказалось больше начального на 100 мэВ. Треугольниками на рисунке 2 показана эволюция χ^* при аналогичном термоциклировании для поверхности с таким же количеством цезия и 0,02 Ленгмюр (L) кислорода. Эта поверхность по-прежнему нестабильна: конечное χ^* меньше начального на 30 мэВ, но абсолютная величина итогового изменения χ^* оказалась в 3 раза меньшей, чем на поверхности Cs/GaAs без кислорода. Таким образом, добавление 0,02 L кислорода, действительно, повысило температурную стабильность эмиссионных свойств поверхности Cs/GaAs.

Чтобы проверить влияние количества кислорода на термостабильность GaAs(Cs,O) описанный эксперимент был проделан повторно с другими дозами кислорода. Полученные результаты показали, что увеличение дозы кислорода приводит к ещё большей термостабильности поверхности – поверхность с 0,85 ML цезия и 0,04 L кислорода оказалась стабильна при нагревании до 100 °C (в пределах погрешности измерения χ^*).

Заключение. Таким образом в работе экспериментально показано, что благодаря наличию кислорода эмиссионные свойства поверхности GaAs(Cs,O) более термостабильны, чем у поверхности Cs/GaAs. Увеличение количества кислорода на поверхности GaAs(Cs,O) приводит к улучшению её температурной стабильности. Тем не менее, полученные поверхности оказываются нестабильны при температурах ~ 200 °C, и для применения системы GaAs(Cs,O) в PETE-преобразовании солнечной энергии, её эмиссионная стабильность должна быть значительно улучшена.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Karkare S., Dimitrov D., Schaff W., et al. Monte Carlo charge transport and photoemission from negative electron affinity GaAs photocathodes // J. Appl. Phys. – 2013. – Vol. 113, № 104904.
2. Schwede J.W., Bargatin I., Riley D.C., et al. Photon-enhanced thermionic emission for solar concentrator systems // Nat. Mater. – 2010. – Vol. 9, P. 762-769.
3. Zhuravlev A.G., Alperovich V.L. Temperature dependence of photon-enhanced thermionic emission from GaAs surface with nonequilibrium Cs overlayers // Appl. Surf. Sci. – 2017. – Vol. 395, pp. 3-8.
4. Kamaratos M. Adsorption kinetics of Cs-O layer on GaAs // Appl. Surf. Sci. – 2001. – Vol. 185, pp. 66-70.
5. Alperovich V.L., Tereshchenko O.E., Rudaya N.S., et al. Surface passivation and morphology of GaAs(100) treated in HCl-isopropyl alcohol solution // Appl. Surf. Sci. – 2004. – Vol. 235, pp. 249-245.

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ СЕТЧАТОГО СКЭФФОЛДА, ПОЛУЧЕННОГО ИЗ СПЛАВА TI-6AL-4V МЕТОДОМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ, И ПОЛИКАПРОЛАКТОНА

Д.А. Храпов, М.А. Сурменева

Научный руководитель: доцент, к.ф-м.н. Р. А Сурменев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: dah8@tpu.ru

INVESTIGATION OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF COMPOSITE MATERIAL BASED ON THE ADDITIVELY MANUFACTURED TI-6AL-4V SCAFFOLD AND POLYCAPROLACTONE

D. A. Khrapov, M. A. Surmenev

Scientific Supervisor: Prof., Dr. R. A. Surmenev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: dah8@tpu.ru

Abstract. *The Ti-6Al-4V alloy is widely used in additive manufacturing of implants. However, the main problem in this area is the mismatch of Young's modulus of bone and metal leading to stress shielding and loosening of the implant. To overcome this inconsistency, it was proposed to use scaffolds - three-dimensional porous matrices providing a support for cells to grow. To maintain the balance of biodegradable polycaprolactone decomposition and the bone ingrowth into the scaffold the total stiffness must remain constant. Unmolten powder or partially molten particles stuck inside the scaffold may cause threat to human body. Polymer filling is proposed to have an influence on mechanical properties and keep the unmolten particles inside the scaffold. Therefore, additively manufactured scaffolds of two types with polycaprolactone filling are investigated in the work.*

Введение. Титан и его сплавы являются наиболее привлекательными материалами для ортопедических и зубных имплантатов благодаря превосходным механическим свойствам, достаточной биосовместимости и хорошей коррозионной стойкости. Сплав Ti-6Al-4V, так же известный как ВТ6, широко используется в области аддитивных технологий для изготовления имплантатов. Однако, основной проблемой в этой области, является несоответствие модулей Юнга костей и металла. Из-за этого несоответствия напряжения в кости и металле оказываются разными, что может привести к резорбции кости и возможной потере имплантата. С целью преодоления этого несоответствия было предложено использовать пористые материалы. Такие материалы получили название «скэффолды» – трехмерные пористые или волокнистые матрицы, основная функция которых состоит в обеспечении механического каркаса для клеток. Скэффолды должны обладать рядом свойств, позволяющих достигнуть формирования полноценной костной ткани.

Для работе с такими структурами, состоящими из элементарных ячеек *Amin Yavari* [1] предложил использовать понятие «метаматериал», которое является промежуточным понятием между понятиями «материал» и «конструкция». Метаматериал можно назвать «конструкцией», поскольку он имеет строгую структуру в расположении элементарных ячеек, но он ведет себя как однородный материал, когда его гомогенизированные свойства оцениваются в макромасштабе. Таким образом, предполагается сплошность метаматериала, исходя из чего следует, что можно определить его модуль Юнга. Рационально разработанная микромасштабная структура метаматериалов может привести к уникальным макромасштабным свойствам.

Для исследования изменения механического поведение аддитивно изготовленных скэффолдов в процессе регенерации костной ткани их заполняли различными полимерами и проводили испытание на сжатие [2]. В данном исследовании для заполнения использовался биоразлагаемый полимер – поликапролактон – с целью определения его влияния на механические свойства скэффолда. Таким образом, параллельно будут протекать два процесса: биодеградация поликапролактона и прорастание костной ткани внутрь скэффолда, за счёт чего общая жёсткость должна оставаться постоянной.
Исходным сырьём для производства металлических скэффолдов является металлический порошок мелкой фракции порядка 100 мкм. Не расплавившиеся или частично приплавившиеся к скэффолду частицы порошка подлежат удалению из скэффолда, что является чрезвычайной сложной задачей из-за мелкого шага пористого материала. Покрытие скэффолда поликапролактоном позволит предотвратить попадание свободных частиц в тело человека. Целью работы явилось исследование механических свойств композита на основе сетчатого скэффолда, полученного из сплава Ti-6Al-4V методом аддитивных технологий, и поликапролактона.

Материалы и методы исследования. Сетчатые скэффолды двух типов размером 10x10x20 мм^3 были изготовлены из сплава Ti6Al4V на базе Центрально шведского университета методом электроннолучевой плавки на установке ARCAMA2 фирмы ARCAM AB (Швеция). Ячейки сетки имеют кубическую структуру. Шаг сетки для сетки I типа составил 1,2 мм, для II типа 1,5 мм. Процесс наполнения скэффолда поликапролактоном подробно описан в работе [3]. Испытание на сжатие проводилось с помощью установки Instron 50 kN Static Load Cell. Скорость нагрузки 0,5 мм/с.

Результаты. Механические характеристики композита главным образом зависят от свойств металлической матрицы и уровня ее пористости (таблица 1). Определённые значения модуля упругости кубических скэффолдов типа I и II без полимерного напыления имеют значения 5,8 ГПа и 3,7 ГПа, соответственно.

Таблица 1

Механические характеристики скэффолдов

	Тип I		Тип II	
	Скэффолд	Скэффолд +поликапролактон	Скэффолд	Скэффолд +поликапролактон
Предел прочности, МПа	198	193	89	89
Модуль Юнга, ГПа	5,8	6,1	3,7	4,2
Предел текучести, МПа	123	117	66	66

Модифицирование металлических скэффолдов типа I и II приводит к незначительному увеличению модуля Юнга до значений 6,1 и 4,2 ГПа, соответственно. Полученные значения модуля Юнга удовлетворяют значениям модуля Юнга кости, равного по различным оценкам до 20 МПа [4]. Стоит отметить, что модуль Юнга поликапролактона на растяжение Et = 440 МПа, на сжатие Ec = 455 MPa [5]. На первый взгляд, достаточно малый по сравнению с Ti-6A-4V (110 ГПа) модуль Юнга оказался достаточным для того, чтобы крепко удерживать обломки разрушенного скэффолда вместе в процессе сжатия, а также после снятия нагрузки, как это показано на рисунке 1.

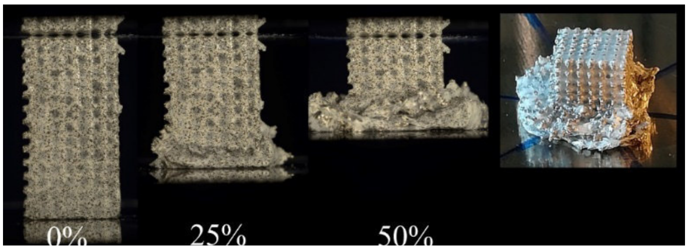


Рис. 1. Процесс разрушения скэффолда типа I

Заключение. Были получены металл-полимерные конструкции путем наполнения металлической матрицы, полученной послойным электронно-лучевым синтезом, биодеградируемым поликапролактоном. Покрытие поликапролактона не внесло ощутимого влияния на значения модуля Юнга, предела прочности и предела текучести. Механические характеристики композита главным образом зависят от свойств металлической матрицы и уровня ее пористости. Однако, во время сжатия скэффолда осколки оставались в связанном состоянии. Такая особенность может позволить обезопасить помещение металлического имплантата в кость.

Исследование выполнено при поддержке грантов РНФ No. 15-13-00043 (получение образцов) и Немецко-Российского Междисциплинарного Научного Центра G-RISC No. T-2017b-3. Авторы выражают благодарность профессору Андрею Коптюгу за помощь в получении композитов, профессору Джованни Бруно за возможность проведения исследования на базе Федерального института материаловедения и испытаний, Берлин, Германия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Yavari S. A., Ahmadia S. M., Wauthleb R., Pourand B., Schrootene J., Weinansa H., Zadpoor A.A. Relationship between unit cell type and porosity and the fatigue behavior of selective laser melted meta-biomaterials // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. – 2015. – Vol. 43. – P. 91–100.
2. Hedayati R., Janbaz S., Sadighi M., Mohammadi-Aghdam M., Zadpoor A. A. How does tissue regeneration influence the mechanical behavior of additively manufactured porous biomaterials? // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. – 2017. – Vol. 65. – P. 831–841.
3. Khrapov D., Surmeneva M., Koptioug A., Evsevleev S., Léonard F., Bruno G., Surmenev R. X-ray computed tomography of multiple-layered scaffolds with controlled gradient cell lattice structures fabricated via additive manufacturing // Journal of Physics: Conference Series. – 2019. – Vol. 1145. – P. 1-7.
4. Katsamanis F., Raftopoulos D. D. Determination of mechanical properties of human femoral cortical bone by the Hopkinson bar stress technique // Journal of Biomechanics.– 1990. – Vol. 23, № 11. – P. 1173–1184.
5. De Formanoir C., Suard M., Dendievel R., Martin G., Godet S.Improving the mechanical efficiency of electron beam melted titanium lattice structures by chemical etching // Additive Manufacturing. – 2016. – Vol. 11. – P. 71–76.

МАТЕМАТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ СИНТЕЗА В РЕЖИМЕ ГОРЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНОЙ БЕЗГАЗОВОЙ СИСТЕМЫ

Т. И. Худякова[1,2]

Научный руководитель: профессор, ф. м. н. В. Г. Прокофьев[1]

[1]Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

[2]Томский научный центр СО РАН, Россия, г. Томск, Академический пр., 10/3, 634055

E-mail: tai_hudikova@mail.ru

MATHEMATICAL MODELING OF SYNTHESIS IN THE MODE OF COMBUSTION OF A MULTICOMPONENT GASLESS SYSTEM

T.I. Hudyakova[1,2]

Scientific Supervisor: Prof., Dr. V. G. Prokofiev[1],

[1]Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

[2]Tomsk Scientific Center of the SB RAS, Russia, Tomsk, Academic str., 10/3, 634055

E-mail: tai_hudikova@mail.ru

Abstract. *A two-dimensional discrete combustion model of a multicomponent gas-free mixture consisting of two types of cells is proposed and numerically investigated: TI + AL and NI + AL. The influence of the size of the unit cell on the combustion rate of the system with a regular distribution of cells was analyzed using a numerical simulation method. During the calculations, it was found that with an increase in the size of the unit cell, the burning time increases significantly, i.e. decreases the average burning rate of the sample.*

Введение. В многокомпонентных безгазовых СВС-системах возможно одновременное протекание нескольких термически сопряженных реакций – сильных и слабоэкзотермических реакции. Реакции первого типа А.Г. Мержанов [1] предложил называть донорными, а второго – акцепторными. Такой способ формирования шихты реакционных компонентов в виде слоевой композиции, позволяющий синтезировать материал для низкоэкзотермической или эндотермической смеси, называют «химической печкой». В настоящей работе предложена и численно исследована двумерная дискретная модель горения многокомпонентной безгазовой смеси, состоящей из реакционных ячеек двух типов: донорной (DC) и акцепторной (AC), например, смеси NI+AL и TI+AL. Соотношение объемов DC и AC фиксировано и во всех вычислениях принималось равным 1:1, что связано с выбранным в модели пространственным распределением ячеек. Все ячейки имеют квадратную форму и один размер, задающий масштаб гетерогенности системы, являющийся одним из основных параметров задачи.

Целью данной работы является нахождение такого соотношения и распределения акцепторного и донорного слоев порошковых смесей Ni+Al и Ti+Al при котором реализуется наиболее оптимальный режим синтеза слоевого композита.

Материалы и методы исследования. Образец представляет собой регулярное чередование элементарных ячеек с различными теплофизическими параметрами, которые состоят из безгазовых смесей TI+AL и NI+AL, соответственно. При таком чередовании смесей TI+AL и NI+AL достигается эффект «химичкой печки», что позволяет провести реакцию в ячейках TI+AL без дополнительного внешнего источника тепла, вследствие протекания более сильной экзотермической реакции взаимодействия NI+AL. Образец представляет собой прямоугольник с размерами L*Y=512*128. Время контакта образца с накаленной поверхностью во всех расчетах принималось равным $\tau_{ign} = 500$.

Математическая модель горения многокомпонентной безгазовой смеси включает в себя безразмерные уравнение теплопроводности и уравнение химической кинетики. Численное решение получено методом покоординатного расщепления с использованием неявной схемы.

Результаты. Чтобы выяснить при каких безразмерных значениях размера элементарной ячейки происходит наиболее быстрое горения образца, была проведена серия расчётов для различного значения параметра ячейки. А именно, со значениями: 4,8,16,32, соответственно. В ходе численного решения задачи были получены температурные поля для образца с различными размерами элементарной ячейки (рис 1). Расчеты показали, что с увеличением размера элементарной ячейки время горения значительно увеличивается, т.е. уменьшается средняя скорость горения образца.

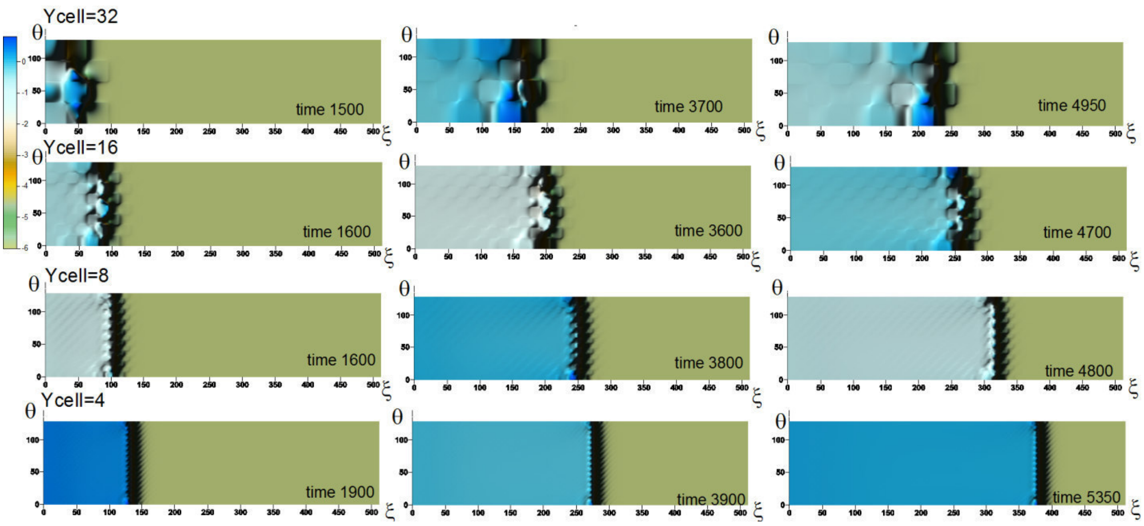


Рис. 1. Температурное поле образца в зависимости от масштаба гетерогенности

(Y_{cell} – размер элементарной ячейки, $\Lambda_A = \dfrac{\lambda_A}{\lambda_D} = 0.1341$, Ar = 0.1, $\theta_0 = -6$, L=512, Y=128)

Для того, чтобы проверить как ведет себя температурное поле и скорость горения образца многокомпонентной безгазовой смеси TI+AL и NI+AL при больших значениях теплопроводности была проведена серия расчетов. С увеличением размера элементарной ячейки (рис. 2) время горения значительно уменьшается, т.е. увеличивается средняя скорость горения образца. В отличии от случая с меньшей теплопроводность, где наблюдаются совершенно противоположная картина. Температурное поле при значении безразмерной ячейки равное 32 ($У_{cell}$), представляет собой ступенчатое поле. Это связано с тем, что химическая реакция в ячейках, состоящих из смеси NI+AL, проходит быстрее, чем из смеси TI+AL. Смесь NI+AL имеет большую теплопроводность. Температурное поле при $У_{cell}$ =4 имеет практически однородную структуру. При проведении анализа полученных результатов был замечен эстафетный режим горения при размере элементарной ячейки $У_{cell}$=32, что представляет собой область с повышенной температурой.

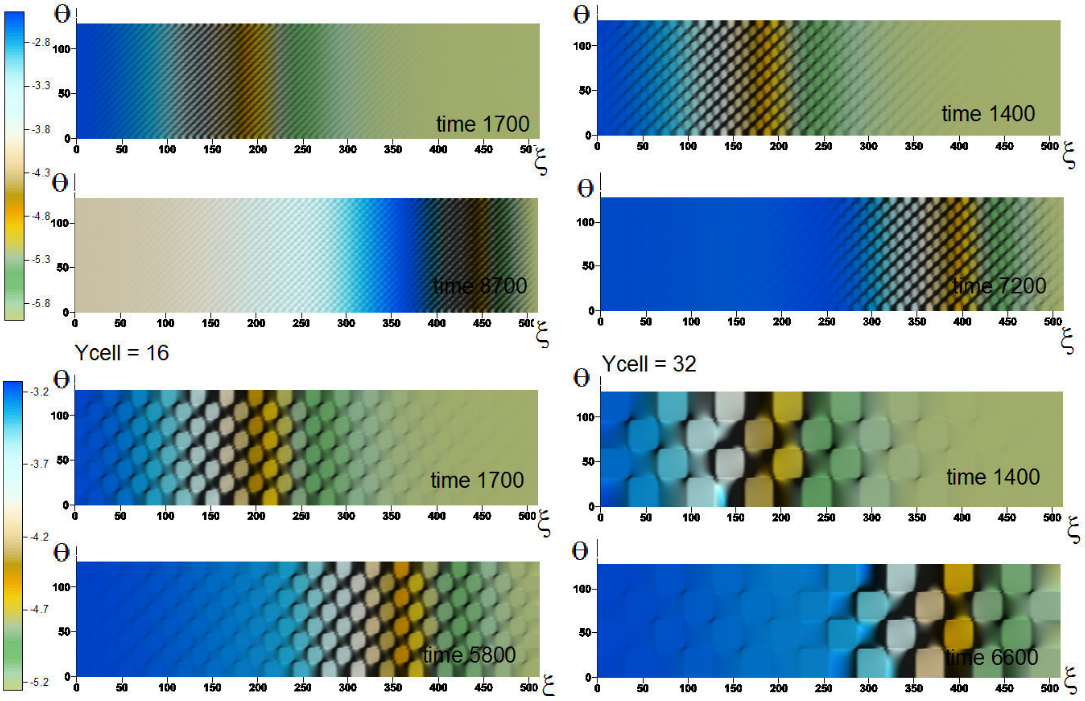


Рис. 2. Температурное поле образца в зависимости от масштаба гетерогенности

(Y_{cell} – размер элементарной ячейки, $\Lambda_A = \frac{\lambda_A}{\lambda_D} = 50$, Ar = 0.1, $\theta_0 = -6$, L=512, Y=128)

Выводы. Методом численного моделирования проведен анализ влияния размера элементарной ячейки на скорость горения многокомпонентной безгазовой смеси TI+AL и NI+AL с регулярным (упорядоченным) распределением ячеек. При проведении расчетов было обнаружено, что с увеличением размера элементарной ячейки время горения значительно увеличивается, т.е. уменьшается средняя скорость горения образца. При малом размере ячейки (масштабе гетерогенности) фронт горения становится однородным, тем самым увеличивая скорость прохождения химической реакции.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-03-00081.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мержанов А. Г. Твердо-пламенное горение. /А. Г. Мержанов, А. С. Мукасьян— М.: Торус пресс, 2007. – 336 с.

ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА СКОРОСТЬ ОКИСЛЕНИЯ СПЛАВА СИСТЕМЫ V–Cr–Zr–Ta

А.С. Цверова [1], И.В. Смирнов [1, 2], К.В. Гриняев [1, 2]
Научный руководитель: профессор, д.ф-м.н. А.Н. Тюменцев [1, 2]
[1]Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
[2]Институт физики прочности и материаловедения СО РАН,
Россия, г. Томск, пр. Академический, 2/4, 634055
E-mail: tsverova@mail.ru

INFLUENCE OF MICROSTRUCTURE ON OXIDATION RATE OF V-Cr-Zr-Ta ALLOY

A.S. Tsverova[1], I.V. Smirnov[1, 2], K.V. Grinyaev[1, 2]
Scientific Supervisor: professor, Dr. A.N. Tumentsev[1, 2]
[1] Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenina str., 36, 634050
[2] Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Russia, Tomsk, Akademicheskii str, 2/4, 634055
E-mail: tsverova@mail.ru

Abstract. *This work presents investigation of influence of the defect structure and chemical-heat treatment duration on oxygen concentration in vanadium based alloy. It was found that with the increase in plastic deformation degree oxidation rate rises due to grain refining and dislocation density increasing.*

Введение. Известно, что сплавы на основе ванадия характеризуются высокой химической активностью к примесям внедрения (O, C, N) [1]. Повышение концентрации последних приводит к формированию твердых растворов и частиц вторых фаз, что переводит такие материалы в разряд гетерофазных. Модификация структурно-фазового состояния таких материалов в настоящее время проводится методами термомеханической (ТМО) и химико-термической обработок (ХТО). При реализации химико-термической обработки для контролируемого обеспечения оптимального сочетания прочности и пластичности необходим учет ключевых факторов, определяющих скорость легирования кислородом [2].

В настоящей работе проведено исследование влияния микроструктуры ванадиевого сплава V–Cr–Zr–Ta на скорость формирования поверхностной окалины в процессе окисления на воздухе.

Экспериментальная часть. В работе использован сплав V–6,80 Cr–6,10 Ta–0,79 Zr–0,03 C–0,05 O–0,01 N (вес. %) (далее V–Cr–Zr–Ta), образцы которого подвергали ТМО по режиму I (ТМО-I) [3], после которой проводился стабилизирующий часовой отжиг в вакууме при 1100 °C. Последующую деформацию образцов осуществляли прокаткой при комнатной температуре до значений истинной логарифмической деформации $e \approx 0,7$ и 1,6. Далее образцы подвергали ХТО методом низкотемпературного диффузионного легирования кислородом по режиму, представленному в [2]. При этом отжиг на воздухе, являющийся одним из этапов данной ХТО, проводился в течение 1,5, 3 и 6 часов. В результате такой термообработки формируется поверхностная окалина для последующего её растворения и перевода кислорода вглубь образца. Масса введенного кислорода (Δm) определялась на основе сравнения данных точного взвешивания образцов до и после обработки.

Результаты. После ТМО-I и отжига при 1100 °C (исходное состояние) наблюдается преимущественное формирование мелкозернистого (размер зерен 3 – 15 мкм) структурного состояния (рисунок 1, а) и отдельных крупных зерен (30 мкм и более). Последующая деформация прокаткой (до e = 0,7) приводит к формированию анизотропного структурного состояния: исходные зерна вытягиваются в направлении прокатки (НП), образуя полосы длиной от нескольких десятков мкм до сотен мкм, ширина которых составляет 10 – 15 мкм (рисунок 1, б). Увеличение степени деформации до e = 1,6 помимо формоизменения сопровождается процессами фрагментации на полосы шириной не более 5 мкм (рисунок 1, в). Скалярная плотность дислокаций (ρ_c) внутри зерен после ТМО I и отжига при 1100 °C не превышает значений ≈ 10^{10} см$^{-2}$. После e = 0,7 ρ_c увеличивается до (2,5 – 3,0)×10^{10} см$^{-2}$, а при e = 1,6 – до (3,3 – 4,1)×10^{10} см$^{-2}$.

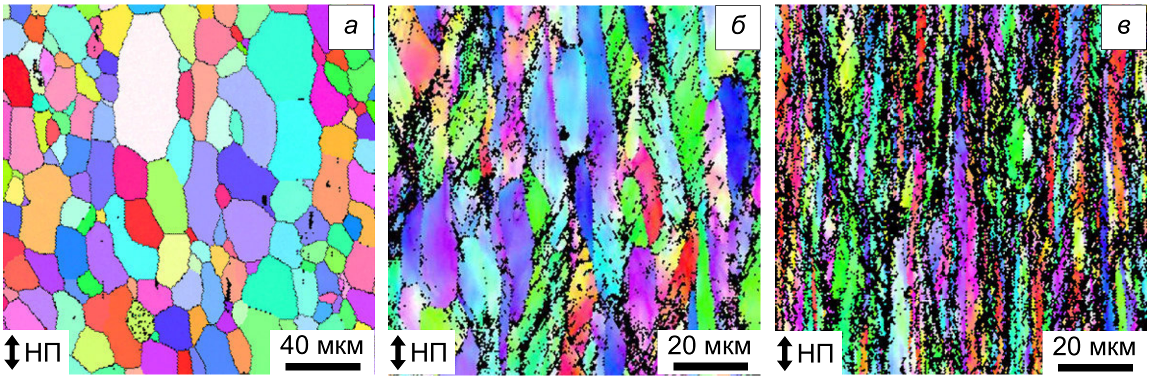


Рис.1. Карты угловой ориентации зеренной структуры сплава V–Cr–Zr–Ta в зависимости от структурного состояния. Растровая электронная микроскопия (метод EBSD). а – ТМО-I с заключительным отжигом при 1100 ºC [3]; б – e = 0,7; в – e = 1,6

Образцы до и после прокатки характеризуются одинаковым объемом (7,1×10^{-8} м^3), но различаются площадью (S), составляющей 1,79×10^{-4} м^2, 3,52×10^{-4} м^2 и 7,09×10^{-4} м^2 соответственно в исходном состоянии и после деформации с достижением значений истинной логарифмической деформации e = 0,7 и 1,6. Для анализа влияния дефектной субструктуры на процесс окисления был произведен пересчет массы введенного кислорода на единицу площади образца по формуле W = Δm/S. По углам наклона приведенных на рисунке 2 графиков зависимости W от продолжительности окисления были определены скорости окисления *(k)* в зависимости от структурного состояния на разных временных интервалах окисления (таблица 1). Из анализа графиков следует, что процесс формирования поверхностной окалины характеризуется некоторой стадийностью. Так на начальном этапе (до 1,5 часов), для всех обрабатываемых образцов, скорость окисления на порядок выше по сравнению с длительным временем обработки (таблица 1). На образцах деформированных прокаткой до e = 1,6 поверхностная окалина растет на 10 % быстрее по сравнению с образцами непосредственно после ТМО и заключительного отжига при 1100 ºC и более чем на 3 % быстрее, чем на образцах, прокатанных до e = 0,7.

Оценки, проведенные на основе представленных в таблице 1 данных, показали, что на наиболее дефектных образцах (e = 1,6) после окисления продолжительностью 1,5 часа толщина поверхностной окалины достигает 2,8 мкм. Увеличение времени окисления этих образцов до 3 и 6 часов обеспечивает формирование оксидной пленки толщиной 3,1 и 3,5 мкм соответственно.

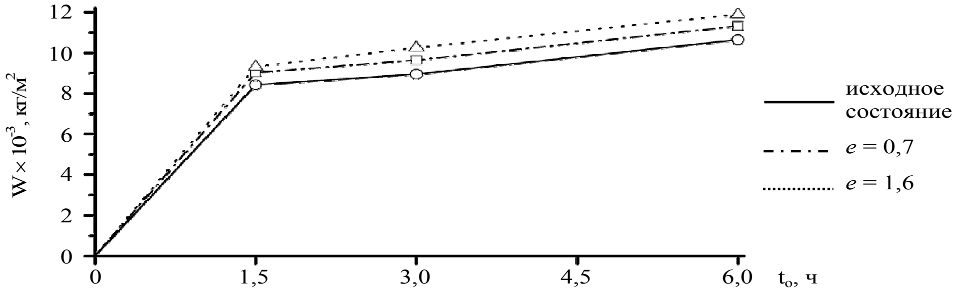


Рис. 2. Зависимость нормированной на единицу площади массы легированного кислорода (W, кг/м^2) от продолжительности формирования поверхностной окалины (t_o, ч)

Таблица 1

Скорость окисления (k) на разных стадиях формирования поверхностной окалины в зависимости от структурного состояния

Состояние	Стадия формирования поверхностной окалины		
	0 до 1,5 часов	1,5 до 3,0 часов	3,0 до 6,0 часов
	Скорость окисления, k, кг / (м^2 × с)		
Исходное, ТМО-I, 1100 °С	$15{,}59 \times 10^{-7}$	$0{,}97 \times 10^{-7}$	$1{,}57 \times 10^{-7}$
ТМО-I, 1100 °С, *e* = 0,7	$16{,}71 \times 10^{-7}$	$1{,}13 \times 10^{-7}$	$1{,}56 \times 10^{-7}$
ТМО-I, 1100 °С, *e* = 1,6	$17{,}25 \times 10^{-7}$	$1{,}74 \times 10^{-7}$	$1{,}52 \times 10^{-7}$

Заключение. Установлено, что увеличение степени пластической деформации сопровождается измельчением зеренной и субзеренной структуры, значительным увеличением доли мелких зерен, повышением скалярной плотности дислокаций. Такая трансформация микроструктуры способствует 10 % увеличению скорости формирования поверхностной окалины на образцах сплава V–Cr–Zr–Ta на начальном этапе окисления на воздухе, что необходимо учитывать при разработке новых режимов химико-термической обработки.

Авторы выражают благодарность д.ф.-м.н. Дитенбергу И.А. и д.ф.-м.н. Чернову В.М. за содействие в научной работе и обсуждение полученных результатов.

Исследования проведены на оборудовании ТМЦКП ТГУ. Работа выполнена при поддержке РФФИ (грант № 18-08-00213_А).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Фромм Е., Гебхардт Е. Газы и углерод в металлах. – М.: Металлургия, 1980. – 712 с.
2. Ditenberg I.A., Smirnov I.V., Tsverova A.S. et al. The influence of microstructure on oxidation rate of V-Cr-Ta-Zr alloy during its chemical-heat treatment // Russian Physics Journal. – 2018. – Vol. 61, № 8. – P. 1506-1512.
3. Дитенберг И.А., Смирнов И.В., Цверова А.С. и др. Влияние режимов термомеханической обработки на особенности гетерофазной и зеренной структуры и уровень механических свойств сплава V-Cr-Zr-Ta // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2018. – Т. 61, № 5. – С. 115-120.

ВЛИЯНИЕИ ИМПА МАГНЕТРОННОГО ДИОНА СВОЙСТВА НИКЕЛЕВЫХ ПЛЕНОК

А.Е. Целовальникова
Научный руководитель: ст. преподаватель НОЦ Вейнберга ИЯШТ, Д.В. Сиделёв
Национальный исследовательскийТомский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: nastasya.tselovalnikova@mail.ru

THE ROLE OF MAGNETRON DIODE TYPE ON THE PROPORTIES OF NIKEL FILMS

A. E. Tselovalnikova
Scientific supervisor: senior lecturer TPU, D.V. Sidelev
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: nastasya.tselovalnikova@mail.ru

Abstract. *Ni films were obtained by magnetron sputtering of cooled and hot targets. The elemental composition of as-deposited nickel films and after holding in atmosphere during 7 and 14 days was studied. There is shown that the resistance to cracking of Ni coatings deposited by hot target sputtering is higher just as peel adhesion of all samples is satisfactory.*

Введение. Для изготовления приборов космической техники применяется пайка керамических изделий к токопроводящим элементам. Пайку таких деталей можно провести при наличии металлического слоя на поверхности керамической основы, что может быть реализовано путём нанесения тонкой плёнки (используют никель) методом магнетронного распыления. Использование магнетронного распыления для металлизации обусловлено рядом его преимуществ относительно других видов осаждения: регулирование скорости осаждения, высокая адгезия, возможность управлять функциональными свойствами покрытий [1]. Однако никель относится к классу ферромагнетиков, поэтому эффективность его распыления в скрещенных электрическом и магнитном полях невысока [2]. Перспективен для распыления никеля магнетронный диод с «горячей» мишенью, где материал мишени в результате бомбардировки ионами из плазмы нагревается выше точки Кюри (627 К). В этом случае мишень становится парамагнитной, при этом возникает дополнительный поток энергии на подложку (за счёт теплового излучения нагретой мишени). Нет данных о том, как этот фактор может отразиться на свойствах формируемых покрытий. Цель данной работы – получение данных о влиянии типа мишени магнетронного диода на адгезионные свойства Ni плёнок.

Экспериментальная часть. Осаждение Ni плёнок производилось на ионно-плазменной установке, оборудованной магнетронной распылительной системой (МРС) в среде аргона (0,2 Па). Параметры напыления покрытий представлены в таблице 1. Остаточное давление в камере – $5{\cdot}10^{-3}$ Па. Покрытия наносились на подложки из предметного стекла (ГОСТ 19808-86), оно было выбрано как предметный материал. Контроль толщины плёнок осуществлялся при помощи кварцевого измерителя «МИКРОН-5».

Таблица 1

Параметры напыления плёнок Ni

Тип мишени	**охлаждаемая мишень**			**«горячая» мишень**		
Толщина, нм	150	300	600	150	300	600
***W*, кВт**	1,5					
***U*, В**	497	500	498	470	470	466
***I*, А**	3	2,98	2,98	2,1	2,12	2,12
***t*, мин**	17 7	35	70	10	20	40

Перед осаждением покрытий происходила ионная очистка поверхности подложек в среде Ar при давлении 0,1 Па с помощью ионного источника (*t* – 20 мин, *U*– 2,5 кВ, *I* - 35 мА).

Результаты и их обсуждение. Для анализа элементного состава сформированных Ni покрытий была использована спектрометрия тлеющего разряда (GD-Profiler 2). Параметры измерений были следующие: давление – 600 Па, мощность разряда – 20 Вт, частота – 1 кГц, коэффициент заполнения – 0,125. На рис. 1 показано распределение Ni и O в исходных покрытиях и после выдержки образцов на атмосфере (измерения проводились через 7 и 14 дней).

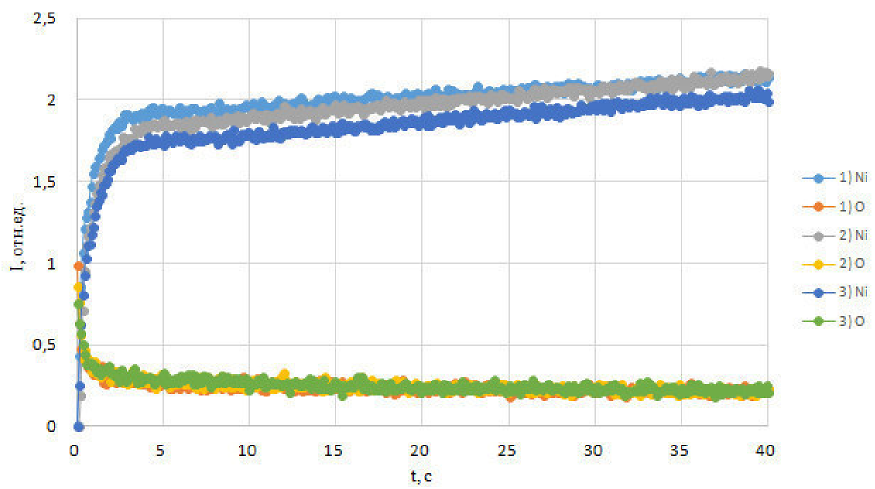


Рис. 1. Профиль распределения элементов в никелевом покрытии (300 нм): 1) в исходном покрытии; 2) через 7 дней; 3) через 14 дней

Из полученных данных видно, что при распылении как охлаждаемой, так и «горячей» Ni мишени кислород содержится только в тонком приповерхностном слое никеля (1-5 нм). После выдержки образцов на атмосфере глубина проникновения кислорода в исследуемых покрытиях осталась неизменной. Это свидетельствует об отсутствии окисления никелевой плёнки, что важно для технологического процесса пайки керамических изделий с металлизированным слоем.

Для определения адгезии Ni покрытий к стеклу использовался скретч–тестер (Micro Scratch Tester MST-S-AX-0000). Скорость нагружения– 5 Н/мин, диапазон нагрузки 0–5 Н, длина адгезионной царапины – 15 мм. На рис. 2 представлена зависимость параметра L_{C1} (минимальная нагрузка на индентор, при которой формируются поперечные трещины в исследуемом покрытии) от толщины покрытия и для различных условий их осаждения.

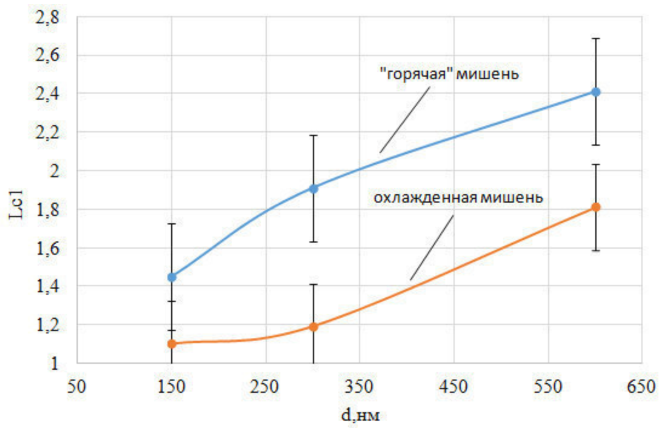


Рис. 2. Стойкость покрытий к образованию поперечных трещин при скретч-тесте

Видно, что покрытия, нанесенные с помощью МРС с «горячей» мишенью или же большей толщины, имеют более высокие значения L_{C1}, т.е. наблюдается повышение стойкости образцов к образованию поперечных трещин. Это может быть вызвано увеличением сопротивления упругой деформации плёнок (*H/E*) ввиду снижения твёрдости никелевой плёнки при увеличении её толщины и формированию более однородной микроструктуры покрытия из-за более интенсивного потока энергии на подложку при распылении «горячей» никелевой мишени (достигается более высокая температура на поверхности конденсации [3]).

Для определения адгезии на отрыв был дополнительно использован метод параллельных надрезов (ГОСТ 15140-78). На покрытии с помощью скальпеля наносилось 5 параллельных надрезов до подложки на расстоянии ~1 мм друг от друга. Перпендикулярно надрезам приклеивали полоску полиэтиленовой ленты, размером 10×100 мм. Далее резким движением отрывали ленту от покрытия и визуально оценивали состояние поверхности покрытия (с помощью оптического микроскопа Альтами 104 LED). Анализ поверхности образцов с никелевыми покрытиями после испытаний на адгезию показал, что края надрезов у всех образцов гладкие, отрыва покрытия от подложки не наблюдается.

Заключение. Никелевые покрытия, полученные с помощью магнетронного распыления, не окисляются в течение продолжительной выдержки на воздухе. Все образцы обладают удовлетворительной адгезией на отрыв. Однако стойкость покрытий к образованию в них поперечных трещин выше для плёнок, полученных распылениям «горячей» Ni мишени, и с большей толщиной. Данная категория образцов будет более перспективна для проведения пайки керамических изделий к токоведущим элементам.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Сиделёв Д.В. Осаждение покрытий из хрома и никеля с помощью магнетронного диода с «горячей» мишенью: Автореф. дис. … канд. тех.наук. – Томск, 2018.
2. Конов Д.А. Влияние магнитного фазового перехода на распыление и состав поверхности никеля и его сплавов: Автореф. дис. … канд. тех.наук – Москва, 2008.
3. Sidelev D.V., et al. Hot target magnetron sputtering for ferromagnetic films deposition // (2018) Surf. Coat. Technol. – 2018. – v. 334. - p. 61-70.

АНАЛИЗ КИНЕТИИ ПОГЛОЩЕНИЯ ВОДОРОДА ЦИРКОНИЕВЫМ СПЛАВОМ Э110 С ПОКРЫТИЕМ SiC

Цзинь Цзайчжоу
Научный руководитель: ассистент ОЭФ ИЯТШ ТПУ Е.Б. Кашкаров
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: 925089467@qq.com

ANALYSIS OF HYDROGEN SORPTION KINETICS OF SiC-COATED ZIRCONIUM ALLOY E110

Jinzaizhou
Scientific supervisor: assistant of General Physics department E.B. Kashkarov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: 925089467@qq.com

Abstract. *SiC coating was deposited on the zirconium alloy E110 by direct current magnetron sputtering. The effect of SiC coating on the rate of hydrogen sorption by zirconium alloy at different temperatures has been investigated. It was found that in the range from 350 to 450 °C, silicon carbide coatings have obvious barrier properties against H permeation into zirconium alloy.*

Введение. Цирконий и сплавы на его основе нашли широкое применение в ядерной энергетике, в частности в качестве материала оболочек тепловыделяющих элементов активной зоны ядерных реакторов [1]. В процессе эксплуатации изделия из данных сплавов подвергаются коррозии и наводороживанию. Проникновение водорода приводит к серьезному ухудшению механических свойств сплавов, в частности к потере его пластичности. Наводороживание циркониевых сплавов ограничивает срок службы изделий и ухудшает их характеристики при эксплуатации в водо-водяных энергетических реакторах [3]. Хотя нелегированные сплавы, обогащенные цирконием, растворяют до 450 ppm водорода в твердом растворе при температуре около 500 °C, растворимость значительно уменьшается до 65 ppm при понижении температуры до 300 °C и до 5-6 ppm водорода при комнатной температуре [4]. Готовые изделия из циркониевого сплава обычно содержат 10-20 ppm водорода [3]. Для повышения выгорания топлива, срока службы циркониевых элементов, а также безопасности реактора в случае возможных аварийных условий разрабатываются различные способы их защиты. Защитные покрытия являются одним из перспективных методов защиты циркониевых элементов . Покрытие должно обеспечивать защиту сплавов от окисления, а также препятствовать проникновению водорода с целью снижения охрупчивания сплава. Карбид кремния (SiC) является перспективным для предотвращения окисления и водородного охрупчивания циркониевых оболочек, поскольку SiC обладает высокой стойкостью к окислению и низкой водородопроницаемостью [3-5]. SiC также обладает низким сечением захвата тепловых нейтронов, что ниже значений захвата для циркония ($0{,}18\times10^{-28}$ м^2).

Материалы и методика исследований. Для исследования использовались прямоугольные образцы циркониевого сплава Э110 размерами 20×20×0,7 мм. Образцы подверглись шлифованию наждачными бумаги с маркировками по ISO-6344 600, 1500, 2000 и 2500 для удаления поверхностных дефектов и загрязнений. Затем образцы подвергались ионной очистке с последующим нанесением покрытия SiC методом магнетронного распыления на вакуумной установке «Радуга-спектр». Анализ кинетики поглощения водорода проводился при насыщении из газовой фазы на установке Gas Reaction Controller LPB. Кристаллическую структуру образцов исследовали методом рентгеновской дифракции (РСА) на дифрактометре Shimadzu XRD-7000S. Анализ профилей распределения элементов проводился методом оптической эмиссионной спектроскопии плазмы тлеющего разряда на установке GD Profiler 2.

Результаты и их обсуждение. Проникновение водорода в материал с течением времени показано на рисунке 1. Интенсивность поглощения водорода характеризуется наклоном соответствующей кривой. Видно, что осаждение покрытия SiC существенно снижает наводороживание циркониевого сплава. Кинетика поглощения водорода образцами с покрытием медленнее даже при температуре 450 °C, чем образцов сплава без покрытия при 350 °C.

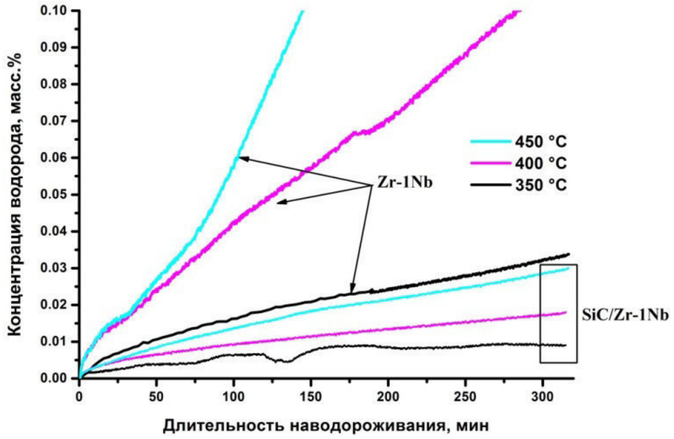


Рис 1. Кинетические кривые поглощения водорода образцами

Средняя скорость сорбции водорода была рассчитана из графика (рис. 3) по следующей формуле:

$$q_{H_2} = \frac{C_H}{\Delta t}\ [\text{масс.}\%/\text{с}]$$

Результаты расчетов скорости сорбции водорода образцами представлены в табл. 1.Скорость сорбции водорода увеличивается с увеличением температуры наводороживания (см. табл. 1). Наибольшая скорость сорбции водорода составила 1.3×10^{-5} масс.%/с при температуре 450 °C для сплава циркония без покрытия. Покрытие SiC снижает скорость сорбции водорода сплавом и этот эффект становится более заметным с ростом температуры. Снижение наводороживания сплава обусловлено низкой водородоприницаемостью покрытия SiC. Несмотря на увеличение скорости сорбции водорода при более высоких (400 и 450 °C) температурах, покрытие SiC является защитным в указанном диапазоне. Анализ адгезионных свойств показал, что адгезионная прочность покрытия SiC остается на уровне 5,0±0,5 Н после наводороживания при температуре 450 °C.

Таблица 1

Скорость сорбции водорода.

T, °C	Скорость сорбции Q_H, масс.%/с		Q_1/Q_2
	Э110 (Q_1)	SiC/Э110 (Q_2)	
350	1.8×10^{-6}	4.8×10^{-7}	3,8
400	5.6×10^{-6}	9.5×10^{-7}	5,9
450	1.3×10^{-5}	1.6×10^{-6}	8,1

На рис. 2 приведены профили распределения элементов по глубине образцов, подвергнутых наводороживанию при температуре 450 °C. Водород достаточно равномерно распределен в поверхностном гидридном слое (более 90 об.% по данным РСА) в непокрытом образце (рис. 2а). Вероятно, это связано с высокой скоростью диффузии водорода в циркониевом сплаве при 450 °C и низкой скоростью охлаждения (2 °C/мин), что приводит к перераспределению водорода. Водород имеет градиентное распределение в образце с покрытием SiC (рис. 2б). Кроме того, на границе раздела между покрытием SiC и матрицей сплава наблюдается повышенное содержание водорода. Небольшое количество водорода проникает в глубину сплава, что приводит к выпадению δ гидридов циркония (менее 15 об.%), в соответствии с данными РСА.

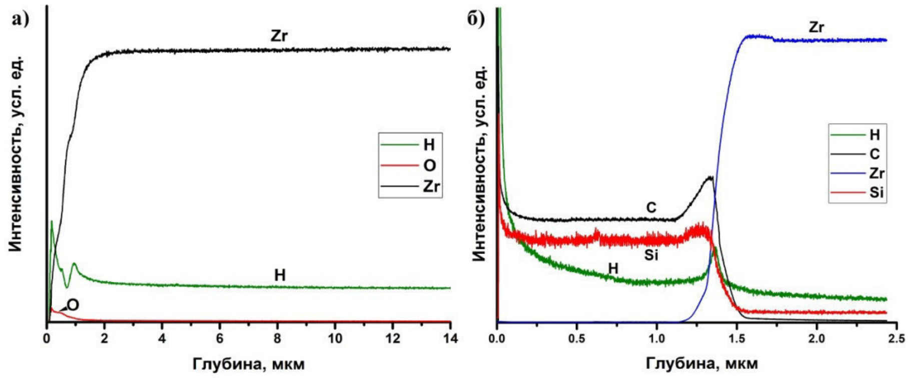


Рис 2. Распределение элементов в непокрытом сплав Э110 (а) и сплаве с покрытием SiC (б) после навордороживания при температуре 450 °C

Заключение. В настоящей работе проведено исследование защитных свойств покрытия SiC от проникновения водорода в циркониевый сплав Э110. Покрытие SiC было нанесено на циркониевый сплав Э110 методом магнетронного распыления. Исследовано влияние покрытия SiC на скорость сорбции водорода циркониевым сплавом в диапазоне температур от 350 до 450 °C. Было показано, что осаждение покрытия SiC на поверхность сплава Э110 приводит к снижению наводороживания сплава, что обусловлено низкой водородопроницаемостью покрытия. Наводороживание сопровождается захватом водорода на границе раздела обогащенной углеродом между покрытием SiC и подложкой сплава. При наводороживании до 450 °C не происходит ухудшения адгезионных свойств покрытия SiC. Нанесение покрытий SiC может быть эффективным способом защиты циркониевых сплавов от проникновения водорода, как при рабочих, так и при повышенных температурах эксплуатации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. D.O. Northwood, U. Kosasih. Int. Metals. // Rev. 28. – 1983. – P. 92.
2. J.J. Kearns. Nucl. Mater. – 1967. – P. 292.
3. I. Aitchison, Applications-Related Phenomena in Zirconium and Its Alloys. // STP 458. – ASTM, Philadelphia,PA. – 1969. – p.p. 160.
4. Karl-Heinz Neeb. The radiochemistry of nuclear power plants with light water reactors. — Berlin, New York: Walter de Gruyter. – 1997. – P. 733.
5. Safety and security of commercial spent nuclear fuel storage: public report. — Washington, D.C.: National Academies Press. – 2006. – P. 75.

ОСОБЕННОСТИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ВОДОРОДА С АЛЬФА-ЦИРКОНИЕМ С ПРИМЕСЬЮ НИОБИЯ: РАСЧЕТЫ ИЗ ПЕРВЫХ ПРИНЦИПОВ

Цзя Хаоцзюнь
Научный руководитель: Л.А. Святкин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: haojunjia.phy@gmail.com

THE FEATURES OF THE INTERACTION OF HYDRODEN WITH ALPHA-ZIRCONIUM WITH NIOBIUM IMPURITY: FIRST-PRINCIPLES CALCULATIONS

Hao-Jun Jia
Scientific Supervisor: L.A. Svyatkin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: haojunjia.phy@gmail.com

Abstract. *Understanding of the interaction of Nb with Zr-H at the microscopic level is very important for investigating and predicting the properties of the Zr-Nb-H system and hydrogen diffusion. This work presents the first-principle investigation of the atomic structure and energy of the Zr–Nb–H and Zr–H systems. It was found that adding Nb atoms to Zr–H systems increase the hydrogen binding energy in zirconium.*

Введение. Сплав Zr-1%Nb используются для изготовления оболочек топливных элементов ядерного реактора из-за их механических и защитных устойчивых свойств и низкого поперечного сечения рассеяния нейтронов [1, 2]. В процессе эксплуатации реактора в оболочках топливных элементов будет накапливаться водород, возникающий преимущественно в результате диссоциации воды в системе охлаждения реактора. Накопление водорода будет приводить к осаждению гидридов и вызывать охрупчивание материалов, их вздутие и другие нежелательные эффекты. При этом наличие различных примесей в цирконии может как ускорять, так и замедлять этот процесс. Целью данной работы является первопринципное исследование влияния примеси ниобия на взаимодействие водорода с цирконием.

Метод и детали расчета. Все расчеты в работе проводились в рамках теории функционала электронной плотности методом проекционных присоединенных волн, реализованным в пакете програм VASP. Обменные и корреляционные эффекты рассматривались в рамках обобщенного градиентного приближения в форме Пердью-Берка-Эрнцерхофа (PBE) [3]. Процесс самосогласованния поля считался завершенным, когда разность энергий составляла меньше 10^{-4} эВ. Релаксация положений атомов в кристаллической решетке считалась завершенной, когда силы, действующие на каждый атом, становились ниже 10^{-2} эВ/Å.

Результаты. На рис. 1 представлены расчётные ячейки системы Zr_{15}-Nb с указанием положений, занимаемых атомами Nb в ГПУ решетке Zr. Светло-зеленый и темно-зеленый шарики соответствуют атомам Zr и Nb, соответственно. В рассмотренных случаях концентрация атомов Nb в решетке Zr составляет X = Nb/Zr ~ 7%. На рис. 2 представлены расчётные ячейки системы Zr_{36}Nb с указанием положений, занимаемых атомами Nb в ГПУ решетке Zr. Светло-зеленый и темно-зеленый шарики соответствуют атомам Zr и Nb, соответственно. В рассмотренных случаях концентрация атомов Nb в решетке Zr составляет X = Nb/Zr ~ 2,9 %.

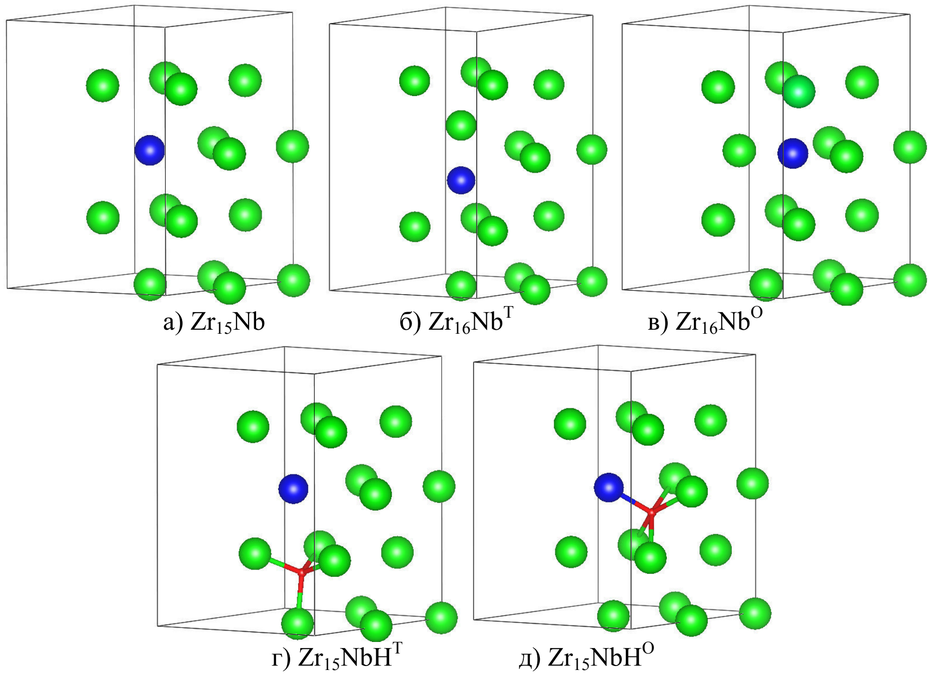


Рис. 1. Расчетные ячейки твердых растворов $Zr_{15}Nb$, $Zr_{16}Nb^{T}$, $Zr_{16}Nb^{O}$, $Zr_{15}NbH^{T}$, $Zr_{15}NbH^{O}$ с ГПУ структурой. Литерами O и T обозначены октаэдрические и тетраэдрические междоузлия, соответственно

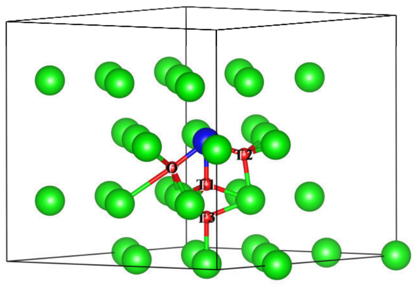


Рис. 2. Расчетная ячейка твердого раствора $Zr_{35}Nb$ с указанием рассмотренных в настоящей работе междоузлий, занимаемых атомом водорода вблизи ниобия. Литерами O и T обозначены октаэдрические и тетраэдрические междоузлия, соответственно

Чтобы выяснить влияние примеси Nb и H на атомный объем Zr, были вычислены постоянные решеток с различными координациями атомов H и Nb. Результаты расчетов приведены в таблице 1. В работе также рассчитаны энергии связи ниобия и водорода в решетке циркония:

$$\Delta E_{Nb} = \frac{x}{16}E(Zr_x) + \frac{y}{2}E(Nb_2) - E(Zr_xNb_y), \quad (1)$$

$$\Delta E_{H} = E(Zr_xNb_y) + \frac{z}{2}E(H_2) - E(Zr_xNb_yH_z), \quad (2)$$

где $E(Zr_x)$, $E(Nb_2)$, $E(Zr_xNb_y)$, $E(Zr_xNb_yH_z)$ – полные энергии чистых Zr и Nb и твердых растворов Zr_xNb_y и $Zr_xNb_yH_z$.

Согласно данным в таблице, энергия связи ниобия в цирконии имеет отрицательные значения, то есть необходимо сообщить энергию, чтобы внедрить атом ниобия в цирконий. При это ниобию энергетически наиболее выгоднее замещать атомы циркония, чем размещаться в междоузлиях его решетки. Из таблицы видно, что замещение атома циркония ниобием незначительно уменьшает параметры решетки (на величину ~ 0,03 Å). Однако растворение водорода приводит преимущественно к увеличению параметров решетки. Отметим, что наличие примеси ниобия усиливает связь водорода с цирконием. Уменьшение концентрации атомов водорода и ниобия в решетке циркония приводит к увеличению энергии связи водорода.

Таблица 1

Параметры решетки чистых Zr, Nb и систем Zr-Nb и Zr-Nb-H

Система	*a*, Å	*c*, Å	ΔE_{Nb}, эВ	ΔE_{H}, эВ
Nb_2	3,251	3,281	-	-
Zr_{16}	3,236	5,171	-	-
$Zr_{15}Nb$	3,211	5,171	-0,709	-
$Zr_{16}Nb^{T}$	3,211	5,141	-3,215	-
$Zr_{16}Nb^{O}$	3,189	5,650	-3,164	-
$Zr_{15}NbH^{T}$	3,248	5,196	-	2,117
$Zr_{15}NbH^{O}$	3,247	5,178	-	2,168
Zr_{36}	3,243	5,196	-	-
$Zr_{36}H^{T}$	3,236	5,337	-	2,347
$Zr_{36}H^{O}$	3,241	5,340	-	2,247
$Zr_{35}Nb$	3,244	5,166	-0,913	-
$Zr_{35}NbH^{O}$	3,241	5,341	-	2,733
$Zr_{35}NbH^{T1}$	3,230	5,393	-	2,781
$Zr_{35}NbH^{T2}$	3,243	5,186	-	2,774
$Zr_{35}NbH^{T3}$	3,226	5,186	-	2,797

В работе рассчитано распределение валентного заряда в чистом цирконии и твердых растворах $Zr_{36}H$ и $Zr_{35}NbH$. Установлено, что уровень электронной плотности между атомами H и Nb выше, чем между атомами H и Zr. Так плотность заряда между Nb и H на 36% выше, чем между Zr и H. Это свидетельствует о том, что ковалентная составляющая связи металл-водород в случае Nb и H больше, чем в случае атомов Zr и H. Отметим, что атом водорода в тетраэдрическом междоузлии сильнее связан с атомом ниобия, чем атом водорода в октаэдрическом междоузлии.

Заключение. Таким образом в настоящей работе было изучено из первых принципов влияние примеси ниобия на энергетику взаимодействия водорода с цирконием. Установлено, внедрение ниобия в решетку циркония приводит к усилению связи металл-водород за счет увеличения доли ковалентной составляющей связи металл-водород.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Wang F., Gong H.R. First principles study of various Zr-H phases with low H concentrations // Int. Jour. Hydr. Ener. – 2012. – V. 37. – pp. 12393-12401.
2. Ponzoni L.M.E., Mieza J.I., Heras E.D.L., Domizzi G. Comparison of delayed hydride cracking behavior of two zirconium alloys // Int. Nucl. Mater. – 2013. – V. 439. – pp. 238-242.
3. Perdew J.P., Burke K., Ernzerhof M. Generalized Gradient Approximation Made Simple // Phys. Rev. Lett. – 1996. – V. 77., №18. – pp. 3865-3868.

ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ ПРИРОДНЫХ ПОЛИМЕРОВ НА ПРИМЕРЕ СОСНЫ СИБИРСКОЙ КЕДРОВОЙ

Цуй Цзян, Р.С. Лаптев, Ю.С. Бордулев

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. К.П. Арефьев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: ttszyan@mail.ru

INVESTIGATION OF THE NATURAL POLYMERS STRUCTURE ON THE EXAMPLE OF SIBERIAN PINE

Cui Jian, R.S. Laptev, Yu.S. Bordulev

Scientific Supervisor: Prof., Dr. K.P. Arefiev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: ttszyan@mail.ru

Abstract. *In the present study, we performed the experimental study of wood structures by positron annihilation. The measurements were carried out on the positron lifetime spectrometer. The other two components are associated with the annihilation of ortho-positronium in liquids and gases filling the intra- and intercellular spaces of the wood. On the basis of experimental studies, a century old Siberian pine has been cut, the changes in the solid, liquid, and gas components of wood are dated.*

Введение. Растения подвержены действию многих факторов. В различной степени на них влияют температура окружающей среды, дефицит влаги, повышенное содержание в атмосфере CO_2, присутствие в почве тяжелых металлов. Известно, что стресс у деревьев вызывает изменение дозы УФ радиации, дошедшей до поверхности земли и повышение концентрации токсичного тропосферного озона, особенно в промышленной зоне. Все это приводит к изменениям годичного прироста деревьев [1,2].

Позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС) является современным методом изучения структуры вещества [3,4].

Первая задача – оценить насколько возможно применение этого метода к сложному многокомпонентному по своей структуре объекту, каковы требования к форме образцов для исследования и дискретность датировки характеристик образцов.

Дальнейшие цели: выявить и датировать изменения древесины клеточных стенок в растущем дереве для твердотельной, жидкой и газовой составляющих древесины.

Материал и методы исследования. Спектрометр был реализован на основе быстро-быстрой схемы. В качестве детекторов использовались сцинтилляционные детекторы Hamamatsu H3378-50 на основе кристаллов BaF_2 цилиндрической формы, диаметром 30мм и толщиной 25 мм. Питание детекторов осуществлялось с помощью высоковольтного источника питания (ВИП, NHQ 203M). Спектрометрический комплекс включает в себя два дифференциальных дискриминатора постоянной составляющей (ДПС, FAST ComTech 7029A), блок наносекундной задержки (БНЗ, Canberra 2058), время-цифровой преобразователь (ВЦП, FAST ComTech 7072T), многопараметровый многоканальный анализатор (МРА 4) и персональный компьютер с программным обеспечением для набора спектров (ПК). Схема спектрометрического комплекса представлена на рисунке 1.

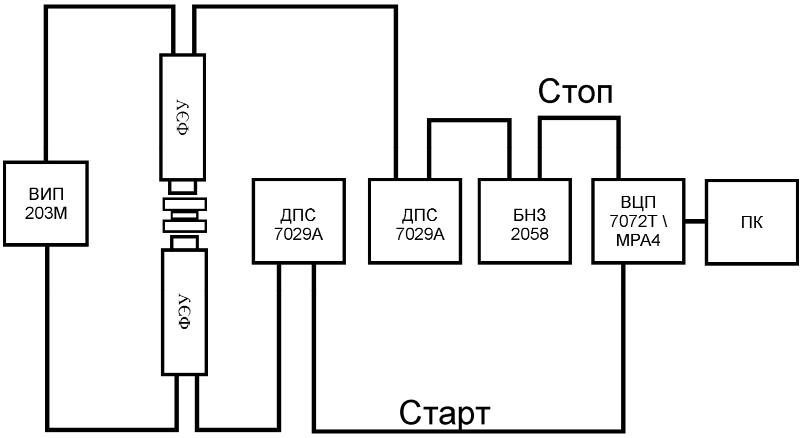


Рис. 1. Схема спектрометрического комплекса

Регистрация ядерного γ-кванта, с энергией 1,157 МэВ, является сигналом «старт», а регистрация аннигиляционного кванта, с энергией близкой к 0,511 кэВ, является сигналом «стоп». Время между двумя этими сигналами и является временем жизни позитрона в веществе. Импульсы с детекторов поступают на дифференциальные дискриминаторы, где осуществляется амплитудная селекция и привязка к временному фронту. Аналоговый сигнал с анода детектора «стоп» поступает на ДПС. Пороги дискриминации на нем установлены так, чтобы захватить область только аннигиляционного пика. Аналогично с сигналами «стоп». Пороги установлены таким образом, чтобы провести селекцию импульсов, соответствующих ядерным γ-квантам [5].

Результаты исследований. В процессе анализа полученных данных было выделено 3 компоненты: 1 короткоживущая и 2 долгоживущие τ_1=373,4±0,2 пс, τ_2=1494,3±4,1 пс, τ_3=2757,5±23,8 пс. Первую компоненту, с относительной интенсивностью ~80%, можно однозначно связать с аннигиляцией позитронов в твердом теле (целлюлоза, лигнин и т.д.). Компонента τ_2, в соответствии с известными литературными данными ассоциируется с орто-позитронием в жидкостях (H_2O, смолы и т.д.), заполняющими внутри- и меж- клеточные пространства древесины. Третья компонента разложения ассоциируется с аннигиляцией орто-позитрония в газах (CO_2, N_2, O_2 и т.д.), также в внутри- и меж-клеточных пространствах древесины. На рисунке 2 представлены интенсивности разных компонент разложения в зависимости от слоя. Компонента τ_1, с интенсивностью 80%, вносит основной вклад, поэтому характер зависимости среднего времени жизни τ_{avg} от слоя совпадает с характером зависимости τ_1. Уменьшение среднего времени жизни может свидетельствовать об увеличении плотности при приближении к более «старым» годовым кольцам.

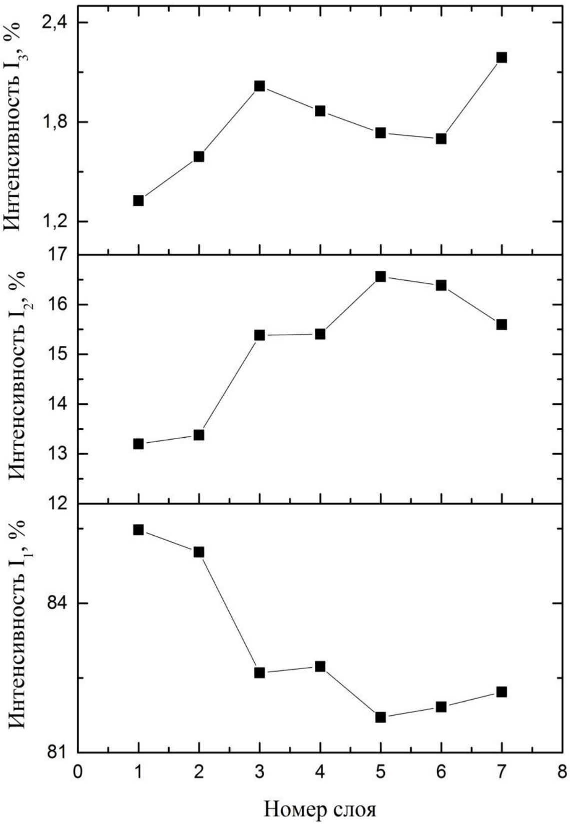


Рис. 2. Изменение интенсивности компонент τ_1, τ_1 и τ_3 в зависимости от слоя

Заключение. Таким образом, ПАС является перспективным методом неразрушающего контроля структуры материалов, применяющимся в разных отраслях науки и техники. Дальнейшее исследование в области ПАС и использование его в связке с другими методами поможет в разработке новых материалов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Биоиндикация стратосферного озона / Под ред. В. В. Зуева- М: Издательство, 2006. – 228 с.
2. Кашулин П.А., Калачева Н.В., Артемкина Н.А., Черноус С.А. Фотохимические процессы в растениях на Севере и окружающая среда. // Вестник МГТУ.- 2009.- Т. 12., № 1.,-С. 137-142.
3. Гольданский В.И. Физическая химия позитрона и позитрония. -М.: Наука, 1968.
4. Графутин В.И., Прокопьев Е.П. Применение позитронной аннигиляционной спектроскопии для изучения строения вещества.// Успехи физических наук.-2002.- Т. 172., № 12., -С. 67–83.
5. Лаптев Р. С. Разработка метода аннигиляции позитронов для контроля дефектной структуры в системах металл-водород :Автореф. диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук— Томск, 2014. — 129 с.

СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ СПЛАВОВ CUZN С ОТКЛОНЕНИЕМ ОТ СТЕХИОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА

А.А. Чаплыгина, П.А. Чаплыгин
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. М.Д. Старостенков
Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова,
Россия, г. Барнаул, пр. Ленина, 46, 656038
E-mail: alesya_ch@mail.ru

STRUCTURAL-PHASE TRANSFORMATIONS OF CUZN ALLOYS WITH DEVIATION FROM STOICHIOMETRY COMPOSITION

A.A. Chaplygina, P.A. Chaplygin
Scientific Supervisor: Prof., Dr. M.D. Starostenkov
Altai State Technical University, Russia, Barnaul, Lenin str., 46, 656038
E-mail: alesya_ch@mail.ru

Abstract. *By the Monte Carlo method, is shown that the deviation of the atomic composition from the stoichiometric affects the formation of the domain structure and the disorder-order phase transition.*

Введение. Медь и ее сплавы традиционно широко используются благодаря сочетанию высоких механических и технологических свойств. Латуни обладают по сравнению с медью более высокой прочностью, коррозионной стойкостью, лучшими литейными свойствами, имеют более высокую температуру рекристаллизации. Естественно, что свойства сплавов связаны со структурно-фазовым состоянием материалов, а в конечном счете свойствами и структурой фаз, составляющих сплав. Исследование свойств и структурно-фазового состояния материалов экспериментальными методами не только трудоемко, но часто и механизмы происходящих физико-химических процессов вскрыть бывает очень непросто. Поэтому систематические исследования структурно-фазовых состояний металлических систем методами компьютерного моделирования привлекают пристальное внимание, так как удается вскрывать происходящие в системе физико-химические процессы и явления.

Используемые приближения и модель. В данной работе рассматривается процесс изменения структуры двух неупорядоченных модельных сплавов CuZn, имеющих отклонение от стехиометрии ±5%, в процессе охлаждения из неупорядоченного твердого расствора. Стартовый блок кристалла задавался путем случайного распределения атомов Cu и Zn по узлам ОЦК-решетки в соответствии с заданными концентрациями компонент.

Взаимодействие между различными парами атомов компонент сплава задавались с использованием полуэмпирического парного потенциала Морзе [1-3]. Для расчетов использовался алгоритм Метрополиса метода Монте-Карло [1-4]. Для активизации процесса диффузии в кристалл случайным образом вводилась одна вакансия, что соответствует концентрации ~$1{,}81 \cdot 10^{-5}$.

Результаты. Изменение энергетических характеристик сплавов с концентрациями компонент, близкими к эквиатомному составу, в процессе охлаждения приведены на рисунке 1. На рисунке 2 представлено изменение параметров ближнего и дальнего порядков сплавов, по составу близких к CuZn, в процессе фазового перехода беспорядок-порядок.

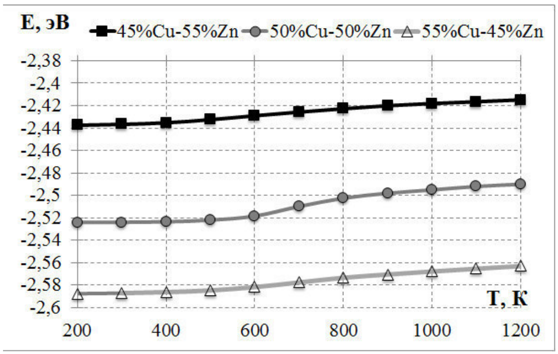


Рис. 1. Температурная зависимость конфигурационной энергии от концентрации компонент сплавов CuZn в процессе охлаждения

Как видно из рисунка 1, наименьшее значение конфигурационной энергии соответствует сплаву с 45%Zn, а наибольшее – сплаву с 55%Zn. Температурные диапазоны фазового перехода беспорядок-порядок близки, но сплав со стехиометрическим составом переходит в упорядоченное состояние быстрее и при более высокой температуре.

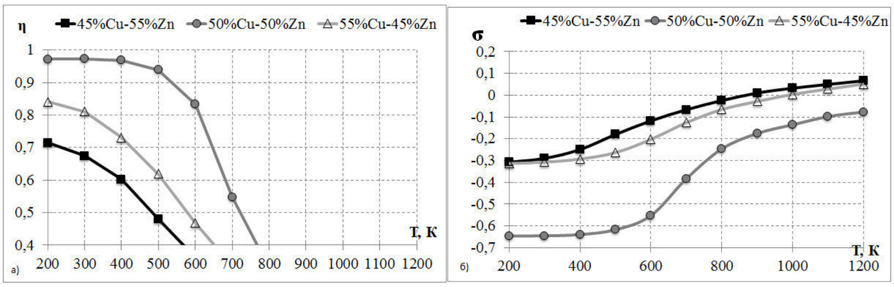


Рис. 2. Температурная зависимость параметра дальнего порядка (а) и параметра ближнего порядка (б) и от концентрации компонент сплава в процессе охлаждения

Картина изменения значений параметров дальнего порядка в процессе ступенчатого охлаждения модельных сплавов представлена на рисунке 1а. В сплаве стехиометрического состава значение параметра дальнего порядка достигает 0,98, а в сплавах, имеющих отклонение от стехиометрии 0,84 для 45% и 0,71 для 55% Zn. В сплаве эквиатомного состава значение параметра дальнего порядка растет быстрее, чем в сплавах с отклонением от стехиометрического состава. Максимальное значение дальнего порядка соответствовало наибольшему объему упорядоченной структуры.

Значения параметров ближнего порядка в сплавах, имеющих отклонение от стехиометрии, в процессе упорядочения близки между собой. После ступенчатого охлаждения значение параметра ближнего порядка в сплавах с 45% и 55% Zn стало -0,3, в сплаве эквиатомного состава -0,6, что согласуется с данными полученными ранее [1-3].

Выявлены особенности формирования доменной структуры упорядочивающихся сплавов, имеющих отклонения от стехиометрии, получены картины распределения атомов по упорядоченным и неупорядоченным фазам в зависимости от концентрации компонент (рис. 3).

Анализ кинетики доменной структуры показал, что для высоких температур (1200 К) появляются только мелкоразмерные домены, причем размеры антифазных доменов со сверхструктурой B2 увеличиваются при охлаждении до 800 К. Для более низкой температуры (400 К) в сплаве эквиатомного состава не остается неупорядоченных областей, кроме границ доменов. В сплаве с 45%Zn количество неупорядоченных областей уменьшается с понижением температуры, а в сплаве с 55%Zn процесс формирования доменов затруднен.

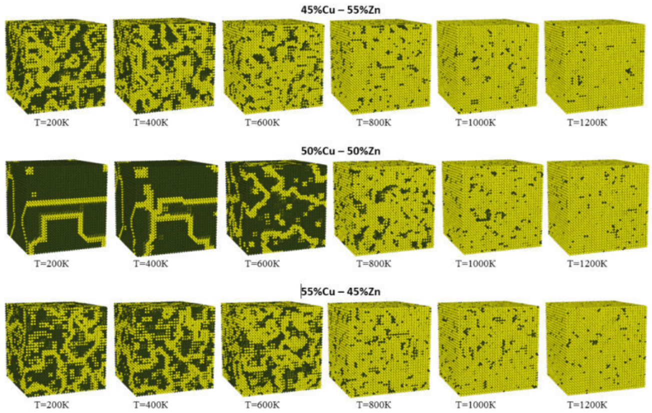


Рис. 3. Картина распределения атомов по упорядоченным и неупорядоченным фазам в сплавах CuZn в процессе охлаждения

Заключение. В фазовых составах сплавов, имеющих отклонения от стехиометрии, в результате упорядочения наблюдалось формирование доменов, соответствующего сверхструктуре B2. При отклонении состава сплава от стехиометрического наблюдается существенное измельчение упорядоченных и неупорядоченных областей.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Чаплыгина А.А., Потекаев А.И., Чаплыгин П.А., Кулагина В.В., Старостенков М.Д., Гринкевич Л.С. Особенности структурно-фазовых превращений сплава CuZn при термоциклировании // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2016. – Т. 59. № 5. – С. 3-8.
2. Potekaev A.I., Grinkevich L.S., Kulagina V.V., Chaplygina A.A., Chaplygin P.A., Starostenkov M.D. Structural-phase transformations of CuZn alloy under thermal-impact cycling. // Russian Physics Journal. – 2017. – Т. 59. № 10. – С. 1532-1542.
3. Чаплыгина А.А., Чаплыгин П.А., Старостенков М.Д., Потекаев А.И., Романенко В.В. Стабильность комплексов термических антифазных границ в процессе фазового перехода порядок-беспорядок в сплаве CuZn. // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2016. – Т. 13. № 3. – С. 403-407.
4. Потекаев А.И., Чаплыгина А.А., Кулагина В.В., Чаплыгин П.А., Старостенков М.Д. Структурно-фазовые особенности фазового перехода порядок - беспорядок в ОЦК-сплаве со сверхструктурой B2 при наличии комплекса термических антифазных границ. // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2017. – Т. 60. № 2. – С. 16-26.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВНУТРЕКОНФИГУРАЦИОННЫХ 4*f*-ПЕРЕХОДОВ ИОНА Sm^{3+} В TiO_2 ПРИ АКТИВАТОРНОМ ФОТОВОЗБУЖДЕНИИ

О.М. Чапура, Р.А. Гончаров, А.А. Цагикян
Научный руководитель: д.ф.-м.н. Л.В. Михнев
Северо-Кавказский федеральный университет,
Россия, г. Ставрополь, ул. Пушкина, 1, 355009
E-mail: ChapurOL-7@mail.ru

STUDY INTRA-4*f* TRANSITION OF Sm^{3+} IONS UNDER DIRECT PHOTOEXCITATION IN TiO_2

O.M. Chapura, R.A. Goncharov, A.A. Tsagikyan
Scientific supervisor: Dr. L.V. Mikhnev
North-Caucasus Federal University,
Russia, Stavropol, Pushkin Street 1, 355009
E-mail: ChapurOL-7@mail.ru

Abstract. *A systematic study of photoluminescence transitions of* Sm^{3+}*incorporated in titanium dioxide* (TiO_2) *with anatase structure has been performed. Perceptible changes of luminescence under direct excitation as compared with indirect excitation of* Sm^{3+} *in titanium dioxide* (TiO_2:Sm^{3+}) *have been detected. Measurements of photoluminescence excitation spectra for all detected radiative transition of* Sm^{3+} *were accomplished. Thus, evidences existence of several sites of* Sm^{3+} *in anatase* TiO_2 *has been presented in this work.*

Введение. Оксид титана (TiO_2) вследствие высокой химической стабильности и большого показателя преломления обладает большими перспективами в качестве материала для различных слоев в солнечной энергетике, оптике, светоизлучающей и дисплейной технике [1]. Поэтому одним из актуальных направлений является создание фотоконвертирующих и сенсибилизирующих люминофоров на основе оксида титана. Внедрение самария в кристаллическую решетку оксида титана позволяет получить эффективные люминофоры оранжевого цвета [2]. Однако, несмотря на то, что исследованию люминесценции оксида титана легированного ионами самария (TiO_2:Sm^{3+}) при возбуждении в фундаментальную область посвящено достаточно большое количество работ, фотолюминесценция, вызванная активаторным поглощением в этом материале, на настоящий момент практически не изучена. Таким образом, **целью работы** является исследование спектральных характеристик люминесценции TiO_2:Sm^{3+} при фотовозбуждении в область активаторного поглощения.

Материалы и методы исследования. Образцы TiO_2:Sm^{3+} были получены золь-гель методом из тетраизопропилата титана в изопропиловом спирте [3]. Содержание тетраизопропилата титана подбиралась так чтобы его итоговая концентрация составляла 0,25 моль/л, Водный раствор нитрата самария добавляли в соотношении 0,75 *mol*% к катиону титана. Для пептизации полученного осадка в реакционную среду была добавлена азотная кислота, взятая в молярном отношении к тетраизопропилату титана как 2:1. Золь выдерживался 48 часов и полученный гель высушивали при 100°C в течение 24 часов. На последнем этапе проводился отжиг образца в течение 2 ч. при температуре 700°C. Структурные особенности полученных частиц изучали методами рентгеноструктурного анализа на установке PANalytical Empyrean. Измерение спектров фотолюминесценции, фотовозбуждения люминесценции и диффузного отражения производилось на автоматизированной установке, построенной на базе монохроматоров МДР-41 и МДР-23У.

Результаты. Анализ дифрактограмм экспериментальных образцов показал наличие единственной фазы диоксида титана со структурой анатаза. Размер кристаллитов, рассчитанный с помощью формулы Дебая-Шеррера, оказался равным 23,5 нм. Оценку ширины запрещенной зоны для наночастиц оксида титана проводили на основе спектральной зависимости функции Кубелка-Мунка, представленной на рисунке 1,а. Получившееся значение ширины запрещенной зоны $TiO_2:Sm^{3+}$ оказалось равным 3,2 эВ. На спектре наряду с областью фундаментального поглощения была также обнаружена активаторная полоса поглощения с максимумом 2,53 эВ (488 нм), представленная на вставке рисунка 1,а. Эту полосу возможно соотнести с переходом иона Sm^{3+} из состояния $^6H_{5/2}$ в $^4I_{11/2}$+$^4I_{13/2}$. Ранее нами [3] было показано также наличие активаторных полос в районе 411 нм, связанных с переходом $^6H_{5/2}\rightarrow{}^6P_{3/2}$. На рисунке 1, б показаны спектры фотолюминесценции, полученные при возбуждении в эти активаторные полосы (411 и 488 нм), а также в фундаментальную полосу (365 нм).

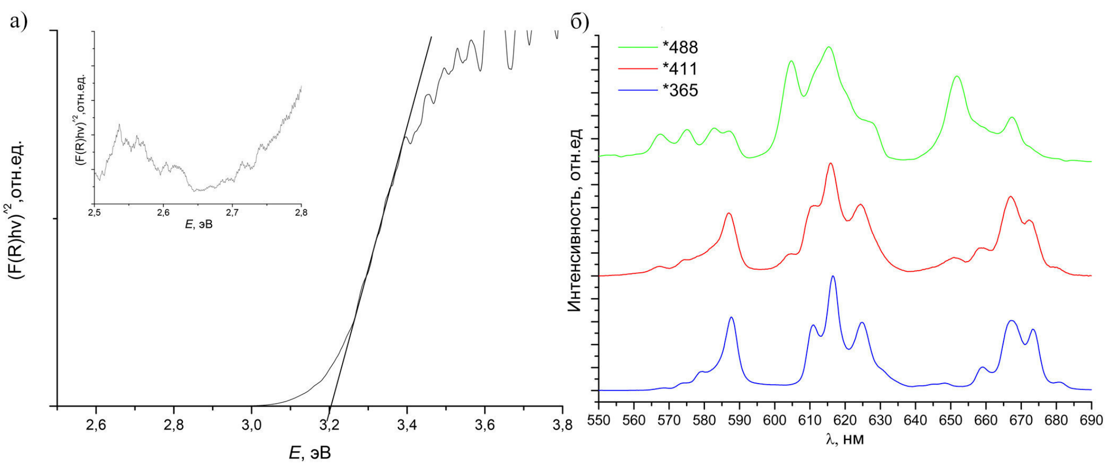


Рис.1 Спектральная зависимость функции Кубелка-Мунка (а) и спектры фотолюминесценции (б)

Как видно из рисунка 1,б спектр люминесценции, полученный при фотовозбуждении в фундаментальную область, в исследуемом диапазоне состоит из трех групп полос, главные максимумы которых приходятся на 589, 616 и 667 нм. Этим максимумам хорошо соответствуют внутриконфигурационные переходы иона Sm^{3+} $^4G_{5/2}\rightarrow{}^6H_{5/2}$, $^4G_{5/2}\rightarrow{}^6H_{7/2}$ и $^4G_{5/2}\rightarrow{}^6H_{9/2}$. Однако в случае активаторного возбуждения, к каждому из мультиплетов с коротковолновой стороны добавляется ещё один максимум. Для выявления природы этих пиков были проведены измерения спектров фотовозбуждения люминесценции на длине волны каждой из наблюдаемой спектральной линии. Результаты измерения спектров фотовозбуждения люминесценции образца $TiO_2:Sm^{3+}$ в эти максимумы показали наличие двух отличающихся спектральных распределений фотовозбуждения, форма которых представлена на рисунке 2,а. Это позволило разделить локальные максимумы люминесценции на две серии (таблица 1), отличающихся формой спектров фотовозбуждения. К серии А мы отнесли полосы с максимумами на длине волны 567,604 и 648, а к серии Б соответственно все оставшиеся пики (579, 589, 611, 616, 625, 660, 667, 673 нм).

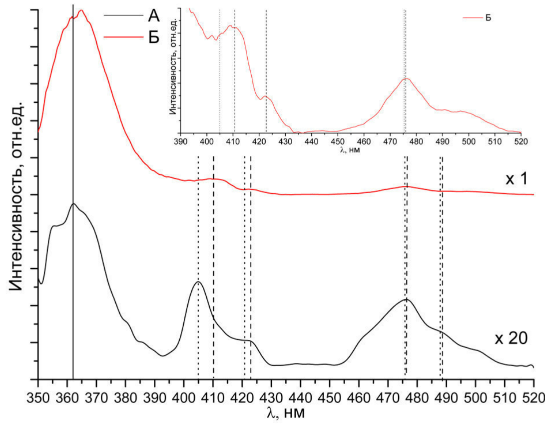


Рис. 2 Спектры фотовозбуждения люминесценции TiO_2:Sm^{3+}

Эти серии полос отличаются, во-первых, положением максимумов пиков активаторного фотовозбуждения, характерных для ионов Sm^{3+}. Как видно, из рисунка 2, форма полос активаторного фотовозбуждения имеет неэлементарный характер. Таким образом, сдвиг локальных максимумов спектра фотовозбуждения может быть вызван перераспределением вкладов различных переходов в интегральную интенсивность полосы, что обусловлено изменением эффективности этих переходов для Sm^{3+} в различных положениях кристаллической решетки TiO_2. Во-вторых, они отличаются эффективностью активации центров свечения при возбуждении в фундаментальную полосу поглощения. Так, линии серии А не проявляются на спектрах фотолюминесценции при возбуждении в фундаментальную полосу поглощения, из чего можно сделать вывод, что эффективность возбуждения центров свечения, ответственные за эти переходы, свободными носителями зарядов мала по сравнению с процессом передачи энергии центрам свечения, ответственным за спектральную серию Б. Всё это свидетельствует о наличие двух центров свечения в исследуемых образцах.

Заключение. В работе для TiO_2:Sm^{3+} были получены спектры люминесценции при активаторном фотовозбуждения, а также измерены спектральные распределения фотовозбуждения люминесценции для всех обнаруженных полос. Получены свидетельства наличия нескольких центров свечения, в качестве которых выступают Sm^{3+} в различных положениях кристаллической решетки анатаза.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лунин Л.С., Лунина М.Л., Кравцов А.А., Сысоев И.А, Блинов А.В. Синтез и исследование свойств тонких пленок TiO_2, легированных наночастицами серебра, для просветляющих покрытий и прозрачных контактов фотопреобразователей. // Физика и техника полупроводников. – 2016.– Т. 50., №. 9. – С. 1253-1257.
2. Murayama M., Yoda K., Shiraishi K., Guan1 S., Komuro S., Zhao X. Photoluminescence and Structural Analysis of Samarium Doped TiO_2 Thin Films and Their Applications to Visible LEDs. // Optics and Photonics Journal. – 2018. – no.8. – pp.146-164.
3. Чапура О.М., Скоморохов А.А.,Беляева Е.Н., Осипов А.Х., Ремаренко Н.С., Яс О.А. Яс. Исследование люминесцентных свойств TiO_2:Sm^{3+}, полученный золь-гель методом // Вестник Северо-Кавказского федерального университета. – 2017. – № 2(59). – С. 7-13.

ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕФЕКТНОЙ СИТУАЦИИ В НАНОСТРУКТУРИРОВАННОМ ZnO МЕТОДОМ ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

О.М. Чапура, М.С. Малородов, А.И. Никонов
Научный руководитель: к.ф.-м.н. Е.А. Бондаренко
Северо-Кавказский федеральный университет,
Российская Федерация, г. Ставрополь, ул. Пушкина, 1, 355009
E-mail: ChapurOL-7@mail.ru

STUDY DEFECTS OF NANOSTRUCTURED ZnO USING PHOTOELECTRICAL SPECTROSCOPY METHOD

O.M. Chapura, A.I. Nikonov, M.S. Malorodov
Scientific supervisor: PhD, E.A. Bondarenko
North-Caucasus Federal University,
Russian Federation, Stavropol, Pushkin Street 1, 355009
E-mail: ChapurOL-7@mail.ru

Abstract. *Sol-gel method was employed to synthesize nanosized zinc oxide from zinc acetate in water. The structural features of the ZnO obtained samples, their spectral features of visible photoluminescence and photoconductivity were studied. The influence of the treatment temperature on the photoconductivity of nanosized zinc oxide was studied. The type and energy position of the intrinsic defects involved in the photoconductivity and luminescence processes were determined.*

Введение. Наночастицы оксида цинка (ZnO) могут быть использованы в качестве фотопреобразователей при разработке датчиков ультрафиолетового излучения и высокоэффективных солнечных элементов [1]. Несмотря на то, что многие свойства наночастиц ZnO определяются их размерами, существенное влияние на их физико-химические свойства оказывает также дефектная ситуация. Наиболее простым способом управления распределением собственных дефектов в материале является дополнительная термическая обработка. Чаще всего, для оценки состава точечных дефектов, участвующих в излучательной рекомбинации, с успехом применяют исследование спектров фотолюминесценции и фотовозбуждения люминесценции. Однако вследствие того, что анализ спектров люминесценции позволяет оценить только излучательные переходы, данный метод не дает полного представления о дефектной ситуации в материале. В тоже время, изучение спектров изменения электропроводности при фотовозбуждении (фотопроводимости) структур позволяет проводить исследование переходов, приводящих к возникновению неравновесных носителей заряда, в материалах даже не обладающих люминесценцией. По этой причине совместный анализ спектров фотолюминесценции и фотопроводимости даёт комплексную оценку дефектной ситуации в люминесцентных материалах. **Целью** данной работы определение основных видов собственных дефектов, участвующих в процессах фотолюминесценции и фотопроводимости в наноразмерном ZnO.

Материалы и методы исследования. Исследованные образцы ZnO были получены методом осаждения из водного раствора ацетата цинка, описанным подробнее в работе [2]. Экспериментальные образцы получались путем дополнительной термической обработке при температурах 175, 270 и 400 °С. Структурные особенности полученных частиц изучали методами рентгеноструктурного анализа на установке PANalytical Empyrean. Измерение спектров люминесценции, фотовозбуждения и фотопроводимости производилось на автоматизированной установке, построенной на базе монохроматора МДР-41. При исследовании спектров фотопроводимости порошок ZnO помещался в ячейку типа «сэндвич», состоящую из двух кварцевых стекол, с нанесенными электродами из диоксида олова, легированного сурьмой.

Результаты. Рентгеноструктурный анализ образцов, подвергнутых термической обработке при различных температурах, показал наличие во всех образцах фазы ZnO со структурой по типу вюрцита (JCPDS card no. 36-1451). Оценки размеров кристаллитов с помощью формулы Дебая-Шеррера дают значения 12, 30 и 38 нм для образцов отожженных соответственно при температурах 175, 270 и 400 °С. Из анализа распределения функции Кубелка-Мунка, полученного из спектров диффузного отражения, были установлении значения ширины запрещенной зоны, которые для 1, 2 и 3 образцов оказались равными соответственно 3,45, 3,29 и 3,27 эВ. Анализ спектров видимой люминесценции, представленных на рисунке 1,а, показал наличие во всех образцах двух групп излучательных переходов, отвечающих соответственно за зеленную и красную полосы. Термическая обработка приводит к изменению величины вклада и спектрального положения максимумов этих полос.

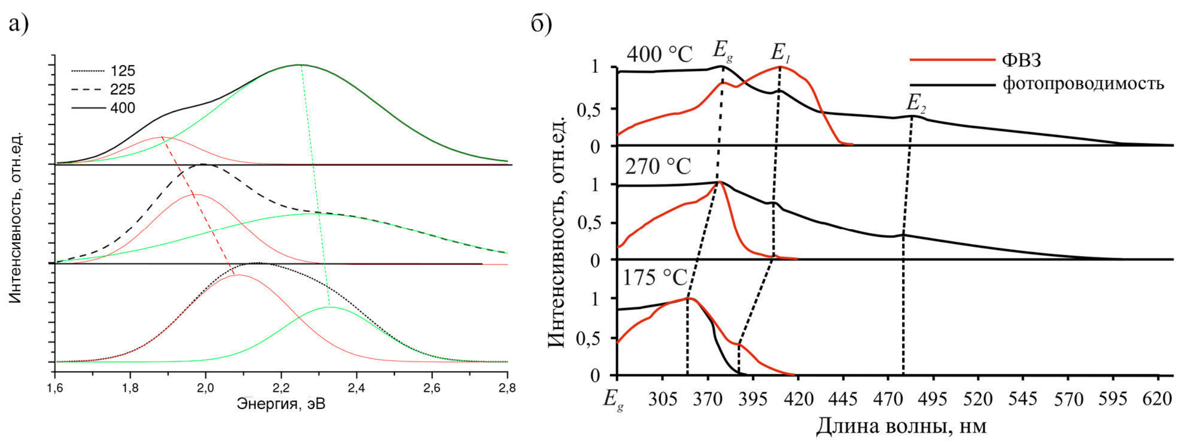


Рис. 1. Спектры видимой люминесценции (а), фотовозбуждения люминесценции и фотопроводимости (б) образцов наноразмерного ZnO, отожженных при 125, 225 и 400 °С

Для выявления возможных дефектных центров в дополнении к данным, полученным из анализа спектров фотолюминесценции, были проведены измерения спектральных характеристик фотопроводимости и фотовозбуждения люминесценции, (рисунок 1, б). Измерение спектров фотовозбуждения осуществлялось при установке регистрирующего монохроматора на максимум зеленой полосы люминесценции. Из рисунка 1,б видно, что в спектрах фотопроводимости и фотовозбуждения у всех образцов наблюдаются характерные пики, обозначенные E_g и E_1, кроме того в спектрах фотопроводимости для образцов, обработанных при температуре 270 и 400 °С, в области 470–490 нм наблюдается пик, обозначенный E_2. Пик E_g по своему положению можно связать с межзонными электронными переходами. Возникновение фотопроводимости в видимой области возможно связать с точечными дефектами в оксиде цинка. С ростом температуры обработки положение этих пиков смещается в длинноволновую область, что обусловлено изменением величины запрещенной зоны наноструктур. Рост абсолютной величины фотопроводимости с увеличением температуры отжига вероятнее всего происходит из-за десорбции кислорода с поверхности оксида цинка, что приводит к уменьшению высоты барьера между частицами. Исходя из термодинамических соображений, наиболее вероятными дефектами при низких температурах синтеза для ZnO являются вакансии цинка (V_{Zn}^{-2}) и кислорода (V_O^{+2}), а также цинк в междоузельном положении (Zn_i^{+2}), обладающие низкой энергией образования. При повышении температуры отжига увеличивается вероятность появление междоузельного кислорода (O_i^{-2}) и цинка (Zn_i^{+2}), а также антиструктурных дефектов [3]. Поскольку, в нашем случае, термическая обработка производилась в воздухе, то концентрация V_O^{+2} с ростом температуры должна уменьшаться за счет заполнения вакантных кислородных мест. Одновременно с этим, должна увеличиваться концентрация V_{Zn}^{-2}, O_i^{-2}с $O_{Zn}^{\times}$. Таким образом, уменьшающуюся красную полосу на спектре люминесценции возможно связать с V_O^{+2}, в то время как зеленая полоса соответствует V_{Zn}^{-2}. В то же время, из спектров фотопроводимости видно, что увеличение температуры термообработки приводит к существенному росту вклада пика E_1, который можно также связать с вакансиями цинка. По своему энергетическому положению он совпадает с переходом электронов с занятого уровня V_{Zn}^{-1} в зону проводимости. Пик фотопроводимости E_2, который появляется у отожженных при температурах более 270 °C образцах можно связать с дефектами O_i^{-2}, $O_{Zn}^{\times}$. Дефекты O_i^{-2} и $O_{Zn}^{\times}$ являются глубокими акцепторами, и таким образом пик фотопроводимости E_2 может быть связан с переходами электронов с уровня O_i^{-2}, $O_{Zn}^{\times}$ в зону проводимости.

Заключение. Таким образом**,** установлено, что с увеличением температуры обработки происходит уменьшение оптической ширины запрещенной зоны. Показано, что наноструктуры оксида цинка обладают фотопроводимостью, связанной как с межзонным механизмом возникновения неравновесных носителей заряда, так и с участием собственных дефектов. Выявлены основные типы дефектов ZnO, участвующих в процессах фотолюминесценции и фотопроводимости.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lim J.W., Hwang D.K., Lim K.Y., Kang M., Shin S.-C., Kim H.-S., Choi W. K., J.W. Shim Solar ZnO-morphology-dependent effects on the photovoltaic performance for inverted polymer solar cells // Energy Materials and Solar Cells. – 2017. – Vol.169. – pp. 28–32.
2. Вакалов Д.С., Крандиевский С.О., Валюхов Д.П., Бондаренко Е.А., Михнев Л.В., Ясная М.А., Блинов А.В. Эффект размерного квантования в наночастицах ZnO, полученных золь-гель методом // Вестник СевКавГТУ. – 2012. – №4(33). – С. 11–14.
3. Vidya R., Ravindran P., Fjellvag H., Svensson B.G., Monakhov E., Ganchenkova M., Nieminen R.V. Energetics of intrinsic defects and their complexes in ZnO investigated by density functional calculations // Phys. Rev. B. – 2011. – Vol.83. – 045206.

ЗАКОНОМЕРНОСТИ НАКОПЛЕНИЯ ВОДОРОДА В ТИТАНОВОМ СПЛАВЕ ВТ1-0 ПРИ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОМ И ГАЗОФАЗНОМ НАВОДОРОЖИВАНИИ

Чэнь Инхао
Научный руководитель: старший преподаватель ОЭФ ИЯТШ ТПУ, к.т.н., Кудияров В.Н.
Национальный исследовательский Томский политехнический университет
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: inhao1@tpu.ru

PATTERNS OF HYDROGEN ACCUMULATION IN THE TITANIUM ALLOY VT1-0 DURING ELECTROLYTIC AND GAS-PHASE HYDROGENATION

Чэнь Инхао
Scientific Supervisor: Senior lecturer, Kudiyarov V.N.
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: inhao1@tpu.ru

Abstract. *In the present study, I studied the macroscopic properties of titanium alloy (BT1-0) and its properties under submicron structure, and how to determine the quantity, distribution and state of accumulated hydrogen to develop methods for preventing hydrogen embrittlement.*

Введение. Титановый сплав обладает большой плотностью, высокой удельной прочностью, широким диапазоном рабочих температур, устойчивостью к средней коррозии и хорошей биосовместимостью, [1] Он широко применяется в различных областях, таких как авиация, авиакосмическая, военная и гражданская. [2] Однако сам титановый сплав представляет собой сплав для хранения водорода, который легко ломается или трескается (водородное охрупчивание) из-за поглощения водорода. [3] А влияние водорода на свойства титановых сплавов зависят от состояния водорода в материале. В этом работе определить состояние или ловушку, в которых водород находится в материале методом термостимулированной десорбции. [4]

Экспериментальная часть. В эксперименте исследованы образцы ВТ1-0. В эксперименте использовались образцы с размерами 20×20×1 мм. Образцы были получены путем электроискровой резки из листа титанового сплава ВТ1-0 в транспортированном состоянии. Потом для удобного исследования проводились предварительные обработки: шлифование, полирование и отжиг. Для насыщения использованы два метода насыщения: электролитическое наводороживание и газофазное наводороживание. Газофазное наводороживание реализовано на автоматизированном комплексе в камере $6.6 \cdot 10^4$ Па при температуре 600˚C в течение часа, а электролитическое наводороживание реализовано при температуре электролита 70˚C при силе тока 0,73 А в растворе серной кислоты в течение 360 мин.

Результаты. Получена зависимость $\ln(\beta / T^2)$ от 1/T (рис.1) для электролитического наводороживания и газофазного наводороживания. Получены значения энергии связи водорода – 102 кДж/моль для газофазного наводороживания и 108 кДж/моль для электролитического наводороживания. Получены профили (рис.2, 3, 4) распределения элементов в образцах до и после насыщения.

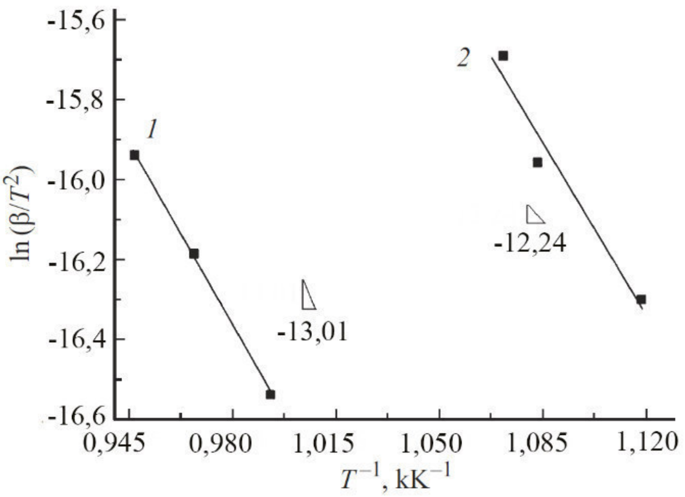


Рис. 1. Графики зависимости ln(β/T^2) от 1/T для электролитического наводороживания (1) и для газофазного наводороживания (2).

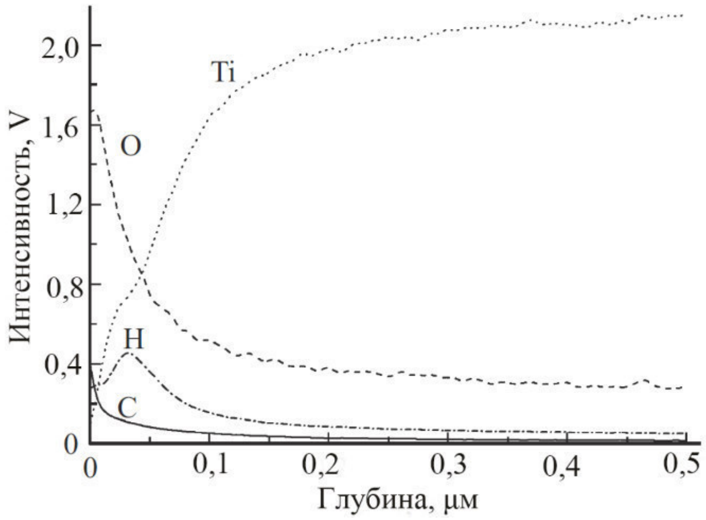


Рис. 2. Профиль распределения элементов в исходных образцах

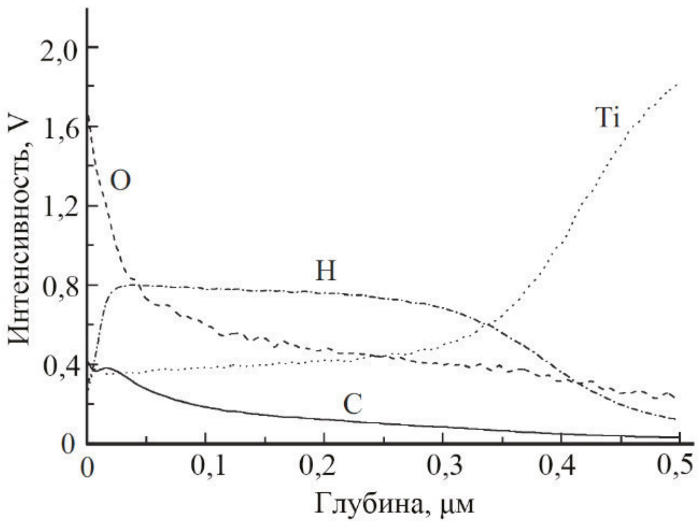


Рис. 3. Профиль распределения элементов в образцах после электролитического наводороживания

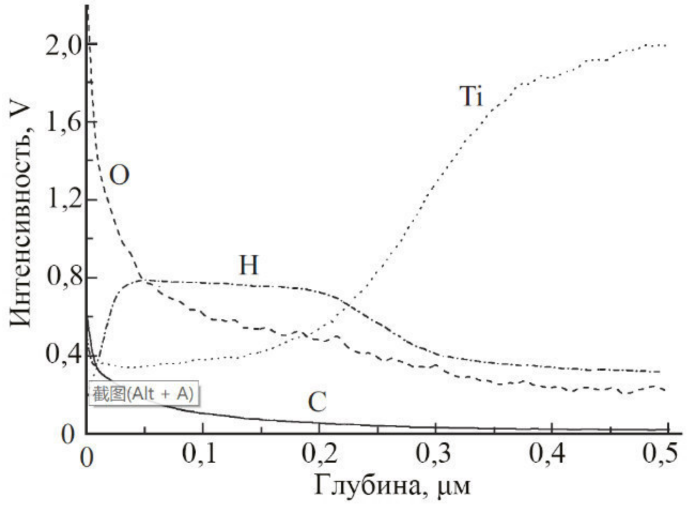


Рис. 4. Профиль распределения элементов в образцах после газофазного наводороживания

Заключение. В данной работе было экспериментально установлено, что электролитическое наводороживание водородом ВТ1-0 приводит к образованию слоя на поверхности с толщиной 0.4 μм, который составляет из гидридов с энергией связи 108 кДж/моль. А газофазное наводороживание водородом ВТ1-0 приводит к образованию гидридов по всему объему с энергией связи 102 кДж/моль.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Edwin L., Sibert III. // Int. Rev. Phys. Chem. – 1990. – V. 9, № 1. – P. 1.
2. Papoušek D., Aliev M.R. Molecular Vibrational / Rotational Spectra. Prague: Academia, 1982.
3. G.Z. Wu. Nonlinearity and chaos in molecular vibrations. – 2005, Elsevier.
4. Dominique S., Marc J., Edwin L., Sibert III. // J. Chem. Phys. – 2000. – V. 113, № 17. – P. 7165.

ЗАВИСИМОСТИ «НАПРЯЖЕНИЕ-ДЕФОРМАЦИЯ» Cu-Al ГЦК СПЛАВОВ

Н.В. Черкасов, Л.И. Тришкина, Т.В. Черкасова
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. Л.И. Тришкина
Томский архитектурно-строительный университет, Россия, г. Томск, пл. Соляная, 2, 634003
E-mail: cherkasov_2000@list.ru

STRESS-STRAIN STATE OF FCC Cu-Al ALLOYS

V.V. Cherkasov, L.I. Trishkina, T.V. Cherkasova
Scientific Supervisor: Prof., Dr. L.I. Trishkina
Tomsk State University of Architecture and Building, Tomsk, Solyanaya Sq., 2, 634003
E-mail: cherkasov_2000@list.ru

Abstract. *The paper is devoted to the analysis of Cu-Al alloy hardening. A comparison is given to the hardening stages of the dislocation substructure. This comparison is performed for 100 nm grain sizes. It is shown that the stress- strain curve consists of four stages.*

Введение. Зависимости «σ – ε» (σ – напряжение, ε – деформация) позволяют выявить характер изменения пластического течения материалов во время деформации, его стадийность, влияние содержания легирующего элемента и других параметров на закономерности этого процесса. Процессы пластической деформации в поликристаллах характеризуются определенными стадиями [1, 2]. Стадии отличаются как величиной коэффициента деформационного упрочнения $\Theta = d\sigma/d\varepsilon$, так и его зависимостью от степени деформации.

В данной статье представлены результаты изучения зависимостей «σ – ε» и «Θ – ε» для малолегированных медно-алюминиевых сплавов. Проведены металлографические исследования поверхности образцов.

Материалы и методы исследования. Исходным материалом для приготовления сплавов служила медь марки МОО, алюминий марки А99. Растворимость алюминия в меди достигает 15 ат.% [3]. Концентрация Al в сплаве: 0.5 и 14 ат.%. Сплавы с данной концентрацией выплавляли в индукционной печи в атмосфере аргона. Полученные слитки прокатывали в ленты толщиной 0.5мм и штамповали образцы-лопатки с размером рабочей части 100х12х1мм. Растяжение осуществлялось до различных степеней деформации, в том числе до деформаций, соответствующих разрушению образца. Степень деформации изменялась в интервале $\varepsilon_{ист} = 0.050…0.60$. Образцы сплавов деформировали растяжением на машине «Jnstron» со скоростью $2{\cdot}10^{-2}$ $с^{-1}$ с записью диаграмм растяжения при температуре испытания Т = 293К. Заданный размер зерна в сплавах с разной концентрацией легирующего элемента обеспечивается специальными режимами термообработки. Для металлографического исследования образцы подвергались сначала механической ручной шлифовке, а затем - травлению в растворе состава: 63% CHCOOH; 27% H_3PO_4; 10% HO_3. Образцы исследовались на оптическом микроскопе МИМ 10. По микрофотографиям проводились измерения размера зерна методом секущей [4], а затем строились распределения по размерам зерен и определялся средний размер зерна.

Результаты. На рис.1 для примера представлены зависимости «напряжение σ – деформация ε» для сплава Cu+0.5 ат.% Al. Из зависимости «σ – ε» был измерен коэффициент деформационного упрочнения $\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$. На основе анализа этой зависимости и поведения коэффициента деформационного упрочнения θ установлено наличие стадийности зависимостей «σ - ε». Такие зависимости были построены для всех исследованных сплавах. Анализ зависимостей коэффициента деформационного упрочнения от степени деформации выявил наличие короткой переходной стадии π, стадии II с почти постоянным коэффициентом деформационного упрочнения, стадии III с уменьшающимся коэффициентом деформационного упрочнения и стадии IV с постоянным коэффициентом деформационного упрочнения. Наибольшего значения величина θ достигает на стадии II, затем убывает при наступлении каждой последующей четной стадии. На стадиях II и IV $\theta_{II} > 0$ и $\theta_{IV} > 0$ соответственно, на стадии VI – $\theta_{VI} = 0$. Можно написать последовательность: $\theta_{II} > \theta_{IV}$.

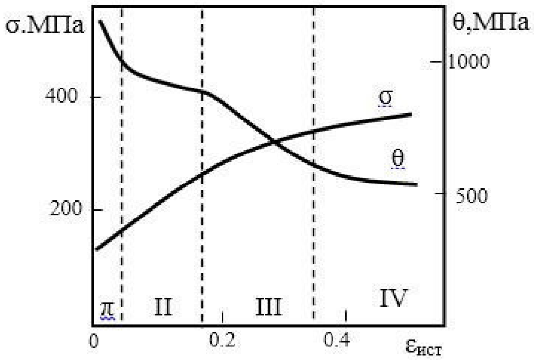


Рис.1. Зависимости напряжения течения (σ) и коэффициента деформационного упрочнения (θ) от степени деформации (ε) в медно-алюминиевом сплаве Cu+0.5 ат.% Al. Стадии деформационного упрочнения указаны римскими цифрами и пунктирными линиями. Размер зерна <d> = 60 мкм

На рис. 2 представлены металлографические изображения поверхности исследуемых сплавов в исходном состоянии.

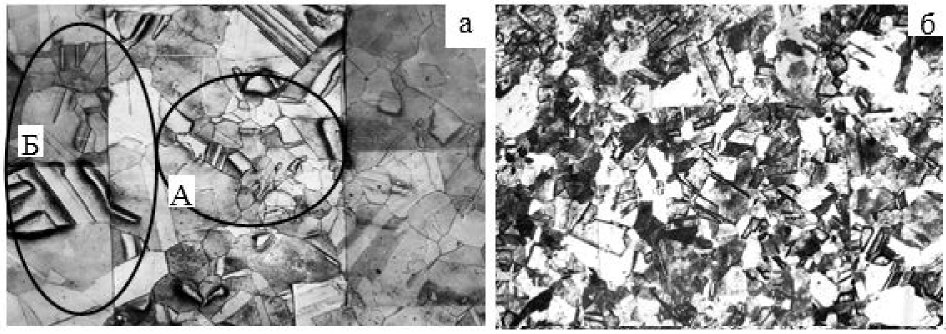


Рис.2. Металлографические изображения поверхности медно-алюминиевых сплавов: а – Cu+0.5 ат.% Al, б – Cu + 14 ат.% Al. Область А, где размер зерен мал и область Б с, где присутствуют более крупные зерна. X 70

На рис. 3 показан пример расчета размера зерен по металлографическим изображениям. На микрофотографии наносили секущие линии в различных направлениях, вдоль которых проводили последовательно измерения размеров зерен. Измеряли 200-300 зерен для каждого сплава.

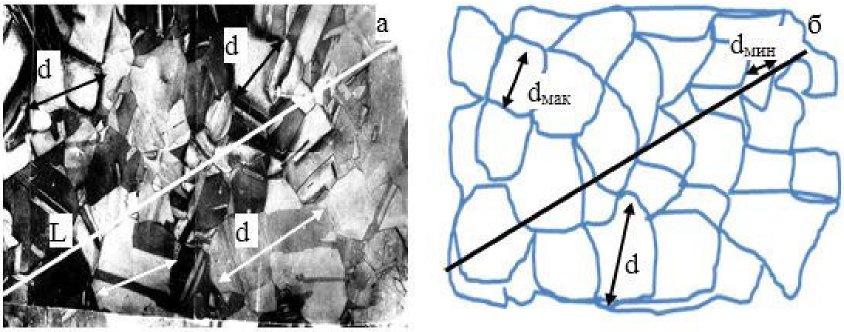


Рис.3. Металлографическое изображение поверхности сплава Cu+0.5 ат.% Al. На микрофотографии проводится секущая L для измерения всех размеров зерен, находящихся вдоль этой линии (а); схема зерна с указанием максимального (d_{max}) и минимального (d_{minn}) размера зерна (б)

По результатам измерений строились гистограммы (рис. 4,б), а из них находился средний размер зерна, который равен 60 мкм. Можно измерять отдельно каждое зерно.

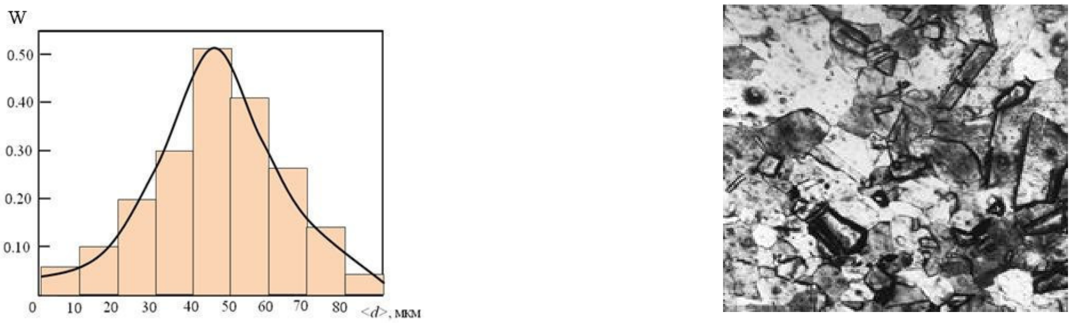


Рис. 4. Распределения по размерам зерен

Заключение. Установлено, что во всех исследованных сплавах с размером зерен, деформированных до различных степеней деформации, наблюдаются четыре стадии пластической деформации. Переходная стадия π с уменьшающимся коэффициентом деформационного упрочнения. На стадии II наблюдается высокое и почти постоянное значение θ. На стадии III коэффициент деформационного упрочнения θ уменьшается. Минимальному и постоянному значению θ соответствует стадия IV. Каждая стадия характеризуется определенными механизмами пластической деформации.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Конева Н.А., Козлов Э.В. Современная картина стадий пластической деформации //Изв. ВУЗов. Физика. – 2004. - №11. – С. 32-37.
2. Козлов Э.В., Тришкина Л.И., Жданов А.Н., Конева Н.А. Дислокационная структура и стадии пластической деформации в металлах и сплавах с разным размером зерен // XVII Петербургские чтения по проблемам прочности. Сб. материалов. Часть I. – Санкт-Петербург: ФТИ им. А.Ф. Иоффе, 2007. – С. 7-10.
3. Диаграммы состояния двойных металлических систем. Под ред. акад. РАН Н.П. Лякишева.– М.: Машиностроение. – Т.2. – 1997. – 300 с.
4. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. – М.: Металлургия, 1970. – 376 с.

ИЗУЧЕНИЕ И МОДЕЛИРОВАНИЕ НЕСТАЦИОНАРНЫХ ПРОЦЕССОВ ДИФФУЗИИ ВОДОРОДА В МЕТАЛЛАХ

Чжан Хунжу
Научный руководитель: профессор Ю.И. Тюрин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: zhanghongru1993@gmail.com

STUDY AND SIMULATION OF NON-STATIONARY PROCESSES OF HYDROGEN DIFFUSION IN METALS

Zhang Hongru
Scientific Supervisor: Prof. Y.I. Tyurin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin Ave, 30, 634050
E-mail: zhanghongru1993@gmail.com

Abstract. *The behavior of hydrogen in metals is becoming an increasingly multidisciplinary interdisciplinary problem at the intersection of physics and solid state chemistry. It is important to study the kinetic processes in metal-hydrogen systems, including the solution of diffusion problems. In this case, we carried out an experimental study and simulation of the processes of hydrogen diffusion to vacuum from previously flattened hydrogen metal plates of different thicknesses under thermal and radiation heating, and compared the results of numerical and analytical modeling with experiment.*

Введение. Поведение водорода в металлах становится все более многоплановой междисциплинарной проблемой на стыке физики и химии твердого тела. То важно изучить кинетические процессы в системах металл-водород, включая решение диффузионных задач. В наших исследованиях основное внимание уделяется процессу термостимулированного газовыделения (ТСГВ) и радиационно-стимулированного газовыделения (РСГВ) водорода из титанового сплава, мы провели экспериментальное исследование и моделирование процессов диффузионного выхода водорода в вакуум из предварительно насыщенных водородом плоских металлических образцов различной толщины при термическом нагреве, и сопоставление результатов численного и аналитического моделирования с экспериментом.

Экспериментальная часть. В рамках серии экспериментов использовался сплав Ni и Pd. Никель насыщен водородом в электролит 0,1 м растворе H_2O - H_2SO_4, плотность тока насыщения 20 мА/см^2, время насыщения 20 часов, размеры образца 0,3х10х10 мм. Палладий насыщен водородом в 0,1 М растворе H_2O - H_2SO_4, плотность тока насыщения 9 мА/см^2, время насыщения 20 часов, размеры образца 0,2х10х10 мм.

Для изучения процесса диффузии водорода в образце были выполнены эксперименты по термостимулированному и радиационно-стимулированный газовыделению (ТСГВ и РСГВ) водорода из образцов в вакуум. Регистрация выхода водорода при ТСГВ и РСГВ осуществлялась квадрупольными масс-спектрометрами.

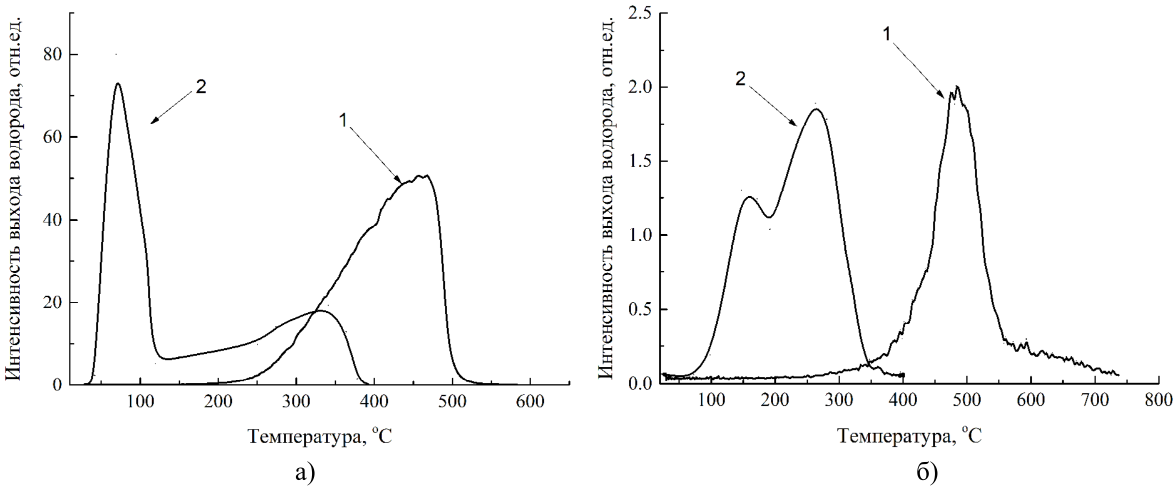


Рис. 1. Плотность потока водорода из палладия (а) и никеля (б) в зависимости от температуры в процессах ТСГВ (1) и РСГВ (2). Скорость нагрева: ТСГВ 1 град/сек., РСГВ 10-15 град/сек. Плотность тока электронного пучка 75 мкА/см^2, энергия 35 кэВ

На рис. 1 представлены экспериментальные результаты термостимулированного (1) и радиационно-стимулированного (2) выхода водорода из никеля и палладия. Видно, что в случае РСГВ пики газовыделения существенно сдвинуты в низкотемпературную область в Ni и Pd. Сдвиг РСГВ по сравнению с ТСГВ: ΔT_{Ni}=475-270=225 °С, ΔT_{Pd}=450-100=350°С.

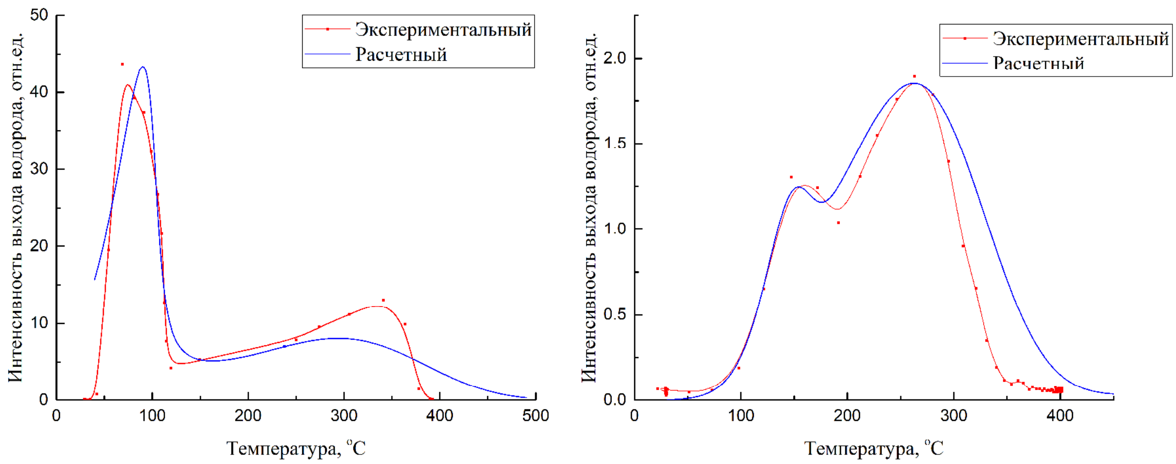
Моделирование процессов радиационно-газовыделения. Диффузионную составляющую опишем одномерным уравнением диффузии. Координата x направлена перпендикулярно боковым граням пластины, начало координат x = 0 в центре пластины:

$$\frac{\partial n(x)}{\partial x} = D(t)\frac{\partial^2 n(x)}{\partial x^2}, \qquad D(t) = D_0 \exp\left[-\frac{E_a}{k(T_0 + \beta t) + \hbar\omega_P(t)}\right]$$

В этом случае $\omega_p = \sqrt{(2n(e^*)^2)/(m_p\varepsilon_o)}$ - совпадает с «плазменной» частотой колебаний изоэнергетических состояний протонов ω_p. При $n_0 = n(x, 0) \sim 10^{23}$ см$^{-3}$ – один протон на один атом Pd, $\hbar\omega_p \sim 0{,}2$ эВ, что близко к экспериментальным значениям энергии эффективной миграции водорода в Pd при облучении электронами. Выделяющаяся при внешней стимуляции энергия флуктуации электрического поля в объеме V. содержащим протоны с эффективным зарядом $+e^* = eZ^*$, где Z^* - эффективная валентность водорода и концентрацией $n(x, t)$ равна колебательной энергии протонов в V объеме.

Следует учесть, что $\hbar\omega_p$ максимально при $t = 0$, когда максимальна концентрация введенного водорода и в дальнейшем убывает до момента времени $k(T_0 + \beta t) \approx \hbar\omega_P(t) \Rightarrow k(T_0 + \beta t) \approx \hbar\sqrt{(2n(t)(e^*)^2)/(m_p\varepsilon_o)}$. Начиная с этого момента времени ($n(t)$ меньше $10^{22\text{-}21}$ см$^{-3}$) следует учесть линейный нагрев образца и возможность появления второго максимума РСГВ, что наблюдается экспериментально.

Используя метод конечных разностей, мы разработали программу на основе MATLAB для имитации этого прогресса. На рис. 2 представлены экспериментальная (красные линии) и расчетная (синие линии) результаты радиационно-десорбции процесса, результат моделирования и эксперимента имеют хорошее согласие.



а) б)

Рисунок 2. Экспериментальные и расчетные результаты по радиационно-стимулированный выход водорода из палладия (а) и никеля (б). Скорость нагрева: 10-15 град/сек. Плотность тока электронного пучка 75 мкА/см^2, энергия 35 кэВ

Заключение. Мы провели экспериментальное исследование и моделирование процессов диффузионного выхода водорода в вакуум из предварительно насыщенных водородом плоских металлических образцов при термическом и радиационном нагреве. Расчетные результаты хорошо соответствуют экспериментальным данным; в случае РСГВ пики газовыделения существенно сдвинуты в низкотемпературную область по сравнению с ТСГВ. Метод программируемого термо- и радиационно-газовыделения водорода в условиях линейного нагрева металлов представляет удобный метод определения энергий активации, предэкспоненциальных множителей диффузионных и десорбционных.

АДСОРБЦИЯ МОЛЕКУЛЫ ВОДОРОДА НА ПОВЕРХНОСТЬ (0001) АЛЬФА-ЦИРКОНИЯ: РАСЧЕТЫ ИЗ ПЕРВЫХ ПРИНЦИПОВ

Чжан Цзыхань

Научный руководитель: Л.А. Святкин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: 1940132053@qq.com

THE ADSORPTION OF HYDROGEN MOLECULE ON THE SURFACE (0001) OF ALPHA-ZIRCONIUM: FIRST-PRINCIPLES STUDY

Zhang Zihan

Scientific Supervisor: L.A. Svyatkin

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: 1940132053@qq.com

Abstract. *The results of the first-principle calculations of the adsorption process of hydrogen molecules on the (0001) zirconium surface are presented. The first-principles simulation of adsorbing hydrogen molecules on the zirconium surface allows studying the features of the interaction of the zirconium surface with hydrogen molecule. The energy of various states of hydrogen molecules on the zirconium surface were calculated in dependence of the distance. It was shown that at distances of less than 4.5 Å hydrogen molecules are oriented parallel to the zirconium surface, and at distances of more than 4.5 Å they are oriented perpendicular to the surface.*

Введение. В процессе эксплуатации в оболочках топливных элементов ядерного реактора, изготовленных из циркониевого сплава, накапливается водород, образующийся в результате различных реакций, что приводит к формированию гидридов. Осаждение гидрида разрушает целостность зерен α-Zr, вызывает микротрещины, увеличивает их объем, ухудшает рабочие характеристики и, в частности, приводит к снижению вязкости и прочности материала, что делает материал хрупким. Водородное охрупчивание циркониевых сплавов представляет угрозу для безопасности компонентов ядерного топлива. Поэтому крайне желательно провести тщательное исследование процессов адсорбции и диссоциации молекул H_2 на поверхности Zr для выявления механизма гидрирования конструкционных материалов [1].

Метод и детали расчета. Самосогласованние полной энергии кристалла выполняются в рамках теории функционала электронной плотности методом оптимизированного сохраняющего норму псевдопотенциала Вандербильта, реализованным в пакете программ ABINIT [2]. Энергия обрезания для разложения по плоским волнам установлена равной 30 Хартри. Поверхность циркония Zr (0001) моделируется пленкой, состоящей из шести атомных слоев. Водород адсорбируется с одной стороны пленки. Проведена релаксация положений атомов циркония в трех слоях пленки Zr (после релаксации силы, действующие на атомы Zr в этих слоях, составляли менее 3 мэВ/Å). Расстояние между атомами водорода в молекуле было фиксировано и равно 1,402 Å.

Результаты. При изучении процесса адсорбции молекулы водорода на поверхности циркония (0001) в соответствии с симметрией решетки рассмотрено 4 типа междоузлий (рис. 1) [3]. Рассчитаны и проанализированы различия в энергиях взаимодействия поверхности циркония с молекулой водорода в процессе ее адсорбции.

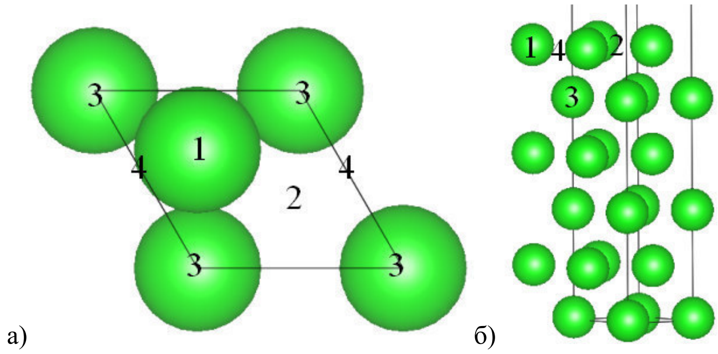


Рис. 1. а) четыре типа адсорбционных участков (вид сверху).
б) расчетная ячейка. Зеленые шары – атомы Zr

Чтобы изучить влияние положения молекулярного водорода на энергию системы, для каждого типа междоузлий мы рассчитали полную энергию системы поверхность–H_2 при ориентации молекулы водорода как перпендикулярно, так и параллельно поверхности циркония (рис. 2). Далее для обозначения рассмотренных состояний использованы обозначения: $\parallel$ – при ориентации молекулы водорода параллельно поверхности; $\perp$ – при ориентации молекулы водорода перпендикулярно поверхности.

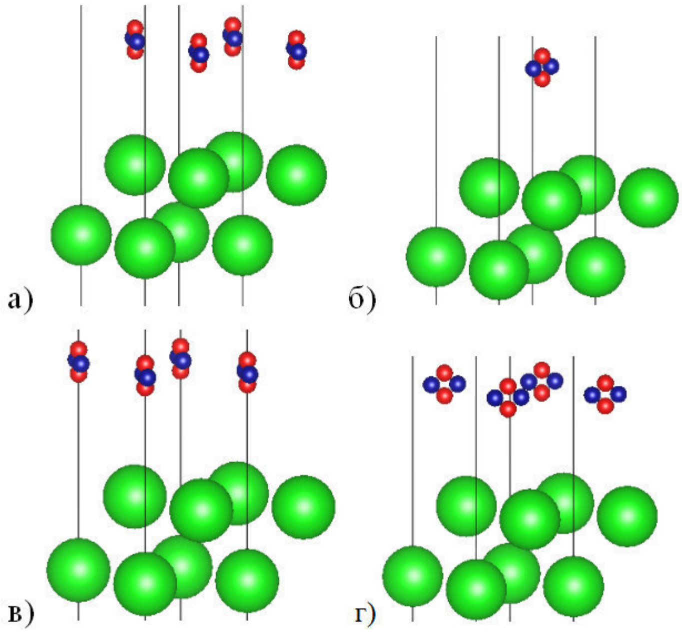


Рис. 2. Верхние два слоя поверхности Zr (0001) и рассмотренные в работе состояния молекулы водорода вблизи него. Зеленые шары – атомы Zr, красные и синие шары – атомы водорода при ориентации молекулы перпендикулярно и параллельно поверхности циркония, соответственно:
а) Молекулы находятся в 1 типе междоузлий, б) Молекулы находятся во 2 типе междоузлий,
в) Молекулы находятся в 3 типе междоузлий, г) Молекулы находятся в 4 типе междоузлий

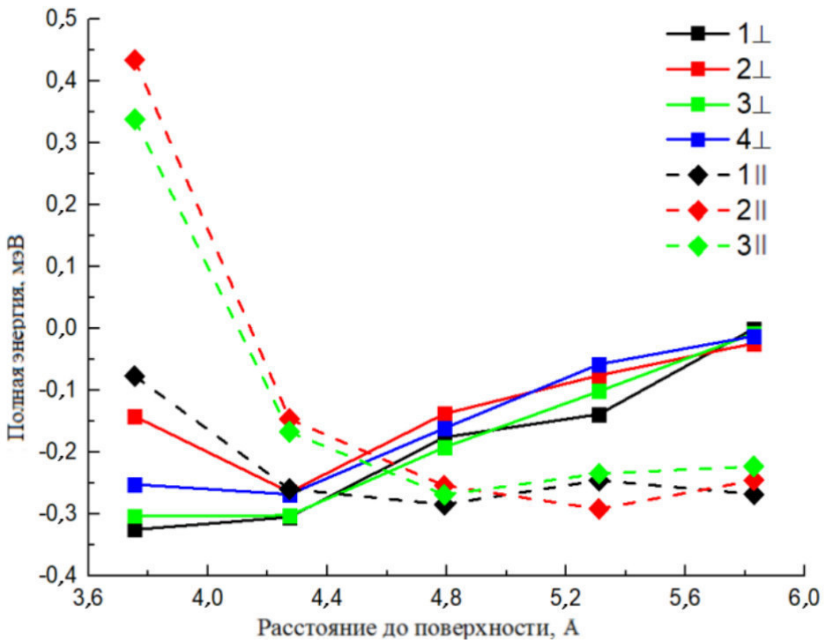


Рис. 3. Зависимость полной энергии системы поверхность–H_2 от расстояния между центром молекулы водорода и поверхностью циркония

Мы рассчитали энергию системы поверхность–H_2 в зависимости от расстояния между центром молекулы водорода и поверхностью циркония (рис. 3). Установлено, что, если молекулы водорода имеют одинаковую ориентацию относительно поверхности циркония, то зависимости полной энергии системы Zr–H_2 от расстояния между центром молекулы водорода и поверхностью циркония имеют одинаковую тенденцию. Из рис. 3 видно, что на расстояниях менее 4,5 Å независимо от типа междоузлия полная энергия системы поверхность–H_2 с молекулами водорода, ориентированными перпендикулярно поверхности циркония, меньше чем в случае с молекулами, ориентированными параллельно поверхности. На расстояниях более 4,5 Å энергетически наиболее выгодной является ориентация молекулы водорода параллельно поверхности циркония.

Заключение. В работе из первых принципов изучена энергетика взаимодействия молекулы водорода с поверхностью циркония (0001). Установлено, что на расстояниях менее 4,5 Å молекулам водорода энергетически наиболее выгодно ориентироваться перпендикулярно поверхности чистого циркония, а на расстояниях более 4,5 Å – параллельно поверхности.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.

1. Zielinski A., Sobieszczyk S. Hydrogen-enhanced degradation and oxide effects in zirconium alloys for nuclear applications // International journal of hydrogen energy. – 2011. – V. 36. – pp.8619–8629.
2. ABINIT – abinit [Электронный ресурс]. – Режим доступа: http://www.abinit.org. (дата обращения: 25.04.2018)
3. Zhang P., Wang S., Zhao J., He C., Zhang P. First-principles study of H_2 adsorption and dissociation on Zr(0001) // Journal of Nuclear Materials. – 2011. – V. 418. – pp. 159–164.

ОПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПЛЕНОК АЗОТОСОДЕРЖАЩЕГО ОКСИДА ТИТАНА, ОСАЖДЕННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

Чжилэй Сунь, М. Е. Конищев
Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. В. Ф. Пичугин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: 1609547236@qq.com

OPTICAL PROPERTIES OF NITROGEN DOPED TITANIUM OXIDE FILMS, DEPOSITED USING MAGNETRON SPUTTERING

Zhilei Sun, M.E. Konishchev
Scientific Supervisor: Prof., Dr. V. F. Pichugin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: 1609547236@qq.com

Abstract. *In this paper we present the results of investigation of optical properties of nitrogen doped titanium oxide thin films, deposited using magnetron sputtering. The influence of reactive atmosphere and post annealing on refractive index, transmittance and band gap energy has been analyzed. Regime with N_2/O_2 ratio of 1-1 was characterized by maximum of deposition rate and minimum of refractive index. N-induced band gap narrowing has been observed and the minimum band gap energy was found to be 2.87 eV for annealed TiON 1.5-1 film.*

Введение. На сегодняшний день свойства диоксид титана (TiO_2) широко известны: нетоксичность, уникальные физико-механические свойства, высокий показатель преломления, высокая фотокаталитическая активность, биосовместимость, исследованные в различных областях [1,2]. TiO_2 используемый в виде тонкой пленки для деградации солнечных элементов и загрязняющих веществ, основанный на его фотокаталитической активности, имеет большой потенциал.

Фотокаталитический процесс относится к разложению загрязняющих веществ активными формами кислорода (АФК), которые образуются на поверхности пленки после взаимодействия с облучаемым светом. Когда энергия света сравнима с шириной запрещенной зоны полупроводника, электроны могут возбуждаться и вводиться в зону проводимости, оставляя дыры в валентной зоне. Фотогенерированные электроны и дырки приводят к образованию АФК, в частности, гидроксильных радикалов OH [3]. Несмотря на высокую активность фотокатализа диоксида титана, его применение ограничено относительно широкой щелью запрещенной зоны. Много попыток было посвящено решению данной проблемы и среди них легирование азотом является наиболее популярным. В результате введения азота образуются примесные уровни энергии и это приводит к сужению запрещенной зоны [4].

Экспериментальная часть. Осаждение пленки проведено на установке импульсного магнетронного распыления "УВН-200МИ". Режим осаждения: материал катода - Ti, материал подложки - предметное стекло, расстояние между подложкой и магнетроном – 100 мм, рабочее давление в камере - 10^{-1} Па, мощность 1кВт, ток 3 А, соотношение объемных расходов O_2/N_2 - 1,5-1, 1-1, 1-2 и 1-3.

Результаты. В Таблице 1 и на рисунке 1 представлены результаты эллипсометрии. С увеличением соотношения N_2/O_2 скорость осаждения сначала увеличивается, а потом уменьшается, и это можно относить к изменению коэффициента распыления катода в разных реактивных атмосферах. Зависимость показателя преломления от сотношения N_2/O_2 показывает обратную тенденцию. Значение *n* обычно определяется фазовым составом и плотностью пленки, в данной работе мы считаем, что поведение *n* связано с плотностью пленки, соответствующей разной скорости осаждения. В результате отжига неизбежно происходит уменьшение толщины вследствие испарения верхний слоев пленки с последующим изменением структуры пленки и повышение значения *n* пленок.

Таблица 1

Значения толщины d и показателя преломления n осажденных и нагреватых пленок с разными с разными соотношениями азота-кислорода

Соотношение N_2/O_2	*d*, nm		*n*	
	осажденные	нагреватые	осажденные	нагреватые
1,5-1	287,0	287,0	2,26	2,40
1-1	326,7	324,3	2,16	2,17
1-2	303,4	297,2	2,21	2,22
1-3	285,5	281,7	2,24	2,24

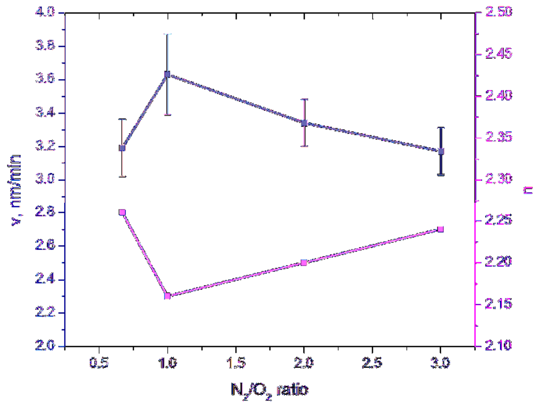


Рис. 1. Графики зависимости скорости осаждения пленки v и значения показателя преломления n осажденных пленок от соотношения азота-кислорода

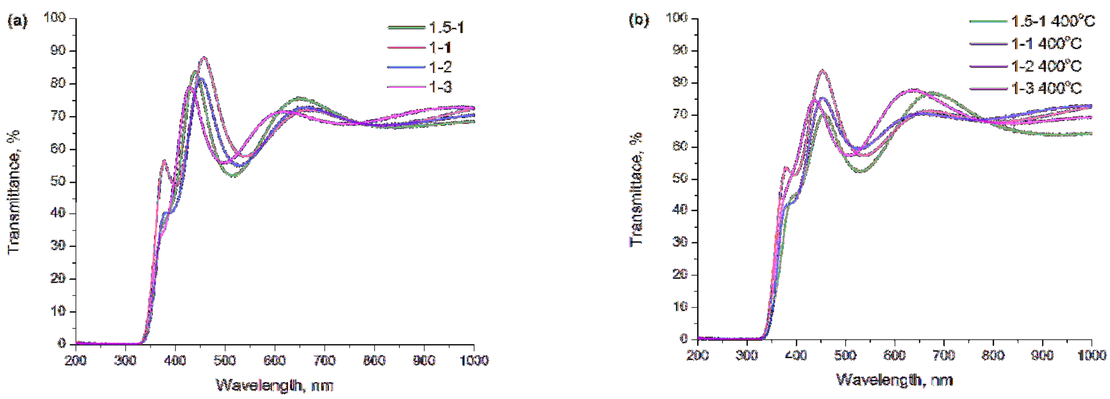


Рис.2. Спектры пропускания осажденных (a) и нагретых (b) пленок с разным соотношением азота-кислорода

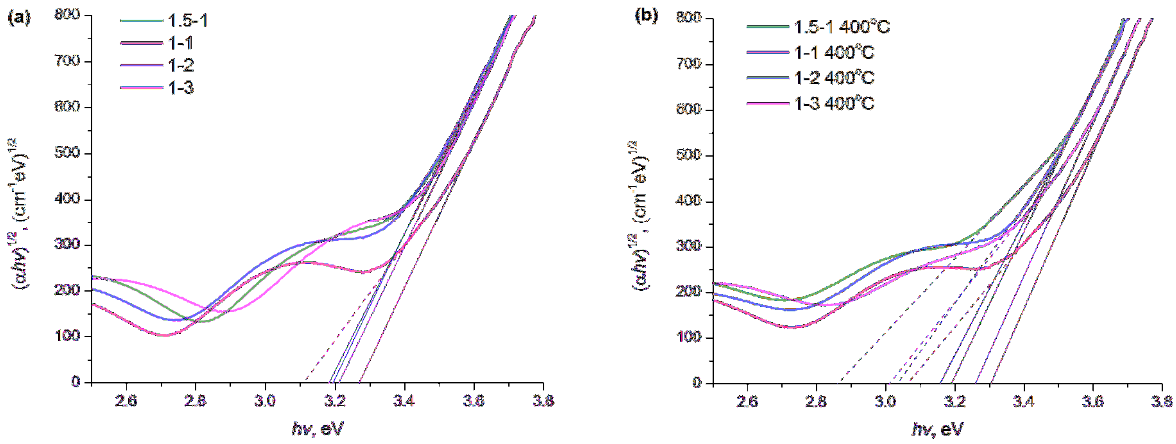


Рис.3. Кривые осажденных (a) и нагретых (b) пленок с разным соотношением азота-кислорода

На Рисунке 2 показаны спектры пропускания осажденных и нагретых пленок. Незначительное уменьшение прозрачности пленки после отжига, может быть, связано с увеличением рассеяния света из-за повышенной шероховатости. Щель запрещенной зоны определена по формуле Таuc ($\alpha h\nu = A(h\nu - E_g)^n$, где α - коэффициент поглощения, E_g - щель запрещенной зоны и n=1/2) и результаты представлены на Рисунке 3. Пунктирные линии обозначают уменьшенное значение щели запрещенной зоны вследствие легирования азотом, исходя из полученных значение мы можем предположить, что нагрев образцов приводит к сужению запрещенной зоны.

Заключение. В данной работе исследовано скорости осаждения, показателя преломления, прозрачности и щели запрещенной зоны пленок оксида титана, осажденных с разными соотношениями N_2/O_2. Изменение показателя преломления осажденых пленок соответствует скорости осаждения. Отжиг покрытий приводит к уменьшению толщины и увеличению показателя преломления. Уменьшение щели запрещенной зоны вследствие образования примесных уровней азота можно четко наблюдать в нагретых пленках, наименьшее значение запрещенной зоны обнаружено в пленках TiON 1,5-1 с значением 2,87 эВ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chen Yang, Huiqing Fan, Yingxue Xi, Jin Chen, Zhuo Li. (2008). Effects of depositing temperatures on structure and optical properties of TiO_2 film deposited by ion beam assisted electron beam evaporation. Applied Surface Science. V. 254, № 9, pp. 2685–2689.
2. T. Dhandayuthapani, R.Sivakumar, R.Ilangovan. (2016). Growth of micro flower rutile TiO_2 films by chemical bath deposition technique: Study on the properties of structural, surface morphological, vibrational, optical and compositional. Surfaces and Interfaces. V. 4, pp. 59–68.
3. L. Bergamonti, G. Predieri, Y. Paz, L. Fornasini, P.P. Lottici, F. Bondioli. (2017). Enhanced self-cleaning properties of N-doped TiO_2 coating for Cultural Heritage. Microchemical Journal. V. 133, pp. 1–12.
4. Donggen Huang, Shijun Liao, Shuiqing Quan, Lei Liu, Zongjian He,Jinbao Wan, Wenbin Zhou. (2008). Synthesis and characterization of visible light responsive N–TiO_2 mixed crystal by a modified hydrothermal process. Journal of Non-Crystalline Solids. V. 354, № 33, pp. 3965–3972.

СОРБЦИЯ И ЗАХВАТ ВОДОРОДА ПОВЕРХНОСТНО-ЛЕГИРОВАННЫМ СЛОЕМ ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА, СФОРМИРОВАННЫМ ПРИ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ ТИТАНА

Чжоу Цзысянь

Научный руководитель: ассистент кафедры общей физики Е.Б. Кашкаров

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: 1026205532@qq.com

HYDROGEN SORPTION AND TRAPPING BY A SURFACE-DOPED LAYER OF ZIRCONIUM ALLOY FORMED BY TITANIUM ION IMPLANTATION

Zhou Zixian

Scientific supervisor: assistant of Experimental Physics department E.B. Kashkarov

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: 1026205532@qq.com

Abstract. *This study describes the surface modified layer formed on zirconium alloy by high-intensity low energy ion implantation of titanium and its hydrogen interaction. The crystalline structure, composition and depth distribution of elements were analyzed by X-ray diffraction, energy-dispersive and optical emission spectroscopies, respectively. Hydrogen sorption was investigated under gas-phase hydrogenation at 400 °C. Thermal desorption spectroscopy was implemented to analyze the phase transitions and hydrogen trapping sites.*

Введение. Циркониевый сплав Э110 (Zr-1Nb) обладает высокой коррозионной стойкостью в воде и водяном паре и низким сечением поглощения тепловых нейтронов, ввиду чего получил широкое применение в качестве материала оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов) и других конструкционных материалов для ядерных реакторов. Однако циркониевые сплавы неизбежно поглощают водород с образованием гидридов при эксплуатации реакторов. Водородное охрупчивание циркониевых сплавов является одним из наиболее важных вопросов в обеспечении безопасности атомных станций, использующих легководные реакторы, поскольку это является основной причиной механической деградации оболочки твэлов [1]. Водород может выделяться в процессе радиолиза теплоносителя и впоследствии проникать и накапливаться в оболочках ТВЭЛов, изготовленных из циркониевых сплавов. Наводороживание циркониевых сплавов приводит к деградации их механических свойств, гидридному растрескиванию и коррозионному растрескиванию под напряжением. Поэтому исследование взаимодействия водорода с циркониевыми сплавами, а также повышение их водородостойкости являются важными задачами материаловедения. В настоящем исследовании описывается влияние низкоэнергетичной высокоинтенсивной ионной имплантации титана на наводороживание циркониевого сплава.

Материалы и методика исследований. Для исследования использовались прямоугольные образцы циркониевого сплава Э110 размерами 20×20×1 мм. Образцы предварительно подвергались шлифованию наждачными бумаги с маркировками по ISO-6344 600, 1500, 2000 и 2500 для выравнивания поверхности и удаления поверхностных дефектов. Затем образцы промывались в ультразвуковой ванне с ацетоном в течение

15 мин. Модифицирование поверхности осуществлялось методом высокоинтенсивной низкоэнергетичной ионной имплантации при плотности ионного тока 100 мА/см^2 в течение часа. Кристаллическая структура и состав модифицированного слоя были проанализированы с помощью рентгеновского дифрактометра XRD-7000S и энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС) на сканирующем электронном микроскопе. Распределение элементов по глубине было исследовано методом оптической эмиссионной спектроскопии плазмы тлеющего разряда (GDOES) с использованием спектрометра GD-Profiler 2. Наводороживание осуществлялось при температуре 400 °C из газовой фазы на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller LPB. Насыщение водородом сопровождается снижением давления водорода в камере. Из анализа кривых поглощения водорода образцами была рассчитана скорость сорбции водорода. Десорбция водорода анализировалась методом термодесорбционной спектрометрии (ТДС) при нагреве до 950 °C со скоростью 3 °C/мин.

Результаты и их обсуждение. На рисунке 1а показаны результаты рентгеноструктурного анализа образцов сплава Zr-1Nb после ионной имплантации титана. Анализ рентгенограмм показал, что необработанный циркониевый сплав имеет типичную гексагональную плотноупакованную решетку с параметрами a=3.2351 Å и c=5.1461 Å. Кристаллическая структура значительно изменяется после высокоинтенсивной ионной имплантации: формируются фазы на основе твердого раствора циркония с титаном $Zr_{0,5}Ti_{0,5}$ и $Zr_{0.7}Ti_{0.3}$ с гексагональной плотноупакованной структурой (рис. 1а). Профили распределения элементов по глубине элементов показаны на рисунке 1б. Видно, что титан имеет градиентное распределение, толщина модифицированного слоя составила более 10 мкм (рис. 1б). Максимальная концентрация титана в поверхностном слое составляет 55 ат.% (по данным (ЭДС).

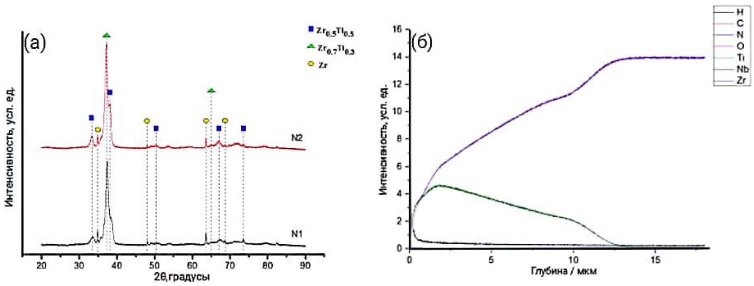


Рисунок 1 – Рентгенограммы образцов (а) и профили распределения элементов по глубине (б)

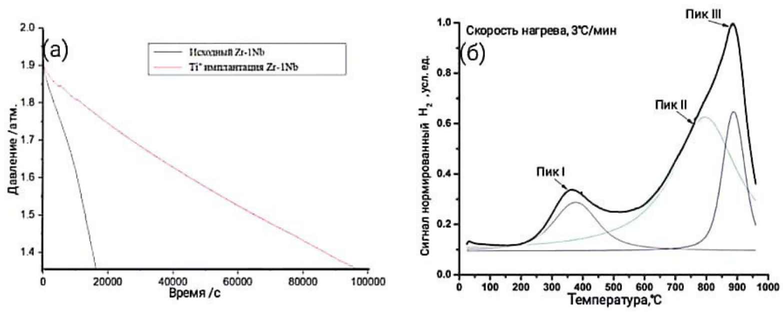


Рисунок 2 – Кривые сорбции водорода при T = 400 °C и P = 2 атм. (а) и ТДС спектр выхода водорода из сплава Zr-1Nb с модифицированным слоем (б)

На рисунке 2 приведены кривые поглощения водорода до и после ионной имплантации, а также спектр выхода водорода из наводороженного сплава с TiZr слоем. Из данных графиков видно, что ионная имплантация существенно (в ~6 раз) снижает скорость сорбции водорода в сравнении с исходным сплавом циркония. Рассчитанные значения скорости сорбции водорода сведены в таблицу 1.

Таблица 1

Скорость сорбции водорода в сплаве циркония до и после имплантации

Образец	Скорость сорбции водорода Q, 10^5см^3 H_2/(с см^2)	$Q_{исх}/Q$
Zr-1Nb исходный	114,1	-
Zr-1Nb с модифицированным TiZr слоем	18,8	6,1

Анализ спектра выхода водорода (рис. 2б) показал, что десорбция водорода начинается примерно с 250 °С. Разложение спектров ТДС позволило выявить один низкотемпературный пик (Пик I) и два высокотемпературных пика (Пик II и III). Первый пик соответствует десорбции водорода из гидридов TiZrH с последующим фазовым превращением δ→β+δ→β(Ti, Zr) в имплантированном слое, происходящим в промежуточной области между пиком I и пиком II. Следующий пик десорбции водорода связан с равновесным давлением водорода в β(Ti, Zr) фазе имплантированного слоя и разложением гидридов δ циркония в матрице сплава с последующими фазовыми превращениями $\delta\rightarrow\beta+\delta\rightarrow\beta_{Zr}$. Согласно фазовой диаграмме Zr-H, пик III относится к равновесному давлению водорода в фазе β_{Zr}, следовательно, соответствует десорбции водорода из ОЦК-фазы β_{Zr}. Таким образом, проанализировав данные по выделению водорода, можно сделать вывод, что формирование имплантированного слоя TiZr обеспечивает более низкую температуру десорбции водорода и снижает вероятность образования гидридов в поверхностном слое сплава при температурах 350 °С и выше. В то же время благодаря низкой температуре α→β(Ti, Zr) превращения, слой TiZr может эффективно улавливать диффундирующий водород и менее подвержен водородному охрупчиванию.

Заключение. В настоящей работе проведено исследование влияние поверхностно-легированного слоя TiZr, сформированного при высокоинтенсивной ионной имплантации титана в циркониевый сплав Zr-1Nb, на сорбцию и захват водорода. На основе полученных результатов можно сделать следующие выводы:

1. Показана принципиальная возможность формирования модифицированного слоя TiZr с толщиной более 10 мкм при высокоинтенсивной ионной имплантации титана. Было установлено, что ионная имплантация титана приводит к формированию твердых растворов на основе фаз $Zr_{0,5}Ti_{0,5}$ и $Zr_{0,7}Ti_{0,3}$ с ГПУ структурой.

2. Модифицирование поверхности приводит к снижению наводороживания сплава. Скорость сорбции водорода снижается в 6,1 раз в сравнении с необработанным сплавом. Формирование модифицированного слоя TiZr обеспечивает более низкую температуру десорбции водорода.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Иванова С.В. Воздействие водорода на циркониевые сплавы для реакторов на тепловых нейтронах: автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук: спец. 01.04.07 / С. В. Иванова; Всероссийский научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А.Бочвара; науч. рук. Е. П. Рязанцев. – Москва, 2004.

РАЗРАБОТКА АЛГОРИТМА ДЛЯ АНАЛИЗА СПЕКТРОВ ДОПЛЕРОВСКОГО УШИРЕНИЯ АННИГИЛЯЦИОННОЙ ЛИНИИ ПОЗИТРОНА

Чжэн Кэли

Научный руководитель: ассистент, Ю.С. Бордулев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050

Электронная почта: keli1@tpu.ru

DEVELOPMENT OF ALGORITHM FOR ANALYSIS OF DOPPLER BROADENING OF POSITRON ANNIHILATION LINE

Zheng Keli

Scientific Supervisor: Assistant, Yu.S. Bordulev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: keli1@tpu.ru

Abstract. *In the present study, we performed an algorithm for data analysis of Doppler broadening spectrum of positron annihilation line. This algorithm can handle the data, got with system DBS and CDBS. It involves things like background removal, error evaluation, and calculation of S and W parameters, plotting of Ratio curves and so on. Based on this algorithm, we developed a program named Positron Spector with GUI frontend for normal use. In the program, this algorithm is implemented in Python with common libraries for scientific computing.*

Введение. Метод аннигиляции позитронов – это технология, основанная на применении позитронов в материаловедении и физике твёрдого тела. Этот метод включает множество экспериментальных методов. Данная работа связана с разработкой алгоритма для анализа спектров допплеровского уширения аннигиляционной линии (ДУАЛ).

Данный метод широко используется во многих отраслях. Он применятся для исследования дефектов, такие как вакансии, дислокации и кластеры вакансий в решётке, сформированные методами деформации, усталости, закалки, облучения, насыщением водорода и т. д., а также эффект отжига этих дефектов. Также, данный метод может быть применён для определения зонной структуры, плоскости Ферми и энергии формирования вакансий [1].

Метод аннигиляции позитронов имеет много преимуществ. Во-первых, основное его преимущество – очень высокая чувствительность к вакансиям. Данный метод является одним из немногих методов, которые могут исследовать дефекты в атомном масштабе. Во-вторых, этот метод не разрушает вещество и применяется почти ко всем материалам. Исследуемый материал может быть твёрдым телом, газом, металлом, полупроводником, изолятором или полимером. Кроме этого, этот метод не требует погружения исследуемого материала в экстремальную среду (вакуум, высокие и низкие температуры и т. д.) [2].

Метод аннигиляции позитронов требует обработку объёмных данных, например спектров времени жизни позитронов или спектров энергии излучения. Однако, в настоящий момент имеется ограниченное количество программного обеспечения для обработки таких данных. Существующие программы, либо не обладают всеми нужными функциями, либо обладают какими-то проблемами. Некоторые из них уже со временем устарели. Кроме этого, большинство из этих программ не открытые, т. е. исходный код не доступен. Без исходного кода мы не можем точно узнать принцип работы. Это в некоторой степени снижает достоверность результатов.

Один из способов решения данной проблемы – использовать научную вычислительную среду (например MATLAB, Jupyter Notebook и т. д.) для обработки данных напрямую. Однако, для этого требуется высокий уровень программирования, которым не обладают множество исследователей. Кроме этого, это не является удобным, потому что каждый раз необходимо вручную настраивать параметры.

Исходя из этого, вытекает необходимость создания программного обеспечения для этого метода. Программное обеспечение должно иметь более открытую архитектуру, позволяя людям легко добавлять или изменять функции. Кроме того, исходный код будет открыт в интернете, позволяя людям узнать подробный принцип работы. Кроме этого, в разрабатываемой системе добавлены новые, не реализованные раннее функции, такие как автоматическое определение диапазона координат, используемого для расчёта S- и W-параметров, соответствие между номером канала и значением энергии, и т. д.

Краткое описание алгоритма. На Рис. 1 показана схема алгоритма. Весь алгоритм делится на две части – обработка спектров и расчёт нужных результатов. Алгоритм в основном реализован на языке программирования Python, что гарантирует читаемость кода.

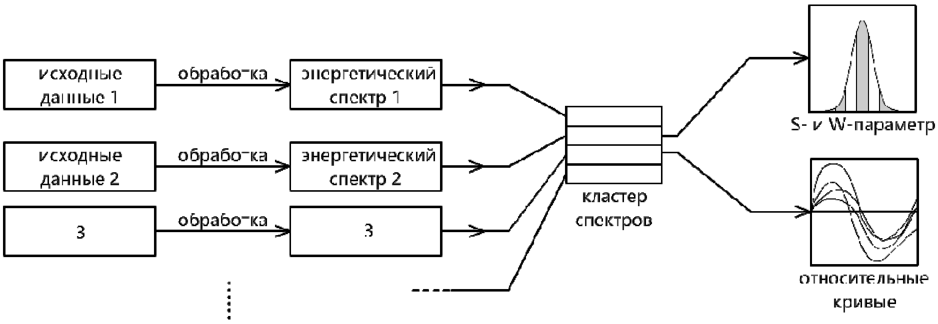


Рис. 1. Схема алгоритма

В первой части, обработка исходных данных каждого спектра проводится отдельно. Обработка включает в себя форматирование и масштабирование спектра, удаление фона, оценка разрешения, оценка погрешности и т. д. Исходя из типа данных, обработка проводится по-разному. Например, для данных CDBS необходимо объединить два спектра в один, или вырезать трёхмерный спектр в двухмерный. После обработки получаем «чистый» энергетический спектр аннигиляционных γ-квантов с погрешностью.

В исследованиях нам необходимо сравнить спектры друг с другом. При этом дальнейшая обработка требует единых параметров для всего набора данных. Поэтому во второй части, мы объединяем обработанные спектры и проводим обработку всей совокупности. По требованию мы можем получить результат как S- и W-параметра, относительных значений S- и W-параметра, так и относительные кривые. На каждом шаге обработки данных пользователь может настроить соответствующие параметры, чтобы улучшить результаты или привести к соответствию с другими исследованиями.

Интерфейс пользователя. Пока активно разрабатывается программа «PositronSpector» с интерфейсом пользователя, основанным на библиотеке «tkinter» на языке Python.

Как показано справа на Рис. 2, эта программа может показать результаты каждого этапа обработки в качестве диаграммы. Таким образом программа позволяет нам удобно настроить параметры с наблюдением промежуточных результатов.

Исходный код программы доступен на сайте: https://github.com/ZhengKeli/PositronSpector

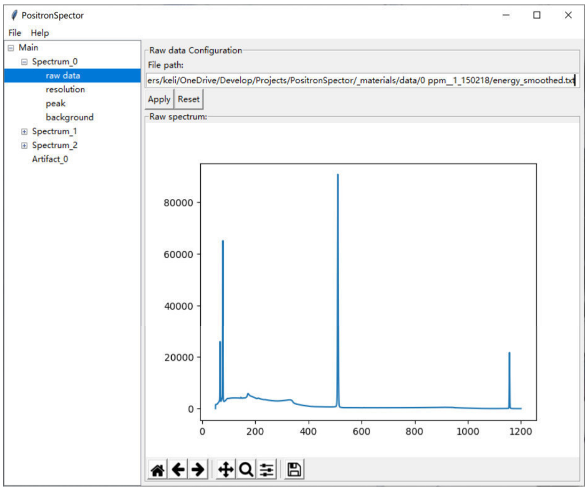
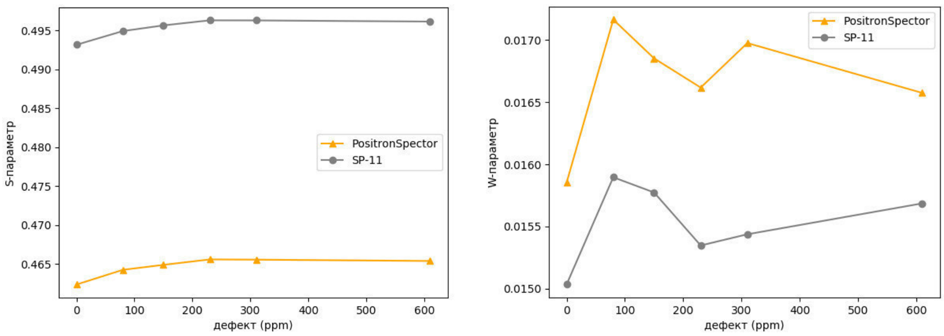


Рис. 2. Интерфейс пользователя

Тестирование и практика. Проведено тестирование для проверки программы, при котором мы рассчитали S- и W-параметры серии спектров с разной концентрацией водорода и построили диаграмму зависимости S- и W-параметров от концентрации водорода. Потом провели расчёт с одним и теми же данными и параметрами, но с помощью существующей программы SP-11, написанной Jerzy Dryzek [3]. Результаты показаны на Рис. 3.



а) S-параметр *б) W-параметр*

Рис. 3. Сравнение S- и W-параметров

Видно, что флуктуация двух кривых в основном одинакова, что подтверждает правильность расчёта. Общая кривая слегка смещена, что вызвано нюансом оценки фона.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Y. Weizhong, W. Ziqin и Y. Guozhen (2007). Positron physics and its applications. Beijing: China Science Publishing & Media Ltd.
2. R. Krause-Rehberg и H. S. Leipner (1873). Positron Annihilation in Semiconductors. Friedemann-Bach-Platz 6 D-06108 Halle. Germany: Springer.
3. J. Dryzek, «SP code,» [Electronic version]. Available: https://ifj.edu.pl/private/jdryzek/page_r18.html.

СОЗДАНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ СКЭФФОЛДОВ СПЛАВА ВТ6

Е.А. Чудинова, К. Лоза
Научный руководитель: с. н. с., к.ф.-м.н. М.А. Сурменева
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: e_chudinova93@mail.ru

FORMATION AND STUDY OF THE FUNCTIONALIZED T64 ALLOY SCAFFOLDS SURFACE

E.A. Chudinova, K. Loza
Scientific Supervisor: Associate Professor, Dr. M.A. Surmeneva
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: e_chudinova93@mail.ru

Abstract. *This paper presents the results of functionalization of the titanium alloy Ti6Al4V scaffolds with different structures by radio-frequency (RF) magnetron deposition for medical applications. It was revealed that this method allows to obtain a homogeneous crystalline coating, both on flat samples and in the case of scaffolds of complex geometry with different lattice structures.*

Введение. На сегодняшний день благодаря развитию аддитивных технологий в медицине, стало возможным изготавливать имплантаты на основе титановых сплавов (скэффолды), позволяющих успешно повторять сложную микроструктуру пористых костей, что приводит к улучшению процесса интеграции имплантата и обеспечивает его долгосрочную стабильность в организме. В ряде случаев, когда материал имплантата является биоинертным, стоит вопрос о нанесении биосовместимых покрытий, в частности, гидроксиапатита (ГА) для улучшения интеграции имплантата с тканями организма. Явным преимуществом ГА по сравнению с другими биоматериалами, является его высокое сходство с костным минералом, что делает ГА биологически совместимым. В связи с этим, целью данной работы являлось исследование морфологии, элементного и фазового состава покрытия на основе ГА, осажденного методом ВЧ-магнетронного распыления на поверхность металлических скэффолдов, полученных электронно-лучевым плавлением.

Рис.1. Изображения трехмерных сетчатых скэффолдов с различным типом ячеек

Материалы и методы исследования. В качестве материала для исследований выбраны плотные и пористые трехмерные скэффолды (рис. 1) титанового сплава ВТ6 (Ti6Al4V), приготовленные методом трехмерного прототипирования с использованием электронно-лучевого плавления на промышленной машине ARCAM A2 EBM® (Швеция). Детальная информация условий формирования скэффолдов и осаждения покрытия на основе гидроксиапатита представлена в работе [1]. Толщина осажденного покрытия, измеренная с помощью спектрального эллипсометрического комплекса «Эллипс 1891 САГ», составила 860±50 нм. Морфология скэффолдов до и после осаждения исследовалась методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Энергодисперсионный рентгеновский анализ (ЭДРА) и рентгеновский фазовый анализ (РФА) использовались для получения информации об элементном и фазовом составе образцов, соответственно.

Результаты и их обсуждение. Изображение 2 иллюстрирует морфологию образцов без покрытия (а,б), с осажденным покрытием (в), а также состав ГА пленки (г), нанесенной на поверхность скэффолда R1. Стоит отметить, что поверхность образца с покрытием обладает четко выраженной зеренной структурой, при этом поверхность с нанесенным слоем однородная без микротрещин и сколов. Наблюдается уменьшение параметра шероховатости R_a для скэффолда R1 – 25 мкм после осаждения покрытия, в сравнении со значением для контрольного образца R_a= 28 мкм.

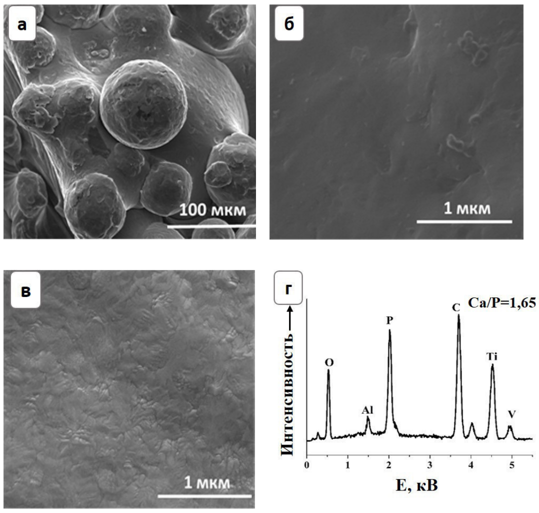


Рис.2. СЭМ-изображения скэффолдов без обработки (а-в) и с покрытием на основе ГА (г,е), ЭДРА спектр (б) скэффолда с ГА

В соответствии с ЭДРА анализом (рис. 2, д), стехиометрическое соотношение Ca/P составило 1,65, что близко к значению, характерному для стехиометрического ГА (n(Ca)/n(P) =1,67). Рентгенограмма системы «титан-ГА покрытие» представлена на рисунке 3. На дифрактограмме присутствуют рефлексы при 22,9° (111), 25,9 (002), 31,8 (211), 32,2 (112), 34,0 (202), соответствующие гексагональной структуре ГА.

На рисунках 4-5 а-в представлены СЭМ-изображения покрытых ГА скэффолдов с ромбическим и кубическим типами сетки. Можно отметить, что на микроуровне наблюдается равномерная зеренная структура без наличия дефектов и трещин. Стехиометрическое соотношение Ca/P для покрытия, сформированного на поверхности скэффолдов с ромбическим (R2) и кубическим (R3) типом сетки составило

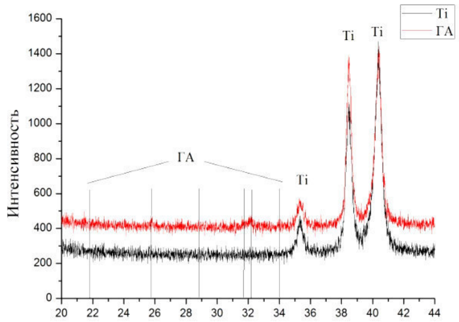


Рис.3. Рентгенограммы системы «титан-ГА покрытие» до и после осаждения

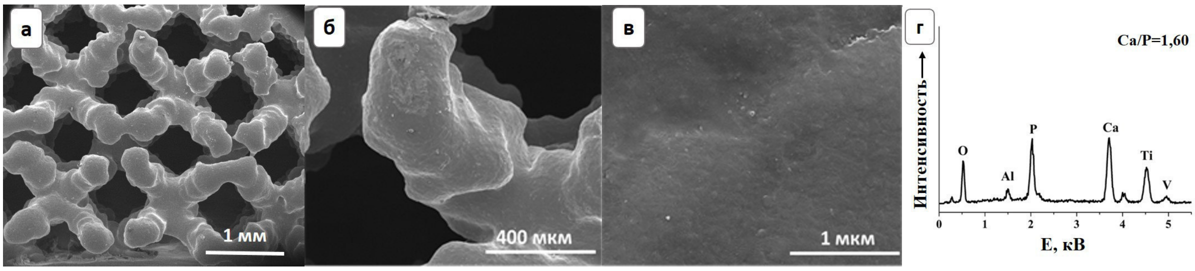


Рис.4. СЭМ- изображения (а-в) и ЭДРА-спектр (г) сетчатого скэффолда R2 с покрытием на основе ГА

1,60 и 1,53, соответственно.

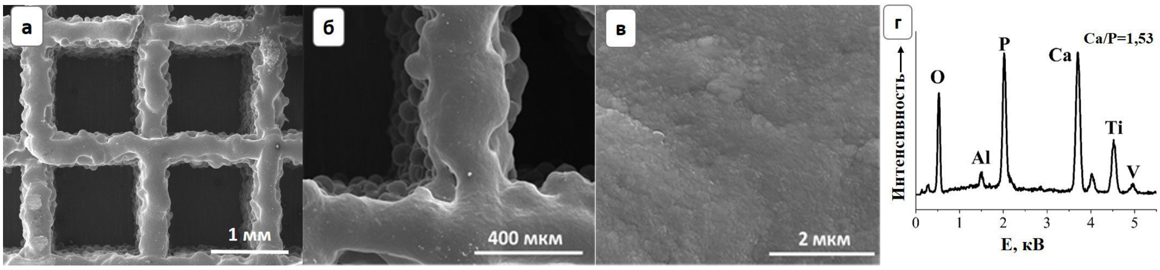


Рис.5. Изображения (а-в) и ЭДРА-спектр (г) сетчатого скэффолда R3 с покрытием на основе ГА

На рисунке 6 представлены карты распределения элементов («mapping») в полученном слое. При этом наблюдается равномерное распределение элементов покрытия по поверхности сетки. Ранее [2] было показано, что метод ВЧ-магнетронного осаждения позволяет нанести требуемый слой не только на внешнюю поверхность трехмерного образца, а также получить покрытие во внутрисетчатом пространстве.

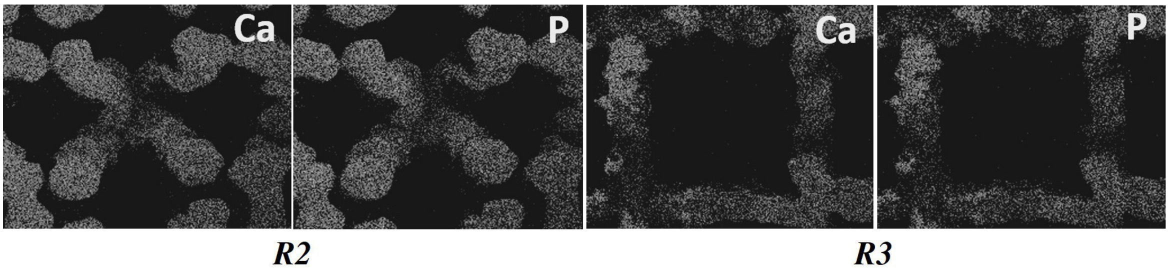


Рис.6. Карта распределения элементов полученных покрытий

Заключение. Методом ВЧ-магнетронного распыления сформировано покрытие на поверхности плотных и сетчатых объемных скэффолдов, приготовленных послойным электронно-лучевым синтезом. Исследование морфологии поверхности скэффолдов с различным типом сетки показало, что в результате осаждения кальций-фосфатного слоя образуется четко выраженная зеренная структура. Рентгенофазовый анализ показал наличие в покрытии фазы ГА. Таким образом, метод ВЧ-магнетронного распыления является перспективным методом осаждения слоев фосфатов кальция на объемные скэффолды сложной конструкции, полученные электронно-лучевым плавлением.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (номер проекта 15-13-00043). Авторы выражают благодарность профессору Маттиасу Эппле и Олегу Примаку (Университет Дуйсбург-Эссен) за помощь в получении образцов и проведении экспериментальных работ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Koptyug, A., Rännar, L. E., & Bäckström, M. (2014). Multiscale surface structuring of the biomedical implants manufactured in Electron Beam Melting technology: demands, advances and challenges. In Proc. iCAT-2014, International Conference on Additive Technologies, Vienna, Austria, 15–17 October 2014.

ЭЛЕКТРОННЫЙ ФАКТОР И СТАБИЛЬНОСТЬ СОЕДИНЕНИЙ СО СТРУКТУРОЙ А15

С.А. Шалыгин, Н.О. Солоницина, И.А. Рахманова
Научный руководитель: профессор, д.т.н., Ю. С. Саркисов,
Научный консультант: профессор, д.т.н., Н.П. Горленко
Томский государственный архитектурно-строительный университет,
Россия, г. Томск, пл.Соляная, 2, 634003
E-mail: ir9039508837@yandex.ru

ELECTRON DENSITY AND STABILITY OF COMPOUNDS WITH A15 STRUCTURE

S.A. Shalygin, N.O. Solonitsina, I.A. Rakhmanova
Scientific Supervisor: Professor Yu. S. Sarkisov, DSc
Academic supervisor : Professor N.P. Gorlenko, DSc
Tomsk State University of Architecture and Building, Russia, Tomsk, Solyanaya Sq., 2, 634003
E-mail: ir9039508837@yandex.ru

Abstract. *The paper studies the influence of the electron density on stability of binary intermetallic compounds with A15 structure. It is shown that the highest number of alloys with this structure have the narrow homogeneity range.*

Введение. Явление электрической сверхпроводимости обнаружено у 27 элементов Периодической системы Д.И. Менделеева, кроме того, сверхпроводимостью обладают более 1000 сплавов. Следует особо отметить, что сверхпроводимость обнаружена в сплавах, состоящих из несверхпроводящих компонентов. К ним принадлежит значительный класс интерметаллических соединений переходных металлов со структурой А15 и со стехиометрией A_3B, которые проявляют сверхпроводящие свойства с высокими критическими параметрами. Из известных 79 бинарных соединений с А15 структурой порядка 60 обладают сверхпроводящими свойствами [1]. В связи с этим, к сплавам со структурой А15 уделено большое внимание со стороны исследователей [2]. Любое образование сплавов из чистых металлов вызывает изменение как размеров атомов так и электронного спектра. Это приводит к взаимосвязанному изменению сил межатомного взаимодействия и межатомного расстояния. При этом важным усредненным параметром, который характеризует металлическое соединение, является электронная концентрация, например, для переходных металлов это число (s+d)-электронов. В [3-6] показана важная роль электронной концентрации в стабильности различных кристаллических структур.

Экспериментальная часть. Для сплавов со структурой А15 была посчитана электронная концентрация при помощи соотношения:

$$e/a = C_AZ_A + C_BZ_B$$

где Z_A и Z_B суммарное число s-электронов для щелочных и щелочноземельных металлов; s- и d-электронов для переходных элементов, элементов подобных редкоземельным, благородных металлов и элементов IIb группы в периодической таблице, s- и p- электронов элементов III группы, f-, s- и d-электронов редкоземельных элементов. Действительно, как уже было показано ранее при изучении влияния электронной концентрации на область существования фаз со структурой типа А15 накладывается ограничение по электронной концентрации [2]. При этом ее величина зависит от электронных конфигураций образующих элементов. Этот вывод нашел отражение на статистической диаграмме распределения сплавов со структурой A15 от электронной концентрации (рис. 1, *а*). Видно, что распределение сплавов со структурой A15 от *e/a* в виде двух максимумов в следующих интервалах значений: 3,25 ÷ 5,5 и 5,5 ÷ 7 эл/ат. Для сравнения приведено распределение сплавов с $L1_2$ структурой от электронной концентрации (рис. 1, *б*). Из анализа этого распределения можно сделать вывод, что сплавы со структурой $L1_2$ могут обладать достаточно широким спектром значений электронной концентрации. Сплавы со структурой A15 могут образовываться только при строго определенных значениях электронной концентрации**.** Истинные металлические соединения обладают определенными специфическими свойствами. Во-первых, проявляется ненасыщенный и ненаправленный характер межатомных взаимодействий (химических связей). Во-вторых, в этих соединениях проявляется явление делокализации валентных электронов. И это все происходит на фоне их дефицита в металлических соединениях. В-третьих, это приводит к сильно нарушенной стехиометрии. И как следствие, это отражается на диаграмме состояния в широкой области гомогенности существования металлического соединения. Увеличение ковалентной и ионной составляющих в химических связях, при уменьшении металлической, приводит к значительному уменьшению областей гомогенности существования металлических соединениях. В сплавах со структурой A15 области гомогенности имеют широкий спектр значений. Это находит отражение на статистической диаграмме числа соединений от ширины областей гомогенности (рис. 2).

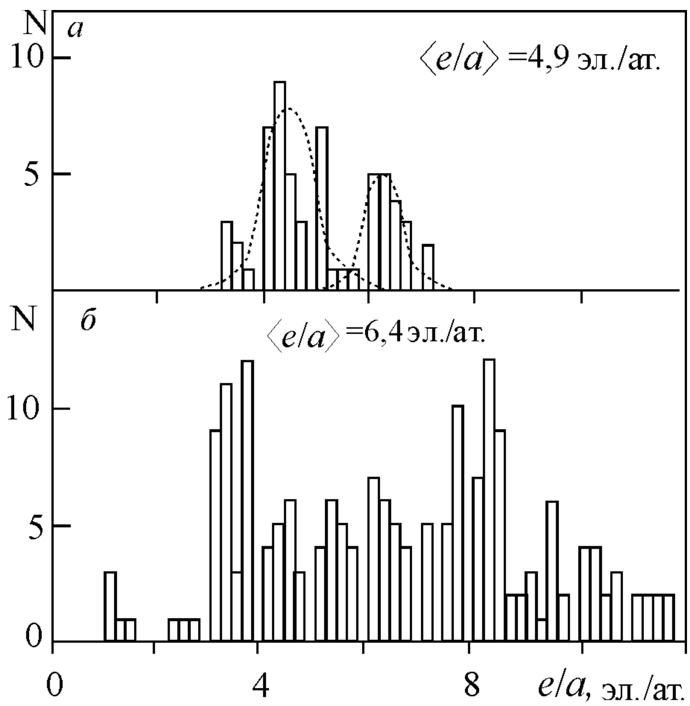


Рис.1. Гистограммы сплавов со структурами A15 (а) и $L1_2$ (б) от электронной концентрации

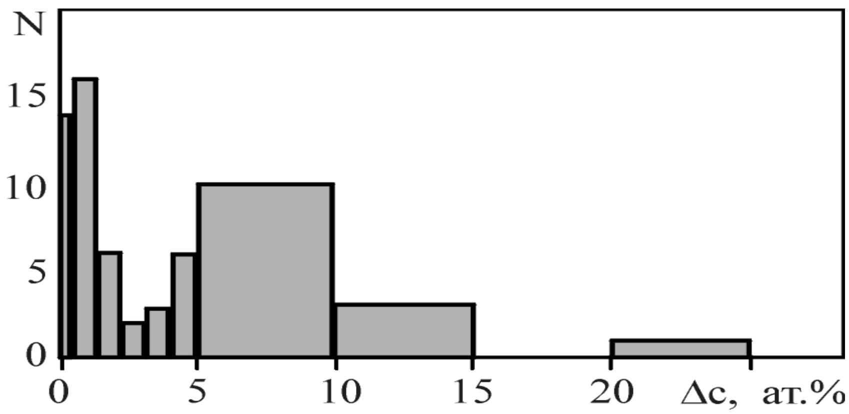


Рис. 2. Гистограмма сплавов со структурой A15 от размеров области гомогенности соединений на фазовой диаграмме. Данные для расчета взяты из [7]

Из этой диаграммы следует, что наибольшее число сплавов со структурой A15 обладают соединения с узкими областями гомогенности. Вторым важным фактором для формирования сплавов с A15 структурой является тип электронной оболочки, образующий ее элементов.

Выводы. Таким образом, в сплавах со структурой A15 кроме металлической связи дают заметный вклад ковалентная и ионная составляющие. Это отражает ситуацию, что в сплавах с A15 структурой, кроме размерного фактора, должен оказывать заметный вклад в их стабильность электронный фактор.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Вонсовский С.В., Изюмов Ю.А., Курмаев Э.З. Сверхпроводимость переходных металлов, их сплавов и соединений. - М.: Наука, 1977. - 382с
2. Кормин Н.М., Солоницина Н.О., Козлов Э.В. Кристаллохимические особенности фаз со структурой типа A15//Изв. ВУЗов. Физика. 1991. - №12. - С.85-88.
3. Агеев Н.В. Химия металлических сплавов. - М.:АН СССР, 1941. -120с.
4. .Козлов Э.В., Дементьев В.М., Кормин Н.М., Штерн Д.М. Структуры и стабильность упорядоченных фаз. - Томск: ТГУ, 1994. -247с.
5. Юм-Розери У. Факторы, влияющие на стабильность металлических фаз.- М. : Мир, 1970. - С.179-199.
6. Лавес Ф. Кристаллическая структура и размеры атомов//Теория фаз в сплавах. М.: Металлургия. - 1961. –С.1-199.
7. Пирсон У. Кристаллохимия и физика металлов и сплавов. - М.:Мир. - 1977. - Ч.1. -420 с.
8. Pearson W.B. A Handbook of lattice Spacing and Structures of Metals and Alloys. - London. New York: Pergamon Press, 1958. - 1300p.

YSZ КЕРАМИКА С ЕВРОПИЕМ: КАТОДОЛЮМИНЕСЦЕНЦИЯ

А.М. Шрайбер
Научный руководитель: доцент, к.ф.-м.н. С.А. Степанов
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: shrayberam@tpu.ru

YSZ CERAMICS WITH EUROPIUM: CATHODOLUMINESCENCE

A.M. Shrayber
Scientific Supervisor: Associate Professor, Ph.D. S.A. Stepanov
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: shrayberam@tpu.ru

Abstract. *In this work, we investigated the luminescent properties of yttrium stabilized zirconia ceramics (YSZ) doped with Eu. The polycrystalline YSZ ceramics from nanopowder was consolidated by SPS technique. The integrated cathodoluminescence spectra and decay kinetics were investigated with the pulsed optical spectrometer based on a high-current electron accelerator GIN- 600 (Eex=0.25 MeV, FWHM=15 ns, W=23 mJ/cm2) and AvaSpec-2048 fiber spectrometer. Nature of luminescent centers and mechanisms of luminescence are discussed.*

Введение. Люминесценция ZrO_2, легированного редкоземельными ионами, изучалась рядом исследователей [1]. В работе [2] было установлено существование в иттрий стабилизированных циркониевых кристаллах нескольких эмиссионных центров, которые могут быть связаны с анионными вакансиями. В спектрах при лазерном возбуждении наблюдаются полосы излучения в области 460 нм (2,69 эВ), 550 нм (2,25 эВ) и 600 нм (2,07 эВ), связанные с F^+, F_A^+,F_{AA}^+. В основном, изучены центры люминесценции в монокристаллах или порошках стабилизированного оксида циркония. Люминесценция ZrO_2 стабилизированного иттрием (YSZ) в поликристаллическом состоянии изучена слабо. Авторы [3] изучали фотолюминесцентные свойства керамики на основе тетрагонального и кубического диоксида циркония. Было установлено, что три типа вакансионно-связанных дефектов присутствует в керамике YSZ, спектры фотолюминесценции тетрагонального и кубического диоксида циркония отличаются соотношением интенсивностей полос свечения каждого типа центров. В работе [4] авторы выделяют в решетке шесть элементарных полос гауссовой формы в структуре спектра катодолюминесценции. В основном, как отмечают авторы, радиационные центры нелегированного и Y-легированного ZrO_2 одинаковы.

Целью данной работы является исследование катодолюминесцентных свойств полупрозрачной YSZ керамики с европием изготовленной методом спарк-плазменного спекания.

Экспериментальная часть. Для изготовления образцов светопропускающей керамики был использован коммерческий гранулированный нанопорошок иттрий стабилизированного диоксида циркония марки TZ-10YS (TOSOH, Япония). Доля стабилизатора Y_2O_3 составляла 10 мол.%. Изготовление керамики осуществлялось на установке SPS-515S (Syntex Inc., Япония). В качестве допанта был использован оксида европия Eu_2O_3 (Неваторг, Россия). В результате спекания были получены керамические образцы цилиндрической формы, высотой 2 мм, диаметром 14 мм.

Для возбуждения катодолюминесценции использовался сильноточный ускоритель электронов ГИН-400 (длительность импульса на полувысоте ~10 нс, средняя энергия электронов ~250 кэВ). Кинетика затухания свечения регистрировались посредством фотоэлектронного умножителя ФЭУ-97 и цифрового осциллографа Tektronix DPO3034 (300 МГц) с использованием монохроматора MDR-23 (спектральный диапазон 200-2000 нм, линейная дисперсия 1,3 нм/мм). Спектр излучения исследуемых образцов корректируется на спектральную чувствительность оптического тракта. Регистрация интегральных спектров свечения катодолюминесценции осуществлялась оптоволоконным спектрометром AvaSpec-2048 (200 – 1100 нм, обратная линейная дисперсия 1,2 нм/мм).

Результаты. На рис 1 приведены спектры катодолюминесценции для YSZ керамики с содержанием Eu_2O_3 3 масс.% после атмосферного отжига соответственно при 700 °C, 1100 °C, 1300 °C.

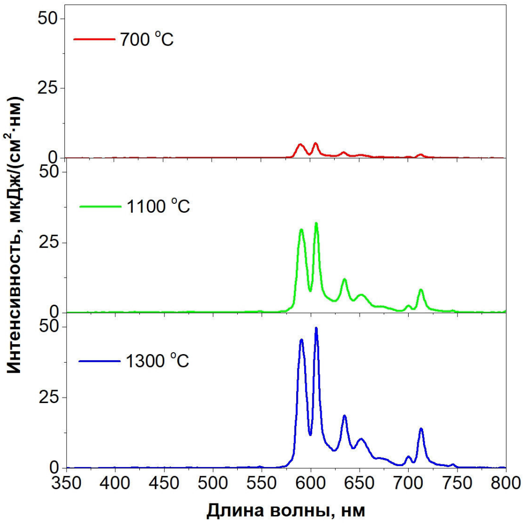


Рис. 1. Интегральные спектры катодолюминесценции (время интегрирования 1 секунда) образцов YSZ керамики с содержанием Eu_2O_3 3 масс.% после атмосферного отжига

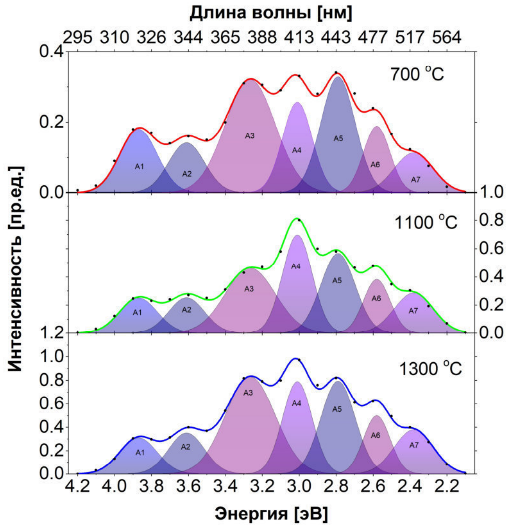


Рис. 2. Спектры импульсной катодолюминесценции образцов YSZ керамики с содержанием Eu_2O_3 3 масс.% после атмосферного отжига

Анализ проведенных измерений интегральных спектров катодолюминесценции показал, что в спектре катодолюминесценции образцов с европием наблюдаются характерные полосы свечения данного иона. Причем с ростом температуры отжига наблюдается рост интенсивности данного свечения в инфракрасной области спектра. Стоит отметить, что в приведенных интегральных спектрах катодолюминесценции практически отсутствует собственное свечение диоксида циркония стабилизировано иттрием в области 350-550 нм.

Для изучения собственного свечения образцов циркониевой керамики допированной европием были измерены спектры импульсной катодолюминесценции. Собственное излучение керамических образцов характеризуется быстрым временем свечения [5], поэтому его вклад в интегральных спектрах катодолюминесценции мал по сравнению с вкладом свечения иона европия. На рис. 2 приведены результаты измерения спектров импульсной катодолюминесценции. Для анализа спектры были аппроксимированы семью полосами гауссовой формы. Параметры полос приведены в таблице 1.

Таблица 1

Положение максимума, полуширина полосы и вклад полосы излучения

	E_{hvMAX} (eV)	FWHM (eV)	Вклад полосы излучения		
			700 ^{o}C	1100 ^{o}C	1300 ^{o}C
A1	2.38	0.25	0.030	0.076	0.101
A2	2.58	0.17	0.034	0.069	0.091
A3	2.79	0.22	0.077	0.133	0.186
A4	3.01	0.19	0.052	0.141	0.160
A5	3.265	0.32	0.109	0.158	0.283
A6	3.61	0.23	0.035	0.062	0.086
A7	3.87	0.24	0.046	0.064	0.079

Полосы A1, A2, A4, A7 согласуются с результатами, представленными в работе [4]. Данные полосы свечения являются характерными для диоксида циркония стабилизированного иттрием. Полосы A3, A5, A6 возможно связаны с наличием неконтролируемых примесей или спецификой вхождения иона активатора. Стоит отметить, спектральное положение данных полос отвечает центрам свечения обусловленных кислородными вакансиями, поэтому возможно появление данных полос связанно с технологией производства керамик методом спарк-плазменного спекания.

Заключение. В заключении хотелось бы отметить, качественный состав спектра импульсной катодолюминесценции образцов YSZ керамики требует дальнейшего изучения, так как на ряду с изложенными выше объяснениями состава данного свечения, возможно влияние наведенного импульсного поглощения.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ, проект № 17-13-01233.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hardin C.L., Kodera, Y., Basun, S.A., Evans D. R., Garay J. E. Transparent, luminescent terbium doped zirconia: development of optical-structural ceramics with integrated temperature measurement functionalities // Optical Materials Express.– 2013. – V.3. – P. 893–903.
2. Petrik N. G., Taylor D. P., Orlando T. M. Laser-stimulated luminescence of yttria-stabilized cubic zirconia crystals // J. of Applied Physics. – 1999. – V.85. – P. 6770–6776.
3. Paje S.E., Llopis J. Luminescence of polycrystalline cubic and tetragonal yttria-stabilized zirconia // J. of Physics and Chemistry of Solids. – 1994. – V.55. – P. 671–676.
4. Boffelli M., Zhu W., Back M., Sponchia G., Francese T., Riello P., Benedetti A., Pezzotti G. Oxygen hole states in zirconia lattices: Quantitative aspects of their cathodoluminescence emission // J. of Physical Chemistry A. – 2014. – V. 118. – P. 9828–9836.
5. Khasanov O. L., et al. The influence of intense ultrasound applied during pressing on the optical and cathodoluminescent properties of conventionally sintered YSZ ceramics // Ultrasonics Sonochemistry. – 2019. – Vol. 50. – P. 166-171.

ДАТЧИКИ НИЗКИХ КОНЦЕНТРАЦИЙ NO_2 НА ОСНОВЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК ДИОКСИДА ОЛОВА С ДОБАВКАМИ ЗОЛОТА И НИКЕЛЯ

Н.Н. Яковлев
Научный руководитель: научный сотрудник, к.ф.м.н. А.В. Алмаев
Национальный исследовательский Томский государственный университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: nik_mr_x@mail.ru

SENSORS FOR LOW CONCENTRATIONS OF NO_2 BASED ON THIN FILMS OF TIN DIOXIDE WITH ADDITIVES OF GOLD AND NICKEL

N.N. Yakovlev
Scientific Supervisor: Associate researcher, Ph. D. A.V. Almaev
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: nik_mr_x@mail.ru

Abstract*. The dependences of the resistance of thin films of tin dioxide with gold and nickel additives under the influence of NO_2 in the range of concentrations from 0.45 to 10.25 million^{-1}, at operating temperatures of 50, 100 and 150 °C and a relative humidity of 35% were investigated. It is shown that such structures have a response time 10 s and can detect NO_2 at a level less than the maximum permissible concentration of the working zone.*

Введение. Интерес к разработке датчиков низких концентраций диоксида азота обусловлен необходимостью экологического мониторинга воздуха городов. Согласно санитарным нормам предельная допустимая концентрация рабочей зоны (ПДКрз) этого газа составляет 1 млн$^{-1}$. Кроме того, установлено, что для обнаружения следов фабричных взрывчатых веществ в воздухе можно детектировать оксиды азота на уровне 10 млрд$^{-1}$. Такая чувствительность достигается, к примеру, дорогостоящей и громоздкой системой на основе лидарного принципа с использованием метода лазерной фрагментации/лазерно-индуцированной флуоресценции [1]. Для широкого внедрения систем мониторинга и обеспечения безопасности необходимы дешевые и мобильные элементы, чувствительные к оксидам азота.

Согласно работам [2-4] для детектирования NO_2 можно применять сенсоры на основе металлооксидных пленок и наноструктур. В таблице 1 приведено сравнение характеристик таких датчиков. Чаще всего в качестве чувствительных элементов датчиков NO_2 выступают тонкие пленки WO_3, которые демонстрируют чувствительность, к газу начиная с комнатных температур. Однако для увеличения отклика к газу и снижения времени отклика полупроводник, необходимо нагревать до высоких температур. В качестве отклика сенсоров принимается отношение сопротивления сенсоров при воздействии NO_2 и в чистом воздухе. Для улучшения характеристик сенсоров, чувствительный элемент WO_3 модифицируют золотом, это позволяет повысить отклик и снизить время отклика. Остальные материалы (таблица 1) демонстрируют малое время отклика и высокий отклик при воздействии концентрации NO_2 порядка 10 – 100 млн$^{-1}$, что не годится для решения проблем, описанных выше. В работе [5] представлены исследования толстых пленок SnO_2 модифицированных совместными добавками Au и NiO. Такие пленки были получены осаждением из раствора. Показано, что совместное введение добавок Au и Ni значительно повышает отклик сенсоров на NO_2 и снижает их рабочую температуру *T*. Толстопленочная технология обладает рядом неудобств, к примеру, не позволяет совмещать чувствительные элементы с микроэлектронной технологией. Поэтому, в данной работе исследованы сенсоры на основе тонких пленок SnO_2 с добавками Au и Ni.

Таблица 1

Сравнение характеристик сенсоров диоксида азота

Материал	*T*, °*C*	Отклик	Время отклика, *с*	Источники
Тонкие пленки WO_3	25-500	3-5 (n=0,9 млн$^{-1}$)	300-400 T=230°C, n=0.9 млн$^{-1}$	[2]
Тонкие пленки Au/WO_3:Au	25-500	210 (0,9 млн$^{-1}$)	115 с T=230°C, n=0.9 млн$^{-1}$	[2]
Тонкие пленки SnO_2:In	200-500	20 (50 млн$^{-1}$)	115 с T=230°C, n=50 млн$^{-1}$	[3]
Наностержни ZnO	200-350	7,5 (10 млн$^{-1}$)	≤120с T=230, n=7,5 млн$^{-1}$	[4]
Тонкие пленки Au/SnO_2:Au, Ni	50-200	1,3 (0,45 млн$^{-1}$)	10 с T=50, n=0.45 млн$^{-1}$	Данная работа

Экспериментальная часть. Пленки SnO_2 были получены магнетронным распылением на постоянном токе металлической мишени, состоящей из сплава олова и сурьмы. Сурьма является мелкой донорной примесью и снижает рабочее сопротивление сенсоров. Для введения добавок Au и Ni в объем пленок на поверхности мишени располагали кусочки соответсвующих металлов. Дополнительно к этому, после нанесения пленки, на ее поверхность напылялись мелкодисперсные слои Au. Толщина полученных пленок составляла 100 нм.

Результаты. Были исследованы временные зависимости сопротивления сенсоров на основе тонких пленок Au/SnO_2 : Au, Ni при воздействии NO_2 в диапазоне концентраций от 0,45 до 10,25 млн$^{-1}$, при рабочих температурах 50 и 150 °*C* и относительной влажности 35 %. Зависимости отклика сенсора от концентрации NO_2 *n* для трех рабочих температур показаны на (рис. 1). Увеличение сопротивления тонких пленок при воздействии NO_2 обусловлено их способностью частиц газа захватывать электроны из полупроводника при хемосорбции. Во всем исследуемом диапазоне *n* отклик сенсоров возрастает по сверхлинейному закону с повышением концентрации NO_2. При удалении газа из измерительной камеры, сопротивление пленок не возвращается к исходному значению. Поэтому перед каждым следующим измерением на сенсор воздействовали высокой температурой $T \approx 500$ °*C* в течение 1 минуты. Только после этой процедуры наблюдалось восстановление сопротивления до исходного значения.

Из (рис. 1) видно, что в качестве рабочей температуры можно использовать $T = 50$ °*C*. Повышение *T* с 50 °*C* до 150 °*C* ведет к падению сопротивления в чистом воздухе за счет ионизации донорных примесных уровней. Отклик сенсоров при повышении *T* возрастает за счет увеличения поверхностной плотности центров адсорбции для частиц NO_2, в качестве которых могут выступать поверхностный состояния акцепторного типа, хемосорбированные частицы кислорода. Оценки показали, что при $T = 50$ °*C* и $n = 0{,}45$ млн$^{-1}$ время отклика сенсоров составляет 10 с.

Такие характеристики сенсоров объясняются каталитическим влиянием добавок Au и Ni. Известно, что «чистый» SnO_2 практически не реагирует на воздействие окислительных газов (NO_2). Модификация «чистого» SnO_2 золотом резко повышает отклик сенсоров на воздействие NO_2, но при рабочих температурах 200 – 250 ℃*C*. Также как и в работе [5] можно предположить, что добавка Ni увеличивает поверхностную плотность отрицательно заряженных ионов кислорода, которые являются центрами адсорбции для NO_2.

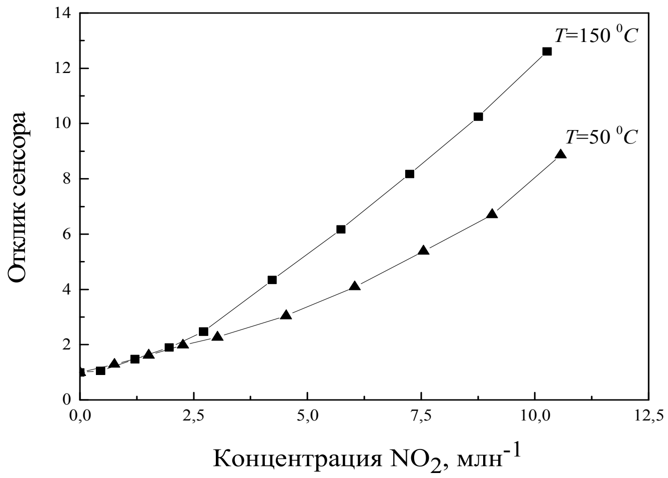


Рис. 1. Зависимость отклика сенсоров от концентрации диоксида азота

Заключение. Сенсоры на основе тонких пленок Au/SnO_2:Au, Ni позволяют детектировать NO_2 на уровне менее ПДКрз при низких рабочих температурах 50 °*C*, с временем отклика на уровне 10 с. Тем самым такие приборы являются более приемлемыми для систем обеспечения безопасности. Повышение эффективности работы сенсоров объясняется каталитическими свойствами добавки золота и способностью Ni увеличивать поверхностную плотность центров адсорбции для NO_2.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. С.М. Бобровников, А.Б. Ворожцов, Е.В. Горлов, В.И. Жарков, Е.М. Максимов, Ю.Н. Панченко, Г.В. Сакович. Лидарное обнаружение паров взрывчатых веществ в атмосфере // Известия ВУЗов. Физика. – 2015. – Т. 58., № 9. – С. 14 – 21.
2. О.В. Анисимов, В.И. Гаман, Н.К. Максимова, Ю.П. Найден, В.А. Новиков, Е.Ю. Севастьянов, Ф.В. Рудов, Е .В. Черников. Микроструктура и свойства тонких пленок WO_3 модифицированных золотом.// ЖФХ. – 2010. – Т.84., №7. – С. 1345-1350.
3. J. Kaur, S.C. Roy, M.C. Bhatnagar. (2007). Effect of indium doped SnO_2 nanoparticles on NO_2 gas sensing properties. Sensors and Actuators, no. 126, pp. 478–484.
4. X. Wang, F. Sun, Y. Duan, Z. Yin, W. Luo, Y.A. Huang, J. Chen. (2015). Highly sensitive, temperature-dependent gas sensor based on hierarchical ZnO nanorod arrays. Royal society of chemistry, no. 3, pp. 11397–11405.
5. С.М. Бадалян, М. Н. Румянцева, С. А. Николаев, А. В. Марикуца, В. В. Смирнов, А. С. Алиханян, А. М. Гаськов. Влияние катализаторов Au и NiO на сенсорные свойства нанокристаллического SnO_2 по отношению к NO_2 // Неорганические материалы. – 2010. – Т. 46., № 3. – С. 278–283.

ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ИСПЫТАНИЙ ПОД НАГРУЗКОЙ НА ДВУСТОРОННИЙ ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ В МОНОКРИСТАЛЛАХ ФЕРРОМАГНИТНОГО СПЛАВА CoNiAl

Э.И. Янушоните, А.С. Ефтифеева
Научный руководитель: доцент, д.ф.-м.н. Е.Ю. Панченко
Национальный исследовательский Томский Государственный Университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050
E-mail: yanushonite98@mail.ru

THE EFFECT OF HIGH-TEMPERATURE TESTS UNDER LOAD ON THE TWO-WAY SHAPE MEMORY EFFECT IN SINGLE CRYSTALS OF FERROMAGNETIC CoNiAl ALLOY

E.I. Yanushonite, A.S. Eftifeeva
Scientific Supervisor: Prof., Dr. E.Yu. Panchenko
Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050
E-mail: yanushonite98@mail.ru

Abstract. *In the present study, the effect of elevated temperatures ($T>A_f=342$ K) on the thermostability of the two-way shape memory effect in stress-induced martensite aged single crystals of ferromagnetic $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ alloys oriented along the $[001]_{B2}$-direction was studied. It was experimentally shown that a good thermostability of two-way shape memory effect after cycles loading/unloading at stress up to 1000 MPa and test temperatures up to 423 K was observed in stress-induced martensite aged single crystals.*

Введение. В настоящее время большое внимание уделяется разработке новых высокотемпературных функциональных материалов с термоупругими мартенситными превращениями (МП), проявляющих эффект памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичность (СЭ). Отличительная особенность таких материалов – это возможность контролируемым образом изменять свои размеры в ответ на внешние воздействия.

Одним из перспективных функциональных материалов является ферромагнитный сплав CoNiAl, так как он имеет низкую стоимость составляющих компонент, испытывает термоупругое B2–$L1_0$ МП, проявляет ЭПФ и высокотемпературную СЭ до 563 K [1]. Ферромагнитные сплавы CoNiAl представляют особый интерес, т.к. в них реализуется магнитоиндуцированная деформация до 3,3 % [2].

Наряду с классическими свойствами ЭПФ и СЭ, в сплаве CoNiAl специальными термомеханическими обработками и тренировками можно индуцировать ДЭПФ [3, 4]. На двухфазных (B2+γ) (B2-матрица с включениями γ-фазы ~2 %) монокристаллах CoNiAl получен ДЭПФ с хорошей циклической стабильностью за счет старения в мартенсите под нагрузкой [4, 5]. Старение в мартенситном состоянии приводит к стабилизации мартенсита, т.е. к увеличению температур обратного МП A_s и A_f [6]. Стабилизация мартенсита обусловлена свойством симметрии ближнего порядка точечных дефектов и атомов. При бездиффузионном МП решетка аустенита переходит в решетку мартенсита. Конфигурация ближнего порядка аустенитной фазы становится «нестабильной» для мартенсита. Последующее старение в мартенсите под нагрузкой приводит к изменению конфигурации ближнего порядка точечных дефектов и атомов в соответствии с симметрией мартенсита. С точки зрения термодинамики свободной энергии Гиббса состаренного мартенсита становится меньше, чем для исходного [6]. Стабилизация мартенсита приводит к ориентированному росту мартенсита во время последующих циклов охлаждения/нагрева без напряжения наблюдается ДЭПФ.

Важным критерием для практического применения является термостабильность ДЭПФ к перегревам выше температурного интервала МП ($T>A_f$). Подобные исследования на монокристаллах CoNiAl не проводили. Настоящая работа посвящена изучению влияния перегрева выше температуры A_f на ДЭПФ в состаренных в мартенсите монокристаллах CoNiAl, ориентированных вдоль $[001]_{B2}$-направления.

Экспериментальная часть. Исследуемые монокристаллы ферромагнитного сплава $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ (ат. %) выращены методом Бриджмена. Образцы имели форму прямоугольных параллелепипедов с площадью поперечного сечения S=9 мм^2 и высотой L=6 мм. Направление оси сжатия параллельно $[001]_{B2}$-направлению. Образцы были гомогенизированы при 1623 К, 8,5 ч и закалены от 1623 К в воду. Далее образцы подвергали старению под сжимаемой нагрузкой 500 МПа, приложенной вдоль направления $[110]_{B2}||[100]_{L10}$ в мартенситном состоянии при $T_{ст}$=423 К, 1 ч. Исследование СЭ и ДЭПФ проводились вдоль $[001]_{B2}$-направления.

Результаты. На рис. 1 (а) показано, что после старения в мартенсите в монокристалле реализуется ДЭПФ с величиной обратимой деформации +6,5 %. Кривая деформации от температуры имеет двух стадийный характер, рассмотренный более подробно в работе [5]. На первой стадии наблюдается узкий термический гистерезис ΔT=16 К, характеризующий рассеяние энергии. Прямое и обратное МП развиваются в узком температурном интервале Δ_1, $\Delta_2 \to 1$ К, наблюдается «взрывной» характер превращения. При охлаждении формируется преимущественный вариант стабилизированного мартенсита V1, который приводит к увеличению размеров образца вдоль $[001]_{B2}$-направления. При нагреве размеры образца восстанавливаются.

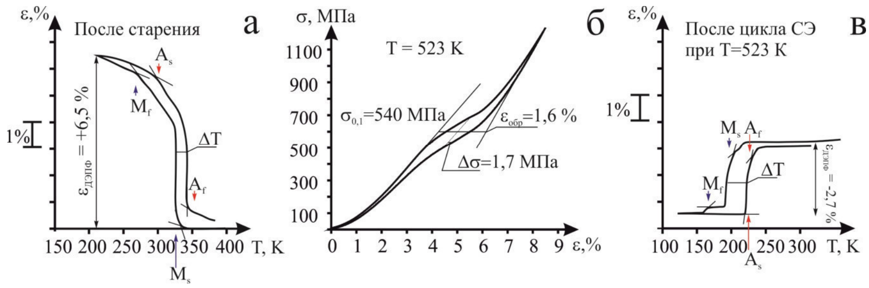


Рис. 1. Функциональные свойства монокристаллов сплава $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$, состаренных в мартенситном состоянии: кривые деформации от температуры (а, в), кривая напряжения от деформации (б)

Для выяснения влияния перегревов выше температуры A_f=342 К на термомеханическую стабильность варианта мартенсита V1 и параметры ДЭПФ были проведены циклы нагрузка/разгрузка в диапазоне температур СЭ от 373 К до 523 К. После каждого цикла СЭ проводили измерение ДЭПФ. Деформация в циклах СЭ была сжимающей, т.е. противодействующая деформации при ДЭПФ. Поэтому под сжимающей нагрузкой формировался другой вариант $L1_0$-мартенсита V2. Для примера на рис. 1 (б) показана кривая СЭ при T=523 К.

На рис. 2 представлены зависимости термического гистерезиса ΔT, обратимой деформации $\varepsilon_{ДЭПФ}$ и температуры начала МП M_s от температуры в циклах СЭ. Установлено, что циклы СЭ в интервале температур 373 К≤T≤423 К при действии сжимающей нагрузки до 1000 МПа не оказывают влияние на температуру M_s, обратимую деформацию и гистерезис при ДЭПФ. Относительно 1 цикла, который был проведен непосредственно после старения, параметры ДЭПФ не изменяются. Однако, циклы в интервале температур 423 K<T≤523 K приводят к деградации ДЭПФ. Температура начала прямого МП снижается до M_s=214 K, а гистерезис увеличивается до ΔT=29 K после цикла при T=523 K относительно 1 цикла (M_s=326 K и ΔT=16 K). Значение и знак обратимой деформации остаются постоянными включительно до температуры T=498 K и внешнем противодействующем напряжении 1070 МПа. Однако после испытаний при T=523 K под действием сжимающих напряжениях до 1240 МПа стабилизируется другой вариант мартенсита V2, который приводит к сжатию образца вдоль $[001]_{B2}$-направления в последующих циклах при охлаждении без нагрузки. В результате, после цикла СЭ при T=523 K, наблюдается ДЭПФ с обратимой деформацией -2,7 % (рис. 1 (в)).

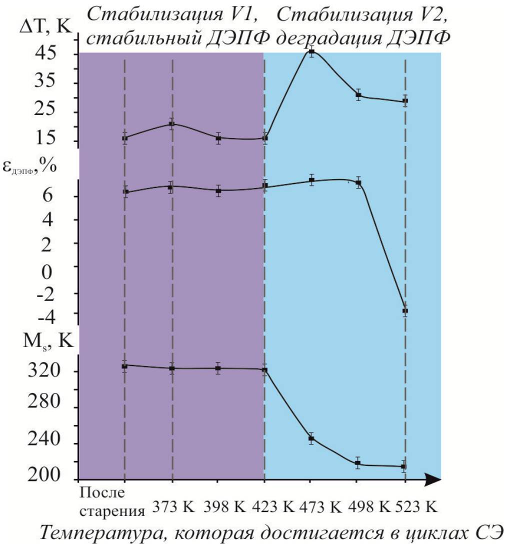


Рис. 2. Зависимости M_s, $\varepsilon_{ДЭПФ}$, ΔT от температуры в циклах СЭ

Заключение. Старение в мартенсите приводит к растягивающему ДЭПФ с величиной обратимой деформации +6,5 % вдоль $[001]_{B2}$-направления, за счет стабилизации варианта мартенсита V1. ДЭПФ обладает хорошей стабильностью не только при термоциклировании через интервал прямых и обратных МП [5], но и после циклов нагрузка/разгрузка при температуре испытания до $T_{ст}$=423 K и при действии сжимающих противоположных напряжений до 1000 МПа. Другой вариант мартенсита V2 становится стабильным только после циклов нагрузки/разгрузки при 523 K, где сжимающие напряжения достигают 1240 МПа.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 19-43-703009.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. A. Eftifeeva. Compressive response of high-strength [001]-oriented single crystals of a Co35Ni35Al30 shape memory alloy // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – V. 787. – pp. 963–971.
2. H. Morito. Large magnetic–field-induced in CoNiAl single–variant ferromagnetic shape memory alloy. // Scripta Materialia. – 2010. – V. 63. – pp. 379–382.
3. E. Panchenko. Two–way shape memory effect in ferromagnetic $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ single crystals aged under stress // Scripta Mater. – 2014. – V. 90. – pp. 10–13.
4. A. Eftifeeva Two-way shape memory effect in $[001]_{B2}$-oriented CoNiAl single crystals // Materials Today: Proceedings. – 2017. – V. 4. – pp. 4789–4796.
5. E. Panchenko. Two-way shape memory effect and thermal cycling stability in $Co_{35}Ni_{35}Al_{30}$ single crystals by low-temperature martensite ageing // Scripta Mater. – 2018. V – 150. – pp. 18–21.
6. K. Otsuka, X. Ren. Otsuka K. Mechanism of martensite aging effects and new aspects // Materials Science and Engineering. –2001. – V. 312. –pp. 207–218.

ПРОГРАММА ПОВЫШЕНИЯ КВАЛИФИКАЦИИ

САЕ «Институт «Умные материалы и технологии» Национального исследовательского Томского государственного университета приглашает дипломированных специалистов пройти программу повышения квалификации

СОВРЕМЕННЫЕ ТЕНДЕНЦИИ В ПОЛУЧЕНИИ И ИССЛЕДОВАНИИ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Направление 04.00.00 «Химия», 72 ч.

Модульная структура обучения:
Модуль 1: Новые подходы в получении и исследовании функциональных материалов
Модуль 2: Методы исследования структуры, состава и физико-химических свойств функциональных материалов

Профессиональные компетенции, формируемые в результате обучения:
– способность проводить научные исследования по сформулированной тематике, самостоятельно составлять план исследования и получать новые научные и прикладные результаты (ПК-1);
– владение теорией и навыками практической работы в избранной области химии (ПК-2);
– готовность использовать современную аппаратуру при проведении научных исследований (ПК-3);
– способность участвовать в научных дискуссиях и представлять полученные в исследованиях результаты в виде отчетов и научных публикаций (стендовые доклады, рефераты и статьи в периодической научной печати) (ПК-4).

Обучение в рамках образовательной программы реализуют ученые с высокой научной квалификацией из ведущих научных организаций РФ и зарубежья. Практическая часть курса проводится с использованием современного аналитического и исследовательского оборудования Томского регионального центра коллективного пользования и на базе структурных подразделений САЕ «Институт «Умные материалы и технологии».

КОНТАКТЫ

Руководитель программы: Курзина Ирина Александровна, д.ф-м.н., профессор кафедры физической и коллоидной химии ХФ, директор САЕ «Институт «Умные материалы и технологии», e-mail kurzina99@mail.ru.

Координатор программы: Мицкевич Юлия Сергеевна, менеджер учебного офиса САЕ «Институт «Умные материалы и технологии», e-mail yanson1@mail.ru.

АДРЕС

Россия, Томская обл., 634028, г. Томск, ул. А. Иванова, 49 (химический факультет ТГУ). Запись по ссылке.

Научное издание

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ФУНДАМЕНТАЛЬНЫХ НАУК

Сборник научных трудов
XVI Международной конференции студентов, аспирантов
и молодых ученых

Том 1. Физика

Издано в авторской редакции

Компьютерная верстка *С. А. Поробова*

Зарегистрировано в Издательстве ТПУ
Размещено на корпоративном портале ТПУ

Издательство
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ