

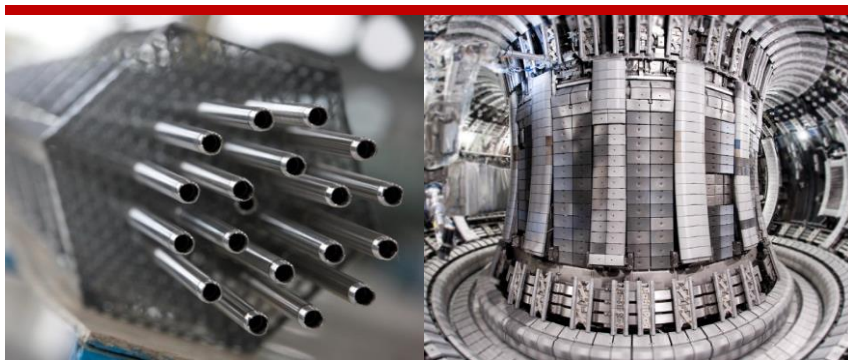
НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»
ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ И ТЕХНОЛОГИЙ



НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ:
Перспективные технологии получения
и обработки материалов

Сборник тезисов докладов
19-й Международной школы-конференции
для молодых ученых
и специалистов

Москва, 14 –16 декабря 2021 года



NEW MATERIALS:
Advanced technologies for obtaining
and processing materials

Abstracts of 19th International school-conference
for young scientists and specialists

Moscow, Russia, 14 – 16 December 2021

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»

ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ И ТЕХНОЛОГИЙ

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ:
Перспективные технологии
получения и обработки
материалов

Сборник тезисов докладов
19-й Международной школы-конференции
для молодых ученых и специалистов

Москва, 14 – 16 декабря 2021 г.

Москва 2021

УДК 621.039.531 (06)

ББК 30.3

М43

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: Перспективные технологии получения и обработки материалов: Сборник тезисов докладов 19-й Международной школы-конференции для молодых ученых и специалистов. Москва, 14 – 16 декабря 2021 г. М.: НИЯУ МИФИ, 2021. – 192 с.

В настоящем сборнике представлены тезисы лекций и докладов, а также программа школы-конференции. Материалы подготовлены преподавателями, научными сотрудниками, аспирантами и студентами НИЯУ МИФИ, учеными и специалистами Госкорпорации «Росатом», образовательных, академических, научных и научно-производственных организаций России и зарубежных стран, активно сотрудничающих с университетом.

Рассматриваются различные методы получения и обработки материалов, такие как 3D-технологии синтеза новых материалов, ионно-плазменная обработка и модифицирование материалов и изделий концентрированными потоками энергии, самораспространяющийся высокотемпературный синтез веществ, термохимическая обработка материалов. Помимо этого представлены теоретические и практические аспекты таких перспективных методов, как синхротронные и нейтронные методы исследования материалов и изделий.

Сборник предназначен ученым, аспирантам и студентам старших курсов, интересующихся тематикой представленных в нем научных направлений.

Подготовлено в рамках программы «Приоритет 2030»

Ответственные за выпуск:

М.Г. Исаенкова, Г.Н. Елманов, С.Д. Столбов

Тезисы лекций и докладов получены до 30.11.2021, одобрены программным комитетом и издаются в авторской редакции.

ISBN 978-5-7262-2841-9

© Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 2021

ОРГАНИЗАТОРЫ ШКОЛЫ-КОНФЕРЕНЦИИ

- ГК «РОСАТОМ»
- Межрегиональное научно-техническое общество материаловедов (МОМ)
- Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (НИЯУ МИФИ)
 - Кафедра Физических проблем материаловедения НИЯУ МИФИ
 - Лаборатория современных технологий производства новых материалов с применением импульсных электромагнитных полей НИЯУ МИФИ
- Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ МИСиС)
 - Кафедра материаловедения и физики прочности НИТУ МИСиС
- Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт» (НИЦ КИ)
- Высокотехнологичный научно-исследовательский институт неорганических материалов (ВНИИНМ)
- Научно-исследовательский институт Научно-производственного объединения «ЛУЧ» (НИИ НПО «ЛУЧ»)
- Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения им. А.Г. Мержанова Российской академии наук (ИСМАН)

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

Председатель:

Баннх О.А. ИМЕТ РАН

Сопредседатель:

Барбашина Н.С. НИЯУ МИФИ

Заместитель:

Калин Б.А. НИЯУ МИФИ

Секретарь:

Джумаев П.С. НИЯУ МИФИ

Члены комитета

Алымов М.И. ИСМАН
Гарнер Френк REC (США)
Гурович Б.А. НИЦ КИ
Карпюк Л.А. АО ВНИИНМ
Исаенкова М.Г. НИЯУ МИФИ
Никулин С.А. НИТУ МИСиС
Мокрушин А.А. НПО "ЛУЧ"
Новиков В.В. АО ВНИИНМ
Санин В.Н. ИСМАН
Сагарадзе В.В. - ИМФ УРо РАН
Тихомиров Г.В. НИЯУ МИФИ
Шорт Майкл MIT (США)
Баннх И.О. ИМЕТ РАН

ИСПОЛНИТЕЛЬНАЯ ГРУППА

Джумаев П.С. – руководитель, НИЯУ МИФИ
Елманов Г.Н. – зам. руководителя, НИЯУ МИФИ
Бачурина Д.М. НИЯУ МИФИ
Емельянова О.В. НИЯУ МИФИ
Киселев Д.С. НИИ НПО «ЛУЧ»
Козлов И.В. НИЦ КИ
Ли Э.В. НИТУ МИСиС
Михальчик В.В. НИЯУ МИФИ
Михайлова Т.В. НИЯУ МИФИ
Передкова Т.Н. АО ВНИИНМ
Шорников Д.П. НИЯУ МИФИ
Столбов С.Д. НИЯУ МИФИ



25 ноября 2021 года на 87 году жизни после болезни скончался профессор, доктор физико-математических наук, видный ученый и организатор инновационных исследований в области реакторного материаловедения

Борис Александрович Калинин

С 1984 г. Борис Александрович возглавлял кафедру «Физических проблем материаловедения» НИЯУ МИФИ. Он являлся генератором идей и одним из организаторов создания в 1997 году Межрегиональной общественной организации «Научно-техническое общество материаловедов» (МОМ), вице-президентом которого он являлся все это время. Именно это общество и Б.А. Калинин являлись инициаторами проведения с 2000 г. научных конференций для молодых ученых и специалистов, а затем, начиная с 2014, – Международных школ-конференций.

Первые конференции проходили в доме отдыха «Ершово», а затем в Доме ученых «Звенигородский». Начиная с 2014 г. Международные школы-конференции проводились в Москве в гостиницах «Милан» и «Интурист-Коломенское». Основной целью всех этих мероприятий являлось ознакомление молодых ученых, специалистов, аспирантов и студентов с тенденциями развития материалов атомной энергетики, перспективными технологиями и новыми материалами, методами исследования и моделирования различных процессов в твердом теле. Важной составной частью конференций являлось установление деловых контактов между учеными разных стран и поколений.

Кончина Бориса Александровича – невосполнимая утрата для российского образования и науки, служению которым он посвятил всю свою жизнь. Борис Александрович оставил яркий творческий след в науке, жизни кафедры и всего института. Научная, образовательная и организаторская деятельность, школа талантливых учеников снискали ему глубокое уважение и высочайшее профессиональное признание.

ПРОГРАММА
(лекции выделены серым фоном)

14 декабря

ОТКРЫТИЕ				10-00
1.	И.И. Чернов	НИЯУ МИФИ	Памяти заведующего кафедрой № 9, д.ф.-м.н., профессора Б.А. Калина	10-15
2.	М.И. Алымов	ИСМАН РАН	Применение метода СВС для разработки технологий нитридов	10-30
3.	В.В. Новиков	АО «ВНИИНМ»	Вопросы развития материалов для тепловыделяющих сборок активных зон водо-водяных ядерных реакторов	11-00
4.	М.В. Леонтьева-Смирнова	АО «ВНИИНМ»	Радиационные явления и структурно-фазовые состояния в реакторных сталях	11-30
5.	И.О. Банных	ИМЕТ РАН	Особенности формирования структурно-фазового состояния и физико-механических свойств высокоазотистых аустенитных сталей	12-00
6.	И.В. Федотов	НИЦ "Курчатовский институт"	Материаловедческий подход при разработке сталей корпусов реакторов ВВЭР	12-30
7.	J.W.Coenen	FZ Juelich, Germany	Tungsten fibre-reinforced tungsten	13-00
ПЕРЕРЫВ				13-30
8.	Н.Ю. Бейлина	АО «НИИ-графит»	Роль термохимической обработки в формировании свойств синтетического графита	14-15
9.	В.Н. Петровский	НИЯУ МИФИ	Аддитивные технологии. Современное состояние, перспективы	14-45
10.	А.А. Остроушко	Уральский федеральный университет	Синтез сложных оксидов в реакциях горения: эффект генерирования зарядов – изучение и использование	15-15

11.	Н.М. Сгонов	ЭНЕРГОАВ АНГАРД	3D-печать изделий из керамики по технологии LCM	15-45
ПЕРЕРЫВ				16-15
12.	М. Савельев	НИЯУ МИФИ	Термомеханическая обработка ферритной стали на основе системы Fe-Cr-Al-Si	16-30
13.	А.В. Клауз	НИЯУ МИФИ	Наноструктура дисперсно-упрочненных оксидами сталей и ее перестройка при облучении ионами	16-45
14.	К.Е. Клюкова	НИЯУ МИФИ	Закономерности формирования рекристаллизованной структуры в деформированных изделиях из сплавов Э110, Э110М и Э635 при термической обработке	17-00
15.	М.И. Петров	НИЯУ МИФИ	Влияние состава циркониевого сплава на растворимость водорода	17-15
16.	М.В. Жаров	МАИ (НИУ)	Формирование заданного структурно-фазового состояния материала гранул жаропрочных никелевых сплавов, получаемых методами газовой атомизации и центробежного распыления литого полуфабриката	17-30
17.	А.Е. Рубанов	НИЯУ МИФИ	Влияние структуры и кристаллографической текстуры на анизотропию свойств сплава ВЖ159, полученного селективным лазерным сплавлением	17-45
18.	К.О. Базалеева	РУДН	Особенности диффузионного насыщения сталей, синтезированных методами лазерной 3D-печати	18-00
19.	А.А. Баженов	НИЯУ МИФИ	Перераспределение гадолиния в уран-гадолиниевых оксидах при доспекании	18-15

20.	Е.Д. Тараканов	ФКП "ГЛП "Радуга"	Перспективы развития технологии получения отечественной лазерной керамики	18-30
21.	Е.В. Галкин	МАИ	Анализ технических проблем, препятствующих широкому применению сферических порошков из сплавов на основе алюминид никеля NiAl в современной промышленности	18-45
22.	Д.М. Солдаткин	АО «НИИ НПО «Луч»	Испытания одиночных имитаторов твэлов реакторов ВВЭР на стенде параметр в условиях LOCA	19-00

15 декабря

23.	F. Garner	Radiation Effects Consulting, USA	Impact of radiation-induced changes in composition, dimension and mechanical properties of reactor structural components.	9-30
24.	В.В. Углов	БГУ, Минск, Беларусь	Устойчивость структуры многослойных нитридных пленок, облученных ионами гелия	10-10
25.	С.В. Рогожкин	НИЯУ МИФИ	Комплементарный анализ радиационных эффектов в материалах	10-40
26.	V. Krsjak	Slovak University of Technology in Bratislava	Variable-energy positron-beam study of helium bubble swelling in ODS steels	11-10
ПЕРЕРЫВ				11-40
27.	А.П. Менушенков	НИЯУ МИФИ	Синхротронное излучение в физике твердого тела и материаловедении	11-50
28.	А.Ф. Губкин	ИФМ УрО РАН	Порошковая дифракция нейтронов в решении материаловедческих задач	12-20
29.	M. Wolff	Uppsala University	Neutrons in materials research	12-50
30.	M. Wolff	Uppsala University	Solid-liquid boundaries studies with neutrons	13-20

ПЕРЕРЫВ				13-50
31.	А.С. Цаплева	АО "ВНИИНМ"	Современные сверхпроводящие материалы и их применение	14-30
32.	V. Vishnukanthan	University of Oslo	Materials for Next generation Solar cells – Challenges	15-00
33.	С.Ж. Каражанов	IFE, Norway	Радиационно-толерантные кремниевые солнечные элементы для применения в космосе	15-30
ПЕРЕРЫВ				16-00
34.	В.Н. Пашенцев	НИЯУ МИФИ	Влияние системы постоянных магнитов на выходе магнетрона на плотность ионного тока на подложку	16-15
35.	И.С. Веремей	БГУ, Минск, Беларусь	Структурно-фазовое состояние и стойкость к высокотемпературному окислению многослойных покрытий $ZrN/Zr_{1-x}Cu_x$, сформированных магнетронным распылением	16-30
36.	Э.Д. Ишкиняев	НТО "ИРЭ-Полюс"	Модификация поверхностей сталей сканирующим лазерным лучом	16-50
37.	Е.С. Антонова	НИЯУ МИФИ	Исследование влияния ионно-плазменной обработки аргоном на адгезию покрытий и шероховатость поверхности оболочек из сплава Э110	17-05
38.	Е.А. Орлова	ИАТЭ НИЯУ МИФИ	Синергетика модификации поверхности конструкционных материалов жидкими металлами Перераспределение в области механического повреждения компонентов стали, испытанной в свинце	17-20
39.	М.В. Крылова	АО "ВНИИНМ"	Разработка Nb_3Sn сверхпроводников нового поколения	17-35

			для современных ускорителей	
40.	Н.В. Конова-лова	АО "ВНИИНМ»	Структура и свойства Nb ₃ Sn сверхпроводников для работы в переменных магнитных полях	17-50
41.	И.И. Савельев	АО "ВНИИНМ»	Применение легирования Ta и Zr в получении Nb ₃ Sn сверхпроводников с повышенной токонесущей способностью	18-05
42.	Д.А. Абин	НИЯУ МИФИ	Влияние облучения ионами железа на критическую температуру ВТСП композитов	18-20
43.	А. Соловьев	НИЯУ МИФИ	Импульсная лазерная модификация слоистых и композитных пленок ВСх	18-35
44.	Д.З. Мамедов	НИЯУ МИФИ	Усиление гидрофобности тонких пленок диоксида цезия путем контроля параметров поверхности	18-50
45.	Р.А. Минушкин	НИЯУ МИФИ	Влияние кристаллографической текстуры на механические свойства в аустенитной стали AISI 304 при холодной прокатке и термообработке	19-05

16 декабря

46.	О.А. Троицкий	ИМАШ им. А.А. Благонравова РАН	Процессы релаксации деформаций проводника при действии электрического импульса	10-00
47.	Е.Г. Григорьев	ИСМАН РАН	Регистрация температуры материалов в процессе воздействия высоковольтного импульса тока	10-15
48.	С.В. Нескоромный	ДГТУ	Термо-индукционно-динамическое соединение материалов	10-30
49.	М.М. Зарипова	НИЯУ МИФИ	Анализ фазовых превращений в сверхупру-	10-45

			гих сплавах при использовании рентгеновского излучения разной мощности	
50.	П.А. Крохичева	ИМЕТ РАН	Calcium-magnesium phosphates bone cements: research of antibacterial properties, biocompatibility and osteoconductive potentials in vivo	11-00
51.	А.В. Абрамов	НИЯУ МИФИ	Быстрозакаленные сплавы-припои системы Al-Ge-Si, перспективные для соединения высокопрочного алюминиевого сплава АА6082 с коррозионно-стойкой сталью AISI 304	11-15
52.	А.И. Габов	НИЯУ МИФИ	Получение паяных соединений ВК94-1/29НК и С48-3/ЦМ-2А активными быстрозакаленными припоями	11-30
53.	Ю.А. Гурова	НИЯУ МИФИ	Применение алюминиевых припоев для пайки пьезо-керамических компонентов	11-45
54.	Д.М. Бачурина	НИЯУ МИФИ	Структура и свойства паяного соединения W/Ta/Ru/fer, полученного с использованием припоя Ti-Zr-Be	12-00
55.	Е.А. Баздникина	НИЯУ МИФИ	Отработка параметров получения объёмных аморфных и аморфно-кристаллических сплавов состава $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ методом искрового плазменного спекания порошков	12-15
56.	Corthay Shakti	НИТУ МИСИС	Elevated-temperature high-strength H-BN-doped Al2014 and Al7075 compo-	12-30

			sites BN reinforced Ni matrix composites	
57.	Е.Ю. Струговщиков	University of Rovira i Virgili, Tarragona, Spain	Преобразования в химическом пространстве: на примере оксигидридов редкоземельных металлов	12-50
ПЕРЕРЫВ				13-05
58.	А.В. Брацук	НИЯУ МИФИ	Синтез нанотрубок из диоксида титана и особенности их модификации применительно к созданию бета-вольтаических элементов	13-45
59.	М.О. Этрекова	НИЯУ МИФИ	Технология лазерной микрофрезеровки для SMD-корпусирования сенсоров водорода, растворенного в трансформаторном масле	14-00
60.	М.А. Пахомов	ИМАШ	Влияние графена на трибологические свойства нанокompозитной керамики	14-15
61.	М.Д. Грицкевич	НИЯУ МИФИ	Трибологические свойства твердосмазочного покрытия, сформированного реакционным импульсным лазерным осаждением титана и молибдена	14-30
62.	О.В. Рубинковская	НИЯУ МИФИ	Фотоэлектрокаталитическая активность расщепления воды гибридной структурой $\text{MoS}_x/\text{WSe}_2$, формируемой методами термохимического синтеза и осаждения	14-45
63.	Е.В. Кропачев	НИ ТГУ	Численное исследование процесса получения фтора в среднетемпературном электролизере	15-00
64.	П.М. Коруsenko	СПбГУ	Изучение электронной структуры комплекса	15-15

			[Ni(Salen)] методом резонансной фотоэмиссии	
65.	Н.А. Бочков	АО «НИИ НПО «Луч»	Прочностные характеристики монокристаллических сплавов системы молибден-ниобий	15-30
66.	Д.О. Фролов	ТГУ	К построению теории микропластичности	15-45
ПЕРЕРЫВ				16-00
67.	М.Д. Романенко	ВолгГТУ	Особенности фазовых и микродеформационных изменений титанового сплава ВТ22 в результате высокоэнергетических воздействий	16-15
68.	А.Г. Дегтярева	МГТУ им. Баумана	Фазово-структурное состояние поверхности углеродистой стали, модифицированной методом деформирующего резания	16-30
69.	Е.Р. Чернавская	НИЯУ МИФИ	Механизм формирования соединения при вакуумной пайке SiC с помощью быстрозакаленного сплава-припоя системы ZrTiCuBe	16-45
70.	Н.Д. Комаров	НИЯУ МИФИ	Моделирование структуры границы раздела между железом и магнетитом в условиях образования защитного оксидного слоя на ферритно-мартенситных сталях в кислородосодержащем теплоносителе	17-00
71.	Н.А. Пухарева	НИЯУ МИФИ	Жидкофазное поверхностное легирование тугоплавкими металлами сплава Э110	17-15
72.	А.А.Колчина	МИФИ, НТО «ИРЭ-Полус»	Методика прецизионной лазерной эрозии нержавеющей стали	17-30
ЗАКРЫТИЕ КОНФЕРЕНЦИИ				17-45

CONFERENCE PROGRAMME

(lectures are highlighted in gray)

December 14th

OPENING OF THE CONFERENCE				10-00
1.	I.I. Chernov	NRNU MEPhI	In memory of the head of Materials Science Department prof. Kalin B.A.	10-15
2.	M.U. Alymov	ISMAN RAS	Application of the SHS method for the development of nitride technologies	10-30
3.	V.V. Novikov	JSC“VNIINM”	Issues of development of materials for fuel assemblies of pressurized water nuclear reactors cores	11-00
4.	M.V.Leont’ye va - Smirnova	JSC“VNIINM”	Radiation phenomena and structural-phase states in reactor steels	11-30
5.	I.O. Bannykh	IMET RAS	Features of the formation of the structural-phase state and physico-mechanical properties of high-nitrogen austenitic steels	12-00
6.	I.V. Fedotov	NRC “Kurchatov institute”	Materials science approach to development of VVER reactor pressure vessel steels	12-30
7.	J.W.Coenen	FZ Juelich, Germany	Tungsten fibre-reinforced tungsten	13-00
BREAK				13-30
8.	N.Yu. Beylina	JSC “NII- graphite”	The role of thermochemical treatment in the formation of the properties of synthetic graphite	14-15
9.	V.N. Petrovskiy	NRNU MEPhI	Additive technologies. Current state, prospects	14-45
10.	A.A. Ostroushko	Ural Federal University	Synthesis of complex oxides in combustion reactions: charge generation effect - study and use	15-15
11.	N.M Sgonov	Energ- avangard	3D printing of ceramic products using LCM technology	15-45

BREAK				16-15
12.	M. Savelyev	NRNU MEPhI	Thermomechanical treatment of ferrite steel based on Fe-Cr-Al-Si system	16-30
13.	A.V. Klaus	ITEP, NRC “Kurchatov institute”	Nanostructure of oxide-dispersion-hardened steels and its rearrangement under ion irradiation	16-45
14.	K.E. Klyukova	NRNU MEPhI	Regularities of formation of a recrystallized structure in deformed products from E110, E110m and E635 alloys during heat treatment	17-00
15.	M. Petrov	NRNU MEPhI	Effect of zirconium alloy composition on hydrogen solubility	17-15
16.	M.V. Zharov	MAI	Formation of given structural-phase state of material of granules of heat-resistant nickel alloys obtained by methods of gas atomization and centrifugal spraying of cast semi-finished products	17-30
17.	A.E. Rubanov	NRNU MEPhI	Influence of structure and crystallographic texture on the properties anisotropy of VZH159 alloy obtained by selective laser melting	17-45
18.	K.O. Bazaleeva	RUDN	The features of diffusion saturation of steels, synthesized by laser 3D printing	18-00
19.	A.A. Bazhenov	NRNU MEPhI	Redistribution of gadolinium in uranium-gadolinium oxides after sintering	18-15
20.	E.D. Tarakanov	SLPRaduga	Perspective for the development of technology for producing domestic laser ceramics	18-30
21.	E.V. Galkin	MAI	Analysis of technical problems preventing widespread use of spherical powders from nickel nickel-based alloys NiAl in modern industry	18-45

22.	D.M. Soldatkin	LUCH JSC	Tests of single imitators of VVER reactors on the parameter stand under LOCA conditions	19-00
-----	----------------	----------	---	-------

December 15th

23.	F. Garner	Radiation Effects Consulting, USA	Impact of radiation-induced changes in composition, dimension and mechanical properties of reactor structural components.	9-30
24.	V.V. Uglov	Belarusian state university	Stability of multilayered nitride films structure irradiated with helium ions	10-10
25.	S.V. Rogozhkin	NRNU MEPHI	Complementary analysis of radiation effects in materials	10-40
26.	V. Krsjak	Slovak University of Technology in Bratislava	Variable-energy positron-beam study of helium bubble swelling in ODS steels	11-10
BREAK				11-40
27.	A.P. Menushenkov	NRNU MEPHI	Synchrotron radiation in solid state physics and materials science	11-50
28.	A.F. Gubkin	IPM RAS	Powder neutron diffraction in the solution of material science problems	12-20
29.	M. Wolff	Uppsala University	Neutrons in materials research	12-50
30.	M. Wolff	Uppsala University	Solid-liquid boundaries studies with neutrons	13-20
BREAK				13-50
31.	A.S. Tsapleva	JSC“VNIINM”	Modern superconducting materials and their application	14-30
32.	V. Vishnukanthan	Oslo University	Materials for Next generation Solar cells – Challenges	15-00
33.	S.Zh. Karazhanov	NRNU MEPHI	Radiation-tolerant silicon solar cells for space applications	15-30
BREAK				16-00
34.	V.N. Pashentsev	NRNU MEPHI	Influence of the system of permanent magnets at the	16-15

			output of a magnetron on the density of the ion current on the substrate	
35.	I.S. Veremei	Belarusian state university	Structural-phase state and resistance to high-temperature oxidation of multilayer $Zr_n/Zr_{1-x}Cu_x$, coatings formed by magnetron sputtering	16-30
36.	E.D. Ishkin-yaev	IRE-Polus	Surface modification of steels with scanning laser beam	16-50
37.	E.S. Antonova	NRNU MEPHI	Study of the influence of ion-plasma argon treatment for coating adhesion and surface roughness of E110 alloy	17-05
38.	E.A. Orlova	IATE MEPHI	Synergy of modification the structural materials surface by liquid metals Redistribution in the field of mechanical damage of components of the steel tested in lead	17-20
39.	M.V. Krylova	JSC "VNIINM"	Development of new generation Nb_3Sn superconductors for modern accelerators	17-35
40.	N.V. Konovalova	JSC "VNIINM"	Structure and properties of Nb_3Sn superconductors for alternating magnetic field applications	17-50
41.	I.I. Savel'ev	JSC "VNIINM"	Application of Ta and Zr doping in the production of Nb_3Sn superconductors with increased current capacity	18-05
42.	D.A. Abin	NRNU MEPHI	Influence of irradiation with iron ions on the critical temperature of hts composites	18-20
43.	A. Soloviev	NRNU MEPHI	Pulsed laser modification of layered B-C and mixed BC_x films	18-35
44.	D.Z. Mamedov	NRNU MEPHI	Enhanced hydrophobicity of cerium dioxide thin films by surface engineering	18-50

45.	R.A. Minushkin	NRNU MEPhI	Influence of crystallographic texture on mechanical properties in austenitic steel AISI 304 after cold rolling and heat treatment	19-05
-----	----------------	---------------	---	-------

December 16th

46.	O.A. Troitsky	Mechanical Engineering Research Institute	Relaxation processes of conductor deformations under the action of an electric pulse	10-00
47.	E.G. Grigoryev	ISMAN RAS	Registration of materials temperature in the process of exposure to a high-voltage pulse current	10-15
48.	S.V. Nescoromniy	Don State Technical University	Thermo-induction-dynamic connection of materials	10-30
49.	M.M. Zaripova	NRNU MEPhI	Analysis of phase transformations in superelastic alloys using X-ray radiation of different power	10-45
50.	P.A. Krokhi-cheva	IMET RAS	Calcium-magnesium phosphates bone cements: research of antibacterial properties, biocompatibility and osteoconductive potentials in vivo	11-00
51.	A.V. Abramov	NRNU MEPhI	Rapidly-quenched filler alloys of the Al-Ge-Si system, promising for the connection of high-strength aluminum alloy AA6082 with corrosion-resistant steel AISI 304	11-15
52.	A.I. Gabov	NRNU MEPhI	The obtaining of joints alumina/kovar and glass/molybdenum alloy with active amorphous and nanostructures brazing alloys	11-30
53.	Y.A. Gurova	NRNU MEPhI	Application of aluminum brazing filler metals for brazing piezoceramic components	11-45
54.	D.M. Bachurina	NRNU MEPhI	Microstructure and properties of the	12-00

			W / Ta / Rusfer brazed joint obtained with the use of the Ti-Zr-Be brazing alloy	
55.	E.A. Bazdnikina	NRNU MEPhI	Obtaining parameters for the production of bulk amorphous and amorphous-crystalline alloys of the composition $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ by spark plasma sintering of powders	12-15
56.	Corthay Shakti	NUST MISIS	Elevated-temperature high-strength <i>H</i> -BN-doped Al2014 and Al7075 composites BN reinforced Ni matrix composites	12-30
57.	E. Strugovshchikov	University of Rovira i Virgili, Tarragona, Spain	Transformations in the chemical space: rare-earth metal oxohydrides as a case study	12-50
BREAK				13-05
58.	A.V. Bratsuk	NRNU MEPhI	Titanium dioxide nanotubes synthesis and modification for the development of betavoltaic cells	13-45
59.	M. Etrekova	NRNU MEPhI	Laser micro milling technology for smd housing of gas sensors for measuring hydrogen dissolved in transformer oil	14-00
60.	M.A. Pakhomov	Mechanical Engineering Research Institute	Influence of graphene on tribological properties of nanocomposite ceramics	14-15
61.	M.D. Gritskovich	NRNU MEPhI	Tribological properties of solid-lubricating coating formed by reactive pulse laser deposition of titanium and molybdenum	14-30
62.	О.В. Рубинковская	НИЯУ МИФИ	Фотоэлектродокаталитическая активность расщепления воды гибридной структурой MoS_x/WSe_2 , формируемой методами термохимического синтеза и осаждения	14-45

63.	O.V. Rubinkovskaya	NRNU MEPhI	Photoelectrocatalytic activity of MoS _x /WSe ₂ hybrid structure water splitting prepared by thermochemical synthesis and deposition	15-00
64.	E.V. Kropochev	National Research Tomsk State University	Numerical study of the process of obtaining fluorine in a medium temperature electrolyser	15-15
65.	P.M. Korusenko	St. Petersburg State University	Study of the electronic structure of the [Ni (Salen)] complex by resonance photoemission	15-30
66.	N.A. Bochkov	LUCH JSC	Strength characteristics of monocrystalline alloys of the molybdenum-niobium system	15-45
BREAK				16-00
67.	M.D. Romanenko	VolgGTU	Features of phase and microdeformation changes in titanium alloy VT22 as a result high energy impact	16-15
68.	A.G. Degtyareva	BMSTU	Phase-structural state of carbon steels surface modified by the method of deforming cutting	16-30
69.	E.R. Chernavskaya	NRNU MEPhI	The mechanism of joint formation during vacuum SiC brazing using a fast-hardened alloy of the ZrTiCuBe system	16-45
70.	N.D. Komarov	NRNU MEPhI	Modeling of the boundary structure between iron and magnetite under the conditions of formation of a protective oxide layer on ferrite-martensite steels in an oxygen-containing coolant	17-00
71.	N.A. Pukhareva	NRNU MEPhI	A liquid-phase surface alloying of alloy E110	17-15
72.	A.A. Kolchina	NRNU MEPhI	Precision laser erosion technique for stainless steel	17-30
CLOSING OF THE CONFERENCE				17-45

Тезисы лекций и докладов

Abstracts of lectures and report

М.И. АЛЫМОВ, В.В. ЗАКОРЖЕВСКИЙ

*Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения
им. А.Г. Мерджанова Российской академии наук, Черноголовка, Россия
alymov@ism.ac.ru*

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА СВС ДЛЯ РАЗРАБОТКИ ТЕХНОЛОГИЙ НИТРИДОВ

Открытие, сделанное в 1967 г. А.Г. Мержановым, И.П. Боровинской и В.М. Шкиро «Явление волновой локализации автотормозящихся твердофазных реакций» стало основой нового метода получения неорганических соединений, который был назван самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС). Особенность данного метода заключается в том, что синтез вещества осуществляется в режиме горения за счет взаимодействия компонентов исходной реакционной смеси с выделением энергии.

На основе метода СВС, в ИСМАН разработан ряд технологий получения порошков нитридов. Изучены закономерности синтеза и разработаны методы управления морфологией частиц нитрида алюминия. Разработаны технологии СВС нитрида алюминия для получения порошков с заданными характеристиками в зависимости от области применения.

Разработана технология получения композиционного порошка общего состава $AlN-Al_2O_3-Y_2O_3$ для спекания теплопроводящей диэлектрической керамики. Получены образцы керамики с теплопроводностью 200Вт/(м·К).

Экспериментально исследованы закономерности синтеза альфа-фазы нитрида кремния с использованием добавок газифицирующихся и легкоплавких солей. Разработаны технология СВС нитрида кремния с волокнистой и равноосной формой частиц. Впервые разработана СВС-технология получения композиционного порошка на основе альфа фазы нитрида кремния состава $Si_3N_4 \cdot MgO$.

Впервые разработана СВС технология азотирования сплава V_3Al_2 для получения азотсодержащего материала состава V-Al-N, который используется для производства высокопрочных титановых сплавов.

Впервые разработана технология СВС получения порошка нитрида циркония фракции 40-50 мкм состоящего из монокристаллических частиц, для плазменного нанесения жаростойкого покрытия.

По разработанным технологиям в ИСМАН организовано опытное производство порошков нитридов для российских предприятий.

M.U. ALYMOV, V.V. ZAKORZHEVSKY

*Merzhanov Institute of Structural Macrokineics and Materials Science Russian
Academy of Sciences, Chernogolovka, Russia
alymov@ism.ac.ru*

APPLICATION OF THE SHS METHOD FOR THE DEVELOPMENT OF NITRIDE TECHNOLOGIES

The discovery made in 1967 by A.G. Merzhanov, I.P. Borovinskaya and V.M. Shkiro "The phenomenon of wave localization of auto-braking solid-phase reactions" became the basis of a new method for obtaining non-organic compounds, which was called self-propagating high-temperature synthesis (SHS). A feature of this method is that the synthesis of a substance is carried out in the combustion mode due to the interaction of the components of the initial reaction mixture with the release of energy.

Based on the SHS method, ISMAN has developed a number of technologies for obtaining nitride powders. The peculiarities of synthesis have been studied and methods for controlling the morphology of aluminum nitride particles have been developed. Aluminum nitride SHS technologies have been developed to produce powders with specified characteristics depending on the application area.

A technology has been developed for producing a composite powder $\text{AlN-Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ for sintering heat-conducting dielectric ceramics. Ceramic samples with a thermal conductivity of 200 W/(m·K) were obtained.

The regularities of the synthesis of the alpha phase of silicon nitride using additives of gasifying and fusible salts have been experimentally investigated. The technology of SHS of silicon nitride with fibrous and equiaxial particle shapes has been developed. For the first time, a SHS technology for producing a composite powder based on the alpha phase of silicon nitride $\text{Si}_3\text{N}_4\cdot\text{MgO}$ has been developed.

For the first time, the SHS technology of nitriding the V_3Al_2 alloy was developed to obtain the nitrogen-containing material V-Al-N, which is used for the production of high-strength titanium alloys.

For the first time, the SHS technology for obtaining zirconium nitride powder of a fraction of 40-50 microns consisting of single-crystal particles for plasma application of a heat-resistant coating has been developed.

According to the developed technologies, ISMAN has organized pilot production of nitride powders for Russian enterprises.

М.В. ЛЕОНТЬЕВА-СМИРНОВА
АО «ВНИИНМ», Москва, Россия

РАДИАЦИОННЫЕ ЯВЛЕНИЯ И СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ В РЕАКТОРНЫХ СТАЛЯХ

Известные радиационные явления в материалах различных классов, вызываемые каскадным облучением нейтронами, на сегодняшнем этапе исследования, развития и широкого использования реакторных установок в промышленном масштабе, достаточно полно изучены с точки зрения фундаментальных, физических законов.

Практика применения конструкционных материалов в реакторах, в частности на быстрых нейтронах, привносит уточнения в традиционные подходы, расширяет границы знаний о закономерностях этих явлений. Кроме того, имеет практическое значение для адекватной оценки эффективности способов управления эксплуатационными характеристиками применяемых и перспективных материалов, в том числе с позиций влияния облучения на изменения структурно-фазового состояния материалов промышленных сталей и их механических характеристик.

Тематические направления исследований базируются на выделении основных структурных элементов нержавеющей сталей аустенитного и ферритно-мартенситного классов в исходном и облученном состояниях. Прослеживается трансформация структуры под действием реакторного и ускорительного облучения. Последнее рассматривается как метод экспрессной оценки радиационной стойкости сталей с возможностью оценки уровня их структурного упрочнения и охрупчивания. Целенаправленное изучение общности и существенных различий разного типа облучения (реакторного и имитационного) увеличивает спектр базовых систем металлургических потенциально радиационнстойких материалов.

M.V. LEONT'YEVA-SMIRNOVA
JSC «VNIINM», Moscow, Russia

RADIATION PHENOMENA AND STRUCTURAL-PHASE STATES IN REACTOR STEELS

There are a lot of investigations have been carried out from the point of view of fundamental and physical laws of the known radiation phenomena in materials of various classes caused by cascade neutron irradiation at the present stage of research, development and widespread use of reactor plants on an industrial scale.

The practice of using structural materials in reactors, in particular fast neutrons, brings refinements to traditional approaches, expands the boundaries of knowledge about the regularities of these phenomena. Also it is apply for an adequate assessment of the effectiveness of methods for managing the operating characteristics of used and prospective materials, including from the standpoint of the effect of irradiation on the structural-phase state and mechanical characteristics changes of industrial steels.

Thematic areas of research are based on the eduction of the main structural elements of stainless austenitic and ferritic-martensitic steels in the initial and irradiated states. The transformation of the structure under the action of irradiation in reactor and accelerator is traced. This is considered as a method for express-evaluation of the radiation resistance of steels to determine the level of their structural hardening and embrittlement. A purposeful study of the commonality and significant differences of different types of irradiation (reactor and simulation) expanded the range of potentially radiation-resistant metallic materials basic systems.

И.О. БАННЫХ

Институт металлургии и материаловедения Российской академии наук,

Москва, Россия

igorbannykh@gmail.com

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРНО- ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЫСОКОАЗОТИСТЫХ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ

Высокоазотистые аустенитные стали по сравнению с традиционными аустенитными сталями обладают более высокими показателями статической и циклической прочности, вязкости разрушения, коррозионной стойкости и стабильности аустенита при существенно меньшем содержании никеля, что делает их перспективным конструкционным материалом, отвечающим современным требованиям промышленности. Однако, для достижения высоких физико-механических свойств необходимо учитывать закономерности формирования структуры данного класса сталей. Необходимо учитывать зависящие от концентрации азота в стали особенности его влияния на фазовые превращения и механические свойства, которые могут приводить к деградации характеристик, присущих аустениту традиционных хромоникелевых сталей. В частности, следует учитывать вероятность появления вязко-хрупкого перехода в аустенитной области при сохранении ГЦК кристаллической решетки. Следует иметь в виду, что наиболее значимым фазовым превращением в ВАС при термическом воздействии является распад γ -твердого раствора с образованием нитридов хрома. Данный процесс наиболее интенсивно протекает при температурах 650–1000°C. Необходимость введения в сталь дорогостоящих компонентов (Mo, V, Nb) с целью повысить ее прочность можно компенсировать оптимизацией режима предварительной термической обработки. , сохранение в стали небольшого содержания никеля (в большинстве случаев 2–4%) способствует снижению температуры вязко-хрупкого перехода и температурного интервала протекания мартенситного превращения, что целесообразно при условии ограничения концентрации азота и необходимости минимизации содержания углерода и марганца.

1. Bannykh I.O., Bocharova I.O., Zvereva T.N. Specific features of structure formation in high-nitrogen austenitic steels in quenching Russian metallurgy (Metally). 2011, V. 9, pp. 826-830.
2. Bannykh I.O., Sevost'yanov M.A., Prutskov M.E. Effect of heat treatment on the mechanical properties and the structure of a high-nitrogen austenitic 02Kh20AG10N4MFB steel. Russian metallurgy (Metally). 2016, V.7, pp. 613-618.

I.O. BANNYKH

Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

igorbannykh@gmail.com

FEATURES OF THE FORMATION OF THE STRUCTURAL-PHASE STATE AND PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEELS

High-nitrogen austenitic steels, compared with traditional austenitic steels, have higher indicators of static and cyclic strength, fracture toughness, corrosion resistance and stability of austenite with a significantly lower nickel content, which makes them a promising structural material that meets modern industrial requirements. However, to achieve high physical and mechanical properties, it is necessary to consider the regularities of the formation of the structure of this class of steels. It is necessary to consider the peculiarities of its influence on phase transformations and mechanical properties depending on the concentration of nitrogen in steel, which can lead to degradation of the characteristics inherent in austenite of traditional chromium-nickel steels. It is necessary to take into account the probability of the appearance of a brittle-plastic transition in the austenitic region while maintaining the FCC of the crystal lattice. It should be considered that the most significant phase transformation into HAS under thermal action is the decomposition of an γ -solid solution with the formation of chromium nitrides. This process proceeds most intensively at temperatures of 650-1000°C. The necessity to introduce expensive components (Mo, V, Nb) into steel in order to increase its strength can be compensated by optimizing the pre-heat treatment mode. , the preservation of a small nickel content in steel (in most cases 2-4%) helps to reduce the temperature of the brittle-plastic transition and the temperature interval of the martensitic transformation, which is advisable under the condition of limiting the concentration of nitrogen and the need to minimize the carbon and manganese content.

1. Bannykh I.O., Bocharova I.O., Zvereva T.N. Specific features of structure formation in high-nitrogen austenitic steels in quenching Russian metallurgy (Metally). 2011, V. 9. pp. 826-830.
2. Bannykh I.O., Sevost'yanov M.A., Prutskov M.E. Effect of heat treatment on the mechanical properties and the structure of a high-nitrogen austenitic 02Kh20AG10N4MFB steel. Russian metallurgy (Metally). 2016. V. 7, pp. 613-618.

Е.А.КУЛЕШОВА, И.В. ФЕДОТОВ, Д.А. МАЛЫЦЕВ,
А.С. ФРОЛОВ, С.В. ФЕДОТОВА
НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия
evgenia-orm@yandex.ru

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ ПОДХОД ПРИ РАЗРАБОТКЕ СТАЛЕЙ КОРПУСОВ РЕАКТОРОВ ВВЭР

Необходимость развития ядерной энергетики с целью обеспечения в будущем потребностей человечества в электроэнергии требует совершенствования ядерных реакторов – повышения их эффективности, экономичности и безопасности. Практической основой промышленной атомной энергетики на ближайшие десятилетия и значимой ее составляющей до конца столетия для России и всего мира является технология корпусных водоохлаждаемых реакторов.

Повышение эффективности и безопасности реакторов данного типа связано, в том числе, с разработкой сталей корпусов реакторов (КР) с повышенными термической и радиационной стойкостью, поскольку главное требование, которое предъявляется к КР – сохранение целостности в любой момент штатной эксплуатации и в процессе максимально проектной аварии.

Разработка новых поколений реакторов ВВЭР невозможно без накопленных знаний и опыта по эксплуатации реакторов поколений I–III+, в том числе без понимания физических механизмов радиационного воздействия на реакторные материалы. В связи с этим, наряду с отработкой комплексного легирования, проводилось изучение механизмов радиационного охрупчивания теплостойких малолегированных сталей КР с о.ц.к.-решеткой, имеющих свои специфические особенности.

В эволюционной цепочке реакторов ВВЭР от поколения II до поколения IV: от ВВЭР-440 до ВВЭР-1000 и далее к ВВЭР-1200, ВВЭР-ТОИ, ВВЭР-С и ВВЭР-СКД происходило увеличение диаметра КР (для снижения радиационной нагрузки), повышения категории прочности (для обеспечения заданных эксплуатационных параметров), улучшение радиационной стойкости (с целью увеличения срока службы), а также вывод металла сварного шва (для которого характерен больший темп радиационного охрупчивания по сравнению с основным металлом) за пределы активной зоны.

При исследовании металлов сварных швов реакторов ВВЭР-1000 с содержанием Ni на верхнем пределе по ТУ был установлен высокий темп радиационного охрупчивания, не позволяющий обеспечить ресурсный срок службы. Это обстоятельство вызвало необходимость разработки сталей для реактора ВВЭР-ТОИ поколения III+ с продленным сроком

службы до 80 лет. Были разработаны стали 15X2МФА-А мод.А и 15X2МФА-А мод.Б с пониженным содержанием Ni (0,2-0,7) масс.%. Снижение содержания никеля позволило повысить термическую и радиационную стойкость при обеспечении заданного срока службы в условиях эксплуатации реактора ВВЭР-ТОИ, а также достижения необходимого уровня категории прочности (КП-45).

Перспективными российскими реакторами следующих поколений являются корпусные реакторы со спектральным регулированием (ВВЭР-С) и со сверхкритическими параметрами теплоносителя (СКД). Однако для работы в эксплуатационных условиях ВВЭР-СКД в качестве кандидатных материалов рассматриваются корпусные стали с повышенным содержанием никеля (до 5 масс.%) и повышенной прочностью (КП-65), что требует применения комплекса мер (в том числе, металлургических) для повышения служебных характеристик, а также обеспечения термической и радиационной стойкости.

E.A. KULESHOVA, I.V. FEDOTOV, D.A MALTSEV.,
A.S. FROLOV, S.V.FEDOTOVA
NRC "Kurchatov institute", Moscow, Russia
evgenia-orm@yandex.ru

MATERIALS SCIENCE APPROACH TO DEVELOPMENT OF VVER REACTOR PRESSURE VESSEL STEELS

The development of nuclear engineering to meet mankind's future needs in electricity requires the improvement of nuclear reactors. It includes increasing the efficiency, economy, and safety of nuclear power plants. The practical basis of industrial nuclear energy for the coming decades and its significant component until the end of the century for Russia and the whole world is the technology of water-cooled reactors. Improving the efficiency and safety of this type of reactor, among other things, is through the development of reactor pressure vessel (RPV) steels. Since the main requirement for the RPV is to maintain integrity at any time of normal operation and during the maximum design basis accident, the new steel must have increased thermal and radiation resistance.

The development of new generations of VVER reactors is impossible without accumulated knowledge and experience in operating reactors of I – III + generations. It includes understanding the physical mechanisms of radiation exposure on the structure materials. In this regard, along with the complex alloying development, the mechanisms of radiation embrittlement of heat-resistant low-alloy RPV steels with a bcc lattice with their specific features were studied.

In the evolutionary chain of the VVER reactors from generation II to gener-

ation IV (from VVER-440 to VVER-1000 and further to VVER-1200, VVER-TOI, VVER-S, and VVER-SKD), the following changes occurred: increase of the diameter (to reduce the radiation load); increase of the strength category (to ensure the specified operational parameters), improvement of radiation resistance (to increase the service lifetime), as well as the withdrawal of the welds outside the beltline region (weld metal is characterized by a higher rate of radiation embrittlement compared to the base metal).

When studying the weld metals of VVER-1000 reactors with Ni content at the upper limit according to specification, a high rate of radiation embrittlement was established, which did not ensure the lifetime. This required the development of new steels for the III+ VVER-TOI reactor with an extended lifetime up to 80 years. The new steels 15Kh2MFA-A mod.A and 15Kh2MFA-A mod.B with a reduced Ni content (0.2-0.7) wt.% were developed. The decrease in the nickel content allowed to increase the thermal and radiation resistance while ensuring the specified service life under the operating conditions of the VVER-TOI reactor, as well as achieving the required level of the strength category (KII-45).

The promising Russian reactors of the next generations are vessel reactors with spectral control (VVER-S) and supercritical water-cooled reactors (SCWR). However, for operation in SCWR (VVER-SKD) operating conditions, RPV steels with an increased nickel content (up to 5 wt.%) and increased strength (KII-65) are considered as candidate materials. This requires a set of measures (including the metallurgical ones) to improve the service characteristics and to ensure the radiation and thermal resistance.

Н.Ю. БЕЙЛИНА
АО «НИИГрафит», Москва, Россия
NYBeylina@rosatom.ru

РОЛЬ ТЕРМОХИМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ В ФОРМИРОВАНИИ СВОЙСТВ СИНТЕТИЧЕСКОГО ГРАФИТА

В лекции представлены основные понятия о стадиях получения синтетического графита, сырьевых материалах, их взаимодействии при смешивании, формовании, спекании и изменении при высокотемпературной термохимической обработке.

Изделия из искусственных графитов обладают: высокой плотностью и прочностью, высокой тепло- и электропроводностью, радиационной стабильностью. Универсальные технологии позволяют углеводородное сырье - наполнитель и связующее переработать в композицию из которой при обработке до 2600-3000 °С образуется углерод в аллотропной модификации графита.

Синтетический графит получают из коксо-пековой композиции, в состав которой входят наполнитель - кокс из нефтяной или каменноугольной смолы и связующее - каменноугольный или нефтяной пек. К сырьевым компонентам предъявляются ограничительные требования по содержанию серы, минеральных примесей, а также существуют специальные требования к компонентному составу пеков, их температурному интервалу размягчения, вязкости, выходу коксового остатка при карбонизации. Кокс-наполнитель ограничен дополнительно нормами по плотности, истираемости. Эти характеристики заложены в российских и зарубежных стандартах. Существуют также нестандартные требования к сырьевым материалам, связанные с особенностями технологии, а именно прессовые характеристики, изменения массы и объема при прокаливании кокса и при спекании до 1300 °С и при термической обработке до 2500°С в процессе графитации.

Существуют две различные технологические схемы получения искусственного блочного графита: через пресс-массы, смешанные при температурах 120-150 °С с последующим горячим экструзионным прессованием заготовок, их последующим обжигом при 1300 °С, затем уплотнением пропиткой каменноугольным пеком, повторным обжигом и графитацией. Цикл «пропитка-обжиг» может быть повторен многократно для достижения необходимой плотности. Завершающей операцией является графитация при 2500-2800°С. Как правило, по этой схеме получают графитированные электроды для электросталеплавильных печей, среднезернистые конструкционные графиты, применение которых в металлургии, электро-

нике, химической и атомной промышленности весьма распространено.

По такой технологии получены графитовые блоки для атомных реакторов РБМК, втулки и кольца твердого контакта топливных каналов этих же реакторов, крупногабаритные тигли для плавки редкоземельных металлов, нагреватели, экраны установок по получению кремния методом Чохральского и другие изделия из различных марок графита.

Другая принципиальная схема относится к высокоплотному и высокопрочному графиту из мелкозернистого кокса-наполнителя и каменноугольного пека (средне- и высокотемпературного). В этой технологии масса коксо-пековой композиции смешивается методом горячего смешивания или совместного тонкого помола, а заготовки формуются холодным или горячим прессованием в матрицу, или в гидростате. Полученные прессованием в матрицу заготовки при термической обработке обладают весьма высокими усадками, в особенности, если в композиции используют коксы, полученные при температуре до 600 °С. Суммарные усадки по объему при термической обработке до 2800 °С достигают от 28-35 % до 45-50 %. В такой технологии часто нет необходимости в дополнительных пропитках обожженных заготовок, они сразу после первого обжига подвергаются графитации, и длительность цикла производства сокращается в 2-3 раза. Полученные графиты по плотности и прочности, иногда в два-три раза превосходят параметры материалов, полученных по первой технологии. Их применяют в деталях двигателей, работающих при высоких скоростях газовых потоков, при электроэрозионной обработке металлов в качестве электрод-инструмента, в качестве материала фильеры в установках непрерывного литья металлов и сплавов и др.

Ключевыми процессами взаимодействия компонентов в коксо-пековой композиции на стадии их смешивания являются: смачивание связующим, адгезия компонентов, перераспределение молекулярно-массового состава связующего на поверхности и в порах наполнителя. Эти процессы усиливаются процессом прессования композиции под давлением. Причем давления прессования горячей массы относительно невелики, а для порошковых композиций достигают 60-100 МПа. После прессования формованные заготовки проходят стадию обжига (спекания) при 1250-1300 °С. Целью спекания является упрочнение связей между частицами наполнителя путем цементации коксом связующего или их непосредственного сцепления.

При спекании спрессованный материал переходит в новое качество, увеличивается его механическая прочность, резко уменьшается электрическое сопротивление, повышается износостойчивость.

Материал обожженной заготовки после спекания представляет собой агломерат углеродных частичек, не только склеенных коксом связующего, но и связанных с последним химической ковалентной связью. Основные стадии спекания можно представить как совокупность следующих процессов:

- Освобождение углеродных частиц от внутренних напряжений и необратимого расширения заготовок после достижения температуры начала размягчения связующего (70-200 °С)
- Частичная отгонка влаги и легких фракций связующего до 360 °С
- Окислительная дегидрополиконденсация при 100-360 °С в результате взаимодействия функциональных групп, находящихся на поверхности углеродных порошков и в связующем. Отщепление водорода. Переход легких фракций связующего в поликонденсированное состояние
- Последовательно-параллельные реакции разложения связующего и синтез новых молекул из продуктов разложения. Пиролиз и молекулярная ассоциация связующего с формированием активных радикалов.
- Радикальная полимеризация, при которой радикалы взаимодействуют с остатками связующего протекает при температуре ниже 360 °С в жидкой фазе и заканчиваются образованием полукочка (450-500 °С)
- Дальнейшее уплотнение материала за счет молекулярной перестройки кокса связующего с образованием химических и адсорбционных связей с порошковыми компонентами спекаемых смесей и практически полного удаления летучих (800-850 °С) и структурная перестройка химических связей, которые возникли ранее
- Удаление посторонних атомов и соединений с периферии молекул, сопровождающееся при температурах выше 800 °С уплотнением пленок связующего вследствие его молекулярной перестройки (800—1300 °С)
- Охлаждение спеченных изделий

Спекание не следует считать комплексом процессов, обособленно начинающихся и заканчивающихся. Спеканию предшествуют операции подготовки смесей: смешение, вальцевание, переработка в шнеках, которые проводятся в температурных интервалах, входящих в первую стадию спекания. С другой стороны, графитация является продолжением спекания. Формирующиеся при спекании структуры определяют кинетику и механизм графитации.

Большой заслугой отечественных ученых, сотрудников АО «НИИГрафит» Островского В.С., Лапиной Н.А., Сыскова К.И. следует считать введение в практику количественного показателя «критерия спекаемости» (ΔК), определяемого как дополнительный (добавочный) выход кокса из пека в смеси с наполнителем, в сравнении с коксовым остатком из пека. Установлено влияние на этот показатель компонентного состава связующего, грансостава и удельной поверхности наполнителя и его предварительной температуры обработки. В свою очередь, прочность спеченной композиции и графита, в целом, линейно зависит от критерия спекаемости.

В.Н. ПЕТРОВСКИЙ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

E-mail: vnpetrovskij@mephi.ru

АДДИТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ. СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ, ПЕРСПЕКТИВЫ

На современном этапе промышленной конкуренции основным направлением совершенствования производства является модернизация известных и создание новых технологических процессов.

Ведущую роль при этом играют аддитивные технологии (Additive Manufacturing - AM) или, иначе, технологии послойного синтеза – это создание компьютерной модели будущей детали и получение самого изделия путем послойного добавления материала на специальном оборудовании с использованием различных методов. Подобные технологии позволяют реализовать основные принципы создания материалов нового поколения и представляют собой инновационный подход к проектированию и изготовлению деталей по сравнению с традиционными методами литья и обработки на металлорежущих станках

В докладе проанализированы современные тенденции развития аддитивных технологий, применяющихся в различных отраслях промышленности США, Европы и РФ.

Рассматриваются различные методы создания изделий и методы диагностики получаемой продукции, используемые порошковые материалы и применение их в производстве различных деталей. Оцениваются и сравниваются с традиционными способами обработки технологические и экономические показатели произведенной продукции.

Рассматриваются перспективы аддитивных технологий в России. Представлены последние достижения в развитии аддитивных технологий в ГК Росатом. Потребность в 3D-принтерах авиастроения, космической техники, судостроения, энергетики и других отраслей оценивается на уровне 300 машин. Наибольшие перспективы в высокотехнологичном секторе экономики имеют селективное сплавление металлических порошков (SLS), лазерная наплавка металлических порошков (LMD), спекание высокотемпературных пластиковых материалов, изготовление деталей из керамических порошков с использованием различных технологий формирования изделий.

V.N. PETROVSKIY

National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow, Russia

E-mail: vnpetrovskij@mephi.ru

ADDITIVE TECHNOLOGIES. CURRENT STATE, PROSPECTS

At the present stage of industrial competition, the main direction of improving production is the modernization of well-known and the creation of new technological processes.

The leading role is played by Additive Manufacturing (AM) or, in other words, layer-by-layer synthesis technologies - this is the creation of a computer model of the future part and the production of the product itself by layer-by-layer addition of material on special equipment using various methods. Such technologies make it possible to implement the basic principles of creating new generation materials and represent an innovative approach to the design and manufacture of parts in comparison with traditional methods of casting and processing on metal-cutting machines

The report analyzes the current trends in the development of additive technologies used in various industries in the USA, Europe and the Russian Federation.

Various methods of creating products and methods of diagnostics of the products obtained, the powder materials used and their application in the production of various parts are considered.

Technological and economic indicators of the manufactured products are evaluated and compared with traditional methods of processing.

The prospects of additive technologies in Russia are considered. The latest achievements in the development of additive technologies in Rosatom State Corporation are presented. The need for 3D printers in the aircraft industry, space technology, shipbuilding, energy and other industries is estimated at 300 machines. Selective fusion of metal powders (SLS), laser surfacing of metal powders (LMD), sintering of high-temperature plastic materials, manufacturing of parts from ceramic powders using various product forming technologies have the greatest prospects in the high-tech sector of the economy.

СИНТЕЗ СЛОЖНЫХ ОКСИДОВ В РЕАКЦИЯХ ГОРЕНИЯ: ЭФФЕКТ ГЕНЕРИРОВАНИЯ ЗАРЯДОВ – ИЗУЧЕНИЕ И ИСПОЛЬЗОВАНИЕ

Синтез наноразмерных сложных оксидов различного функционального назначения в реакциях горения нитрат-органических прекурсоров (Solution Combustion Synthesis) используется в настоящее время достаточно широко. При исследовании процессов синтеза нами было открыто новое явление генерирования электрических зарядов за счет удаления из прекурсора в газовую среду молекулярных группировок, уносящих заряд положительного или отрицательного знака. Измеренная разность потенциалов прекурсора – земля, связанная с составом выделяющихся газообразных веществ, достигает в некоторых случаях сотен вольт. Изменением состава исходных композиций (природа и количество органических компонентов) удастся регулировать интенсивность генерирования зарядов. Наличие зарядов существенным образом влияет на свойства получаемых материалов. При наличии большой плотности зарядов наночастицы сложных оксидов испытывают взаимное отталкивание, что приводит к образованию лишь точечных контактов между ними. Низкие значения зарядов приводят к более плотному контактированию. В результате температура интенсивного спекания компактизованных материалов может быть изменена на сотни градусов. Это позволяет осуществить подгонку кривых спекания для сложных оксидов разного состава и проводить данную операцию в одном цикле, например, для слоистых композиций твердооксидных топливных элементов.

Одним из факторов, способствующих генерированию зарядов, является наличие в составе оксидного материала ионов металлов, обладающих лабильной степенью окисления. Это относится, в частности, к сложным оксидам перовскитного типа на основе манганита лантана, допированного диоксида церия со структурой флюорита и пр. На генерирование зарядов влияет также газовая среда, в которой происходит горение. Восстановительная среда блокирует способность ионов переходных металлов к обратимому изменению степени окисления и подавляет возникновение зарядов. Поверхность носителя, где реализуется процесс синтез, тоже влияет на процесс генерирования. Существенная разница видна для металлических и диэлектрических носителей. Интенсивностью генерирования зарядов можно управлять путем воздействия на прекурсор электромагнитного поля.

1. *Ostroushko A.A., Russkikh, O.V., Maksimchuk T.Y.* *Ceramics International* 2021.V. 47. No. 15. P. 21905-21914.

A.A. OSTROUSHKO, O.V. RUSSKIKH
Ural Federal University, Ekaterinburg, Russia
alexander.ostroushko@urfu.ru

SYNTHESIS OF COMPLEX OXIDES IN COMBUSTION REACTIONS: CHARGE GENERATION EFFECT - STUDY AND USE

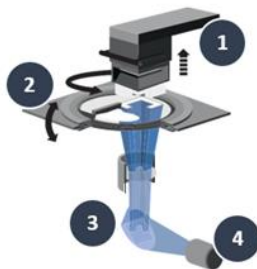
The synthesis of nanoscale complex oxides with various functional purposes via the combustion reactions of nitrate-organic precursors (Solution Combination Synthesis) is widely used in present time. A new phenomenon of charge generation through removing molecular groups from the precursor into the gas medium that carry away the charge of a positive or negative sign was discovered by us during the investigation of synthesis processes. The measured potential difference of the precursor - ground, associated with the composition of released gas substances, in some cases reaches hundreds of volts. By changing the composition of the starting precursors (nature and amount of organic components), it is possible to control the intensity of charge generation. The presence of charges significantly affects the properties of the resulting materials. In the presence of a large charge density, nanoparticles of complex oxides experience mutual repulsion, which leads to the formation of only point contacts between them. As a result, temperature of the intense sintering of the compactized materials could be changed to hundreds of degrees. This allows adjusting sintering curves for complex oxides of different composition and carrying out this procedure in a single cycle, for example, for layered solid oxide fuel cell compositions.

The presence of metal ions having a labile oxidation state in the oxide material is one of the factors contributing to charge generation. This applies, in particular, to perovskite type complex oxides based on lanthanum manganite, doped cerium dioxide with a fluorite structure, etc. The gas environment in which combustion occurs also affects the charge generation process. The reducing medium blocks the ability of transition metal ions to reversibly change the oxidation state and suppresses charge occurrence. The surface of the support where the synthesis process is realized also affects the generation process. A significant difference for metal and dielectric support was detected. The intensity of charge generation could be controlled by exposing the precursor to an electromagnetic field.

1. *Ostroushko A.A., Russkikh, O.V., Maksimchuk T.Y. Ceramics International 2021.V. 47. No. 15. P. 21905-21914.*

3D-ПЕЧАТЬ ИЗДЕЛИЙ ИЗ КЕРАМИКИ ПО ТЕХНОЛОГИИ LCM

Процесс изготовления заключается в следующем: CAD-модель изделия в специальном программном обеспечении разрезается на 2D-слои и отправляется в систему послойного синтеза. С помощью системы подачи материала керамическая суспензия (смесь керамического порошка и связующего на основе фотополимера) поступает в ванну, где равномерно распределяется по поверхности с помощью рекоутера. Далее платформа построения опускается в ванну до полного соприкосновения. Снизу находится проектор ультрафиолетового излучения, который выборочно засвечивает сечение CAD-модели до момента фотополимеризации суспензии. Затем платформа поднимается, суспензия заново разравнивается с помощью рекоутера, платформа построения опускается и процесс повторяется до полного выращивания изделия.



Принципиальная схема LCM-технологии компании Lithoz:

- 1) платформа построения; 2) ванна с суспензией; 3) оптическая система; 4) LED-проектор

Полученная «green-модель» в дальнейшем проходит традиционные этапы постобработки: дебайдинг (удаление связующего) и спекание для уплотнения керамических частиц и получения требуемых характеристик конечного изделия.

Экспонирование на платформу построения происходит выборочно, т.е. только по сечению CAD-модели. И экспонирование сечений CAD-моделей происходит одновременно, поэтому количество изделий на платформе не влияет на общее время построения.

Оборудование использует такое количество материала, которое необходимо для выращивания изделий. И та суспензия, которая осталась в

ванне после процесса печати, может использоваться заново. И также оборудование является открытым к использованию сторонних материалов, что позволяет разрабатывать и использовать любой собственный материал, который удовлетворяет техническим требованиям.

Суспензия представляет из себя сметанообразную консистенцию, которая состоит из керамического порошка и связующего (фотополимера). Материалы имеют широкий спектр материалов, в суспензиях используются те же порошки, что и в традиционных методах формообразования, возможны разработки специальных материалов под требования Заказчика. В доступе находятся стандартные (разработанные) материалы: оксид алюминия, диоксид циркония, нитрид кремния, двуокись кремния, трикальцийфосфат, гидроксипатит, усиленный цирконием оксид алюминия. Материалы, которые находятся в разработке: нитрид алюминия, пьезокерамика, диэлектрическая керамика, прозрачная керамика, дисиликат лития.

Обработка керамики и контроль являются основными составляющими в балансе стоимости керамических изделий. По некоторым данным, стоимость исходных материалов составляет всего лишь 11 % (для металлов 43 %), в то время как на обработку приходится 38 % (для металлов 43 %), а на контроль 51 % (для металлов 14 %).

Отсутствие пластичности, высокая твердость, склонность к растрескиванию, низкая стойкость к тепловым ударам осложняют механическую обработку керамических материалов. Особенно сложно организовать процесс высокоточной обработки изделий из керамики на серийном и массовом производстве. Технология LCM позволяет уйти от трудоёмкого процесса механической постобработки, что позволяет сократить как финансовые затраты, так и временные.

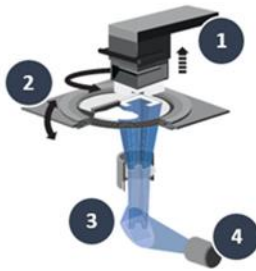
Основными преимуществами данной технологии является получение изделий со сложной геометрией, которые нельзя получить традиционными методами. Речь идет о сетчатых структурах, внутренних каналах и отверстиях до 0.50 мм, тонких стенках до 0.10 мм, элементов сложной конфигурации, а также достижение точности изготовления до 20-40 мкм [2]. При этом нет необходимости изготавливать дорогостоящую оснастку, что значительно снижает себестоимость продукции. В итоге время на проведение НИР и НИОКР сокращается в разы, что позволяет выводить на рынок инновационную конкурентоспособную продукцию в кратчайшие сроки.

1. Johannes Homa. A Novel Additive Manufacturing Technology for High-Performance Ceramics, 2014.
2. М.К. Романов, Л.И. Журавлева. Анализ технологической и экономической целесообразности применения аддитивных технологий при изготовлении керамических деталей // Стекло и керамика. 2019 № 9

N.M. SGONOV
ENERGOAVANGARD, Moscow, Russia
sgonov@eav.su

3D PRINTING OF CERAMIC PRODUCTS USING LCM TECHNOLOGY

The manufacturing process is as follows: the CAD model of the product is cut into 2D layers in special software and sent to the layer-by-layer synthesis system. With the help of the material supply system, the ceramic suspension (a mixture of ceramic powder and a binder based on a photopolymer) enters the bath, where it is evenly distributed over the surface using a recoater. Further, the building platform is lowered into the van-well until full contact. Below there is an ultraviolet radiation projector, which selectively illuminates the section of the CAD model until the suspension is photopolymerized. Then the platform is raised, the slurry is re-leveled using the recoater, the build platform is lowered and the process is repeated until the product is fully grown.



Schematic diagram of Lithoz LCM technology:

- 1) build platform;
- 2) a bath with a suspension;
- 3) optical system;
- 4) LED projector

The resulting "green-model" further goes through the traditional stages of post-processing: debinding (removal of the binder) and sintering to compact the ceramic particles and obtain the required characteristics of the final product.

Exposure to the building platform is selective, i.e. cross-section only of the CAD model. And the exposure of sections of CAD-models occurs at a time, so the number of products on the platform does not affect the total construction time.

The equipment uses as much material as is necessary to grow the products. And the suspension that remained in the bath after the printing process can be reused. And also the equipment is open to the use of third-party materials, which allows the development and use of any own material that meets the technical requirements.

The suspension is a creamy consistency, which consists of a ceramic powder and a binder (photopolymer). Materials have a wide range of materials, in suspensions the same powders are used as in traditional methods of shaping, it is possible to develop special materials according to the requirements of the Customer. Standard (developed) materials are available: aluminum oxide, zirconium dioxide, silicon nitride, silicon dioxide, tricalcium phosphate, hydroxyapatite, zirconium-reinforced aluminum oxide. Materials in development: aluminum nitride, piezo ceramics, dielectric ceramics, transparent ceramics, lithium disilicate.

Ceramic processing and control are the main components in the balance of the cost of ceramic products. According to some reports, the cost of raw materials is only 11% (43% for metals), while processing accounts for 38% (43% for metals), and 51% for control (14% for metals).

Lack of ductility, high hardness, tendency to cracking, low resistance to thermal shock complicate the machining of ceramic materials. It is especially difficult to organize the process of high-precision processing of ceramic products in serial and mass production. LCM technology eliminates the time-consuming mechanical post-processing process, which reduces both financial costs and time.

The main advantages of this technology is the production of products with complex geometries, which cannot be obtained by traditional methods. We are talking about mesh structures, internal channels and holes up to 0.50 mm, thin walls up to 0.10 mm, elements of complex configuration, as well as achieving manufacturing accuracy up to 20-40 microns [2]. At the same time, there is no need to manufacture expensive tooling, which significantly reduces the cost of production. As a result, the time spent on research and development and re-research and development is reduced significantly, which allows bringing innovative competitive products to the market as soon as possible.

1. Johannes Homa. A Novel Additive Manufacturing Technology for High-Performance Ceramics, 2014.
2. M.K. Romanov, L.I. Zhuravleva. Analysis of the technological and economic feasibility of using additive technologies in the manufacture of ceramic parts // Glass and ceramics. 2019 No. 9

Б.А. ТАРАСОВ, М.Д. САВЕЛЬЕВ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

E-mail: SavelyevMD@gmail.com

ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА ФЕРРИТНОЙ СТАЛИ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Fe-Cr-Al-Si

В настоящее время в мире ведутся исследования топлива для легководяных ядерных реакторов, имеющего повышенную устойчивость к тяжёлым запроектным авариям. Одним из направлений исследований является изучение и разработка материалов для оболочек тепловыделяющих элементов. Среди кандидатных материалов рассматриваются стали различного состава. Ранее авторами было установлено, что сплавы состава Fe-5%Cr-5%(Al+Si) имеют высокую коррозионную стойкость в воде высоких параметров (523 К, 16 МПа) [1]. И не подвержены явлению распада твёрдого раствора, характерному для железо-хром-алюминиевых сталей [2].

Одним из основных требований к материалу оболочек твэлов водородных реакторов является сохранение высоких прочностных характеристик на протяжении всей топливной кампании.

Целью данной работы является установление закономерностей изменения прочностных характеристик низкохромистой стали на основе Fe-Cr-Al-Si и оценка структурных и размерных факторов дисперсно-упрочняющих частиц оксида иттрия, в сталях, полученных методом горячего прессования с последующей холодной деформацией.

В данной работе рассмотрены сплавы, содержащие 5 мас.% Cr, 5 мас.% (Al+Si) и дополнительно легированные для повышения комплекса свойств различным количеством Nb, Ti, Zr, Mo, В и Y.

Показано, что наблюдается резкое падение микротвёрдости для изучаемых сплавов после отжига в интервале температур 600-700 °С.

Проведённые в ПЭМ исследования показали, что исходные частицы оксида иттрия растворяются в процессе механоактивации и выпадают при спекании в виде алюминий-содержащей фазы, вероятнее всего алюмоиттриевого граната.

1. Tarasov B. A., Savelyev M. D., Shornikov D. P. Corrosion Resistance of Fe-Cr-Al-Si Alloys with Low Chromium Content //KnE Materials Science. – 2018. – Т. 4. – №. 1. – С. 480-490.
2. Tarasov B. A. et al. Short-term Mechanical Properties of Fe-Cr-Al-Si Alloys //KnE Materials Science. – 2018. – Т. 4. – №. 1. – С. 491-497.

B. TARASOV, M. SAVELYEV

National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow, Russia

E-mail: SavelyevMD@gmail.com

THERMOMECHANICAL TREATMENT OF FERRITE STEEL BASED ON Fe-Cr-Al-Si SYSTEM

Now, lots of research for light water nuclear reactors fuel, which has an increased resistance to severe accidents, is in progress. One of the areas of research is the study and development of materials for the cladding of fuel elements. Among the candidate materials, steels of various compositions are considered. Previously, the authors found that alloys of the composition Fe -5%Cr -5%(Al + Si) have high corrosion resistance in water of high parameters (523 K, 16 MPa) [1]. And they are not subject to the phenomenon of solid solution decomposition, which is characteristic of iron-chromium-aluminum steels [2].

One of the main requirements for the cladding material of the fuel elements of pressurized water reactors is to maintain high strength characteristics throughout the entire fuel campaign.

The aim of this work is to establish the regularities of changes in the strength characteristics of low-chromium steel based on Fe-Cr-Al-Si and to evaluate the structural and dimensional factors of dispersion-strengthening yttrium oxide particles in steels obtained by hot pressing followed by cold deformation.

This work considers alloys containing 5 wt.% Cr, 5 wt.% (Al + Si) and additionally alloyed to improve the complex of properties with various amounts of Nb, Ti, Zr, Mo, B, and Y.

It is shown that a sharp drop in microhardness is observed for the studied alloys after annealing in the temperature range 600-700 °C.

TEM studies have shown that the initial particles of yttrium oxide dissolve during mechanical activation and fall out during sintering in the form of an aluminum-containing phase, most likely yttrium-aluminum garnet.

1. Tarasov B. A., Savelyev M. D., Shornikov D. P. Corrosion Resistance of Fe-Cr-Al-Si Alloys with Low Chromium Content //KnE Materials Science. – 2018. – T. 4. – №. 1. – C. 480-490.
2. Tarasov B. A. et al. Short-term Mechanical Properties of Fe-Cr-Al-Si Alloys //KnE Materials Science. – 2018. – T. 4. – №. 1. – C. 491-497.

А.В. КЛАУЗ¹, А.А. ХОМИЧ¹, А.Г. ЗАЛУЖНЫЙ¹,
С.В. РОГОЖКИН¹

¹НИЦ «Курчатовский институт» – ИТЭФ, Москва, Россия

НАНОСТРУКТУРА ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ И ЕЕ ПЕРЕСТРОЙКА ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ

Дисперсно-упрочненные оксидами стали являются потенциальными конструкционными материалами активной зоны следующего поколения реакторов на быстрых нейтронах. Предполагается, что они должны выдерживать радиационную нагрузку до повреждающих доз облучения порядка 200 сна при температурах 400-700 °С. Такая нагрузка может быть выдержана материалом, в структуру которого входят малоразмерные оксидные частицы.

Механические свойства ДУО сталей существенно зависят от характеристик наноструктуры: размера и пространственного распределения дисперсных включений и наноразмерных кластеров. Эти частицы обеспечивают значительное повышение предела ползучести в ДУО сталях, являясь эффективными барьерами для движения дислокаций.

Для анализа эволюции распределения оксидных включений и кластеров в материале в процессе облучения, были проведены имитационные эксперименты по облучению ионами Fe^{2+} – с энергией 5.6 МэВ до повреждающих доз 3, 6 и 30 сна при температуре 350 °С образцов ДУО сталей 10Cr ODS, KP-3 ODS и Eurofer ODS. Исследование проводилось с использованием современных методов ультрамикроскопии: просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ).

В исходном состоянии сталей обнаружены оксидные включения и кластеры. Средний размер оксидов варьировался от 3 до 8 нм, объёмная плотность составляла от $2 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $13 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$. Размеры кластеров близки к размерам оксидов, но их плотность варьировалась от $2 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $4 \times 10^{23} \text{ м}^{-3}$. При увеличении концентрации Ti до 0.3 ат.% наблюдается тенденция уменьшения размера кластеров и оксидов, а также увеличения их объёмной плотности. Показано, что Ti в большей степени способствует формированию кластеров, чем V и Zr.

Продemonстрировано, что оксидные частицы в стали Eurofer ODS более стабильны к ионному облучению до дозы 30 сна при 350 °С.

К.Е. КЛЮКОВА¹, М.Г. ИСАЕНКОВА^{1*}, О.А. КРЫМСКАЯ¹,
В.А. ФЕСЕНКО¹, П.С. ДЖУМАЕВ¹, В.В. НОВИКОВ^{1,2},
А.Ю. ГУСЕВ², П.Л. ДОБРОХОТОВ²

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

²АО «ВНИИНМ», Москва, Россия

*e-mail: mgisaenkova@mephi.ru

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ РЕКРИСТАЛЛИЗОВАННОЙ СТРУКТУРЫ В ДЕФОРМИРОВАННЫХ ИЗДЕЛИЯХ ИЗ СПЛАВОВ Э110, Э110М И Э635 ПРИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

Проведены исследования закономерностей развития кристаллографической текстуры и структуры в деформированных изделиях из сплавов Э110, Э110М и Э635 на основе циркония. Актуальность работы обусловлена зависимостью физико-механических свойств и поведения материалов в процессе их эксплуатации. Методами рентгеновской дифрактометрии, электронной микроскопии и измерения микротвердости исследована кинетика изменения структуры и свойств (микротвердости) деформированных листов и труб в температурном интервале от 480 до 640 °С при длительностях отжига от 2 до 6 часов. Цель работы заключалась в установлении закономерностей изменения параметров структуры и механических свойств в результате термической обработки деформированных материалов и выбор тех характеристик структуры, которые можно использовать для описания полноты рекристаллизации материала.

Выявлены основные характеристики структуры циркониевых сплавов, которые оказываются чувствительными к процессу рекристаллизации. Среди таких характеристик оказались: поворот кристаллической гексагональной структуры вокруг базисных нормалей в результате роста зерен, разориентированных на 30° по призматическим нормалям относительно деформированной матрицы; полуширина рентгеновских отражений; периоды кристаллической структуры a и c ; микротвердость.

Учитывая, что ориентация призматических нормалей существенно сказывается на изменении размеров изделий при термическом нагреве в температурном диапазоне 20-1200 °С [1], в качестве основного параметра для дальнейшей оценки степени рекристаллизации выбран именно поворот по призматическим нормалям и полуширина отражений.

1. Isaenkova M.G., et al. // Nuclear Materials and Energy, 29 (2021) 101071
<https://doi.org/10.1016/j.nme.2021.101071>

K.E. KLYUKOVA¹, M.G. ISAENKOVA^{1,*}, O.A. KRYMSKAYA¹,
V.A. FESENKO¹, P.S. DZHUMAEV¹, V.V. NOVIKOV^{1,2}, A.Y.
GUSEV², P.L. DOBROKHOTOV²

¹*National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow, Russia*

²*JSC "VNIINM", Moscow, Russia*

*e-mail: mgisaenkova@mail.ru

REGULARITIES OF FORMATION OF A RECRYSTALLIZED STRUCTURE IN DEFORMED PRODUCTS FROM E110, E110M AND E635 ALLOYS DURING HEAT TREATMENT

Investigations of the regularities of the development of crystallographic texture and structure in deformed products made of alloys E110, E110M and E635 based on zirconium have been carried out. The relevance of the work is due to the dependence of the physical and mechanical properties and behavior of materials during their operation. The kinetics of changes in the structure and properties (micro hardness) of deformed sheets and tubes in the temperature range from 480 to 640 °C with annealing duration from 2 to 6 hours has been investigated by the methods of X-ray diffractometry, electron microscopy and measurement of micro hardness. The purpose of the work was to establish the regularities of changes in the parameters of the structure and mechanical properties as a result of heat treatment of deformed materials and the choice of those characteristics of the structure that can be used to describe the completeness of recrystallization of the material.

The main characteristics of the structure of zirconium alloys, which are sensitive to the recrystallization process, have been revealed. Among these characteristics were: rotation of the crystal hexagonal structure around the basic axes as a result of the growth of grains misoriented by 30° along the prismatic normals with respect to the deformed matrix; half-width of X-ray reflections; periods of the crystal structure a and c ; micro hardness.

Considering that the orientation of the prismatic normals significantly affects the change in the size of products during thermal heating in the temperature range of 20-1200 °C [1], the rotation along the prismatic normal and half-width of reflections were chosen as the main parameter for further assessing the degree of recrystallization.

1. Isaenkova M.G., et al. // Nuclear Materials and Energy, 29 (2021) 101071
<https://doi.org/10.1016/j.nme.2021.101071>

**М.И. ПЕТРОВ¹, А.А. ПЛЯСОВ², Н.С. САБУРОВ²,
А.В. ТЕНИШЕВ¹, В.В. МИХАЛЬЧИК¹, М.Г. ИСАЕНКОВА¹**
*¹Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ»,
Москва
²АО «ВНИИНМ», Москва, Россия
mipetrov.99@yandex.ru*

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА ЦИРКОНИЕВОГО СПЛАВА НА РАСТВОРИМОСТЬ ВОДОРОДА

В процессе эксплуатации в активной зоне тепловых реакторов оболочек и направляющие каналы из циркониевых сплавов насыщаются водородом. При достижении предельной растворимости возникают гидриды циркония. Образование радиальных гидридов в оболочечных трубах или направляющих каналах может приводить к заметному снижению пластичности материала. Для исключения подобных эффектов необходимо, в том числе, располагать информацией о закономерностях выделения и растворения гидридов. Данная работа посвящена определению предельной растворимости водорода в отечественных сплавах Э110опт и Э635, применяемых в качестве конструкционных материалов активных зон тепловых реакторов.

Для построения кривых предельной растворимости водорода в сплавах Э110опт и Э635 применялся метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), позволяющий определить точку фазового превращения по тепловому потоку реакции. При разработке процедуры проведения эксперимента была выбрана форма исследуемого образца, скорость нагрева-охлаждения, и другие параметры с учётом таких факторов как чувствительность метода, воспроизводимость результатов, сохранение структурно-фазового состояния исходного образца и квази-равновесность протекающего процесса.

По полученным результатам были построены кривые растворимости водорода в сплавах Э110опт и Э635 при нагреве и охлаждении. Подтверждено, что начальный участок фазовой диаграммы циркониевый сплав – водород имеет гистерезис. Определены значения теплоты реакций растворения и выделения гидридов для исследованных сплавов. Показано, что в пределах погрешности кривые растворимости водорода в сплавах Э635 и Э110опт совпадают. Проведено сравнение полученных результатов с литературными данными для других циркониевых сплавов.

M. PETROV¹, A. PLYASOV², N. SABUROV², A. TENISHEV¹,
V. MIKHALCHIK¹, M. ISAENKOVA¹

¹*National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia*

²*JSC "VNINM", Moscow, Russia*

mipetrov.99@yandex.ru

EFFECT OF ZIRCONIUM ALLOY COMPOSITION ON HYDROGEN SOLUBILITY

Zirconium alloy claddings and guide tubes used in thermal reactors pick up hydrogen during operation. When the maximum solubility is reached, formation of hydrides starts. Radial hydrides in claddings or guide tubes can cause sufficient decrease of ductility. To prevent such phenomena, among other things, one should know specific features of the formation and dissolution of hydrides. In present paper we elucidate the terminal solid solubility of hydrogen in domestic alloys E110opt and E635 which are being used as construction materials of thermal reactor cores.

To plot the curves of the terminal solid solubility of hydrogen in E110opt and E635 alloys, differential scanning calorimetry (DSC) measurements were carried out. This method allows extracting the phase transformation point by the measurement of the reaction heat flow. Developing the experiment procedure we choose the shape of the test sample, speed of heating and cooling and other parameters, taking into account such factors as the method sensitivity, reproducibility of results, saving of the initial material structure and the quasi-stationarity of the process.

Based on the DSC-results, the curves of the hydrogen terminal solubility in E110opt and E635 alloys during heating and cooling were plotted. It is confirmed that the initial section of the phase diagram of zirconium alloy has hysteresis. Heat of dissolution and heat of precipitation for these alloys are determined. The thermal solid solubility curves for E635 and E110opt alloys are shown to coincide within the error bars. Obtained results were compared with published data for different zirconium alloys.

Е.С. АНТОНОВА, Н.А.ПУХАРЕВА, П.С.ДЖУМАЕВ, А.С.ЯШИН,
Е.С.КОРЕНЕВСКИЙ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

E-mail:antonova.liza-danko@yandex.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИОННО-ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ АРГОНОМ НА АДГЕЗИЮ ПОКРЫТИЙ И ШЕРОХОВАТОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ ОБОЛОЧЕК ИЗ СПЛАВА Э110

Одним из наиболее важных этапов нанесения покрытия является подготовка поверхности подложки. После очистки химическими растворителями и ультразвуком с поверхности деталей необходимо удалить образовавшиеся оксидные пленки и оставшиеся загрязнения. Наиболее эффективным методом очистки является ионно-плазменное травление инертными газами с использованием тлеющего разряда. Помимо очистки поверхности при ионном распылении модифицируется рельеф поверхности, что способствует достижению оптимальной адгезии покрытия с подложкой. [1-2]

Целью работы являлось выявление оптимальных режимов ионно-плазменной очистки аргоном перед нанесением хромовых покрытий на твэльные трубки из сплава циркония Э110 для создания защитных или барьерных слоев на оболочках твэлов толерантного топлива.

Обработка поверхности образцов и нанесение защитных покрытий производилось в экспериментальной установке ИЛУР-03. Установка оснащена камерой ионной очистки, позволяющая облучать цилиндрические образцы радиальным пучком ионов аргона.

Рассмотрено влияние вращения манипулятора на процесс полировки образцов, выбрана оптимальная скорость вращения, при которой рельеф поверхности становится наиболее гладким. Изучено влияние дозы облучения на состояние поверхности, измерена шероховатость по параметрам Ra, Rq и Rz, проанализированы профили поверхности и построены гistogramмы распределения неровностей внешней поверхности по высотам для образцов, графики функций спектральной плотности неровностей профиля. Исследовано влияние давления на процесс ионного травления, проанализировано содержание кислорода для разных натекании аргона методом энергодисперсионного анализа. Методом магнетронного напыления нанесены покрытия из хрома, адгезия покрытия с подложкой изучена методом скретч-тестирования.

Установлено, что ионная обработка приводит к сглаживанию рельефа, сформированного в процессе механической шлифовки, причем процесс

распыления выступов проходит интенсивнее, чем залечивание технологических царапин. Обнаружено, что для заданных параметров пучка Ag⁺ максимальная эффективность ионной полировки наблюдается для неровностей с характерным размером 30-50 мкм, параметры которых в значительной степени влияют на поверхностные свойства материала, такие как коррозионная стойкость, трение, износ и т.п.

Результаты скретч-тестирования показали, что для покрытия с ионной обработкой в 60 мА, 80 мА и 100 мА отслоение начинается при нагрузках 25 Н, 48 Н и 13 Н соответственно. На основе проведенных исследований и результатов скретч-тестирования, режим при токе 80 мА, давления аргона в камере ионного травления 0,18 Па и скорости вращения 10 об/мин признан наиболее оптимальным для подготовки поверхности оболочки ТВЭЛ из сплава Э110 для нанесения защитного хромового покрытия.

1. Bischoff J., Delafoy C., Vauglin C. & oth. AREVA NP's enhanced accident-tolerant fuel developments: Focus on Cr-coated M5 cladding. // Nuclear Engineering and Technology.– 2018.– Volume 50.– P.223–228
2. Kurt A. Terrani. Accident tolerant fuel cladding development: Promise, status, and challenges. // Journal of Nuclear Materials.– 2018.– Volume 501.– P.13–30

E.S. ANTONOVA, N.A. PUKHAREVA, P.S. DZHUMAЕV, A.S.
YASHIN, E.S. KORENEVSKIY
National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow, Russia
E-mail:antonova.liza-danko@yandex.ru

STUDY OF THE INFLUENCE OF ION-PLASMA ARGON TREATMENT FOR COATING ADHESION AND SURFACE ROUGHNESS OF Э110 ALLOY

One of the most important step in the coating process is the surface preparation of the substrate. After cleaning with chemical solvents and ultrasound, it is necessary to remove the formed oxide films and remaining contaminants from the surface. The most effective cleaning method is ion-plasma etching with inert gases using a glow discharge. In addition to cleaning the surface by ion spraying, the surface relief is modified, ensuring optimal adhesion of the coating to the substrate. [1-2]

The aim of the work was to identify the optimal modes of ion-plasma cleaning with argon before applying chromium coatings to fuel tubes made of zirconium alloy to create a protective layer on the cladding of fuel rods of a tolerant fuel.

Sample processing and application of protective coatings were carried out in

an experimental setup ILUR-03. The installation is equipped with an ion cleaning chamber, which allows irradiating cylindrical samples with a radial beam of argon.

The influence of the manipulator rotation on the polishing process is considered, the optimal rotation speed is selected, at which the surface is the smoothest. The effect of the radiation dose on the surface condition was studied, the roughness was measured by the parameters Ra, Rq and Rz, the surface profiles were analyzed and histograms of the distribution of the external surface irregularities by heights for the samples, the graphs of the spectral density functions of the profile irregularities were constructed. Chromium coatings were applied by magnetron sputtering, the adhesion of the coating to the substrate was studied by scratch testing.

It was found that ionic treatment leads to smoothing of the relief formed in the process of mechanical grinding, and the process of smoothing the protrusions is more intensive than the healing of technological scratches. It was found that for the given parameters of the Ar + beam, the maximum efficiency of ion polishing is observed for irregularities with a characteristic size of 30-50 μm , whose parameters significantly affect the surface properties of the material, such as corrosion resistance, friction, etc.

Scratch test results showed that for ion treatment of 60 mA, 80 mA and 100 mA, critical coating failures begins at loads of 25 N, 48 N and 13 N, respectively. Based on the results of scratch testing, the mode at a current of 80 mA, an argon pressure in the ion etching chamber of 0.18 Pa and a rotation speed of 10 rpm was selected as the most optimal for preparing the surface of an E110 alloy for applying a protective cr-based coating.

1. Bischoff J., Delafoy C., Vauglin C. & oth. AREVA NP's enhanced accident-tolerant fuel developments: Focus on Cr-coated M5 cladding. // Nuclear Engineering and Technology.– 2018.– Volume 50.– P.223–228
2. Kurt A. Terrani. Accident tolerant fuel cladding development: Promise, status, and challenges. // Journal of Nuclear Materials.– 2018.– Volume 501.– P.13–30

Е.В. ГАЛКИН, М.В. ЖАРОВ

Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), Москва, Россия

e-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

ФОРМИРОВАНИЕ ЗАДАННОГО СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛА ГРАНУЛ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ МЕТОДАМИ ГАЗОВОЙ АТОМИЗАЦИИ И ЦЕНТРОБЕЖНОГО РАСПЫЛЕНИЯ ЛИТОГО ПОЛУФАБРИКАТА

Важно отметить тот факт, что проблема обеспечения заданного структурно-фазового состояния гранул никелевых сплавов давно стоит перед металлургами. При производстве гранул для изготовления жаропрочных никелевых сплавов на территории РФ и за рубежом используются следующие методы: газовая атомизация струи расплавленного металла струей инертного газа, метод дугового центробежного распыления вращающегося электрода (rotate electrode process – REP), метод плазменной плавки и центробежного распыления быстро вращающейся заготовки (plasma rotate electrode process – PREP), центрифугование расплава через отверстия перфорированного тигля.

Известно, что при производстве гранул структурно-фазовый состав сложного никелевого сплава определяется не только составом шихты или структурно-фазовым состоянием материала оплаваемого слитка (полуфабриката), но и также определяется скоростью охлаждения капли расплава, ее размерами, условиями теплоотвода, химическим составом газовой среды, особенностями кристаллизации. Жаропрочные никелевые сплавы состоят из твердого раствора на основе никеля с гранцентрированной кубической решеткой (γ -фаза), интерметаллидной упрочняющей фазы на основе легированного соединения Ni_3Al , карбидов и боридов. В малых долях могут содержаться оксиды, неметаллические включения. Были проведены исследования по получению методами газовой атомизации и PREP гранул жаропрочных никелевых сплавов ЭП741НП, ЭИ698П, ЭП975П.

Была проведена оценка структурно-фазовых состояний материала гранул. Было установлено, что при получении гранул методами газовой атомизации в большой степени проявляется аргонная пористость гранул. При распылении потока расплавленного металла газовой струей изначально получается не капля металла, а некая пространственная пленка сложной конфигурации. Далее, в процессе движения данной частицы происходит ее схлопывание за счет сил поверхностного натяжения. При этом часть

аргонной среды оказывается внутри сформировавшейся гранулы.

Разная интенсивность отвода тепла и, следовательно, разная скорость кристаллизации, приводит к различному фазовому состоянию по телу частицы. В дальнейшем при горячем изостатическом прессовании (ГИП) происходит раскрытие пор и формирование однородной структуры компактируемого материала. Однако раскрытие пор приводит к интенсивному снижению показателей предела прочности, значений ударной вязкости и других механических характеристик компактируемого материала, что недопустимо при изготовлении деталей ответственного назначения. Установлено, что при отрыве от основной массы расплава происходит возникновения жидкого мостика, который вместе с каплей отрывается от расплава, а далее он застывает на поверхности частицы в виде сателлита (рис.1). За счет разных скоростей охлаждения основной гранулы и сателлита их структура соответственно разная – сателлиты характеризуются меньшими размерами дендритов.

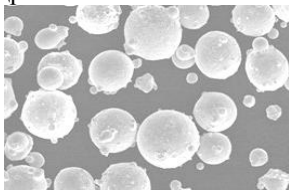


Рисунок 1 – Качество поверхности гранул и сателлиты на поверхности гранул сплава ЭП741НП, полученных методом газовой атомизации

Кроме того, установлено, что при формировании гранул методами газовой атомизации разброс гранулометрического состава больше, чем в случае получения гранул методами PREP. Наличие сателлитов и наличие разнородного гранулометрического состава приводит к снижению сыпучести гранул. Поэтому операции заполнения и утряски формы перед реализацией процессов ГИП необходимо проводить более тщательно и это требует более существенных временных затрат. В результате проведенных исследований установлено, что при реализации методов PREP необходимо стремиться к получению сферических порошков с размером частиц <100 мкм. При таком размере частиц удается получить более высокие скорости охлаждения даже в аргонной среде. Скорости охлаждения расплава в этом случае достигают уровня 10^5 – 10^6 °C/с. В итоге это увеличение скоростей охлаждения позволяет увеличить степень легирования сплавов, значительно снизить размер дендритных ячеек или перейти к ячеистой структуре, что способствует повышению однородности химического и фазового состава материала, увеличению механических характеристик и т. д.

E.V. GALKIN, M.V. ZHAROV

Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, Russia

e-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

FORMATION OF GIVEN STRUCTURAL-PHASE STATE OF MATERIAL OF GRANULES OF HEAT-RESISTANT NICKEL ALLOYS OBTAINED BY METHODS OF GAS ATOMIZATION AND CENTRIFUGAL SPRAYING OF CAST SEMI-FINISHED PRODUCTS

It is important to note the fact that the problem of ensuring a given structural phase state of nickel alloy granules has long been faced by metallurgists. In the production of pellets for the manufacture of heat-resistant nickel alloys in the Russian Federation and abroad, the following methods are used: gas atomization of a molten metal jet with inert gas jet, the method of arc centrifugal spraying of a rotating electrode (rotate electrode process - REP), the method of plasma melting and centrifugal spraying of a rapidly rotating workpiece (plasma rotate electrode process – PREP), centrifugation of the melt through the holes of a perforated crucible.

It is known that in the production of granules, the structural-phase composition of a complex nickel alloy is determined not only by the composition of the charge or the structural phase state of the material of the melted ingot (semi-finished product), but also determined by the cooling rate of the melt cap, its dimensions, heat removal conditions, chemical composition of the gas medium, crystallization features. Heat-resistant nickel alloys consist of a nickel-based solid solution with a face-centered cubic lattice (γ -phase), an intermetallic reinforcing phase based on an alloyed compound Ni₃Al, carbides and borides. Small fractions may contain oxides, non-metallic inclusions. Studies have been carried out to obtain granules of heat-resistant nickel alloys EP741NP, EI698P, EP975P by gas atomization and PREP methods.

The structural and phase states of the granule material were evaluated. It was found that when granules are obtained by gas atomization methods, the argon porosity of the granules is manifested to a large extent. When spraying a stream of molten metal with a gas jet, initially it turns out not a drop of metal, but a kind of spatial film of complex configuration. Further, during the movement of this particle, its collapse occurs due to surface tension forces. In this case, part of the argon medium is inside the formed granule.

The different intensity of heat removal and, consequently, the different crystallization rate leads to a different phase state in the particle body. In the future, during hot isostatic pressing (GIP), the pores are opened and a homogeneous structure of the compacted material is formed. However, the opening of the pores leads to an intensive decrease in the strength limit, impact strength values and other mechanical characteristics of the compacted material, which is unacceptable in the manufacture of parts for a responsible purpose. It is established

that when separated from the main mass of the melt, a liquid bridge occurs, which, together with a drop, breaks away from the melt, and then it freezes on the surface of the particle in the form of a satellite (Fig.1). Due to different cooling rates of the main granule and satellite, their structure is correspondingly different – satellites are characterized by smaller dendrites.

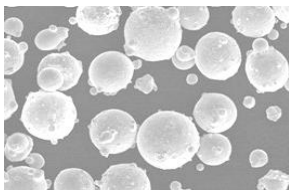


Figure 1 - Surface quality of granules and satellites on the surface of granules of EP741NP alloy obtained by gas atomization

In addition, it was found that when forming granules by gas atomization methods, the spread of the granulometric composition is greater than in the case of obtaining granules by PREP methods. The presence of satellites and the presence of heterogeneous granulometric composition leads to a decrease in the flowability of granules. Therefore, the operations of filling out and adjusting the form before implementing the ISU processes must be carried out more carefully and this requires more significant time costs. As a result of the conducted research, it was found that when implementing PREP methods, it is necessary to strive to obtain spherical powders with a particle size of 100 microns. With such a particle size, it is possible to obtain higher cooling rates even in an argon medium. The melt cooling rates in this case reach the level of 10^5 - 10^6 °C/sec. As a result, this increase in cooling rates makes it possible to increase the degree of alloying of alloys, significantly reduce the size of dendritic cells or switch to a cellular structure, which contributes to an increase in the uniformity of the chemical and phase composition of the material, an increase in mechanical characteristics, etc.

А.Е. РУБАНОВ¹, А.В. ЮДИН², М.Г. ИСАЕНКОВА¹, Е.И.
СВИСТУНОВ²

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,

²ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ»

toly.rubanov@yandex.ru, isamarg@mail.ru

ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ И КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ НА АНИЗОТРОПИЮ СВОЙСТВ СПЛАВА ВЖ159, ПОЛУЧЕННОГО СЕЛЕКТИВНЫМ ЛАЗЕРНЫМ СПЛАВЛЕНИЕМ

Исследованы структура и кристаллографическая текстура образцов из никелевого сплава ВЖ159, изготовленных методом селективного лазерного сплавления (СЛП) по трем режимам печати, отличающимся стратегией сканирования лазерного луча: 1) однопроходная; 2) с послойным изменением направления сканирования на 60°; 3) шахматная. Изготовленные СЛП-методом образцы подвергались разным термообработкам: закалка с 1100°С, двукратное и четырёхкратное старение. Все описанные выше образцы характеризуются ярко выраженной преимущественной ориентацией зерен: основной текстурной компонентой является {100}<001>, т. е. направление <001> параллельно направлению роста образца. При использовании шахматной стратегии сканирования и с изменением направления сканирования на 60° от слоя к слою, эта компонента является единственной. В то время как для однопроходной стратегии наблюдается дополнительная компонента с <110>, параллельной направлению роста.

Механические испытания при разных температурах образцов выявили анизотропию предела текучести, максимальная величина которого наблюдается при угле 45° между направлениями роста и приложения нагрузки. Причиной анизотропии является кристаллографическая текстура, сохраняющаяся при проведении термообработки. Увеличение механических свойств после старения связано с выделением вторичных фаз в теле зерна и по границам зерен.

A.E. RUBANOV¹, A.V. YUDIN², M.G. ISAENKOVA¹, E.I.
SWISTUNOV²

¹*National Research Nuclear University "MEPhI",*

²*GNC RF JSC "NPO TSNITMASH"*

toly.rubanov@yandex.ru, isamarg@mail.ru

INFLUENCE OF STRUCTURE AND CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE ON THE PROPERTIES ANISOTROPY OF VZH159 ALLOY OBTAINED BY SELECTIVE LASER MELTING

The structure and crystallographic texture of VZh159 nickel alloy samples produced by the selective laser melting (SLM) method using three printing modes differing in the laser beam scanning strategy: 1) single-pass; 2) with a layer-by-layer change of scanning direction by 60°; 3) chessboard. The samples produced by the SLM method were subjected to different heat treatments: quenching from 1100°C, double and quadruple aging. All the samples described above are characterized by a pronounced preferential grain orientation: the main textural component is {100}<001>, i.e., the direction <001> is parallel to the growth direction of the sample. When using a chessboard scanning strategy and with the scanning direction changing by 60° from layer to layer, this component is the only one. Whereas for the single-pass strategy, an additional component with <110> parallel to the growth direction is observed.

Mechanical tests at different temperatures were carried out and revealed an anisotropy of the yield strength, the maximum value of which is observed at an angle of 45° between the directions of growth and load application. The anisotropy is caused by crystallographic texture, which is preserved during heat treatment. The increase in mechanical properties after aging is due to the release of secondary phases in the grain body and at the grain boundaries.

К.О. БАЗАЛЕЕВА, И.С. ЧЕКИН

РУДН, Москва, Россия

bazaleeva-ko@rudn.ru

ОСОБЕННОСТИ ДИФфуЗИОННОГО НАСЫЩЕНИЯ СТАЛЕЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДАМИ ЛАЗЕРНОЙ 3D-ПЕЧАТИ

Известно, что металлы и сплавы, полученные методами лазерной 3d-печати (селективным лазерным плавлением или прямым лазерным выращиванием) обладают целым рядом структурных особенностей. Их структура иерархична – ванны расплава разбиты на фрагменты, которые, в свою очередь, разбиты на ячейки кристаллизации; дислокационная структура подобна ячеистой структуре деформации; на границах ячеек присутствуют сегрегации примесных атомов или частицы второй фазы; наблюдается текстура; присутствуют макронапряжения.

В данной работе исследовано на примере сталей разного структурного класса как особенности структуры, сформированной при лазерной 3d-печати, повлияет на процессы химико-термической обработки.

K.O. BAZALEEVA, I.C. CHEKIN

RUDN University, Moscow, Russia

bazaleeva-ko@rudn.ru

THE FEATURES OF DIFFUSION SATURATION OF STEELS, SYNTHESIZED BY LASER 3D PRINTING

It is known that metals and alloys obtained by laser 3D printing methods (selective laser melting or laser metal deposition) have a number of structural features. Their structure is hierarchical – melt baths are divided into fragments, which, in turn, are divided into crystallization cells; the dislocation structure is similar to the cellular structure of deformation; segregations of impurity atoms or particles of the excess phase are present at the boundaries of the cells; texture is observed; macrostresses are present.

In this work, it was investigated on the example of steels of different structural classes how the features of the structure formed during laser 3D printing affects the processes of chemical-thermal treatment.

А.С.БЫКАНОВ, В.В.МИХАЛЬЧИК, А.В.ТЕНИШЕВ,
А.А.БАЖЕНОВ, Д.П.ШОРНИКОВ, М.Д. САВЕЛЬЕВ
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*
baa9mephi@yandex.ru

ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЕ ГАДОЛИНИЯ В УРАН-ГАДОЛИНИЕВЫХ ОКСИДАХ ПРИ ДОСПЕКАНИИ

Ядерное топливо на основе уран-гадолиниевых оксидов представляет большой интерес, так как позволяет уменьшить избыточную реактивность на начальных этапах топливного цикла без использования контролирующей стержней, также позволяет увеличить глубину выгорания топлива.

В данной работе рассматривались образцы из уран-гадолиниевых оксидов со стандартными содержаниями 3,35, 5, 8 мас.% Gd_2O_3 , изготовленные на ПАО «МСЗ» по стандартной технологии. Перед доспеканием образцы, имеющие форму цилиндра, разрезались по диаметру на две равные половины. Часть образцов была зашлифована и отполирована с помощью алмазной пасты для исследования микроструктуры и элементного состава в объеме образцов, которое проводилось с помощью растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6610LV. Доспекание образцов проводилось в дилатометре DIL 402 E/8 Pyro фирмы NETZSCH, преимуществом данной установки является возможность нагрева образцов до 2400 °С. Нагрев производился со постоянной скоростью равной 6 °С/мин без выдержек при постоянном пропускании через систему смеси газов $Ar+8\%H_2$ с потоком равным 350 мл/мин. После нагревов производилось повторное исследование микроструктуры и элементного состава в объеме образцов.

Проведённые исследования показали, что после доспекания значительно увеличивается (более чем в 4 раза) содержание гадолиния на поверхности уран-гадолиниевых оксидов. Анализ полученных данных указывает на то, что это происходит из-за переокисления и обеднения поверхности по урану, также это подтверждается неравномерным распределением гадолиния по поверхности, что связано с потоком газа внутри установки.

A.S.BIKANOV, V.V.MIHALCHIK, A.V.TENISHEV,
A.A.BAZHENOV, D.P.SHORNIKOV, M.D.SAVELEV
National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia
baa9mephi@yandex.ru

REDISTRIBUTION OF GADOLINIUM IN URANIUM- GADOLINIUM OXIDES AFTER SINTERING

Nuclear fuel based on uranium-gadolinium oxides is of great interest, because it allows to reduce excess reactivity at the initial stages of the fuel cycle without the use of control rods, and also allows to increase the depth of fuel burnup.

In this work samples of uranium-gadolinium oxides with standard contents of 3.35, 5, 8 wt.% Gd_2O_3 were made at PAO "MSZ" according to the standard technology. Before sintering, cylinder-shaped samples were cut into two equal halves along the diameter. A part of the samples was polished with diamond paste to study the microstructure and elemental composition, which was carried out with a scanning electron microscope JEOL JSM-6610LV. The samples were sintered in a DIL 402 E/8 Pyro dilatometer made by NETZSCH, the advantage of which is the possibility of heating up to 2400 °C. Heating was performed at a constant rate of 6 °C/min at a constant flow through the system of Ar+8%H₂ gas mixture with a flow rate of 350 ml/min. After heating, the microstructure and elemental composition of the samples were re-examined.

Studies showed that after sintering the content of gadolinium on the surface of uranium-gadolinium oxides significantly increased (more than 4 times). In addition, uneven distribution of gadolinium over the surface is observed, which is associated with the gas flow inside the unit. Analysis of the obtained data indicates that this is due to the peculiarities of evaporation and recondensation of both uranium and gadolinium at temperatures up to 2400 °C, with the partial vapor pressure of gadolinium being much higher than that of uranium.

А.Ю. КАНАЕВ¹, А.С. КОНЮХОВ¹, Я.В. УЛЬЯНОВ^{1,2},
Е.Д. ТАРАКАНОВ^{1,2}, А.В. РУДЫЙ²

¹*«Государственный лазерный полигон «Радуга», Радужный, Владимир-
ский область, Россия*

²*Институт общей физики имени А. М. Прохорова РАН, Москва, Россия
egortarakanoff@trassa.org*

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ОТЕЧЕСТВЕННОЙ ЛАЗЕРНОЙ КЕРАМИКИ

Большинство современных твердотельных лазерных систем построено на основе монокристаллов в качестве активного элемента. Общемировой опыт показывает, что монокристалл отходит на второй план, и появляется лазерная керамика, которая позволяет существенно улучшить показатели лазерных систем при тех же массогабаритных параметров. Или же позволяет построить совершенно новые лазерные системы, которые невозможно реализовать на монокристаллах.

Керамическая технология предлагает гибкое конструирование на макро- и молекулярном уровне. Существует много различных возможностей для создания высокомошных лазеров, которые невозможны произвести с обычными монокристаллами, такие как создание композитной структуры, увеличение атомной концентрации легирующего элемента (редкоземельные элементы лантаноидной группы), которое улучшает генерационные характеристики выходного излучения активного элемента лазера. Оптические свойства активных элементов лазерной керамики на данный момент сравнимы с аналогичными у монокристаллов [1]. Также преимуществом лазерных систем на основе керамики является низкая себестоимость изготовления активных элементов в сравнение с монокристаллами.

На ФКП «ГЛП «Радуга» при участии ФИРЭ им. В.А. Котельникова РАН разработана и введена в эксплуатацию технологическая линия по производству высокопрозрачной лазерной керамики, в том числе композитной. [2][3] Технология производства керамических оптических материалов объединяет следующие технологические операции: синтез исходных порошков, формование (придание исходному порошку требуемых формы и размеров), спекание или термическая обработка под давлением, механическая обработка заготовки для формирования оптической детали, нанесение защитных и просветляющих покрытий, контроль качества готового изделия.

1. A. Ikesue, Yan Lin Aung, Synthesis and Performance of Advanced Ceramic Lasers, Journal of the American Ceramic Society, 89(6), 136-1944, (2006).
2. V.V. Bezotosnyi, V.V. Balashov, V.D. Bulaev, et al. Lasing characteristic of new Russian laser ceramics, Quantum Electron. 48(9), 802-806, (2018).
3. V.V. Bezotosnyi, E.A. Cheshev, V.P. Gordeev, et al. Composite Ceramic $\text{Nd}^{3+}:\text{YAG}/\text{Cr}^{4+}:\text{YAG}$ Laser Elements, Journal of Russian Laser Research, 40(3), 237-242, (2019).

S.G. KAZANCEV¹, D.A. OBOLDUEV¹, A.Y. KANAEV¹, A.S. KONYUHOV¹, Y.V. ULYANOV^{1,2}, E.D. TARAKANOV^{1,2}, A.V. RUDIY²

¹*Federal State Enterprise “State Laser Polygon Raduga”, Raduzhny, Vladimir region, Russia*

²*Prokhorov General Physics Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia*

egortarakanoff@trassa.org

PERSPECTIVE FOR THE DEVELOPMENT OF TECHNOLOGY FOR PRODUCING DOMESTIC LASER CERAMICS

Most modern solid-state laser systems are based on single crystals as an active element. Worldwide experience shows that a single crystal fades into the background, and laser ceramics appears, which can significantly improve the performance of laser systems with the same weight and size parameters. Also, laser ceramics makes it possible to build completely new laser systems that cannot be realized on single crystals.

Ceramic technology offers flexible design at macro, micro and molecular levels. There are many different possibilities for creating high-power lasers that cannot be produced with conventional single crystals, such as creating a composite structure, increasing the atomic concentration of a dopant (rare earth elements of the lanthanide group), which improves the lasing characteristics of the output radiation of the active laser element. The optical properties of active elements of laser ceramics are currently comparable to those of single crystals. [1] Another advantage of ceramic-based laser systems is the low cost of manufacturing active elements in comparison with single crystals.

At the FSE “SLP Raduga” with the participation of the Kotelnikov IRE of the RAS, a technological line for the production of highly transparent laser ceramics, including composite ones, was developed and put into operation. [2] [3] The technology for the production of ceramic optical materials combines the following technological operations: synthesis of initial powders, molding (giving the initial powder the required shape and size), sintering or heat treatment under pressure, machining the workpiece to form an optical part, applying protective and antireflection coatings, quality control of the finished product.

1. A. Ikesue, Yan Lin Aung, Synthesis and Performance of Advanced Ceramic Lasers, *Journal of the American Ceramic Society*, 89(6), 136-1944, (2006).
2. V.V. Bezotosnyi, V.V. Balashov, V.D. Bulaev, et al. Lasing characteristic of new Russian laser ceramics, *Quantum Electron.* 48(9), 802–806, (2018).
3. V.V. Bezotosnyi, E.A. Cheshev, V.P. Gordeev, et al. Composite Ceramic Nd³⁺:YAG/Cr⁴⁺:YAG Laser Elements, *Journal of Russian Laser Research*, 40(3), 237-242, (2019).

Е.В. ГАЛКИН, М.В. ЖАРОВ

Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет), Москва, Россия

e-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

АНАЛИЗ ТЕХНИЧЕСКИХ ПРОБЛЕМ, ПРЕПЯТСТВУЮЩИХ ШИРОКОМУ ПРИМЕНЕНИЮ СФЕРИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ ИЗ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИДА НИКЕЛЯ NiAl В СОВРЕМЕННОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Одними из наиболее перспективных материалов, которые целесообразно использовать при производстве ответственных изделий авиационной техники, работающих при крайне высоких температурах и высоких динамических нагрузках, являются материалы, созданные на основе порошков алюминидов никеля. В настоящее время в отечественной промышленности активно используются порошковые и гранулированы материалы на основе алюминида никеля Ni_3Al . Известно, что интерметаллид Ni_3Al является наиболее изученным из всех стабильных соединений данной группы ($NiAl_3$, Ni_2Al_3 , $NiAl$, Ni_3Al , Ni_5Al_3). Алюминид никеля Ni_3Al широко используется в качестве упрочняющего компонента в высокотемпературных суперсплавах на основе никеля, и при этом объемная доля соединений Ni_3Al в качестве упрочняющей фазы в никелевых жаропрочных сплавах колеблется в пределах 25-70%. Так как соединения $NiAl_3$, Ni_2Al_3 , Ni_5Al_3 имеют низкую температуру разупорядочивания, практический интерес для использования в качестве высокотемпературных материалов представляют только $NiAl$ и Ni_3Al . Однако по своим характеристикам, соединения Ni_3Al значительно уступают интерметаллидам $NiAl$. Если проанализировать диаграмму состояния, то становится понятно, что плотность стехиометрического соединения для интерметаллидов $NiAl$ составляет $5,86 \text{ г/см}^3$, что примерно на 40% ниже плотности современных никелевых суперсплавов. Для сравнения плотность интерметаллида Ni_3Al составляет $7,16 \text{ г/см}^3$. Согласно диаграмме состояния системы, $Ni-Al$ интерметаллидные соединения $NiAl$ является самой высокотемпературной фазой в системе $Ni-Al$. Температура плавления стехиометрического соединения $NiAl$ составляет порядка 1638°C . Для сравнения – температура плавления Ni_3Al составляет $1385-1395^\circ\text{C}$. Следовательно, можно утверждать что материалы, созданные на основе интерметаллида $NiAl$, будут характеризуются крайне низкой плотностью, что безусловно сказывается на весе готового изделия и, в тоже время, они обладают довольно высокой

температурой плавления и жаропрочностью при высоких температурах, что обеспечивает возможность эффективной работы изделий из этих материалов при температурах свыше 1000°C. Кроме того необходимо отметить что легированные материалы NiAl обладают высокой жаростойкостью, сопротивлением к окислению при повышенных температурах, что также крайне важно для деталей, работающих при высоких температурах. Однако имеется целый ряд технических факторов, препятствующих широкому применению данного материала. В первую очередь это практически нулевая пластичность материала и невысокая прочность при комнатной температуре. Это представляет сложность при механической обработке изделий из никелевых сплавов на основе NiAl. Единственный выход – это изготовление изделий спеканием из гранул и порошков с формой, приближенной к готовому изделию, не требующей дополнительных объемов последующей механической обработки. Другой вариант решения технологической проблемы – использование при изготовлении деталей аддитивных технологий, а именно технологий электронно-лучевого или селективного лазерного сплавления, а также технологий прямого лазерного нанесения материала. К порошкам, используемым в аддитивных процессах, предъявляются не только требования о необходимости заданного химического и гранулометрического состава, а также такие требования как высокая степень сферичность гранул, отсутствие дефектов в виде газовой пористости, сателлитов и объемной ликвации. Известно, что в настоящее время в РФ гранул, с качеством, удовлетворяющим требованиям аддитивных технологий, из материалов на основе NiAl в промышленных масштабах не производится. Таким образом, возникает проблема в разработке дешевой и эффективной технологии производства гранул из заданного материала. В качестве базовых технологий при производстве сферических порошков системы NiAl стали технология плазменной атомизации оплавленной заготовки и технологии центробежного распыления расплава. Также существует проблема, связанная с легированием сплавов на основе фазы NiAl. Чистый поликристаллический алюминид никеля NiAl из-за низкой пластичности и низкой жаропрочности при температуре более 700°C нельзя использовать в качестве конструкционного материала. Наиболее часто для повышения прочностных характеристик сплавов используют следующие элементы: Cr, V, Ti, Mo, W, Nb, Ta, Zr, Hf. Были проведены исследования по изготовлению и применению гранул из сплавов систем NiAl-Cr-Co-Hf, NiAl-Cr-Co-Hf-V и NiAl-Mo-Cr-V-Mn-Hf.

E.V. GALKIN, M.V. ZHAROV

Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, Russia

e-mail: e.v.galkin@yandex.ru, MaximZharov@mail.ru

**ANALYSIS OF TECHNICAL PROBLEMS
PREVENTING WIDESPREAD USE OF
SPHERICAL POWDERS FROM NICKEL NICKEL-BASED
ALLOYS NIAL IN MODERN
INDUSTRY**

One of the most promising materials that can be used in the production of critical aircraft products operating at extremely high temperatures and high dynamic loads are materials based on nickel aluminum powders. Now in the domestic industry powder and granulated materials on the basis of nickel aluminid Ni_3Al are actively used. Intertallid Ni_3Al is known to be the most studied of all stable compounds in this group (NiAl_3 , Ni_2Al_3 , NiAl , Ni_3Al , Ni_5Al_3). Nickel aluminum Ni_3Al is widely used as a strengthening component in high-temperature nickel-based superalloys, and the volume fraction of Ni_3Al compounds as a strengthening phase in nickel heat-resistant alloys ranges between 25-70%. Since the compounds NiAl_3 , Ni_2Al_3 , Ni_5Al_3 have a low disordering temperature, only NiAl and Ni_3Al are of practical interest for use as high temperature materials. However, on the characteristics, the Ni_3Al connections considerably concede to NiAl intermetallida. While state diagram is analysis, it becomes clear that the density of the stoichiometric compound for intermetallic NiAl is 5.86 g/cm³, which is about 40% lower than the density of modern nickel super-alloys. For comparison, the density of intermetallic Ni_3Al is 7.16 g/cm³. According to the state diagram of the Ni-Al system, intermetallic compounds NiAl is the highest temperature phase in the Ni-Al system. The melting point of the stoichiometric compound NiAl is about 1638 °C. For comparison, the melting point of Ni_3Al is 1385-1395 °C. Therefore, it can be assumed that materials based on intermetallic NiAl will be extremely low in density, which certainly affects the weight of the finished product and, at the same time, they have a rather high melting point and heat resistance at high temperatures, which makes it possible to effectively operate products from these materials at temperatures above 1000 °C. In addition, it should be noted that doped materials NiAl have high heat resistance, resistance to oxidation at elevated temperatures, which is also extremely important for parts working at high temperatures. However, there was a number of technical obstacles to the wide use of the material. First of all, it is almost zero plasticity of the material and low strength at room temperature. This presents a difficulty in machining nickel alloy articles

based on NiAl. The only way out is to make the products by sintering from granules and powders with a shape close to the finished product, which does not require additional volumes of subsequent machining. Another solution to the technological problem was the use of additive technologies in the manufacture of parts, especially electron beam or selective laser fusion techniques, as well as direct laser material deposition techniques. The powders used in additive processes are not only required for a given chemical and particle size distribution, but also high degree of pellet sphericity, absence of defects in the form of gas porosity, satellites and volume elimination. It is known that currently in the Russian Federation grains from materials based on NiAl are not produced on an industrial scale with the quality that meets the requirements of additive technologies. Thus, there arises a problem in the development of a cheap and efficient technology for producing pellets from a given material. Among the basic technologies in the production of spherical powders, the NiAl system was the technology of plasma atomization of the fused billet and the technology of centrifugal sputtering of the melt. There is also a problem with alloying alloys based on the NiAl phase. Pure polycrystalline nickel aluminum NiAl due to low ductility and low heat resistance at a temperature of more than 700 ° C cannot be used as a structural material. Most often, the following elements are used to improve the strength characteristics of alloys: Cr, V, Ti, Mo, W, Nb, Ta, Zr, Hf. Studies have been carried out on the manufacture and use of pellets from alloys of NiAl-Cr-Co-Hf, NiAl-Cr-Co-Hf-B and NiAl-Mo-Cr-B-Mn-Hf systems.

Д.М. СОЛДАТКИН¹, К.В. СТОЙКОВ¹, К.К. ПОЛУНИН¹, А.А. УРУСОВ¹, А.А. МОКРУШИН¹, А.Н. БАХИН¹, П.В. ФЕДОТОВ², В.И. КУЗНЕЦОВ², В.В. НОВИКОВ², А.В. САЛАТОВ²

¹ АО «НИИ НПО «ЛУЧ», г. Подольск, Россия

² АО «ВНИИНМ», Москва, Россия

StoykovKV@sialuch.ru

ИСПЫТАНИЯ ОДИНОЧНЫХ ИМИТАТОРОВ ТВЭЛОВ РЕАКТОРОВ ВВЭР НА СТЕНДЕ ПАРАМЕТР В УСЛОВИЯХ LOCA

В сложившейся международной практике лицензирования безопасности АЭС рассматриваются проектные аварии. Проектные аварии подразделяются на аварии с потерей теплоносителя (LOCA) и аварии без потери теплоносителя (non-LOCA), например аварии с возрастанием реактивности (RIA). Безопасность реакторной установки в аварийных режимах в значительной степени зависит от поведения конструкционных элементов активной зоны. При этом оболочка твэла является одним из первых физических барьеров на пути распространения ионизирующего излучения и радиоактивных веществ в окружающую среду. А также сам твэл относится к первому (наиболее высокому) классу конструктивных элементов АЭС, влияющих на безопасность.

В соответствии с требованиями ПБЯ РУ АЭС-89 в качестве максимальной проектной аварии реактора типа ВВЭР рассматривается авария с начальным событием - мгновенным разрывом главного циркуляционного трубопровода на входе в реактор (авария LOCA). В ходе аварии LOCA давление теплоносителя падает в течение нескольких секунд, температура поверхности оболочек повышается (может достигать 1200°C) и возникает характерное для аварий с потерей теплоносителя нагружение оболочек твэлов внутренним давлением. В результате такого нагружения оболочка твэла может деформироваться и разгерметизироваться.

В настоящей работе представлены результаты исследований термомеханического поведения оболочек одиночных имитаторов твэлов в аварийных условиях на стенде ПАРАМЕТР. Испытания проведены на имитаторах твэлов ВВЭР с оболочками из сплава Э110 с длиной нагреваемой части 600 мм. Нагрев в процессе эксперимента осуществлялся за счет вольфрамового нагревателя (Ø 4 мм), расположенного в центре топливных таблеток. После испытаний проведены измерения геометрических параметров оболочки в области разгерметизации.

В настоящее время проведена серия из 15 испытаний при максимальных температурах оболочки 1000, 1100 и 1200 °С (скорость нагрева до максимальной температуры ~5 °С/с, время выдержки при максимальной температуре ~300 с) и исходных значениях внутреннего давления 0.1, 0.5, 1, 5 и 10 МПа. Типичный сценарий эксперимента приведен на рисунке 1. В результате испытаний определены параметры разгерметизации испытанных образцов (таблица 1), используемые, в частности, при разработке критериев разгерметизации оболочек твэлов реакторов типа ВВЭР в условиях ЛОСА.

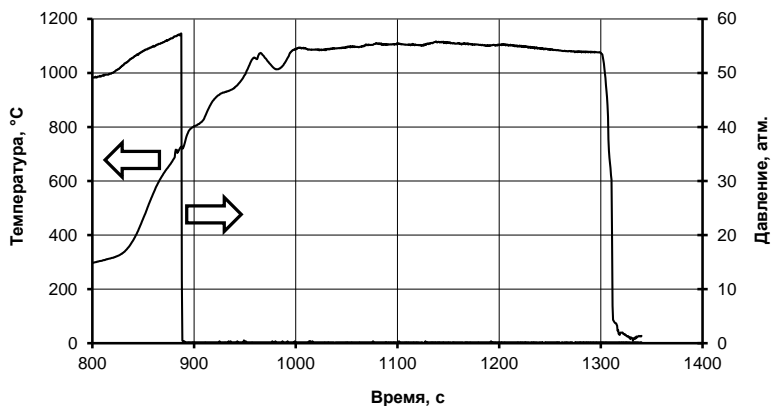


Рисунок 1 -Типичный сценарий эксперимента

Таблица 1 – Параметры разгерметизации твэлов в экспериментах

№	Максимальная температура, °С	Начальное внутренне давление, МПа	Внутреннее давление при разгерметизации, МПа	Температура при разгерметизации, °С	Окружная деформация, %
1	1200	0.5	0.8	1146	40
2	1200	1	1.2	985	24
3	1100	5	9.1	816	12
4	1200	5	6.2	866	16
5	1100	10	10.1	743	14
6	1200	10	9.6	780	21

D.M. SOLDATKIN¹, K.V. STOYKOV¹, K.K. POLUNIN¹, A.A. URUSOV¹, A.A. MOKRUSHIN¹, A.N. BAKHIN¹, P.V. FEDOTOV², V.I. KUZNETSOV², V.V. NOVIKOV², A.V. SALATOV²

¹*LUCH JSC, Podolsk, Russia*

²*VNIINM JSC, Moscow, Russia*

StoykovKV@sialuch.ru

TESTS OF INDIVIDUAL VVER TYPE FUEL ROD SIMULATORS ON THE PARAMETER FACILITIE UNDER LOCA CONDITIONS

In the international practice of NPP safety licensing, design basis accidents are considered. Design basis accidents are subdivided into loss of coolant accidents (LOCA) and without loss of coolant accidents (non-LOCA), for example, reactivity initiated accidents (RIA). The safety of a reactor facility under accident conditions largely depends on the behavior of the structural elements of the core. In this case, the cladding of a fuel rod is one of the first physical barriers to the propagation of ionizing radiation and radioactive substances into the environment. And also the fuel element itself belongs to the first (highest) class of structural elements of nuclear power plants that affect safety.

In accordance with the requirements of Russian authority, an accident with an initial event - an instantaneous rupture of the main circulation pipe at the reactor inlet (LOCA accident) - is considered as the maximum design basis accident for a VVER-type reactor. During the LOCA accident, the coolant pressure drops within a few seconds, the cladding surface temperature rises (it can reach 1200 °C), and the internal pressure loading of the fuel rod cladding, typical for loss of coolant accidents, occurs. As a result of such loading, the cladding of the fuel rod can be deformed and depressurized.

This paper presents the results of studies of the thermomechanical behavior of claddings of fuel rod simulators under LOCA conditions at the PARAMETER facility. The tests were carried out on simulators of VVER fuel elements with cladding made of E110 alloy with a length of the heated part of 600 mm. Heating during the experiment was carried out using a tungsten heater (Ø 4 mm) located in the center of the fuel pellets. After the tests, the geometric parameters of the claddings were measured in the area of depressurization.

At present, a series of 15 tests has been carried out at maximum temperatures of 1000, 1100, and 1200 °C (heating rate to the maximum temperature ~ 5 °C / s, holding time at the maximum temperature ~ 300 s) and initial values of internal pressure 0.1, 0.5, 1, 5 and 10 MPa. A typical scenario of the experiment is shown in Figure 1. As a result of the tests, the parameters of the depressurization of the tested claddings (Table 1) were determined, which are used, in

particular, in the development of criteria for the depressurization of the cladding of fuel elements of VVER reactors under LOCA conditions.

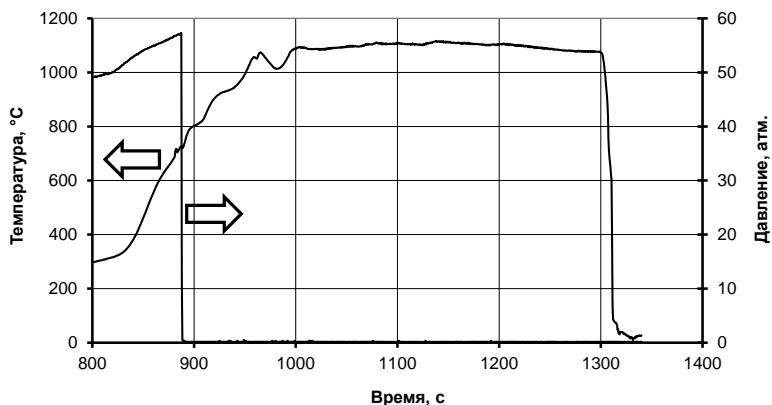


Figure 1 - Typical experiment scenario

Table 1 - Parameters of fuel rod depressurization in experiments

№	Maximum temperature, °C	Initial internal pressure, MPa	Internal pressure at depressurization, MPa	Temperature at depressurization, °C	Hoop strain, %
1	1200	0.5	0.8	1146	40
2	1200	1	1.2	985	24
3	1100	5	9.1	816	12
4	1200	5	6.2	866	16
5	1100	10	10.1	743	14
6	1200	10	9.6	780	21

**В.В. УГЛОВ^{1,2}, С.В. ЗЛОЦКИЙ¹, И.С. ВЕРЕМЕЙ¹, И.А.
ИВАНОВ^{3,4}, А.Е. РЫСКУЛОВ⁴, М.В. ЗДОРОВЕЦ^{3,4}**

¹*Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь*

²*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

³*Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, Нур-Султан,
Казахстан*

⁴*Институт ядерной физики, Нур-Султан, Казахстан*

УСТОЙЧИВОСТЬ СТРУКТУРЫ МНОГОСЛОЙНЫХ НИТРИДНЫХ ПЛЕНОК, ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ ГЕЛИЯ

В настоящее время разработка новых радиационно-стойких материалов является важной проблемой, которая особенно актуальна для ядерной/термоядерной промышленности, аэрокосмической промышленности и т. д., где объекты подвергаются сильному облучению ионами, нейтронами, электронами. Облучение легкими ионами, из-за ядерных столкновений, может вызвать в металлических кристаллах большее количество точечных дефектов (например, вакансий и межузельных атомов) по сравнению с кластерами дефектов (например, пузырьками He) [1]. Это, в свою очередь, значительно ухудшает характеристики конструкционных материалов в реакторах деления/синтеза, которые необходимо значительно улучшить, чтобы повысить надежность и эффективность реакторов [2].

Поэтому для достижения этой цели необходимо создавать материалы с большим количеством стоков для точечных дефектов, таких как дислокации, границы зерен и межфазные границы [3]. Наноструктурированные материалы, такие как нанокристаллические [4] и многослойные [5], содержат множество границ раздела, которые могут служить эффективными стоками дефектов для поглощения дефектов, вызванных облучением, и уменьшения радиационных повреждений [6]. Многослойные системы перспективны для исследований, поскольку межслоевые границы могут влиять на устранение радиационных дефектов. У них есть значительные межфазные области, которые могут действовать как стабильные поглотители дефектов. Мисра и др. [7] показал, что границы раздела слоев Cu/Nb сдерживают зарождение и рост пузырьков гелия. О способности границ раздела слоев улавливать кластеры дефектов и уменьшать радиационное повреждение также сообщалось в других системах, таких как Cu/V [8], Al/Nb [9], Cu/Mo [10] и Fe/W [11] и т. д. Как правило, уменьшение толщины слоя приводит к улучшению радиационной стойкости из-за увеличения плотности границ раздела слоев.

Многослойные пленки MeN/a-Si₃N₄ (Me = Zr, Al, Cr) были сформированы при 500°C методом реактивного магнетронного напыления в камере

высокого вакуума (базовое давление $<10^{-5}$ Па), оснащенной тремя конфоркальными мишенями и криогенным насосом (макс. 500 л / с) [16]. Во время осаждения к подложке прикладывалось постоянное напряжение смещения -60 В, в то время как подложка вращалась со скоростью 15 об/мин на протяжении всего осаждения, чтобы гарантировать одинаковую скорость осаждения по всей площади подложки. Водоохлаждаемые мишени из Zr (чистота 99,92%), Al (чистота 99,92%), Cr (чистота 99,95%) и Si_3N_4 (чистота 99,99%) диаметром 7,62 см, расположенные на расстоянии 18 см от держателя подложки, использовались в плазменном разряде $\text{Ar}+\text{N}_2$ в режиме постоянной мощности.

Ионная имплантация многослойных пленок $\text{MeN}/a\text{-Si}_3\text{N}_4$ ($\text{Me} = \text{Zr}, \text{Al}, \text{Cr}$) и монокристаллических пленок MeN проводилась ионами He^{2+} с энергией 40 кэВ на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 при флюенсах от $3,0 \times 10^{17}$ до $1,1 \times 10^{18}$ см^{-2} . Облучение ионами гелия производилось перпендикулярно поверхности образцов. Температура имплантации составляла 300 К (КТ).

Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии многослойных систем $\text{ZrN}/a\text{-Si}_3\text{N}_4$, $\text{AlN}/a\text{-Si}_3\text{N}_4$ и $\text{CrN}/a\text{-Si}_3\text{N}_4$ после осаждения показали, что пленки состоят из чередующихся слоев нанокристаллического ZrN (AlN , CrN) и аморфного $a\text{-Si}_3\text{N}_4$. Выявлены горизонтальные сплошные слои с плоскими и резкими границами раздела. Четкое разделение слоев ZrN (AlN , CrN) и $a\text{-Si}_3\text{N}_4$ указывает на то, что они не смешиваются. Слои ZrN (AlN , CrN) имеют поликристаллическую микроструктуру, а слои Si_3N_4 не проявляют кристаллического характера. Столбчатая структура роста зерен проходит через все многослойное покрытие. Образование кристаллических слоев ZrN , AlN и CrN также подтверждается рентгеноструктурными исследованиями.

Было обнаружено, что минимальный критический флюенс образования блистеров обнаружен для пленки AlN (флюенс 3×10^{17} см^{-2}), а максимальный критический флюенс характерен для пленок ZrN и CrN (флюенс 6×10^{17} см^{-2}). Низкое значение критического флюенса образования блистеров в пленке AlN , по-видимому, связано с ее кристаллической структурой (гексагональная плотноупакованная), а не с регулярной столбчатой структурой, как у ZrN . СЭМ исследования поверхности пленок монокристаллического $a\text{-Si}_3\text{N}_4$, облученного ионами He, не выявили образования блистеров даже при максимальном флюенсе. Это связано с высокой растворимостью радиационных дефектов в аморфных материалах, а также с низкой подвижностью кластеров гелий-вакансия. В то время как, пострadiационный отжиг (600°C) выявил значительное увеличение подвижности этих кластеров в пленках $a\text{-Si}_3\text{N}_4$, объединение их в большие блистеры и образование блистеров уже при флюенсе 5×10^{16} см^{-2} .

Микроскопические (СЭМ, АСМ) исследования многослойных пленок, облученных ионами He, показали, что радиационная эрозия поверхности в

нанослоистых системах MeN/a-Si₃N₄ значительно ниже по сравнению с моносистемами MeN (Me = Al, Cr, Zr). Установлено, что степень радиационной эрозии многослойных пленок сильно зависит от соотношения толщин кристаллического и аморфного слоев (f_{MeN}) и минимальна при f_{MeN} равной 0,29. Наиболее устойчивы к радиационной эрозии многослойные системы с толщиной аморфного слоя, большей, чем у кристаллического слоя.

Критический флюенс образования блистеров в многослойных пленках увеличивается с уменьшением f_{MeN} и превышает $1,1 \times 10^{18}$ см⁻². В отличие от моносистем (CrN, ZrN и AlN) особенностью многослойных пленок является отсутствие зависимости размера и плотности блистеров от флюенса облучения. Было обнаружено, что в многослойных пленках образование пузырьков происходит по механизму флекинга, поскольку они образуются в аморфном слое. В результате образуются блистеры большого диаметра (3-7 мкм).

1. M.J. Demkowicz, A. Misra, A. Caro, The role of interface structure in controlling high helium concentrations, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 16 (2012) 101–108.
2. R.E. Baumer, M.J. Demkowicz, Radiation response of amorphous metal alloys: Subcascades, thermal spikes and super-quenched zones, *Acta Mater.* 83 (2015) 419–430.
3. Xinghang Zhang, Khalid Hattar, Youxing Chen et al., Radiation damage in nanostructured materials, *Prog. Mat. Sc.* 96 (2018) 217–321.
4. O. El-Atwani, K. Hattar, J. Hinks et al., Helium bubble formation in ultrafine and nanocrystalline tungsten under different extreme conditions, *J. Nucl. Mater.* 458 (2015) 216–223.
5. D. Chen, N. Li, D. Yuryev et al., Self-organization of helium precipitates into elongated channels within metal nanolayers, *Sci. Adv.* 3, 11 (2017) eaao2710.
6. X. Zhang, K. Hattar, Y. Chen et al., Radiation damage in nanostructured materials, *Prog. Mater. Sci.* 96 (2018) 217–321.
7. A. Misra, M. Demkowicz, X. Zhang et al., The radiation damage tolerance of ultra-high strength nanolayered composites, *JOM* 59 (2007) 62–65.
8. E.G. Fu, A. Misra, H. Wang et al., Interface enabled defects reduction in helium ion irradiated Cu/V nanolayers, *J. Nucl. Mater.* 407 (2010) 178–188.
9. N. Li, M.S. Martin, O. Anderoglu et al., He ion irradiation damage in Al/Nb multilayers, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 123522.
10. N. Li, J.J. Carter, A. Misra et al., The influence of interfaces on the formation of bubbles in He-ion-irradiated Cu/Mo nanolayers, *Philos. Mag. Lett.* 91 (2011) 18–28.
11. N. Li, E.G. Fu, H. Wang et al., He ion irradiation damage in Fe/W nanolayer films, *J. Nucl. Mater.* 389 (2009) 233–238.

V.V. UGLOV^{1,2}, S.V. ZLOTSKI¹, I.S. VEREMEI¹, I.A. IVANOV^{3,4},
A.E. RYSKULOV⁴, M.V. ZDOROVETS^{3,4}

¹*Belarusian state university, Minsk, Belarus*

²*National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia*

³*L.N. Gumilyov Eurasian National University, Nur-sultan, Kazakhstan*

⁴*Institute of Nuclear Physics, Nur-sultan, Kazakhstan*

STABILITY OF MULTILAYERED NITRIDE FILMS STRUCTURE IRRADIATED WITH HELIUM IONS

Nowadays the development of new radiation-resistant materials is a crucial problem that is especially urgent for fission/fusion industry, aerospace application, etc. wherein objects are exposed to strong irradiation with ions, neutrons, electrons. So irradiation with light ions due to nuclear collisions can induce a higher ratio of point defects (e.g. vacancies and interstitials) produced relative to defect clusters (e.g. He bubbles) in metallic crystals [1]. This in turn remarkably degrades the performance of structural materials in advanced fission/fusion reactors, which must be significantly improved to extend the reliability and efficiency [2].

So it's necessary to create materials with a large number of sinks for point defects, such as dislocations, grain boundaries, and interphase boundaries to achieve this goal [3]. Nanostructured materials, such as nanocrystalline [4] and multilayer materials [5], contain abundant interfaces, which can serve as effective defect sinks to absorb irradiation-generated defects and relieve radiation damage [6]. Multilayer systems are promising for research because interlayer boundaries can affect the removal of radiation-induced defects. They have significant interphase regions, which can act as stable sinks of defects. Misra et al. [7] showed that Cu/Nb layer interfaces curtail the nucleation and growth of He bubbles. The ability of layer interfaces to trap defect clusters and reduce radiation damage has also been reported in other systems, such as Cu/V [8], Al/Nb [9], Cu/Mo [10], and Fe/W [11] and etc. Generally, the reduction in layer thickness leads to enhanced radiation performance due to the increasing density of layer interfaces.

MeN/a-Si₃N₄ (Me = Zr, Al, Cr) multilayer films were grown at 500°C by reactive magnetron sputter-deposition in a high vacuum chamber (base pressure < 10⁻⁵ Pa) equipped with three confocal targets configuration and a cryogenic pump (max. 500 l/s) [16]. A constant bias voltage of -60 V was applied to the substrate during deposition, while the substrate was rotated at 15 rpm throughout the whole deposition to ensure an equal deposition rate across the substrate area. Water-cooled, 7.62-cm-diameter Zr (99.92 % purity), Al (99.92 % purity) and Cr (99.95 % purity) and Si₃N₄ (99.99 % purity) targets, located at 18 cm

from the substrate holder, were used under Ar+N₂ plasma discharges at constant power mode.

Ion implantation of the MeN/a-Si₃N₄ (Me = Zr, Al, Cr) multilayered and MeN monolithic films was carried out using 40 keV He²⁺ ions at the DC-60 heavy-ion accelerator at the fluence from 3.0×10¹⁷ to 1.1×10¹⁸ cm⁻². Irradiation with helium ions was perpendicular to the surface of the samples. The implantation temperature was 300 K (RT).

TEM investigations of the as-deposited ZrN/a-Si₃N₄, AlN/a-Si₃N₄ and CrN/a-Si₃N₄ multilayer systems have revealed that the films consist of the alternating layers of nanocrystalline ZrN (AlN, CrN) and amorphous Si₃N₄. Laterally continuous layers, with planar and sharp interfaces are observed. A clear separation of the ZrN (AlN, CrN) and a-Si₃N₄ layers indicates that they are not miscible. ZrN (AlN, CrN) layers have a polycrystalline microstructure, while Si₃N₄ layers showed no crystalline character. Columnar structure extends through the multilayers. The formation of crystalline layers of ZrN, AlN and CrN is also confirmed by XRD studies.

It was found that the minimum critical fluence of blister formation is detected for AlN film (fluence of 3×10¹⁷ cm⁻²), and maximum critical fluence is characteristic for ZrN and CrN films (fluence of 6×10¹⁷ cm⁻²). The low critical fluence of blister formation of AlN film is apparently connected with its crystalline structure (hexagonal close-packed AlN phase) and not so regular columnar structure as for ZrN. SEM studies of the surface of a-Si₃N₄ mononitride films irradiated with He ions did not reveal the formation of blisters even with a maximum irradiation fluence. This is connected with the high solubility of radiation defects in amorphous materials, as well as the low mobility of helium-vacancy clusters. While post-radiation annealing (600°C) leads to a significant increase in the mobility of these clusters in Si₃N₄ films, their unification into large bubbles, and the formation of blisters even at a fluence of 5×10¹⁶ cm⁻².

Microscopic (SEM, AFM) studies of the multilayered films irradiated with He ions showed that radiation surface erosion in MeN/a-Si₃N₄ nanolayered systems is significantly lower as compared with MeN (Me = Al, Cr, Zr) mononitrides. It was found that degree of radiation erosion of multilayered films strongly depends on the ratio of the thicknesses of crystalline and amorphous layers (f_{MeN}), and it is minimal when f_{MeN} ≤ 0.29. The multilayered systems with the amorphous layer thickness large then crystalline are most resistant to radiation erosion.

The critical dose of blister formation in multilayer films increases with a decrease in f_{MeN} and is greater than 1.1×10¹⁸ cm⁻². In contrast to mononitride systems (CrN, ZrN and AlN), the feature of multilayer films is the absence of dependence of the size and density of blisters on the radiation dose. It was found that in multilayer films, blistering occurs through the exfoliation mechanism, since blister is formed in the amorphous layer. As a result, blisters of large diameter (3-7 μm) are formed.

1. M.J. Demkowicz, A. Misra, A. Caro, The role of interface structure in controlling high helium concentrations, *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 16 (2012) 101–108.
2. R.E. Baumer, M.J. Demkowicz, Radiation response of amorphous metal alloys: Subcascades, thermal spikes and super-quenched zones, *Acta Mater.* 83 (2015) 419–430.
3. Xinghang Zhang, Khalid Hattar, Youxing Chen et al., Radiation damage in nanostructured materials, *Prog.Mat. Sc.* 96 (2018) 217–321.
4. O. El-Atwani, K. Hattar, J. Hinks et al., Helium bubble formation in ultrafine and nanocrystalline tungsten under different extreme conditions, *J. Nucl. Mater.* 458 (2015) 216–223.
5. D. Chen, N. Li, D. Yuryev et al., Self-organization of helium precipitates into elongated channels within metal nanolayers, *Sci. Adv.* 3, 11 (2017) eaao2710.
6. X. Zhang, K. Hattar, Y. Chen et al., Radiation damage in nanostructured materials, *Prog. Mater. Sci.* 96 (2018) 217–321.
7. A. Misra, M. Demkowicz, X. Zhang et al., The radiation damage tolerance of ultra-high strength nanolayered composites, *JOM* 59 (2007) 62–65.
8. E.G. Fu, A. Misra, H. Wang et al., Interface enabled defects reduction in helium ion irradiated Cu/V nanolayers, *J. Nucl. Mater.* 407 (2010) 178–188.
9. N. Li, M.S. Martin, O. Anderoglu et al., He ion irradiation damage in Al/Nb multilayers, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 123522.
10. N. Li, J.J. Carter, A. Misra et al., The influence of interfaces on the formation of bubbles in He-ion-irradiated Cu/Mo nanolayers, *Philos. Mag. Lett.* 91 (2011) 18–28.
11. N. Li, E.G. Fu, H. Wang et al., He ion irradiation damage in Fe/W nanolayer films, *J. Nucl. Mater.* 389 (2009) 233–238.

СОВРЕМЕННЫЕ СВЕРХПРОВОДЯЩИЕ МАТЕРИАЛЫ И ИХ ПРИМЕНЕНИЕ

Явление сверхпроводимости было открыто в 1911г. Камерлинг-Оннесом. Основой проявления эффекта сверхпроводимости в металлах и сплавах является формирование в материале условий взаимодействия ионов кристаллической решетки с электронами проводимости, при которых становится энергетически выгодным образование корреляционно связанных пар электронов, так называемых куперовских пар с достаточно большой характерной длиной когерентности. В 1986 и 2021 году при глубоком исследовании высокотемпературных сверхпроводников были предложены и другие механизмы эффекта сверхпроводимости.

В настоящее время количество сверхпроводящих соединений насчитывает несколько сотен и непрерывно растет. Например, к ним относятся интерметаллические соединения со структурой A-15, фазы Шевреля ($PbMo_6S_8$), фулероны ($RbCs_2C_{60}$), железосодержащие пниктиды ($SmFeAsO_{0,85}$), железосодержащие халькогениды ($Na_xFe_2Se_2$), диборид магния, материалы на основе BiS_2 ($YbO_{0,5}F_{0,5}BiS_2$) и т.д.

Ученые разделяют их на две большие группы – высокотемпературные (ВТСП, рабочая температура - выше 20 К) и низкотемпературные (НТСП, рабочая температура 4,2 К и ниже) сверхпроводящие материалы.

Кроме температуры, параметрами, определяющими переход вещества в сверхпроводящее состояние, являются величина магнитного поля и критический ток. Именно комплекс данных трех критических параметров и определяет потенциал применения того или иного сверхпроводника в технике.

На практике только малая часть сверхпроводящих соединений пригодна для создания технических сверхпроводников в виде лент, единичных проволок (стрендов), многопроволочных кабелей и используется при создании технических устройств.

Как правило, технические сверхпроводники представляют собой сложных композиционный материал, в котором само сверхпроводящее соединение или сплав заключено в оболочку из резистивного металла. Создание таких композитов является сложной, многоуровневой задачей, связанной не только с получением самого сверхпроводника, но и исходных материалов для его изготовления. Например, при разработке технологии получения композиционной проволоки из хрупкого интерметаллического соединения Nb_3Sn для магнитной системы проекта Международного Термоядерного Экспериментального Реактора (ИТЭР) было необходимо разработать технологии плавки высокочистого ниобия и высокооловянной бронзы с содержанием олова 14 мас.%, исследовать микроструктуру и ме-

ханические свойства полученных материалов, рассчитать конструкцию единичного сверхпроводника, которая позволила бы получить требуемые электрофизические характеристики, определить маршруты деформации и режимы промежуточных термообработок, которые позволили бы изготовить сверхпроводник с единичной длиной куска более 3 км.

Таким образом, для разработки технологии изготовления сверхпроводника только для проекта ИТЭР была создана команда ученых и инженеров в области материаловедения, плавки и литья, криогенной и вакуумной техники, обработки металлов давлением и т.д. Слаженная работа высококвалифицированных специалистов позволила создать конкурентно способный, отвечающий всем требованиям сверхпроводник. В России на АО ЧМЗ для магнитной системы ИТЭР было выпущено более 100т. сверхпроводника на основе Nb_3Sn , соответствующего всем требованиям,

Тем не менее, до сих пор множество вопросов по технологии технических сверхпроводников остается нерешенными. Это частично обусловлено постоянно возрастающими требованиями разработчиков магнитных систем на основе сверхпроводников. Например, для создания магнитной системы Кругового Коллайдера Будущего (FCC, ЦЕРН), который потенциально потребует применения более 9000 тонн НТСР сверхпроводника на основе Nb_3Sn и $NbTi$, необходимы длинномерные технические сверхпроводники с плотностью критического тока более 1500 A/mm^2 во внешнем магнитном поле 16 Тл при температуре 4,2 К.

В магнитной системе медицинских МРТ - томографов сейчас используются $NbTi$ сверхпроводники, как наиболее дешевые из всех. Но уже рассматриваются конструкции томографов с использованием обмоточных материалов на основе MgB_2 и ВТСР. В магнитной системе Кругового электрон - позитронного коллайдера (СЕРС, Китай) планируется использовать сильнополюсные железосодержащие сверхпроводники.

Высокотемпературные сверхпроводники могут представлять собой как композиционную проволоку (ВТСР 1-го поколения), так и ленту с нанесенными в определенной последовательности на металлическую ленту - подложку сверхпроводящими и буферными слоями. Основными лимитирующими параметрами применения этих материалов являются не столько критические свойства, которые, благодаря более чем 30-летним интенсивным научным исследованиям, достигли, в частности для купратных ВТСР, очень высокого уровня, но вопросы их стоимости и технологичности.

В заключении хотелось бы подчеркнуть, что разработка новых методов получения технических сверхпроводников из известных и перспективных материалов остается актуальным, наряду с открытием новых сверхпроводящих соединений.

«Мечта» ученых – комнатная сверхпроводимость с каждым годом приближается к реальности.

I.M. ABDYUKHANOV, M.V. ALEKSEEV, A.S. TSAPLEVA

JSC "VNINM", Moscow, Russia

IMAbdyukhanov@bochvar.ru

MODERN SUPERCONDUCTING MATERIALS AND THEIR APPLICATION

The phenomenon of superconductivity was discovered in 1911 by Kamerling-Oneness. The basis for the manifestation of the superconductivity effect in metals and alloys is the formation special conditions in the material for the interaction of crystal lattice ions with conduction electrons, at which it becomes energetically advantageous to form correlational-coupled pairs of electrons, the so-called Cooper pairs with a sufficiently large characteristic coherence length. In 1986 and 2021, during the in-depth study of high temperature superconductors, other mechanisms of the superconductivity effect were proposed.

Currently, the quantity of superconducting compounds numbers several hundred and is continuously growing. For example, these include intermetallic compounds with A-15 structure, Chevrel phases (PbMo_6S_8), fullerenes ($\text{RbCs}_2\text{C}_{60}$), iron-containing pnictides ($\text{S}_m\text{FeAsO}_{0.85}$), iron-containing chalcogenides ($\text{Na}_x\text{Fe}_2\text{Se}_2$), magnesium diboride, BiS_2 -based materials ($\text{YbO}_{0.5}\text{F}_{0.5}\text{BiS}_2$), etc.

Scientists divide them into two large groups – high temperature (HTS, operating temperature - above 20 K) and low temperature (LTS, operating temperature 4,2 K and below) superconducting materials.

In addition to temperature, the parameters determining the transition of a substance to a superconducting state are the magnitude of the magnetic field and the critical current. It is the complexity of these three critical parameters that determine the potential of using a particular superconductor in engineering.

In practice, only a small part of superconducting connections is suitable for creating technical superconductors in the form of ribbons, single wires (strands), multi-wire cables and is used in the creation of technical devices.

As a rule, technical superconductors are complex composite materials in which the superconducting compound or alloy itself is enclosed in a shell of resistive metal. The creation of such composites is a complex, multi-level task associated not only with obtaining the superconductor itself but also with the raw materials for its manufacture. For example, when developing a technology for producing composite wire from a brittle intermetallic compound Nb_3Sn for the magnetic system of the International Thermonuclear Experimental Reactor (ITER) project, it was necessary to develop technologies for melting high-purity niobium and high-solute bronze with a tin content of 14 wt.%, to investigate the microstructure and mechanical properties of the materials obtained, to calculate the design of a single superconductor that would allow obtaining the

required electrophysical characteristics, to determine the deformation routes and intermediate heat treatment modes that would make it possible to produce a superconductor with a single piece length of more than 3 km.

Thus, to develop a superconductor manufacturing technology only for the ITER project, a team of scientists and engineers in the field of materials science, melting and casting, cryogenic and vacuum technology, metal pressure treatment, etc. was created. The coordinated work of highly qualified specialists made it possible to create a competitively capable superconductor that meets all requirements. In Russia, JSC ChMZ produced more than 100 tons of Nb₃Sn-based superconductors for the ITER magnetic system that meets all the requirements.

Nevertheless, there are still many questions about the technology of technical superconductors that remain unresolved. This is partly due to the ever-increasing demands of developers of magnetic systems based on superconductors. For example, to create a magnetic system of the Circular Collider of the Future (FCC, CERN), which will potentially require the use of more than 9,000 tons of Nb₃Sn and NbTi-based superconductors, long-length technical superconductors with a critical current density of more than 1500 A/mm² in an external magnetic field of 16 T at a temperature of 4,2 K.

The magnetic system of medical MRI scanners now uses NbTi superconductors, as the cheapest of all. But the designs of tomographs using winding materials based on MgB₂ and HTS are already being considered. It is planned to use high-field iron-containing superconductors in the magnetic system of the Circular Electron-Positron Collider (CEPC, China).

High temperature superconductors can be either a composite wire (HTS of the 1st generation) or a tape with superconducting and buffer layers applied in a certain sequence to a metal tape substrate. The main limiting parameters of the use of these materials are not so much the critical properties, which, thanks to more than 30 years of intensive scientific research, have reached, in particular for cuprate HTS, a very high level, but the issues of their cost and manufacturability.

Currently the development of new methods for obtaining technical superconductors from known and promising materials remains relevant, along with the discovery of new superconducting compounds. The "dream" of scientists - indoor superconductivity is getting closer to reality every year.

А.Ф. ГУБКИН

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН
agubkin@imp.uran.ru

ПОРОШКОВАЯ ДИФРАКЦИИ НЕЙТРОНОВ В РЕШЕНИИ МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИХ ЗАДАЧ

Дифракционные методы уже более 100 лет успешно применяются в фундаментальных исследованиях конденсированных сред, а также для решения материаловедческих задач промышленных компаний [1]. Сегодня практически любой исследовательский проект в области физического материаловедения начинается с аттестации образцов при помощи дифракции рентгеновского излучения. При аттестации полученные экспериментальные данные в автоматическом режиме проходят проверку и идентификацию по базам данных сотен тысяч известных материалов. Тем не менее, прогресс в развитии экспериментального оборудования, алгоритмов и программных пакетов обработки данных превратил порошковую дифракцию из рутинного метода фазового анализа в эффективный способ получения информации о структурных и микроструктурных свойствах материалов.

Несмотря на популярность рентгеновских методов дифракция нейтронов в материаловедческом сообществе известна в меньшей степени. Основные принципы рассеяния нейтронов мало отличаются от кинематической теории рассеяния рентгеновских лучей. Тем не менее, рентгеновское излучение взаимодействует с электронными оболочками атомов в то время, как нейтроны рассеиваются преимущественно ядрами атомов. Иной механизм рассеяния нейтронов означает, что в нейтрон-дифракционном эксперименте исследователь может получить дополнительную информацию о структурных свойствах материала, очень часто недостижимую в рентгеновском эксперименте. В частности, нейтроны более чувствительны к ядрам легких элементов (водород, литий и т.д.), хорошо различают атомы с соседними порядковыми номерами (например, железо и кобальт), по-разному рассеиваются изотопами одного и того же элемента (например, водород и дейтерий). Более того, наличие у нейтрона магнитного момента делает нейтронную дифракцию уникальным прямым методом исследования магнитного упорядочения в материалах.

В настоящем докладе будет освещены основные принципы порошковой дифракции нейтронов и приведены примеры использования данной методики для решения материаловедческих задач.

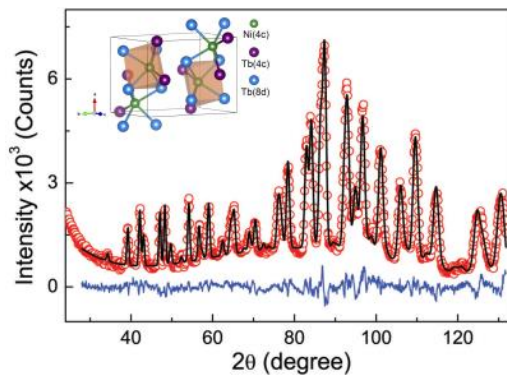


Рис. 1. Порошковая нейтронограмма и модель элементарной ячейки соединения Tb₃Ni

1. V.K. Pecharsky, P.Y. Zavaliy "Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials", Second edition, Springer, 2009.

MAX WOLFF

Uppsala University, Uppsala, Sweden

NEUTRONS IN MATERIALS RESEARCH

Neutrons are a nuclear probe and an excellent tool for materials research. The weak interaction with the nuclei leads to a high penetration power and the possibility to measure bulk properties. In addition, neutrons are sensitive to light elements and isotope selective. This property enable contrast variation experiments by e.g. hydrogen and deuterium labelling. Finally, the spin of the neutron allows, not only, to sense the magnetic induction in materials but also results in so called spin incoherent scattering, which allows to probe tracer diffusion. In this talk I will present the basic principles of neutron scattering methods and show some recent applications in material science, highlighting the unique capabilities of the method.

MAX WOLFF

Uppsala University, Uppsala, Sweden

SOLID-LIQUID BOUNDARIES STUDIES WITH NEUTRONS

Solid-liquid boundaries are difficult to study, as a probe is required, which penetrates engineering materials and gets strongly scattered from light elements. Neutrons are such a probe and I will summarise recent contributions of Neutron Reflectometry and grazing incidence scattering to the field. In particular, I will discuss the solid-liquid boundary condition in hydrodynamics and consequences as well as potential molecular origins of surface slip and stick slip transitions.

С.В. РОГОЖКИН^{1,2}, А. А. НИКИТИН^{2,1}, А.А. ХОМИЧ^{2,1}, А.А.
БОГАЧЕВ^{2,1}, А.В. КЛАУЗ^{1,2}, Н.А. ИСКАНДАРОВ^{2,1}, А.А.
ЛУКЬЯНЧУК^{2,1}, О.А. РАЗНИЦЫН^{2,1}, А.С. ШУТОВ^{2,1}, А.Г.
ЗАЛУЖНЫЙ^{1,2}, Ю.Е. ГОРШКОВА³, Г.Д. БОГУЧАВА³

¹*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

²*НИЦ «Курчатовский институт» – ИТЭФ, Москва, Россия*

³*Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Россия
SVRogozhkin@mephi.ru; Sergey.Rogozhkin@itep.ru*

КОМПЛЕМЕНТАРНЫЙ АНАЛИЗ РАДИАЦИОННЫХ ЭФФЕКТОВ В МАТЕРИАЛАХ

Прогнозирование радиационной стойкости конструкционных материалов в радиационных полях неразрывно связано с пониманием процессов эволюции микроструктуры (формирования радиационных дефектов, предвыделений и выделений фаз, перераспределения примесей и легирующих элементов). Хорошо известно, что существенные макроскопические проявления, такие как набухание, охрупчивание и т.д., непосредственно связаны с процессами, протекающими на атомно-либо нано-масштабном уровне. В тоже время экспериментальное изучение процессов на таких масштабах в сталях и других многокомпонентных материалах затруднительно. Изучение структурных перестроек таких материалов требует применения ряда экспериментальных методик.

Универсальным методом анализа микроструктуры материалов является просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), позволяющая анализировать зёрнистую структуру, фазовое состояние и различные включения (см., например [1,2]). Современные ПЭМ установки также позволяют проводить рентгеновской спектроскопию или спектрометрию электронных энергетических потерь [3]. Мельчайшие включения и кластеры можно обнаружить с помощью малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН) [4] или с помощью атомно-зондовой томографии (АЗТ) [2,5]. МУРН позволяет определить с высокой точностью объемную плотность включений и нанокластеров, а также получить их распределение по размерам. Химический состав и пространственное распределение этих кластеров могут быть детально изучены с помощью атомно-зондовой томографии. АЗТ исследования показывают, что состав наноразмерных включений зачастую отличается от состава больших стехиометрических включений фаз. Эти методы являются взаимодополняющими, и исчерпывающую информацию дает только комплексный анализ радиационно-индуцированных эффектов

[5,6].

В настоящей работе представлены результаты анализа наноструктуры различных реакторных сталей. Значительное внимание уделено дисперсно-упрочненным оксидами сталей, содержащим высокую плотность оксидных включений и нанокластеров, обогащенных Y, O и другими легирующими элементами. Представлены результаты комплексного анализа с применением методов просвечивающей электронной микроскопии, атомно-зондовой томографии, малоуглового рентгеновского рассеяния.

1. S.V. Rogozhkin, A.A. Bogachev A.A. Nikitin, et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 486, 1–10 (2021),
2. S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich, A.A. Bogachev, et al. Physics of Atomic Nuclei, 83(11), 1519–1528 (2020),
3. M. Klimenkov, R. Lindau, A. Möslang, J. Nucl. Mater. 386–388 553-556 (2009),
4. R. Coppola, M. Klimiankou, R. Lindau, R.P. May, M. Valli, Physica B 350, e545–e548 (2004)
4. S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.G. Zaluzhnyi, et al, J. Nucl. Mater. 409, 94–99 (2011),
5. E. Meslin, M. Lambrecht, et al, J. Nucl. Mater. 406, 73–83 (2010)
6. A. Kryukov, L. Debarberis, A. Ballesteros, et al, J. Nucl. Mater. 429, 190–200 (2012).

S.V. ROGOZHKIN^{1,2}, A.A. NIKITIN^{2,1}, A.A. KHOMICH^{2,1}, A.A. BOGACHEV^{2,1}, A.B. KLAUZ^{1,2}, N.A. ISKANDAROV^{2,1}, A.A. LUKYANCHUK^{2,1}, O.A. RAZNITSYN^{2,1}, A.S. SHUTOV^{2,1}, A.G. ZALUZHNYI^{1,2}, Yu.E. GORSHKOVA³, G.D. BOGUCHAVA³

¹*National Research Nuclear University “MEPhI”, Moscow, Russia*

²*Institute for Theoretical and Experimental Physics named by A.I. Alikhanov of National Research Centre «Kurchatov Institute», Moscow, Russia*

³*Joint Institute for Nuclear Research, Dubna, Russia*

SVRogozhkin@mephi.ru; Sergey.Rogozhkin@itep.ru

COMPLEMENTARY ANALYSIS OF RADIATION EFFECTS IN MATERIALS

Prediction of radiation resistance of structural materials under irradiation is inextricably linked with understanding the microstructure evolution (the formation of radiation defects, pre-precipitates and precipitation of phases, redistribution of impurities and alloying elements). It is well known that significant macroscopic effects, such as swelling, embrittlement, etc., are directly related

to processes occurring at the atomic or nanoscale level. However, the experimental study of processes on such a scale in steels and other multicomponent materials is difficult. The study of structural rearrangements of such materials requires the use of a number of experimental techniques.

Transmission electron microscopy (TEM) is a universal method for analyzing the microstructure of materials, which makes it possible to analyze the grain structure, phase state, and various inclusions (see, for example, [1, 2]). Modern TEM devices also make it possible to carry out X-ray spectroscopy or spectrometry of electronic energy losses [3]. The smallest inclusions and clusters can be detected using small-angle neutron scattering (SANS) [4] or using atomic probe tomography (APT) [2, 5]. SANS makes it possible to determine with high accuracy the bulk density of inclusions and nanoclusters, as well as to obtain their size distribution. The chemical composition and spatial distribution of these clusters can be studied in detail using atomic probe tomography. APT studies show that the composition of nanosized inclusions often differs from the composition of large stoichiometric phase inclusions. These methods are complementary, and only a comprehensive analysis of radiation-induced effects provides required information [5, 6].

This work presents the results of an analysis of the nanostructure of various reactor steels. The most attention is oxide dispersion hardened steels containing a high density of oxide inclusions and nanoclusters enriched in Y, O and other alloying elements. The results of a comprehensive analysis using the methods of transmission electron microscopy, atom probe tomography, small angle X-ray scattering.

1. S.V. Rogozhkin, A.A. Bogachev A.A. Nikitin, et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B 486, 1–10 (2021),
2. S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich, A.A. Bogachev, et al. Physics of Atomic Nuclei, 83(11), 1519–1528 (2020),
3. M. Klimenkov, R. Lindau, A. Möslang, J. Nucl. Mater. 386–388 553-556 (2009),
4. R. Coppola, M. Klimiankou, R. Lindau, R.P. May, M. Valli, Physica B 350, e545–e548 (2004)
4. S.V. Rogozhkin, A.A. Aleev, A.G. Zaluzhnyi, et al, J. Nucl. Mater. 409, 94–99 (2011),
5. E. Meslin, M. Lambrecht, et al, J. Nucl. Mater. 406, 73–83 (2010)
6. A. Kryukov, L. Debarberis, A. Ballesteros, et al, J. Nucl. Mater. 429, 190–200 (2012).

В.Н. ПАШЕНЦЕВ¹, М.В. ПАШЕНЦЕВА²

¹*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

²*Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова,
Москва, Россия*

E-mail: pashentsev2001@mail.ru

ВЛИЯНИЕ СИСТЕМЫ ПОСТОЯННЫХ МАГНИТОВ НА ВЫХОДЕ МАГНЕТРОНА НА ПЛОТНОСТЬ ИОННОГО ТОКА НА ПОДЛОЖКУ

Магнетроны широко используются для осаждения пленок металлов, оксидов, нитридов и карбидов, имеющих различные оптические, диэлектрические и электрические свойства. Важным является не только химический состав покрытия, но и формирование плотной структуры пленки. Если растущая пленка имеет достаточно высокую температуру и бомбардируется потоком ионов с энергией десятки – сотни электрон-вольт, то подвижность осаждаемых атомов на поверхности пленки увеличивается. Поэтому согласно зонной модели микроструктурных пленок покрытие может быть структурированным и плотным без пор и столбчатой структуры на ее поверхности. Бомбардировка ионами пленки значительно влияет на ее рост процесс формирования ее структуры. На больших расстояниях поток ионов на подложку, находящуюся под отрицательным напряжением смещения, является незначительным, так как максимальная плотность плазмы находится вблизи катода магнетрона. Для повышения ионного тока на подложку между магнетроном и подложкой установлен кольцевой ряд дисковых NdFeB магнитов диаметром 15 мм, у которых одноименные полюса направлены навстречу друг другу перпендикулярно оси магнетрона [1]. Внешнее магнитное поле совместно с магнитным полем магнетрона удерживает электроны, увеличивая эффективность электронной ионизации газа, что приводит к уменьшению рабочего давления и увеличению плотности ионного тока [2]. В работе представлены результаты исследований зависимости плотности ионного тока на подложку в зависимости от расположения внешних магнитов. Ток разряда составлял 300 мА, напряжение 350 - 450 В, использовались газы: аргон, кислород и азот.

1. P. Spatenka, I. Leipner, J. Vacek and J. Musil. Plasma Sources Sci. Technol., 6, 46, (1997).
2. А.Н. Захаров, К.В. Оскомов, С.В. Работкин, А.А. Соловьев, Н.С. Сочугов. ЖТФ, 80 (5), 127, (2010).

V.N. PASHENTSEV¹, M.V. PASHENTSEVA²

¹National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia

²Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia

E-mail: pashentsev2001@mail.ru

INFLUENCE OF THE SYSTEM OF PERMANENT MAGNETS AT THE OUTPUT OF A MAGNETRON ON THE DENSITY OF THE ION CURRENT ON THE SUBSTRATE

Magnetrons are widely used to deposit films of metals, oxides, nitrides, and carbides with various optical, dielectric, and electrical properties. It is important not only the chemical composition of the coating, but also the formation of a dense structure of the film. If the growing film has a sufficiently high temperature and is bombarded by a flow of ions with an energy of tens to hundreds of electron-volts, then the mobility of the deposited adatoms on the film surface increases. Therefore, according to the band model of microstructured films, the coating can be structured and dense without pores and columnar structure on its surface. The ion bombardment of the film significantly affects its growth, the formation of its structure. At large distances, the ion flux onto a substrate under a negative bias voltage is insignificant, since the maximum plasma density is located near the magnetron cathode. To increase the ion current, an annular row of NdFeB disk magnets 15 mm in diameter is installed on the substrate between the magnetron and the substrate, in which the poles of the same name are directed towards each other perpendicular to the magnetron axis [1]. The external magnetic field, together with the magnetic field of the magnetron, holds the magnetized electrons, increasing the efficiency of electron ionization of the gas, which leads to a decrease in the working pressure and an increase in the ion current density [2]. This work presents the results of studies of the dependence of the ion current density on the substrate depending on the location of the external magnets. The discharge current was 300 mA, voltage 350 - 450 V, gases were used: argon, oxygen and nitrogen.

1. P. Spatenka, I. Leipner, J. Vacek and J. Musil. *Plasma Sources Sci. Technol.*, 6, 46, (1997).

2. A.N. Zakharov, K.V. Oskomov, S.V. Rabotkin, A.A. Soloviev, N.S. Sochugov. *Technical Physics*, 80 (5), 127, (2010).

И.С.ВЕРЕМЕЙ

Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь
Stetaram@gmail.com

СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И СТОЙКОСТЬ К ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОМУ ОКИСЛЕНИЮ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ $ZrN/Zr_{1-x}Cu_x$, СФОРМИРОВАННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

Перспективным направлением в современном радиационном материаловедении является создание конструкционных материалов для ядерных энергетических установок, способных обеспечивать работу реактора при больших температурах. Многослойные покрытия нитридов переходных металлов обладают высокой твердостью и показали лучшую стойкость к окислению [1]. Также проводились исследования многослойных покрытий, в которых слои представляют собой нанокристаллические и аморфные фазы [2]. Наблюдается большая стойкость к высокотемпературному окислению по сравнению с пленками моонитридов и аморфных пленок.

Покрытия $ZrN/ZrCu$ осаждались методом магнетронного осаждения в вакуумной камере (базовое давление $<10^{-5}$ Па). Пленки формировались при распылении мишеней из Zr , Cu при температуре $300^\circ C$ на подложки монокристаллического $Si(100)$ с термически выращенным слоем SiO_2 толщиной 10 нм. Подложка вращалась со скоростью 15 об/мин в течение всего осаждения, чтобы обеспечить равномерную толщину покрытия. Осаждение покрытий происходило в атмосфере $Ar + N_2$. Мишень Zr распылялась в режиме несбалансированной конфигурации магнитного поля с использованием источника постоянного тока. Особое внимание уделялось контролю состояния поверхности объекта перед началом осаждения с использованием многоэтапной процедуры очистки мишени. Парциальное давление N_2 измерялось и контролировалось во время осаждения с помощью масс-спектрометра MKS Microvision.

Элементный и фазовый состав осажденных пленок, а также пленок, отожженных на воздухе, исследовался методами рентгеноспектрального микроанализа и рентгеноструктурного анализа.

Толщина индивидуальных слоев ZrN и $Zr_{1-x}Cu_x$ были найдены методом рентгеновской рефлектометрии с использованием медного излучения ($CuK_{\alpha 1}$, $\lambda = 0,15406$ нм).

Отжиг образцов на воздухе производился последовательным нагреванием в интервале температур $400-950^\circ C$. Запись результатов окисления производилась в режиме реального времени.

Элементный состав многослойных покрытий показал образование системы $ZrN/Zr_{1-x}Cu_x$ ($x = 52,3$ и $73,8$ ат. %). Анализ данных рефлектометрии свидетельствует об образовании чередующихся плотных слоев, в которых

не происходит смешивания, позволяет определить толщину образованных пленок и толщины индивидуальных слоев. Полная толщина покрытий составляет 300 нм, а толщина слоя ZrCu равна 5 нм и 10 нм.

Результаты рентгеноструктурного анализа многослойных покрытий $n\text{-ZrN/a-Zr}_{1-x}\text{Cu}_x$ показал образование кристаллических и аморфных слоев ZrN и ZrCu соответственно. Присутствующие дифракционные максимумы соответствуют фазе ZrN с ГЦК структурой и ориентацией (111), (200), (220) и (311). С увеличением атомного содержания меди в аморфном слое происходит постепенное переориентирование от направления [111] к [200]. В чисто аморфных пленках заметно увеличение углового положения аморфного гало с повышением концентрации меди. Данное аморфное гало говорит об образовании твердой фазы на основе Zr и Cu. В многослойных покрытиях аморфные пики не наблюдаются из-за перекрытия их кристаллическими.

Методом Харэльда-Вагнера были рассчитаны размер ОКР и микродеформация. Размер ОКР составляет 34,4 нм, а микродеформация 0,3%.

В ходе отжига на воздухе в интервале температур 400–950°C были получены данные о способности многослойных покрытий сопротивляться окислению. При температуре 400°C образуются оксиды Cu_2O , $m\text{-ZrO}_2$ и $t\text{-ZrO}_2$. Аморфный слой распадается на кристаллическую медь и цирконий, которые в последствии окисляются. В пленках с максимальным содержанием меди образование оксида $m\text{-ZrO}_2$ происходит при большей температуре нагрева - 700°C. Это связано с меньшим удельным весом циркония в аморфном слое. При температуре 400°C и 550°C исчезает характерный пик ZrN (200) в образцах с концентрацией меди 73,8 и 52,3 ат. % соответственно. От толщины аморфного слоя окислительная стойкость покрытий не изменяется.

1. Panjan P, Navinsek B, Cvelbar A, Zalar A, Milošev I. Oxidation of TiN, ZrN, TiZrN, CrN, TiCrN and TiN/CrN multilayered hard coatings reactively sputtered at low temperature. *Thin Solid Films*. 1996;281–282:298–301. DOI: 10.1016/0040-6090(96)08663-4.
2. И. А. Солодухин, Г. Абади, В. В. Углов, С. В. Злоцкий, А. А. Малашевич. Стойкость к высокотемпературному окислению многослойных покрытий ZrN/SiNx и CrN/SiNx, сформированных магнетронным распылением. *поверхность. рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, 2020, № 4, с. 1–9.

I.S. VEREMEI
Belarusian state university, Minsk, Belarus
Stetaram@gmail.com

STRUCTURAL-PHASE STATE AND RESISTANCE TO HIGH-TEMPERATURE OXIDATION OF MULTILAYER ZrN/Zr_{1-x}Cu_x COATINGS FORMED BY MAGNETRON SPUTTERING

A promising direction in modern radiation material science is the creation of structural materials for nuclear power plants capable of ensuring the operation of a reactor at high temperatures. Multilayer coatings of transition metal nitrides have high hardness and have shown better resistance to oxidation [1]. Also, studies were carried out on multilayer coatings, in which the layers are nanocrystalline and amorphous phases [2]. A high resistance to high-temperature oxidation is observed in comparison with films of mononitrides and amorphous films.

ZrN/ZrCu coatings were deposited by magnetron deposition in a vacuum chamber (base pressure $<10^{-5}$ Pa). The films were formed by sputtering Zr and Cu targets at a temperature of 300 ° C onto single-crystal Si (100) substrates with a thermally grown SiO₂ layer 10 nm thick. The substrate was rotated at 15 rpm throughout the deposition to ensure a uniform coating thickness. The deposition of coatings took place in an Ar + N₂ atmosphere. The Zr target was sputtered in the unbalanced configuration of the magnetic field using a direct current source. Particular attention was paid to monitoring the state of the object surface before the start of deposition using a multi-stage target cleaning procedure. The N₂ partial pressure was measured and monitored during deposition using an MKS Microvision mass spectrometer.

The elemental and phase composition of the deposited films, as well as films annealed in air, was investigated by X-ray spectral microanalysis and X-ray structural analysis.

The thicknesses of the individual ZrN and Zr_{1-x}Cu_x layers were found by X-ray reflectometry using copper radiation (CuK_{α1}, $\lambda = 0,15406$ nm).

The samples were annealed in air by sequential heating in the temperature range 400–950 ° C. The oxidation results were recorded in real time.

The elemental composition of multilayer coatings showed the formation of the ZrN/Zr_{1-x}Cu_x system ($x = 52.3$ and 73.8 at. %). An analysis of the reflectometry data indicates the formation of alternating dense layers, in which mixing does not occur, and makes it possible to determine the thickness of the formed films and the thickness of individual layers. The total thickness of the coatings is 300 nm, and the thickness of the ZrCu layer is 5 nm and 10 nm.

The results of X-ray diffraction analysis of multilayer coatings nc-ZrN / a-Zr_{1-x}Cu_x showed the formation of crystalline and amorphous ZrN and ZrCu layers, respectively. The diffraction maximums present correspond to the ZrN

phase with an fcc structure and orientation (111), (200), (220), and (311). With an increase in the atomic content of copper in the amorphous layer, there is a gradual reorientation from the [111] to [200] direction. In purely amorphous films, an increase in the angular position of the amorphous halo with increasing copper concentration is noticeable. This amorphous halo indicates the formation of a solid phase based on Zr and Cu. In multilayer coatings, amorphous peaks are not observed due to their overlap with crystalline ones.

The CSR size and micro-strain were calculated using the Hareld-Wagner method. The CSR size is 34.4 nm, and the microdeformation is 0.3%.

During annealing in air in the temperature range 400–950°C, data were obtained on the ability of multilayer coatings to resist oxidation. At a temperature of 400°C, the oxides Cu₂O, m-ZrO₂ and t-ZrO₂ are formed. The amorphous layer decomposes into crystalline copper and zirconium, which are subsequently oxidized. In films with the maximum copper content, the formation of m-ZrO₂ oxide occurs at a higher heating temperature - 700°C. This is due to the lower specific gravity of zirconium in the amorphous layer. At temperatures of 400°C and 550°C, the characteristic peak of ZrN (200) disappears in samples with copper concentrations of 73.8 and 52.3 at. % respectively. The oxidation resistance of the coatings does not change with the thickness of the amorphous layer.

1. Panjan P, Navinsek B, Cvelbar A, Zalar A, Milošev I. Oxidation of TiN, ZrN, TiZrN, CrN, TiCrN and TiN/CrN multilayered hard coatings reactively sputtered at low temperature. *Thin Solid Films*. 1996;281–282:298–301. DOI: 10.1016/0040-6090(96)08663-4.
2. И. А. Солодухин, Г. Абади, В. В. Углов, С. В. Злоцкий, А. А. Малашевич. Стойкость к высокотемпературному окислению многослойных покрытий ZrN/SiNx и CrN/SiNx, сформированных магнетронным распылением. *поверхность. рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*, 2020, № 4, с. 1–9.

Э.Д. ИШКИНЯЕВ^{1,2}, Е.В. ХРИПТОВИЧ^{1,3}, В.Д. ВОРОНОВ^{1,2},
В.Н. ПЕТРОВСКИЙ², И.Н. ШИГАНОВ³.

¹*ООО НТО «ИРЭ-Полюс»*

²*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

³*МГТУ им. Н.Э. Баумана
ishkinyayev.emil@gmail.com*

МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ СТАЛЕЙ СКАНИРУЮЩИМ ЛАЗЕРНЫМ ЛУЧОМ

В работе представлена технология термической обработки различных инструментальных сталей сканирующим лазерным лучом для закалки и легирования приповерхностного слоя металлических изделий. Лазерная модификация инструментальных сталей имеет множество преимуществ по сравнению с традиционными методами термической обработки. Основным недостатком является высокая неоднородность температурных полей в области воздействия лазерного излучения при использовании стандартной оптической головки формирующей сфокусированный гауссовый пучок. Для решения данной проблемы проектируются оптические системы, позволяющие переформировать входной гауссовый пучок в оптимальное для термической обработки распределение интенсивности в поперечном сечении путем изменения формы преломляющих линз или использования дифракционных оптических элементов [1,2]. Однако, такие системы не обладают гибкостью в использовании, так как не имеют возможности перестройки профиля интенсивности в процессе обработки.

Гораздо большей степенью адаптации под геометрию поверхности имеет обработка сканированием [3]. При этом изменяя амплитуду осцилляций, скорость движения луча, мощность излучения в процессе сканирования, можно создавать энергетический вклад практически с любым распределением по площади. Таким образом сканатор является универсальным преобразователем энергетического распределения, позволяющим создавать необходимый профиль интенсивности для модификации поверхностей со сложной геометрией. Однако, экспериментальное определение оптимальных режимов обработки требует длительных работ вследствие большого количества контролируемых переменных процесса. В работе также представлена методика компьютерного моделирования процесса обработки сканатором, расчет интегральной интенсивности при сканировании с изменяющимися технологическими параметрами и температурных полей в процессе воздействия.

E.D. ISHKINYAEV^{1,2}, E.V. KHRIPTOVICH^{1,3}, V.D. VORONOV^{1,2},
V.N. PETROVSKIY², I.N. SHIGANOV³.

¹*Scientific and Technical Association "IRE-Polus"*

²*National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia*

³*Bauman Moscow State Technical University*

ishkinyaev.emil@gmail.com

SURFACE MODIFICATION OF STEELS WITH SCANNING LASER BEAM

The paper presents the technology of heat treatment of various tool steels with a scanning laser beam for hardening and alloying the near-surface layer of metallic parts. Laser modification of tool steels has many advantages over traditional heat treatment methods. The main disadvantage is high inhomogeneity of the temperature fields in the area of laser radiation exposure when using a standard optical head that forms a focused Gaussian beam. To solve this problem, optical systems are being designed to transform the input Gaussian beam into an optimal intensity distribution in the cross section for heat treatment by changing the shape of refractive lenses or using diffractive optical elements [1, 2]. However, such systems are not flexible in use, since they do not have the ability to change the intensity profile during processing.

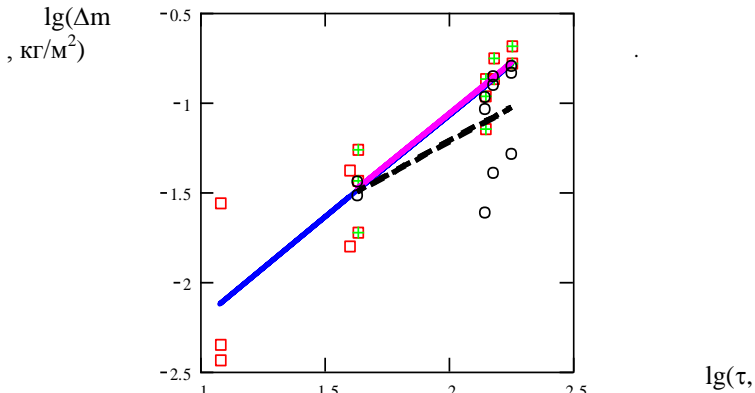
Scanning optical systems has greater adaptivity to the surface geometry [3]. At the same time, by changing oscillation amplitude, scanning speed of the beam and the radiation power during the scanning process, it is possible to create an energy contribution with practically any distribution over the area. Thus, the scanner is a universal converter of energy distribution, allowing you to create the required intensity profile for the modification of surfaces with complex geometry. However, the experimental determination of optimal processing parameters is challenging due to the large number of controlled variables. The paper also presents a computer modeling technique of treatment by scanner, the calculation of the integrated intensity during scanning with changing technological parameters and temperature fields during laser treatment.

1. Klocke F. Optimization of the laser hardening process by adapting the intensity distribution to generate a top-hat temperature distribution using freeform optics / F. Klocke, M. Schulz, S. Gräfe // *Coatings*. – 2017. – Vol. 7. – № 6.
2. Analytical heat conduction modelling for shaped laser beams / J. Sundqvist [et al.] // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2017. – Vol. 247. – 2016. – P. 48-54.
3. Customized laser beam intensity distribution for the laser surface treatment of geometrically convoluted components / P. Sancho [et al.] // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2019. – Vol. 263. – № December 2017. – P. 223-232.

СИНЕРГЕТИКА МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ЖИДКИМИ МЕТАЛЛАМИ

Высокая интенсивность взаимодействия компонентов в жидких металлах особенно явно проявляет действие законов синергетики (самосогласованности процессов). Достаточно быстро достигается равновесие в системе, что позволяет эффективно использовать классические термодинамические расчеты. При этом предварительная обработка поверхности конструкционных материалов играет меньшую роль, чем в газовых средах.

Представленная на рисунке зависимость потери массы сталей ферритно-мартенситного класса от длительности статических изотермических испытаний в сплаве Pb-Zr в атмосфере N₂ при 973К, в том числе с предварительной имплантацией N⁺ с энергией 70 кэВ, дозой 5·10¹⁸ ион/см² демонстрирует совпадение значений в пределах разброса данных.



Зависимость потери массы сталей 16X12VMCFB, X13M2C2 от длительности испытаний в сплаве Pb-Zr в атмосфере азота при 973К.

□ – сталь 16X12VMCFB, $\Delta m, \text{кг/м}^2 = 4,8 \cdot 10^{-4} \cdot \tau^{1,12}$, $R^2=0,81$;

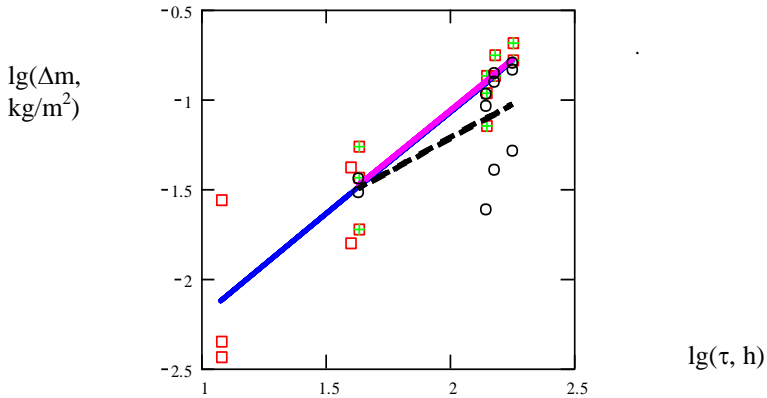
○ – сталь X13M2C2, $\Delta m, \text{кг/м}^2 = 1,73 \cdot 10^{-3} \cdot \tau^{0,77}$, $R^2=0,33$;

+ – с предварительной имплантацией ионов N⁺ в сталь 16X12VMCFB

SYNERGY OF MODIFICATION THE STRUCTURAL MATERIALS SUR-FACE BY LIQUID METALS

The high intensity of interaction of components in liquid metal flakes especially clearly shows the effect of the laws of synergy (self-coherence of processes). Equilibrium in the system is quickly achieved, which allows the efficient use of classical thermodynamic calculations. At the same time, preliminary treatment of the surface of structural materials plays a smaller role than in gas raw materials.

The dependence of the weight loss of ferrite-martensitic class steels on the duration of static isothermal tests in the Pb-Zr alloy in the atmosphere N_2 at 973K, including with preliminary implantation of N^+ with an energy of 70 keV, a dose of $5 \cdot 10^{18}$ ion/cm², is shown.



The weight loss dependence of steels 16Cr12WMoSiVNbB, Cr13Mo2Si2 on the duration of tests in the Pb-Zr alloy under nitrogen at 973K.

□ – steel 16Cr12WMoSiVNbB, $\Delta m, \text{кг/м}^2 = 4,8 \cdot 10^{-4} \cdot \tau^{1,12}$, $R^2=0,81$;

○ – steel, Cr13Mo2Si2, $\Delta m, \text{кг/м}^2 = 1,73 \cdot 10^{-3} \cdot \tau^{0,77}$, $R^2=0,33$;

+ – with preliminary implantation of N^+ ions into steel 16Cr12WMoSiVNbB

Е.А. ОРЛОВА¹, А.Е. СОЛОМАТИН², Д.С. САМОХИН¹

¹ИАТЭ НИЯУ МИФИ, Обнинск, Россия;

²ИЯИ РАН, Троицк, Россия

EAOrlova@mephi.ru

ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЕ В ОБЛАСТИ МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВРЕЖДЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ СТАЛИ, ИСПЫТАННОЙ В СВИНЦЕ

Представлены результаты исследования методом двухимпульсной лазерной атомно-эмиссионной спектроскопии участков образца стали 16X12ВМСФБР после выдержки в свинце с единичной активностью кислорода при 923 К в течение 15 ч. и последующей выдержки с нанесенным искусственным дефектом в виде набора параллельных царапин шириной 367 мкм и глубиной до 20 мкм при 900 К в течение 15 ч.

Методика исследований включает серию точечных измерений вдоль оси, перпендикулярной к линии дефекта, от отверстия до противоположной грани с шагом 0,5 мм, как с лицевой, так и с обратной стороны в двухимпульсном режиме работы лазера с энергией накачки 10 Дж, методом послыйного анализа. Глубина кратера (слоя, n) испаряемого материала за один выстрел ≤ 1 мкм. Диаметр кратера около 0,2 мм.

В поперечном сечении образца стали 16X12ВМСФБР обнаружено симметричное относительно линии искусственного дефекта перераспределение компонентов стали и свинца как с лицевой, так и с обратной стороны образца. Кроме того, отклонение от марочного состава стали наблюдали вблизи крепежного отверстия и края образца, что свидетельствует о влиянии механической деформации на перераспределение компонентов стали при контакте со свинцом. Причем концентрации Cr, Mn, Si растут, отдавая преимущество “естественным” дефектам, т.е. более длительное время контактирующим со свинцом в напряженном состоянии. Результаты свидетельствуют о необходимости исследования исходного состояния и предварительной обработки изделий для повышения совместимости со свинцом.

E.A. ORLOVA¹, A.E. SOLOMATIN², D. S. SAMOKHIN¹

¹*IATE NRNU MEPHI, Obninsk, Russia;*

²*INR RAS, Troitsk, Russia*

EAOrlova@mephi.ru

REDISTRIBUTION IN THE FIELD OF MECHANICAL DAMAGE OF COMPONENTS OF THE STEEL TESTED IN LEAD

Results of research by method of double-pulse laser-atomic emission spectroscopy of sites of a sample of steel 16Cr12WMoSiVNbB after endurance to lead with single activity of oxygen at 923 K during 15 h and the subsequent endurance with the caused artificial defect in the form of a set of parallel scratches with a width of 367 μm and a depth of up to 20 μm at 900 K during 15 h are presented.

The method of research includes a series of point measurements along the axis perpendicular to the defect line, from the hole to the opposite face with a pitch of 0.5 mm, both from the front and from the back in a two-pulse mode of operation of a laser with a pumping energy of 10 J, using a layer analysis method. The depth of the crater (layer, n) of the vaporized material in one shot is ≤ 1 μm . The diameter of the crater is about 0.2 mm.

In the cross section of a sample of steel 16Cr12WMoSiVNbB redistribution of components of steel, symmetric concerning the line of artificial defect, and lead is revealed. Symmetric redistribution of components of steel concerning the line of artificial defect is revealed as well from a reverse side of a sample. Besides, the deviation from branded composition of steel was observed near a fixing opening and edge of a sample that testifies to influence of mechanical deformation on redistribution of components of steel at contact with lead. Concentrations of Cr, Mn, Si increase, giving advantage to " natural " defects, i.e., longer time in contact with lead in stressed state.

The results indicate the need to investigate the initial condition and pre-treatment of products to improve compatibility with lead.

М.В. КРЫЛОВА, Е.А. ДЕРГУНОВА, И.М. АБДЮХАНОВ,
М.В. АЛЕКСЕЕВ, А.С. ЦАПЛЕВА, К.А. МАРЕЕВ,
И.И. САВЕЛЬЕВ, М.Н. НАСИБУЛИН, Н.В. КОНОВАЛОВА
АО «ВНИИИМ», Москва, Россия
mashushula@mail.ru, MKrylova@bochvar.ru

РАЗРАБОТКА Nb₃Sn СВЕРХПРОВОДНИКОВ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ ДЛЯ СОВРЕМЕННЫХ УСКОРИТЕЛЕЙ

Масштабной задачей последних лет является разработка Nb₃Sn сверхпроводников для модернизации Большого Адронного Коллайдера с повышенной светимостью (High-Luminosity Large Hadron Collider) и Кольцевого Коллайдера Будущего (Future Circle Collider). Основной проблемой при изготовлении Nb₃Sn сверхпроводников для этих проектов является достижение сочетания высокой критической плотности тока при сохранении высокого уровня стабилизирующих свойств медной оболочки.

Известно, что не только количество, но и структура Nb₃Sn фазы и ее состав определяют уровень критической плотности тока (J_c). При этом конструкционные параметры исходного композиционного провода (размер составляющих его элементов, их состав и расположение), а также режим реакционной термообработки (РТО) (скорость нагрева, температура и длительность выдержки) имеют определяющее влияние на морфологию зеренной структуры сверхпроводящей фазы.

В работе изучено влияние конструкционных параметров и режимов РТО на структурные и электрофизические свойства Nb₃Sn сверхпроводников, полученных методом внутреннего источника подпитки оловом (ВИП). Различными методами поэтапно, в процессе ступенчатой РТО, исследованы особенности механизма формирования сверхпроводящей фазы, ее состав и морфология зеренной структуры. Проведены исследования, включающие в себя металлографический и количественный анализ изображений, полученных методом СЭМ, в том числе фрактографический анализ поверхности излома, МРС - анализ состава, а также анализ изображений и электронограмм, полученных методом просвечивающей растровой электронной микроскопии.

В результате проведенных исследований были уточнены механизмы формирования фазы Nb₃Sn на различных стадиях процесса термообработки и выявлена взаимосвязь конструкционных параметров сверхпроводника и режимов РТО с морфологией зеренной структуры и составом сверхпроводящей фазы. Показано, что оптимизация соотношения размеров составляющих элементов композиционного сверхпроводника оказывает существенное влияние на структурные характеристики сверхпроводящей фазы.

Анализ результатов измерений электрофизических характеристик полученных образцов позволил обосновать подходы к оптимизации конструкций и режимов РТО сверхпроводников для достижения их высокой токонесущей способности.

Разработанные рекомендации позволили получить Nb_3Sn сверхпроводники нового поколения с повышенной токонесущей способностью (до 2707 A/mm^2 в 12 Тл, 4,2 К), превышающей более чем в три раза J_c сверхпроводников для ИТЭР. При этом удалось сохранить высокий уровень значений относительного остаточного электросопротивления медной стабилизации (RRR - Residual Resistive Ratio > 150).

Впервые в России в промышленных условиях получен Nb_3Sn сверхпроводник нового поколения с распределенными источниками олова и длиной единичного куска более 1,5 км (общей длиной 12 км) со значением $J_c > 2450 \text{ A/mm}^2$ (при 12 Тл и 4,2 К), удовлетворяющий требованиям магнитной системы HL-LHC, и поставлен в ЦЕРН.

Н.В. КОНОВАЛОВА¹, И.М. АБДЮХАНОВ¹, Е.А. ДЕРГУНОВА^{1,2},
М.В. КРАВЦОВА¹, **В.А. ДРОБЫШЕВ¹**, А.С. ЦАПЛЕВА¹,
К.А. МАРЕЕВ¹, М.Н. НАСИБУЛИН¹, М.В. АЛЕКСЕЕВ¹

¹АО «ВНИИИМ», Москва, Россия

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

NViKonovalova@bochvar.ru

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА Nb₃Sn СВЕРХПРОВОДНИКОВ ДЛЯ РАБОТЫ В ПЕРЕМЕННЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ

В поисках альтернативных путей получения электроэнергии и изучения природы вещества ученые разрабатывают все более сложные устройства – термоядерные реакторы (например, ИТЭР и ДЕМО) и крупномасштабные ускорители.

Для создания их магнитных систем как правило используют сверхпроводящие материалы, чаще всего на основе интерметаллического соединения Nb₃Sn. Требования к таким материалам предъявляют по комплексу свойств – это и достаточно высокая токонесущая способность порядка 1000 А/мм² и низкие энергетические потери.

Одним из методов получения сверхпроводников на основе Nb₃Sn является бронзовый метод. Его суть заключается в экструзии и волочении композиционной сборки из ниобиевых прутков, расположенных в бронзовой матрице, до финального диаметра. После изготовления проводников проводится диффузионная термообработка для формирования фазы Nb₃Sn за счет реакционного взаимодействия между Sn из бронзовой матрицы и Nb волокнами. В этом случае токонесущая способность сверхпроводника определяется не только конструкцией провода, но и содержанием олова в бронзовой матрице. При этом известно, что высокооловянная бронза (с содержанием олова 14 мас. % и более) является сложно деформируемой, поскольку при переходе предела растворимости олова в меди происходит выделение частиц твердого и хрупкого эвтектоида, которые препятствуют протеканию пластической деформации и ведут к значительному снижению пластичности бронзы. В связи с этим важно получить равномерное распределение мелкодисперсного эвтектоида в слитках.

В работе изучены особенности микроструктуры и механических свойств высокооловянной легированной бронзы, полученной дуплекс-процессом и по Osprey-технологии в литом состоянии. Показано, что бронза, полученная по Osprey – технологии, характеризуется меньшим количеством эвтектоидных частиц. При этом, их размер, по сравнению с бронзой, полученной дуплекс-процессом, в несколько раз меньше (макс-

симальный размер достигает 12-17 мкм для бронзы с повышенным до 16 мас. % Sn). Установлено, что увеличение содержания олова в бронзе, полученной по Osprey-технологии, до 16 мас. % приводит к небольшому (на 5-40 Мпа) увеличению прочностных свойств и снижению относительного удлинения в среднем на 5-15 единиц по сравнению с бронзой с 14,2 мас. % Sn.

Разработаны конструкции и технология изготовления Nb_3Sn проводников по бронзовому методу с повышенным до 16 мас. % содержанием Sn в бронзовой матрице. В АО «ВНИИНМ» были изготовлены по бронзовой технологии экспериментальные партии ДМ1 и ДМ1,5 Nb_3Sn стрендов \varnothing 1 мм, при этом расчетное значение диаметра волокна составило 1,89 и 1,30 мкм, соответственно. Изучено влияние содержания олова в бронзовой матрице на структуру сверхпроводящего слоя в экспериментальных сверхпроводниках. Показано, что увеличение содержания олова в бронзовой матрице с 14 до 16 мас. % привело к росту доли равноосных зерен в Nb_3Sn слое на ~11% и к уменьшению объемной доли столбчатых зерен на ~12%. Проведен анализ результатов измерений критических характеристик проводников после двух режимов реакционной термообработки. Максимальное значение плотности критического тока (J_c) 882 А/мм² (12 Тл, 4,2 К) достигнута на образцах стрендов ДМ1,0 на \varnothing 1 мм, что выше на 15 % по сравнению величиной J_c стрендов для магнитной системы ИТЭР.

Для бронзовой технологии плотность критического тока 1000 - 1100 А/мм² является предельным значением. С целью достижения более высокой токонесущей способности были разработаны конструкция и технологические режимы получения сверхпроводников по методу внутреннего источника олова. В этом случае сверхпроводник состоит из множества композиционных модулей, где источник Sn представляет собой центральную часть, окруженную прутками Nb, внедренными в Cu матрицу. В работе приведены результаты исследования экспериментальных сверхпроводников двух конструкций, состоящих из 31 и 19 композиционных модулей, диаметром 1 и 0,82 мм. Значения плотности критического тока составили 1223-1330 А/мм² (в поле 12 Т при 4,2 К) для двух партий, а уровень величины гистерезисных потерь достиг 1976 мДж/см³ (партия с 31 модулем) и 1529 мДж/см³ (партия с 19 модулями).

N.V. KONOVALOVA¹, I.M. ABDYUKHANOV¹,
E.A. DERGUNOVA^{1,2}, **V.A. DROBYSHEV¹**, M.V. KRAVTSOVA¹,
A.S. TSAPLEVA¹, K.A. MAREEV¹, M.N. NASIBULIN¹,
M.V. ALEKSEEV¹

¹JSC «VNIINM», Moscow, Russia

²National Research Nuclear University “MEPhI”, Moscow, Russia

NViKonovalova@bochvar.ru

STRUCTURE AND PROPERTIES OF Nb₃Sn SUPERCONDUCTORS FOR ALTERNATING MAGNETIC FIELD APPLICATIONS

To find new ways of energy generation and materials investigation scientists are developed more and complicated devices: thermonuclear reactors (e.g. ITER and DEMO) and large-scale accelerators.

The design of their magnet systems the superconducting materials based on intermetallic compound Nb₃Sn are demanded, as a rule. The requirements to such materials are complex properties and consist of high current capacity of about 1000 A/mm² and low energy losses.

One of the ways to fabricate Nb₃Sn superconductor is bronze-process method. It consists of extrusion and drawing of bronze matrix containing niobium billets to the final diameter. This is followed by heat treatment to form Nb₃Sn phase during diffusion reaction between bronze matrix and Nb filaments. In this case the current capacity is defined not only by wire construction but also by tin concentration in bronze matrix. It is known that high tin bronze (14 wt.% tin or more) has difficult workability as the transition of tin solubility limit in copper leads to precipitation of hard and fragile delta phase particles. It prevents plastic deformation and thereby significantly decreases bronze plasticity. For this reason it is important to have uniform distribution of fine-dispersed delta phase in ingots.

The features of microstructure and mechanical properties of high-tin alloyed bronze produced by duplex process and Osprey-technology in cast state have been studied. It has been shown that Osprey-technology bronze is characterized by fewer number of delta phase particles and their sizes are somewhat smaller (maximum size is 12-17 μm for 16 wt.% bronze) compared with duplex-process bronze. It was found that the increase of tin content in the Osprey-technology bronze to 16 wt.% results in a slight 5-40 MPa strength growth while the elongation drops up to 5-15 units compared with 14.2 wt.% Sn bronze.

Wire designs and production technology of bronze-process Nb₃Sn super-

conductors with up to 16 wt. % Sn in bronze matrix have been developed. Experimental Nb₃Sn strands DM1 and DM 1.5 of 1 mm in diameter have been produced by bronze route with estimated filament diameter 1.89 and 1.20 μm respectively. The effect of tin content in bronze matrix enhance on superconductor layer structure of experimental strand has been studied. It has been shown that tin content increase from 14 to 16 wt. % gives rise to equiaxial grain ratio in Nb₃Sn layer to ~11% and decreases volume ratio of columnar grains to ~12%. The analyses of the critical properties measurements after two regimes of reactions have been conducted. The maximum value of 882 A/mm² (at 12 T, 4.2 K) has been reached for DM1.0 strands at 1 mm diameter that is 15 % higher compared to J_c of Nb₃Sn strand for ITER magnetic system.

The critical current density of bronze-process wire is limited to 1000-1100 A/mm². In order to achieve higher level of J_c, the design and technology regimes of Internal Tin fabrication method were developed. In this method the superconductor strand consists of multiple composite modules where tin source is a central part surrounded with Nb rods that are incorporated in Cu matrix. The study results of two experimental superconductor strands designs with 31 and 19 composite modules have been presented in this paper. Critical current density values are 1223-1330 A/mm² (at 12 T, 4.2 K) for two strands while hysteresis losses level reached 1976 mJ/cm³ (31 modules strand) and 1529 mJ/cm³ (19 modules strand).

И.И. САВЕЛЬЕВ¹, Е.А. ДЕРГУНОВА^{1,2}, Н.В. КОНОВАЛОВА¹,
А.С. ЦАПЛЕВА¹, М.В. АЛЕКСЕЕВ¹, И.М. АБДЮХАНОВ¹,
К.А. МАРЕЕВ¹, М.В. КРЫЛОВА¹, М.Н. НАСИБУЛИН¹,
П.А. ЛУКЪЯНОВ¹, В.А. ДРОБЫШЕВ¹, М.В. КРАВЦОВА¹

¹АО «ВНИИИHM», Москва, Россия

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

iligsav@gmail.com, IISavelyev@bochvar.ru

ПРИМЕНЕНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ Ta И Zr В ПОЛУЧЕНИИ Nb₃Sn СВЕРХПРОВОДНИКОВ С ПОВЫШЕННОЙ ТОКОНЕСУЩЕЙ СПОСОБНОСТЬЮ

Для повышения рабочих характеристик Большого Адронного Коллайдера и применения в Круговом Коллайдере Будущего (проект FCC), предполагается использование ускоряющих магнитных катушек с обмоткой из Nb₃Sn сверхпроводников с высокой плотностью критического тока (J_c) до 1500 А/мм² в магнитном поле 16 Тл при температуре 4,2 К. Одним из способов увеличения J_c у Nb₃Sn сверхпроводников в магнитных полях является легирование танталом и цирконием. Введение Ta способствует увеличению скорости роста сверхпроводящего слоя Nb₃Sn. Повышение же его содержания приводит к росту величины верхнего критического поля H_{c2} при небольшом снижении критической температуры T_c . Поскольку границы зёрен Nb₃Sn являются преимущественными центрами закрепления квантов магнитного потока (т.н. пиннинга флюксоидов), то уменьшение размера зерна в слое служит эффективным способом повышения J_c . Это возможно при введении Zr (например, при использовании сплава Nb-1 мас.% Zr) и кислорода (методом внутреннего окисления) для формирования частиц ZrO₂ в сверхпроводящем слое. Эти частицы, располагаясь на границах зёрен, препятствуют росту зёрен, что ведет к увеличению плотности их границ и являются дополнительными центрами пиннинга, что способствует возрастанию J_c .

В работе исследовано влияние легирования Ta и Zr на механические свойства и структуру полуфабрикатов в виде прутков на основе ниобия в деформационных условиях получения отечественных Nb₃Sn сверхпроводников, а также влияние легирования Zr на скорость роста и микроструктуру сверхпроводящего слоя Nb₃Sn.

На основании анализа зависимостей механических свойств и структуры прутков из сплавов Nb с 4 и 7,5 мас.% Ta от степени холодной деформации и температуры отжига были разработаны технологические режимы и изготовлены прутки с полностью рекристаллизованной структурой. Показано, что средний размер зерна на прутках S3,2 мм из сплавов ниобия с Ta составил 20 мкм, что в 2 раза меньше, чем в прутках из чистого ниобия

марки Н6М. При этом механические свойства прутков ($H_u \sim 65 \div 75$ HV и $\sigma_B \sim 215 \div 225$ МПа) несколько превышали (на 15-20%) значения для прутков из нелегированного ниобия, применявшегося ранее, а δ наоборот оказалось ниже (28÷30%). Поэтому они были рекомендованы и успешно применены при изготовлении экспериментальных партий Nb_3Sn сверхпроводников методом внутреннего источника олова в промышленных условиях АО «ЧМЗ». Легирование сверхпроводников Ta привело к повышению их J_c в магнитном поле 16 Тл при 4,2К с 1100 до 1300 А/мм².

Установлено, что легирование ниобия 1 мас.% Zr привело к значительному измельчению зерна в прутках по сравнению с аналогичными прутками как из чистого ниобия, так и из его сплавов с Ta. После рекристаллизационного отжига (1100 °С, 1 ч), средний размер зерна составил ~ 8 мкм, что меньше в 4 раза, чем у ниобиевых прутков, и в 2 раза, чем у прутков из его сплавов с Ta. Показано, что прутки из Nb-1 мас.% Zr в рекристаллизованном состоянии имеют большую H_u (в 1,7-1,8 раза) по сравнению с ниобием, а σ_B и δ находятся примерно на том же уровне, что и для Nb с Ta ($\sigma_B \sim 250$ МПа, $\delta \sim 32$ %).

Анализ микроструктуры Nb_3Sn фазы в образцах изготовленного в АО «ВНИИНМ» модельного Nb_3Sn сверхпроводника, легированного Zr, подтвердил наличие в ней частиц второй фазы. Результаты измерения T_c и расчётов величины силы пиннинга (F_p) показали, что F_p легированных образцов выше, чем у нелегированных. Это, по-видимому, связано с реализацией двух механизмов пиннинга: закреплением флюксоидов как на границах зерен, так и на частицах второй фазы. На основании полученных результатов рекомендовано опробовать сплав Nb-1 мас.% Zr в качестве материала волокон Nb_3Sn сверхпроводников, получаемых методом внутреннего источника олова.

I.I. SAVEL'EV¹, E.A. DERGUNOVA^{1,2}, N.V. KONOVALOVA¹,
A.S. TSAPLEVA¹, M.V. ALEXEEV¹, I.M. ABDYUKHANOV¹,
K.A. MAREEV¹, M.V. KRYLOVA¹, M.N. NASIBULIN¹,
P.A. LUKYANOV¹, V.A. DROBYSHEV¹, M.B. KRAVTSOVA¹

¹JSC «VNIINM», Moscow, Russia

²National Research Nuclear University “MEPhI”, Moscow, Russia
iligsav@gmail.com, IISavelyev@bochvar.ru

APPLICATION OF Ta AND Zr DOPING IN THE PRODUCTION OF Nb_3Sn SUPERCONDUCTORS WITH INCREASED CURRENT CAPACITY

Accelerating magnetic coils with Nb_3Sn superconductor winding with a high critical current density (J_c) up to 1500 A/mm² (16 T, 4,2 K) are supposed to be used in the Future Circular Collider and for improving performance of the

Large Hadron Collider. Doping with tantalum and zirconium is one of the ways to enhance J_c of Nb_3Sn superconductors. Ta doping provides the growth rate increase of the superconducting Nb_3Sn layer. The increase of Ta content leads to an increase in the upper critical field H_{c2} with slight decline of the critical temperature T_c . Since the grain boundaries of Nb_3Sn are preferential centers for pinning of fluxoids, refinement of the grain size in superconducting layer is the effective way to enhance J_c . This is possible with the introduction of Zr (for example, by using an Nb-1 wt.% Zr alloy) and oxygen (by the internal oxidation method) to form ZrO_2 particles in the superconducting layer. These particles, located at the grain boundaries, impede grain growth and lead to increase the grain boundary density. Thus ZrO_2 particles are additional pinning centers what contributes to the enhance in J_c .

The effect of Ta and Zr doping on mechanical properties and structure of rods based on niobium, as well as the effect of Zr doping on the growth rate and microstructure of the Nb_3Sn superconducting layer have been investigated.

Nb rods with 4 and 7.5 wt.% Ta with completely recrystallized structure were manufactured by developed technical regimes, based on the analysis of the dependence of mechanical properties and structure depend on the cold deformation degree and regime of annealing temperature. It has been shown that the average grain size in rods (S3.2 mm) of Nb-Ta alloys is 20 μm , which is 2 times less than in the rods made of pure niobium. In this case, the mechanical properties of rods ($H_{\mu} \sim 65 \div 75$ HV and $\sigma_B \sim 215 \div 225$ MPa) slightly exceeded (by 15-20%) the values for the rods earlier used from pure niobium, while δ turned out to be lower (28-30%). Therefore, semi-finished products (rods of Nb-4 wt.% Ta and Nb-7.5 wt.% Ta) have been recommended and successfully applied in the manufacture of experimental batches of Nb_3Sn superconductors by internal-tin process in JSC «ChMP». Ta doping has led to enhance J_c of Nb_3Sn superconductors from 1100 to 1300 A/mm² (16 T, 4.2 K).

Doping of niobium rods with 1 wt.% Zr has led to a significant refining of grain size in comparison with similar rods of pure niobium and from its alloys with Ta too. Average grain size was $\sim 8 \mu m$ after recrystallization annealing (1100 °C, 1 h), which is 4 times less than that of niobium rods and 2 times less than that of rods of its alloys with Ta. It has been shown that recrystallized Nb-1 wt.% Zr rods have a higher H_{μ} (1.7-1.8 times) compared to pure niobium, and σ_B and δ are approximately at the same level as for niobium alloys with Ta ($\sigma_B \sim 250$ MPa, $\delta \sim 32\%$).

The presence of second phase particles in samples of model Nb_3Sn superconductor doped with Zr and manufactured in JSC «VNIINM» was confirmed by the analysis of Nb_3Sn phase microstructure. The results of T_c measurement and the pinning force (F_p) calculation showed that F_p of doped samples is higher than that of undoped ones. This is apparently associated with the implementation of two pinning mechanisms: pinning of fluxoids both at grain boundaries and on second phase particles. As a result it has been recommended to use Nb-1 wt.% Zr alloy as a material for fibers in Nb_3Sn superconductors manufactured by internal-tin process.

Д.А. АБИН¹, М.А. ОСИПОВ¹, А.С. СТАРИКОВСКИЙ¹,
И.А. РУДНЕВ¹, Т.В. КУЛЕВОЙ², П.А. ФЕДИН²,
К.Е. ПРЯНИШНИКОВ²

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

²НИЦ "Курчатовский институт" – ИТЭФ, Москва, Россия
Dima_abin@mail.ru

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ ЖЕЛЕЗА НА КРИТИЧЕСКУЮ ТЕМПЕРАТУРУ ВТСП КОМПОЗИТОВ

Современные композитные высокотемпературные сверхпроводники (ВТСП), в частности, ВТСП-ленты второго поколения на основе соединений редких земель (REBaCuO, где RE – редкая земля) обладают высокими значениями критического тока, благодаря чему они на данный момент широко используются в первую очередь в области электроэнергетики, позволяя создавать высокоэффективные линии электропередачи, моторы и генераторы. В силу того, что ВТСП-композиты также обладают высокими значениями плотности критического тока в сильных магнитных полях, это делает их крайне перспективным материалом для использования в ускорителях и токамаках, где сверхпроводники могут подвергаться длительному воздействию радиационного излучения. Для реализации этих систем необходимы экспериментальные исследования воздействия радиационного излучения на сверхпроводящие свойства ВТСП-лент.

В данной работе представлены результаты измерения критической температуры образцов промышленной ВТСП ленты 2ого поколения, облучённых ионами железа Fe^{2+} с энергией 5,6 МэВ при $T=300$ К флюенсами в диапазоне $5,0 \times 10^{12} - 1,0 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$. Перед воздействием с поверхности образцов методами химического травления удалялись слои меди и серебра, так что облучению подвергался только ВТСП слой толщиной ~ 1 мкм. После каждого флюенса проводилось измерение зависимости электросопротивления от температуры $R(T)$ (рис. 1). Из зависимостей $R(T)$ была определена критическая температура и ширина сверхпроводящего перехода. Показано, что при увеличении флюенса критическая температура монотонно падает и обращается в ноль при флюенсе $1,0 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (рис.2), что указывает на полную потерю сверхпроводящих свойств. Полученные данные впоследствии будут использованы для прогнозных расчетов радиационной стойкости ВТСП в нейтронных полях.

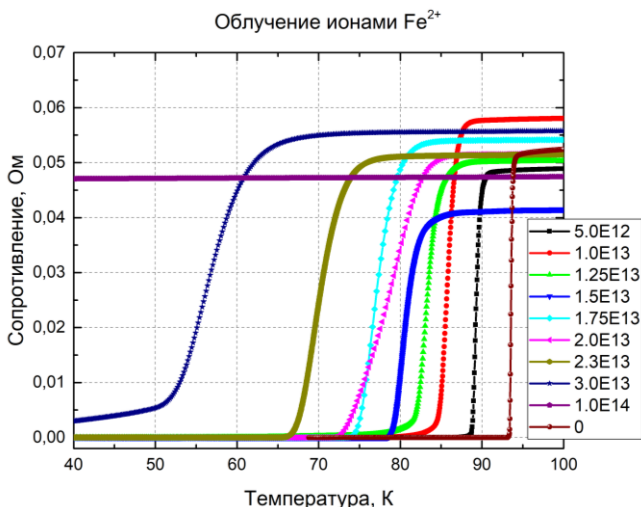


Рис. 1. Зависимость электросопротивления ВСПП ленты от температуры для различных флюенсов.

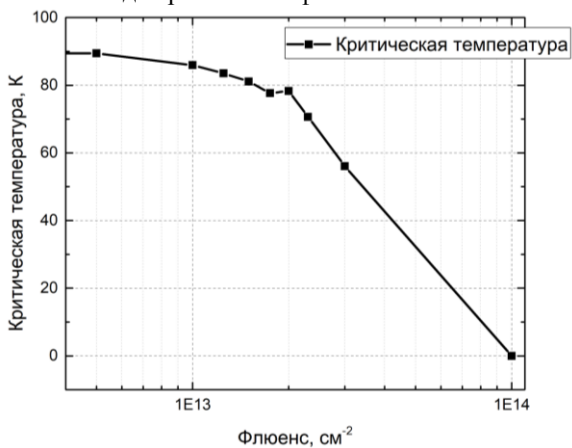


Рис. 2. Зависимость критической температуры образца ВСПП ленты от величины флюенса.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Росатома в рамках научного проекта № 20-21-00085. (И.А. Руднев)

Работа поддержана Государственным научным заданием (проект FSWU-2020-0035) при поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации. (Д.А. Абин, М.А. Осипов)

D.A. ABIN¹, M.A. OSIPOV¹, A.S. STARIKOVSKII¹, I.A. RUDNEV¹,
T.V. KULEVOY², P.A. FEDIN², K.E. PRYANISHNIKOV²

¹*National Research Nuclear University "MEPhI, Moscow, Russia*

²*Institute for Theoretical and Experimental Physics named by A.I. Alikhanov of
National Research Centre "Kurchatov Institute", Moscow, Russia*

Dima_abin@mail.ru

INFLUENCE OF IRRADIATION WITH IRON IONS ON THE CRITICAL TEMPERATURE OF HTS COMPOSITES

Modern composite high-temperature superconductors (HTS), in particular, second-generation HTS tapes based on rare earth compounds (REBaCuO, where RE is rare earth) have high critical currents, due to which they are currently widely used primarily in the electric power industry allowing the creation of highly efficient power lines, motors and generators. Due to the fact that HTS composites also possess high values of the critical current density in strong magnetic fields, this makes them an extremely promising material for use in accelerators and tokamaks, where superconductors can be exposed to radiation for a long time. It is necessary to experimentally research the effect of radiation on the superconducting properties of HTS tapes in order to implement these systems.

This work presents the results of measuring the critical temperature of samples of an industrial HTS tape of the second generation, irradiated with Fe²⁺ ions with an energy of 5.6 MeV at T = 300 K with fluences in the range of 5.0×10^{12} - 1.0×10^{14} cm⁻². Before exposure, layers of copper and silver were removed from the surface of the samples by chemical etching, so that only an HTS layer ~ 1 μm thick was exposed to irradiation. After each fluence, the temperature dependence of the electrical resistance R (T) was measured (Fig. 1). The critical temperature and width of the superconducting transition were determined from the R (T) dependences. It is shown that with increasing fluence, the critical temperature decreases monotonically and becomes zero at a fluence of 1.0×10^{14} cm⁻² (Fig. 2), which indicates a complete loss of superconducting properties. The data obtained will subsequently be used for predictive calculations of the radiation resistance of HTSs in neutron fields.

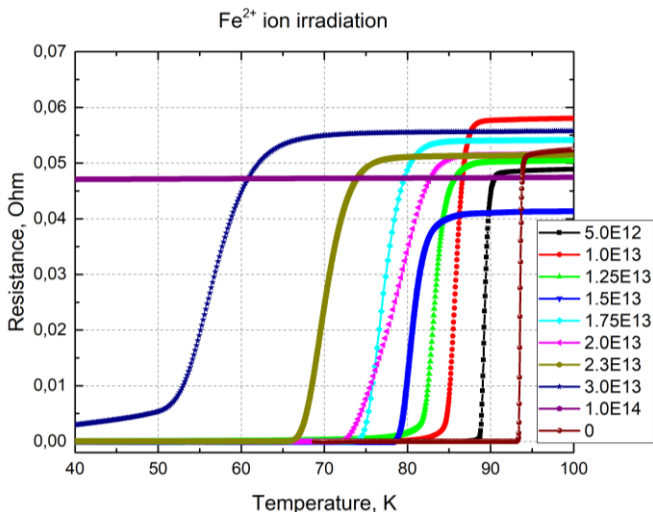


Fig. 1. Dependence of the electrical resistance of the HTS tape on temperature for various fluences.

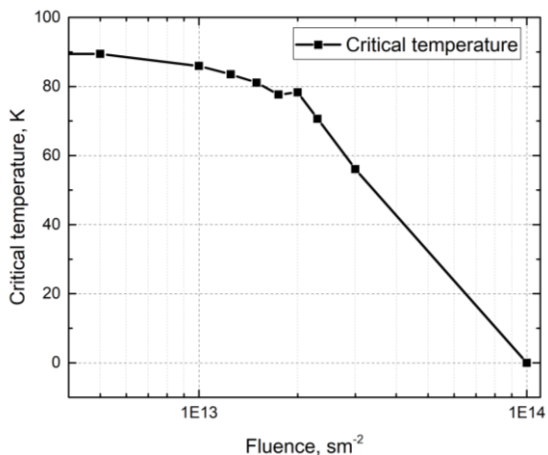


Fig. 2. Dependence of the critical temperature of a sample of an HTSC tape on the value of the fluence.

This work was funded by RFBR and ROSATOM, project number 20-21-00085. (I.A. Rudnev)

This work was supported by the State Research Assignment (project FSWU-2020-0035) with the support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation. (D.A. Abin, M.A. Osipov)

А. СОЛОВЬЕВ, В.Ю. ФОМИНСКИЙ, В.Н. НЕВОЛИН
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия
ASolovev@mephi.ru*

ИМПУЛЬСНАЯ ЛАЗЕРНАЯ МОДИФИКАЦИЯ СЛОИСТЫХ И КОМПОЗИТНЫХ ПЛЕНОК ВС_x

На сегодняшний день углеродные материалы и наноматериалы широко применяются в технике, электронике, производстве, медицине и т.д. Большой интерес представляют легированные углеродные материалы. В данной работе проведено создание и исследование свойств пленок углерода, легированных атомами бора (BC_x, x ∈ 1...3). Интерес к данному типу структур был вызван совокупностью уникальных свойств, таких как: проявление различных типов проводимости (от металлической до диэлектрической); высокая твердость и прочность BC_x покрытий; химическая стойкость; каталитическая активность; высокотемпературная сверхпроводимость (ВТСП) и т. д. Вызывают интерес и различные способы модификации BC_x пленок, в частности, импульсное лазерное оплавление, которое является эффективным методом получения новых метастабильных состояний. Реализация сильно неравновесных процессов при лазерном отжиге, проводимом импульсами наносекундной длительности, позволяет трансформировать углеродные пленки в оригинальную метастабильную Q-carbon фазу. Твердость метастабильных фаз на основе Q-carbon превышает твердость алмаза.

Слоистые В-С и смещанные BC_x тонкопленочные прекурсоры толщиной ~ 1200 – 1400 нм были созданы методом импульсного лазерного осаждения на сапфировых подложках. В составе пленок отношение атомных концентраций С/В ~ 3. Лазерный отжиг слоистых прекурсоров с толщиной отдельных слоев 6 – 18 нм не позволял провести эффективное плавление пленки для смешивания компонентов, тогда как оплавление смешанных пленок вызывало графитизацию изначально аморфной структуры. На стадии плавления смеси бора и углерода происходило формирование многофазной структуры из g-BC_x и B-doped GO/rGO. Пленка с такой структурой проявляла относительно высокую проводимость (~1.6 мОм·см) и полуметаллический тип зависимости от температуры в диапазоне 4.2 – 300 К. Концентрация носителей (дырок) составляла ~10¹⁶ см⁻², а подвижность не превышала ~6 см²/В·с.

A. SOLOVIEV, V.Y. FOMINSKI, V.N. NEVOLIN
National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia
ASolovev@mephi.ru

PULSED LASER MODIFICATION OF LAYERED B-C AND MIXED BC_x FILMS

Today carbon materials and nanomaterials are widely used in engineering, electronics, manufacturing, medicine, etc. Doped carbon materials are of great interest. In this research, the creation and study of the properties of carbon films doped with boron atoms (BC_x, $x \in 1 \dots 3$) is carried out. Interest in this type of structure was caused by a combination of unique properties, such as: manifestation of various types of conductivity (from metallic to dielectric); high hardness and strength of BC_x coatings; chemical resistance; catalytic activity; high-temperature superconductivity (HTS), etc. Various methods for modifying BC_x films, in particular, pulsed laser annealing, which is an effective method for obtaining new metastable states, are also of interest. The realization of highly nonequilibrium processes during laser annealing performed by nanosecond pulses makes it possible to transform carbon films into the original metastable Q-carbon phase. The hardness of the metastable phases based on Q-carbon exceeds the hardness of diamond.

Layered BC and displaced BC_x thin-film precursors with a thickness of ~ 1200 - 1400 nm were created by pulsed laser deposition on sapphire substrates. In the composition of the films, the ratio of atomic concentrations $C / B \sim 3$. Laser annealing of layered precursors with a thickness of individual layers of 6 - 18 nm did not allow effective melting of the film for mixing the components, while the melting of mixed films caused graphitization of the initially amorphous structure. At the stage of melting of a mixture of boron and carbon, a multiphase structure was formed from g-BC_x and B-doped GO / rGO. A film with such a structure exhibited a relatively high conductivity (~ 1.6 mΩ cm) and a semi-metallic type of temperature dependence in the range 4.2 - 300 K. The concentration of carriers (holes) was ~ 10¹⁶ cm⁻², and the mobility did not exceed ~ 6 cm² / V with.

Д. З. МАМЕДОВ^{1,2}, С. Ж. КАРАЖАНОВ^{1,2}

¹*Департамент солнечной энергетики, Институт энергетических технологий, Шеллер, Норвегия*

²*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

damir.mamedov@ife.no

УСИЛЕНИЕ ГИДРОФОБНОСТИ ТОНКИХ ПЛЕНОК ДИОКСИДА ЦЕРИЯ ПУТЕМ КОНТРОЛЯ ПАРАМЕТРОВ ПОВЕРХНОСТИ

Благодаря своим особым поверхностным свойствам и различным технологически важным применениям в качестве катализатора, диоксид церия (CeO_2) стал объектом многочисленных исследований. Недавно было показано, что CeO_2 также обладает гидрофобностью, что расширяет область его потенциального использования в качестве водоотталкивающего покрытия. Несмотря на существование нескольких объяснительных моделей гидрофобности диоксида церия, природа данного явления до сих пор остается неясной.

Настоящая работа представляет исследование факторов, влияющих на смачиваемость CeO_2 . Для этого было произведено осаждение тонких пленок диоксида методом реактивного магнетронного распыления на подложки различной морфологии. Для увеличения гидрофобности, на поверхность тонких пленок CeO_2 было осуществлено дополнительное осаждение различных органических соединений. Полученные образцы затем были охарактеризованы посредством контактного угла смачиваемости воды. Произведено сравнение полученных значений углов смачивания для поверхностей с осажденными пленками CeO_2 и без таковых для оценки влияния материала на водоотталкивающие свойства поверхности. Полученные результаты показывают, что все рассматриваемые факторы – материал, адсорбированные органические молекулы и морфология поверхности – модифицируют свойства смачиваемости. Это указывает на необходимость контроля всех параметров поверхности, характеризующих поведение на ней воды, для достижения супергидрофобного состояния с контактным углом смачиваемости свыше 150° .

D. Z. MAMEDOV^{1,2} and S. ZH. KARAZHANOV^{1,2}

¹*Department for Solar Energy, Institute for Energy Technology, Kjeller, Norway*

²*National Research Nuclear University “MEPhI”, Moscow, Russia*
damir.mamedov@ife.no

ENHANCED HYDROPHOBICITY OF CERIUM DIOXIDE THIN FILMS BY SURFACE ENGINEERING

Due to its advanced surface properties and many technologically important applications as catalytic material, cerium dioxide (CeO_2 , ceria) has become under the focus of extensive research. It was shown recently that CeO_2 also possesses hydrophobic behavior which expands the field of its potential practical usage as water repelling coating. Despite existing of several explanation models for hydrophobicity of cerium dioxide, the nature of this phenomenon still remains unclear.

This work presents a study of factors influencing on the wetting properties of ceria. For this, CeO_2 thin films were deposited via reactive magnetron sputtering on the substrates with different morphologies and characterized by means of the water contact angle. The obtained results were expanded with using of different organic materials on top of the CeO_2 thin films to enhance their hydrophobicity. The achieved WCAs were compared with those for samples without ceria to find out effect of the material on the water repelling properties. The results revealed that all the factors – material of the surface, adsorbed organic molecules and surface texturization – modify the wetting properties of the surface. This indicates that for the achieving of the superhydrophobic condition with WCA above 150° , it is necessary to pay attention to all of the parameters which may control the water behavior on the surface.

Р.А. МИНУШКИН*, О.А. КРЫМСКАЯ, В.А. ФЕСЕНКО,
М.Г. ИСАЕНКОВА

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

e-mail: RAMinushkin@mephi.ru

ВЛИЯНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА В АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ AISI 304 ПРИ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКЕ И ТЕРМООБРАБОТКЕ

Аустенитные стали с высоким содержанием хрома и никеля находят широкое применение в различных отраслях, от фармацевтической до атомной. Однако связь кристаллографической текстуры стальных изделий – одного из чувствительных индикаторов механизмов пластической деформации и фазовых превращений, с их механическими свойствами, является малоизученным процессом. Поэтому необходимо иметь полную информацию о возможных структурных и текстурных изменениях материала, определяющих механические свойства изделий.

В данной работе подробно изучен процесс активизации фазового превращения $\gamma \rightarrow \alpha'$ -мартенсит при холодной деформации. Выявлено, что в присутствии дополнительной фазы текстура как α' -мартенсита, так и аустенита в процессе прокатки получается довольно размытая. Однако с увеличением степени деформации текстура $\{001-112\}\langle 110 \rangle$ мартенсита обостряется, что способствует увеличению анизотропии модуля упругости материала.

Показано, что в результате обратного $\alpha' \rightarrow \gamma$ фазового превращения в продольно прокатанных листах формируется текстура аустенита с компонентами $\{113\}\langle 332 \rangle + \{110\}\langle 001-112 \rangle$, а для поперечно прокатанных $\{110\}\langle 334 \rangle$, которое не описывается ни ориентационным соотношением Нишиямы, ни ориентационным соотношением Курдюмова–Закса, однако оно лежит где-то между ними. Острота указанных текстурных компонент растет по мере увеличения продолжительности отжига, при этом степень тетрагональности α' -мартенсита уменьшается.

На основании рентгеновских исследований была рассчитана доля мартенсита деформации в стали для последующих расчетов модулей упругости. Величина модулей упругости и микротвердости исследованных образцов усиливается в результате отжига по сравнению с деформированным материалом за счет выделения γ -фазы и растет по мере увеличения ее доли в процессе отжига.

R.A. MINUSHKIN*, O.A. KRYMSKAYA, V.A. FESENKO,
, M.G. ISAENKOVA

National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia

*e-mail: RAmInushkin@mephi.ru

INFLUENCE OF CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE ON MECHANICAL PROPERTIES IN AUSTENITIC STEEL AISI 304 AFTER COLD ROLLING AND HEAT TREATMENT

Austenitic steels with a high chromium and nickel content are widely used in a variety of industries, from pharmaceutical to nuclear. However, the relationship between the crystallographic texture of steel products, one of the sensitive indicators of the mechanisms of plastic deformation and phase transformations, with their mechanical properties, is a poorly studied process. Therefore, it is necessary to have complete information about possible structural and textural changes in the material that determine the mechanical properties of products.

In this work, the process of activation of the $\gamma \rightarrow \alpha'$ -martensite phase transformation during cold deformation has been studied in detail. It was found that in the presence of an additional phase, the texture of both α' -martensite and austenite during rolling is quite blurry. However, with an increase in the degree of deformation, the $\{001-112\}<110>$ texture of martensite sharpens, which contributes to an increase in the anisotropy of the elastic modulus of the material.

It is shown that as a result of the reverse $\alpha' \rightarrow \gamma$ phase transformation in the rolled sheets, the austenite texture $\{113\}<332> + \{110\}<001-112>$ is formed, which is not described either by the orientation relation of Nishiyama or the orientation relation of Kurdjumov – Sachs however, it is somewhere in between. The texture sharpness of these textural components increases with an increase in the duration of annealing, while the degree of tetragonality of α' -martensite decreases.

It is shown that as a result of the reverse $\alpha' \rightarrow \gamma$ phase transformation in longitudinally rolled sheets, austenite texture is formed with the components $\{113\}<332> + \{110\}<001-112>$, and for cross rolled $\{110\}<334>$, which is not described by either the Nishiyama orientation relation or the Kurdjumov – Sachs orientation relation, but it lies somewhere between them. The texture sharpness of these textural components increases with an increase in the duration of annealing, while the degree of tetragonality of α' -martensite decreases. Based on X-ray studies, the proportion of deformation martensite in steel was calculated for subsequent calculations of the elastic moduli. The value of the moduli of elasticity and microhardness of the studied samples increases as a result of annealing in comparison with the deformed material due to the precipitation of the γ -phase and increases with an increase in its fraction in the process of annealing.

В.П. БАГМУТОВ, И.Н. ЗАХАРОВ, В.И. ВОДОПЬЯНОВ,
А.И. БОГДАНОВ, М.Д. РОМАНЕНКО, В.В. БАРИНОВ
ВолгГТУ, Волгоград, Россия
email: romanenko.mihail2009@yandex.ru

ОСОБЕННОСТИ ФАЗОВЫХ И МИКРОДЕФОРМАЦИОННЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ТИТАНОВОГО СПЛАВА VT22 В РЕЗУЛЬТАТЕ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ВОЗДЕЙСТВИЙ

В работе представлены результаты рентгеноструктурного анализа титанового сплава VT22 после упрочнения поверхности электромеханической обработкой и старением.

В работе исследуется комбинированная электромеханическая обработка (ЭМО) титанового сплава VT22, которая сопровождается его поверхностным упрочнением за счет высокоскоростного нагрева и охлаждения. При этом комбинация ЭМО со старением приводит к дополнительному эффекту упрочнения за счет фиксации очагов метастабильной β -фазы. В результате обработки на поверхности титановых образцов формируется градиентная структура с повышенной (на 30-55 %) микротвердостью [1].

По данным проведенного рентгеновского полуколичественного фазового анализа для исходного образцов сплава VT22 (состояние поставки) содержание α -фазы составляет ~74%, а β -фазы ~26%. После ЭМО наблюдается фазовое выравнивание α - и β -фаз до соотношения на уровне 55 к 45%. Последующее старение упрочненных ЭМО образцов приводит к дисперсионному выделению α -фазы (до 68–70 %) и количественному снижению содержания β -фазы до 30-32 %.

Установленные значения относительных микродеформаций (по значению $\Delta d/d$, где d – межплоскостное расстояние в Å , а Δd – максимальное отклонение значения межплоскостного расстояния от среднего его значения) для α -фазы находятся в диапазоне 0,0015-0,0016 Å , а для β -фазы – 0,00047 Å , то есть происходит дробление кристаллов (уменьшение до 3,4 раз), максимальные значения микронапряжений σ_{II} наблюдаются для α -фазы – 170-180 МПа, для β -фазы – около 50 МПа. Такой эффект, вероятно, может быть обусловлен наличием большего числа возможных систем скольжения в ОЦК-решетке титана, по сравнению с ГПУ решеткой.

Размеры областей когерентного рассеяния как α -фазы, так и β -фазы титана в результате ЭМО значительно уменьшаются (примерно в 6-14 раз) по сравнению с исходными (после отжига и закалки и старения) и составляют, в среднем, 200-460 Å . Такое уменьшение может говорить об образовании высокодисперсной структуры поверхностного слоя после ЭМО.

Величина микротвердости по толщине поверхностного слоя переменна: максимальна на поверхности, интенсивно снижается в приповерхностных слоях на глубину до 30 мкм, затем плавно снижается вплоть до исходных (для основного металла) значений на глубине 0,7-1,0 мм. Наибольший прирост микротвердости (около 56 %) получен при ЭМО токком 600 А и последующем старении при 600 °С.

Таким образом, электрохимическая обработка и ее комбинация с последующим старением формирует в поверхности титана высокодефектную градиентную структуру, отличающуюся повышенной микротвердостью.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 20-38-90295 Аспиранты).

1. The Influence of Surface Hardening by Combined Thermo-Forced Impacts on the Fatigue Life and Damage of the VT22 Titanium Alloy / В.П. Багмутов, В.И. Водопьянов, И.Н. Захаров, Д.С. Денисевич, М.Д. Романенко, Н.Г. Назаров // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. - 2021. - Vol. 62, Issue 1. - P. 64–71. - DOI: 10.3103/S106782122101003X.

V.P. BAGMUTOV, I.N. ZAKHAROV, V.I. VODOPYANOV,
A.I. BOGDANOV, M.D. ROMANENKO, V.V. BARINOV
VolgGTU, Volgograd, Russia
email: romanenko.mihail2009@yandex.ru

FEATURES OF PHASE AND MICRODEFORMATION CHANGES IN TITANIUM ALLOY VT22 AS A RESULT HIGH ENERGY IMPACT

The paper presents the results of X-ray diffraction analysis of titanium alloy VT22 after surface hardening by electromechanical treatment and aging.

The paper investigates the combined electromechanical treatment (EMT) of titanium alloy VT22, which is accompanied by its surface hardening due to high-speed heating and cooling. In this case, the combination of EMO with aging leads to an additional strengthening effect due to the fixation of site of the metastable β -phase. As a result of treatment, a gradient structure with an increased (by 30-55%) microhardness is formed on the surface of titanium samples [1].

According to the data of the X-ray semi-quantitative phase analysis for the initial samples of the VT22 alloy (as delivered), the content of the α -phase is ~ 74%, and the β -phase is ~ 26%. After EMO, phase alignment of α -, β -phases is

observed to a ratio of 55 to 45%. Subsequent aging of the samples hardened by EMO leads to the dispersive precipitation of the α -phase (up to 68-70%) and a quantitative decrease in the content of the β -phase to 30-32%.

The established values of the relative microstrains (by the value of $\Delta d/d$, where d is the interplanar distance in Å, and Δd is the maximum deviation of the interplanar distance from its mean value) for the α phase are in the range 0.0015-0.0016 Å, and for β -phase – 0.00047 Å, that is, particulation of crystals occurs (decrease up to 3.4 times), the maximum values of microstresses σ_{II} are observed for the α -phase – 170-180 MPa, for the β -phase – about 50 MPa. This effect can probably be due to the presence of a larger number of possible slip systems in the bcc titanium lattice, as compared to the hcp lattice.

The sizes of the coherent scattering regions of both the α -phase and β -phase of titanium as a result of EMT significantly decrease (by about 6-14 times) compared to the initial ones (after annealing and quenching and aging) and amount, on average, to 200-460 Å. Such a decrease may indicate the formation of a highly dispersed structure of the surface layer after EMT.

The value of the microhardness over the thickness of the surface layer is variable: it is maximum at the surface, intensively decreases in the near-surface layers to a depth of 30 μm , then gradually decreases down to the initial (for the base metal) values at a depth of 0.7-1.0 mm. The largest increase in microhardness (about 56%) was obtained with EMT current of 600 A and subsequent aging at 600 °C.

Thus, electromechanical treatment and its combination with subsequent aging form a highly defect gradient structure in the titanium surface, characterized by increased microhardness.

This work was financially supported by the RFBR (project No. 20-38-90295 Postgraduates).

1. The Influence of Surface Hardening by Combined Thermo-Forced Impacts on the Fatigue Life and Damage of the VT22 Titanium Alloy / V.P. Bagmutov, V.I. Vodopyanov, I.N. Zakharov, D.S. Denisevich, M.D. Romanenko, N.G. Nazarov // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. - 2021. - Vol. 62, Issue 1. - P. 64–71. - DOI: 10.3103 / S106782122101003X.

Г. ДЕГТЯРЕВА¹, К.О. БАЗАЛЕЕВА², С.Г. ВАСИЛЬЕВ¹

¹*МГТУ им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия*

²*РУДН, Москва, Россия*

bazaleeva-ko@rudn.ru

ФАЗОВО-СТРУКТУРНОЕ СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТИ УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, МОДИФИЦИРОВАННОЙ МЕТОДОМ ДЕФОРМИРУЮЩЕГО РЕЗАНИЯ

Механическая обработка деформирующим резанием (ДР) является перспективным методом модификации структуры и свойств поверхностного слоя металлов и сплавов. Обработка ДР реализуется на универсальном токарно-винтовом станке с использованием резца определенной геометрии. В процессе ДР подрезаемый слой металла не отделяется от заготовки в виде стружки, а формирует на поверхности оребренный макрорельеф.

Методами металлографического и рентгendifракционного анализов, а также с помощью электронной микроскопии была исследована структура поверхностных слоев углеродистых сталей 35 и У8, полученных методом ДР.

A.G. DEGTYAREVA¹, K.O. BAZALEEVA², S.G. VASIL'EV¹

¹*Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russia*

²*RUDN University, Moscow, Russia*

bazaleeva-ko@rudn.ru

PHASE-STRUCTURAL STATE OF CARBON STEELS SURFACE MODIFIED BY THE METHOD OF DEFORMING CUTTING

Mechanical treatment of deforming cutting (DC) is a promising method of modification of metals and alloys surface layer structure and properties. The treatment DC implement on a universal lathe with using a cutter of a specific geometry. During DC trimmed layer don't separates by way of shavings, but it forms a ribbed relief on a surface.

The structure of surface layers of carbon steels with 0.35 and 0.8 %C, produced by DC method, were investigated by metallographic and X-ray analysis, and by using electron microscopy.

JAN W. COENEN

Institut für Energie und Klimaforschung, Juelich, Germany

TUNGSTEN FIBRE-REINFORCED TUNGSTEN

Material related limitations are one of the main challenges for the design of future fusion reactors. Tungsten (W) as the primary material choice is considered resilient against erosion, has the highest melting point of any metal and shows low activation after neutron irradiation. However, W is intrinsically brittle and faces operational embrittlement. To overcome these issues, W-based composites have been in development. W fiber-reinforced W composite materials (Wf/W) incorporate extrinsic toughening mechanisms allowing the redistribution of stress peaks and thus overcoming the intrinsic brittleness problem.

О.А. ТРОИЦКИЙ, О.Б. СКВОРЦОВ, В.И. СТАШЕНКО

Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН

oatroitsky@mail.ru

ПРОЦЕССЫ РЕЛАКСАЦИИ ДЕФОРМАЦИЙ ПРОВОДНИКА ПРИ ДЕЙСТВИИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ИМПУЛЬСА

При изучении вибрационного отклика в проводнике на действие электрического импульса наблюдается электропластический эффект и релаксация остаточных механических напряжений [1, 2]. Последовательные ударные и затухающие гармонические вибрации указывают на проявление резонансных процессов. Резонансные процессы в проводниках могут быть связаны с электромагнитными колебаниями, процессами внутреннего трения, а также механическими продольными и поперечными знакопеременными деформациями проводника. Экспериментальные данные исследования вибрационного ускорения поверхностных слоев проводников при электроимпульсном воздействии показывают последовательный во времени характер развития механического отклика. Только в отдельные кратковременные интервалы в начальные моменты переднего и заднего фронтов электрического импульса происходит заметное преобразование электромагнитной энергии в энергию механических ударов и последующих колебаний. Полярность ударного и колебательного процессов противоположны для переднего и для заднего фронтов электрического импульса, а также при изменении знака внешнего электрического воздействия. Сравнение оценок резонансных частот для различных проводников позволяет оценить влияние вклада физических процессов в электроимпульсное воздействие на материалы. Это определяет связь вибропластических эффектов и процессов в проводниках при проявлении электропластического эффекта. Циклические вибрационные деформации при электроимпульсном воздействии также могут сопровождаться явлениями развития циклической усталости в проводящих конструктивных элементах мощного электрического энергетического оборудования.

1.Скворцов О.Б., Сташенко В.И., Троицкий О.А. Упругие деформации проводников при действии импульсов тока // Машиностроение и инженерное образование. 2018. № 1 (54). С. 26-35

2.Троицкий О.А., Правоторова Е.А., Сташенко В.И., Скворцов О.Б. Магнито-механическое действие импульсного тока в проводнике // В сборнике: Живучесть и конструкционное материаловедение (ЖивКоМ - 2016). Труды конференции. 2016. С. 145-148.

RELAXATION PROCESSES OF CONDUCTOR DEFORMATIONS UNDER THE ACTION OF AN ELECTRIC PULSE

When studying the vibrational response in a conductor to the action of an electric pulse, an electroplastic effect and relaxation of residual mechanical stresses are observed [1, 2]. Successive shock and damped harmonic vibrations indicate the manifestation of resonance processes. Resonant processes in conductors can be associated with electromagnetic oscillations, internal friction processes, as well as mechanical longitudinal and transverse alternating deformations of the conductor. Experimental data on the study of the vibration acceleration of the surface layers of conductors under electrical impulse action show a time-consistent nature of the development of the mechanical response. Only in separate short-term intervals at the initial moments of the leading and trailing edges of the electrical impulse is there a noticeable transformation of electromagnetic energy into the energy of mechanical shocks and subsequent vibrations. II The polarity of the shock and oscillatory processes are opposite for the leading and trailing edges of the electric impulse, as well as when the sign of the external electric impact changes. Comparison of the estimates of resonant frequencies for different conductors makes it possible to assess the influence of the contribution of physical processes to the electrical impulse effect on materials. This determines the connection between vibroplastic effects and processes in conductors during the manifestation of the electroplastic effect. Cyclic vibration deformations under electrical impulse action can also be accompanied by the development of cyclic fatigue in conductive structural elements of powerful electrical power equipment.

1. Skvortsov O.B., Stashenko V.I., Troitsky O.A. Elastic deformations of conductors under the action of current pulses // Mechanical engineering and engineering education. 2018. No. 1 (54). – P. 26–35 [in Russian].
2. Troitsky O.A., Pravotorova E.A., Stashenko V.I., Skvortsov O.B. Magneto-mechanical action of a pulsed current in a conductor // In the collection: Vitality and structural materials science (ZhivKoM - 2016). Conference proceedings. 2016. – P. 145–148 [in Russian].

E.G. GRIGORYEV¹, O.O. KUZNECHIK², A.N. CHUMAKOV³,
I.S. NIKONCHUK³, E.L. STRIZHAKOV⁴, S.V. NESCOROMNIY⁴,
S.O. AGEEV^{1,4}

¹*Merzhanov Institute of Structural Macrokineics and Materials Science Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, Russia*

²*SSI PMI, Minsk, Belarus*

³*SSI IP, Minsk, Belarus*

⁴*Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russia*

e-mail eugengrig@mail.ru

REGISTRATION OF MATERIALS TEMPERATURE IN THE PROCESS OF EXPOSURE TO A HIGH-VOLTAGE PULSE CURRENT

The main features of high-voltage electric pulse consolidation (HVC) of refractory powder materials and the resulting unique capabilities of the method are considered. The electrothermal processes of HVC at the contacts between powder particles and at the macroscale of the entire consolidated sample are analyzed. The results of experimental studies of the parameters of high-voltage electrical impulse action in the processes of consolidation of high-temperature powder compositions, high-voltage welding of dissimilar materials, as well as high-voltage discharges in liquid are presented. The results of measuring the intensity of thermal radiation of the investigated materials under high-voltage electrical impulse action, recorded by the method of pulse photometry using photodiode sensors, which, together with the Rogowski coil, are components of the measuring complex developed by the authors, are presented. Figure 1 shows an example of the registration by this measuring complex of the dynamics of changes in the pulsed current (1) acting on the material, and the intensity of the luminous flux (2) of the radiation from the material being processed.

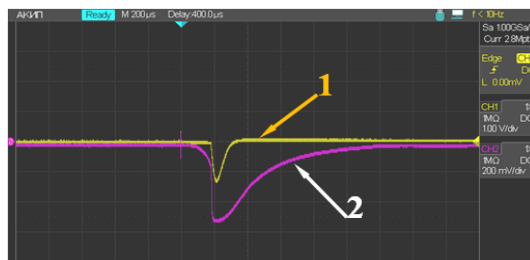


Fig. 1. Dynamics of changes in current and thermal radiation intensity of the processed material.

Е.Г. ГРИГОРЬЕВ¹, О.О. КУЗНЕЧИК², А.Н. ЧУМАКОВ³,
И.С. НИКОНЧУК³, Е.Л. СТРИЖАКОВ⁴, С.В. НЕСКОРОМНЫЙ⁴,
С.О. АГЕЕВ^{1,4}

¹Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения
им. А.Г. Мерджанова Российской академии наук, Черноголовка, Россия

²ИПМ НАНБ, Минск, Беларусь,

³Институт физики НАН Беларуси, Минск, Беларусь,

⁴Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону,
Россия

e-mail eugengrig@mail.ru

РЕГИСТРАЦИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ МАТЕРИАЛОВ В ПРОЦЕССЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ВЫСОКОВОЛЬТНОГО ИМПУЛЬСА ТОКА

Рассмотрены основные особенности высоковольтной электроимпульсной консолидации (ВЭК) порошковых тугоплавких материалов и обусловленные ими уникальные возможности метода. Проанализированы электротермические процессы ВЭК на контактах между частицами порошка и в макромасштабе всего консолидированного образца. Приведены результаты экспериментальных исследований параметров высоковольтного электроимпульсного воздействия в процессах консолидации высокотемпературных порошковых композиций, высоковольтной сварки разнородных материалов, а также высоковольтных разрядов в жидкости. Представлены результаты измерения интенсивности теплового излучения исследованных материалов при высоковольтном электроимпульсном воздействии, зарегистрированные методом импульсной фотометрии с использованием фотодиодных датчиков, которые вместе с поясом Роговского являются компонентами разработанного авторами измерительного комплекса. На рис.1 приведен пример регистрации данным измерительным комплексом динамики изменения импульсного тока (1), воздействующего на материал, и интенсивности светового потока (2) излучения от обрабатываемого материала.



Рис. 1. Динамика изменения тока и интенсивности теплового излучения обрабатываемого материала.

С.В. НЕСКОРОМНЫЙ, Е.Л. СТРИЖАКОВ

*Донской государственный технический университет, Ростов-на-Дону,
Россия*

e-mail: nescoromniy@mail.ru

ТЕРМО-ИНДУКЦИОННО-ДИНАМИЧЕСКОЕ СОЕДИНЕНИЕ МАТЕРИАЛОВ

Представлены исследования разрядно-импульсных процессов с накоплением запасенной энергии в батареях конденсаторов для получения неразъемных соединений из разнопрофильных деталей, с использованием промежуточного материала – порошковой композиции. Механическое воздействие осуществляют за счет использования индукционно-динамического привода (ИДП).

Комбинированная обработка термическим воздействием пропускания тока и одновременным силовым нагружением широко используется при получении неразъемных соединений: сварки, прессования, спекания. Как правило, используются отдельные энергоблоки для теплового и силового воздействия. В частности, при применении импульсных источников энергии используются два генератора импульсных токов (ГИТ): первый для пропускания тока, второй - для индукционно - динамического воздействия. Авторами устройства (работы) [1] предложено для гарантии синхронизации импульсных процессов от одного ГИТ последовательно соединять зону пропускания тока и индукционно - динамический привод, состоящий из плоского индуктора и приводимого в движение толкателя.

Высоковольтная конденсаторная сварка с индукционно-динамическим приводом (ВКС с ИДП) позволяет соединять разнотолщинные детали из разнородных материалов. Осуществление процесса на супержестких режимах позволяет осуществлять сварку в твердой фазе без образования интерметаллидных фаз, сохраняя исходную структуру материалов в зоне соединения [3].

Сущность процесса заключается в протекании электрического тока через ИДП и свариваемые детали. При этом, осуществляется комбинированное термодинамическое воздействие на зону соединения свариваемых деталей на супержестких режимах: ток разряда $I_p > 100 \text{ кА}$, время его протекания $t_b = 100\text{-}400 \text{ мкс}$, давление на зону соединения $P_d = 10^5\text{-}10^6 \text{ МПа}$.

На реализацию процесса ВКС, расходуется энергия, зависящая от емкости C батареи конденсаторов и рабочего напряжения U . Энергия, затрачиваемая на выделение тепла в зоне соединения W_T зависит от величины тока I_p , активного и индуктивного сопротивления разрядного контура и времени разряда. Энергия, затрачиваемая на механическое воздействие соединяемых деталей W_M определяется током разряда и индуктивностью L плоской спирали ИДП.

Термическое воздействие на порошковую композицию так же усиливают использованием ИДП при импульсном электроспекании высокотемпературной керамики на основе карбида гафния [2]. Так же использовался один ГИТ на реализацию теплового и силового воздействия.

Известно соединение монокристаллических материалов с использованием промежуточных порошковых композиций. Этот процесс так же активируют с использованием индукционно-динамического воздействия [3].

Индукционно- динамический привод целесообразно использовать также для брикетирования отходов металлообработки (вторсырья) [4].

Прочность брикетов обеспечиваемая за счет электрической сварки контактов между частицами стружки увеличивается в результате синхронного теплового и силового воздействия.

Таким образом, подтверждается целесообразность использования ИДП создающего ковочное усилие при получении неразъемных соединений различных композиций.

1. Grigoryev, E.G., Nescoromniy, S.V., Strizhakov, E.L. Super-hard modes of capacitor welding during the formation of joints from dissimilar materials. *Procedia Structural Integrity*, 2020, V.30, p.p. 33-39

2. Преимущества высоковольтной консолидации порошков карбида гафния и сплавов на основе вольфрама. Григорьев Е.Г., Гольцев В.Ю., Осинцев А.В., Плотников А.С., Стрижаков Е.Л., Нескоромный С.В., Виноградов В.Г., Агеев С.О. *Nonequilibrium processes: Recent accomplishments*. Edited by S. M. Frolov and A. I. Lanshin. Москва, 2020. С. 190-192.

3. Пат. 136754 Российская Федерация, МПК⁷ B22F 3/087. Устройство для электроимпульсного спекания: / Е.Л. Стрижаков, С.В. Нескоромный, М.А. Рачков. №2013114033/02; заявл. 28.03.2013; опубл. 20.01.2014, Бюл. № 2, 2 с.

4. Злотников Е.Г., Максаров В.В. Современные технологии переработки и брикетирования металлической стружки в автоматизированных производствах // Записки горного института. 2014. с. 37-41.

S.V. NESCOROMNIY, E.L. STRIZHAKOV
Don State Technical University, Rostov-on-Don, Russia
e-mail: nescoromniy@mail.ru

THERMO-INDUCTION-DYNAMIC CONNECTION OF MATERIALS

Investigations of discharge-pulse processes with accumulation of stored energy in capacitor banks for obtaining permanent connections from parts of different profiles, using an intermediate material - a powder composition, are presented. Mechanical action is carried out through the use of an induction-dynamic drive (IDD).

Combined processing by the thermal effect of current transmission and simultaneous force loading is widely used in the production of permanent joints: welding, pressing, sintering. As a rule, separate power units are used for thermal and power effects. In particular, when using pulsed energy sources, two

pulse current generators (PCG) are used: the first for passing current, the second for induction-dynamic effects. The authors of the device (work) [1] proposed to connect in series the current transmission zone and the induction-dynamic drive, consisting of a flat inductor and a driven pusher, to guarantee the synchronization of pulse processes from one PCG.

High-voltage capacitor welding with an induction-dynamic drive (HVCW with IDD) allows you to connect parts of different thickness from dissimilar materials. The implementation of the process in super-rigid modes allows welding in the solid phase without the formation of intermetallic phases, while maintaining the original structure of materials in the joint zone [3].

The essence of the process lies in the flow of electric current through the IDD and the parts to be welded. In this case, a combined thermodynamic effect on the joint zone of the parts to be welded is carried out in super-rigid modes: discharge current $I_d > 100$ kA, its flow time $t_f = 100-400$ μ s, pressure on the joint zone $P_n = 10^5 \div 10^6$ MPa.

For the implementation of the HVCW process, energy is consumed, which depends on the capacity C of the capacitor bank and the operating voltage U . The energy spent on heat generation in the W_h connection zone depends on the current IP, the active and inductive resistance of the discharge circuit and the discharge time. The energy expended on the mechanical action of the connected parts W_m is determined by the discharge current and the inductance L of the flat spiral IDD.

The thermal effect on the powder composition is also enhanced by the use of IDF during pulsed electric sintering of high-temperature ceramics based on hafnium carbide [2]. One PCG was also used for the implementation of thermal and power effects. It is known to join monolithic materials using intermediate powder compositions. This process is also activated using induction-dynamic action [3]. It is advisable to use the induction-dynamic drive also for briquetting of metalworking waste (recyclable materials) [4].

The strength of briquettes, provided by electric welding of contacts between chip particles, increases as a result of synchronous heat and force action.

Thus, the expediency of using the IDD, which creates a forging force, is confirmed when obtaining permanent joints of various compositions.

1. Grigoryev, E.G., Nescoromniy, S.V., Strizhakov, E.L. Super-hard modes of capacitor welding during the formation of joints from dissimilar materials. *Procedia Structural Integrity*, 2020, V.30, p.p. 33-39
2. Advantages of high-voltage consolidation of hafnium carbide powders and tungsten-based alloys. Grigoriev E.G., Goltsev V.Yu., Osintsev A.V., Plotnikov A.S., Strizhakov E.L., Nescoromniy S.V., Vinogradov V.G., Ageev S.O. *Nonequilibrium processes: Recent accomplishments*. Edited by S. M. Frolov and A. I. Lanshin. Moscow, 2020.S. 190-192.
3. Pat. 136754 Russian Federation. MPK7 B22F 3/087. Device for electrical impulse sintering: / E.L. Strizhakov, S.V. Nescoromniy, M.A. Rachkov. No. 2013114033/02; declared 03/28/2013; publ. 01/20/2014, Bul. No. 2, 2 p.
4. Zlotnikov E.G., Maksarov V.V. Modern technologies of processing and briquetting of metal shavings in automated production // *Zapiski gornogo instituta*. 2014, p. 37-41.

М.М. ЗАРИПОВА, М.Г. ИСАЕНКОВА, В.А. ФЕСЕНКО,
О.А. КРЫМСКАЯ, И.В. КОЗЛОВ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

*e-mail: mmzaripova@mephi.ru

АНАЛИЗ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В СВЕРХУПРУГИХ СПЛАВАХ ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ РАЗНОЙ МОЩНОСТИ

На сплавах Ti-Zr-Nb проведен анализ закономерностей развития мартенситных превращений (МП) $\beta \rightarrow \alpha''$ в зернах материнской фазы. Сверхупругость данных сплавов определяется протеканием обратимых МП при снятии внешней нагрузки с образца. β -фаза имеет ОЦК-решетку, а мартенситная α'' -фаза – орторомбическую. МП превращение происходит строго в соответствии с ориентационными соотношениями, при которых $[100]_{\alpha} \parallel [110]_{\beta}$; $[010]_{\alpha} \parallel [011]_{\beta}$; $[001]_{\alpha} \parallel [0\bar{1}1]_{\beta}$. Напряженное состояние в данной работе задавалось в отожженных фольгах Ti-(17-19)Zr-(14-15)Nb (ат.%) путем их изгиба вокруг оправки или путем распрямления фольг, отожженных в изогнутом состоянии. Поверхностные слои фольги растягивали или сжимали в направлении прокатки (НП) или в поперечном направлении (ПН) до степеней деформации 1-1,6%. Фазовый анализ проводился с помощью синхротронного и рентгеновского излучений. Ориентационные зависимости образования зерен мартенситной фазы изучались с помощью обобщенных прямых полюсных фигур (ОППФ), позволяющих дифференцировать зерна по их ориентации и субструктурному состоянию (микроискажения и дисперсность).

Основными текстурными компонентами деформированной до 97%, а затем рекристаллизованной фольги являются $\{221\}\langle 114 \rangle$ и $\{100\}\langle 011 \rangle$, причем последняя текстурная компонента усиливается в процессе отжига. Мартенситная фаза образуется в β -зернах, образовавшихся при рекристаллизации. Установлена последовательность развития МП в материнской фазе. При растяжении до 1,4% вдоль НП или ПН в β -зернах, сжатых вдоль нормального направления фольги, появляются зерна α'' -фазы с ориентацией $(100)[001]$. При повышении степени деформации до 1,6% α'' -фаза также образуется в β -зернах с ориентацией $\{221\}\langle 114 \rangle$, причем ось $[100]$ орторомбической структуры, вдоль которой происходят максимальные размерные изменения, расположена в области сжатия β -зерен.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российской Федерации в лице Министерства науки и высшего образования РФ (Соглашение № 075-15-2021-1352).

M.M. ZARIPOVA*, M.G. ISAENKOVA, V.A. FESENKO,
O.A. KRYMSKAYA, I. V. KOZLOV
National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia
*e-mail: mmzaripova@mephi.ru

ANALYSIS OF PHASE TRANSFORMATIONS IN SUPERELASTIC ALLOYS USING X-RAY RADIATION OF DIFFERENT POWER

On Ti-Zr-Nb alloys, the analysis of the regularities of the development of martensitic transformations (MT) $\beta \rightarrow \alpha''$ in the grains of the parent phase is carried out. The superelasticity of these alloys is determined by the occurrence of reversible MT when the external load is removed from the sample. The β -phase has a bcc lattice, and the martensitic α'' -phase has an orthorhombic one. MP transformation occurs strictly in accordance with the orientation relations, at which $[100]_{\alpha} \parallel [110]_{\beta}$; $[010]_{\alpha} \parallel [011]_{\beta}$; $[001]_{\alpha} \parallel [0\bar{1}1]_{\beta}$. The stress state in this work was set in the annealed Ti-(17-19)Zr-(14-15)Nb (at.%) Foils by bending them around the mandrel or by straightening the foils annealed in the bent state. The surface layers of the foil were stretched or compressed in the rolling direction (RD) or in the transverse direction (TD) to a degree of deformation of 1-1.6%. Phase analysis was carried out using synchrotron and X-ray radiation. The orientational dependences of the formation of grains of the martensite phase were studied using generalized direct pole figures (GDPF), which make it possible to differentiate grains by their orientation and substructural state (microdistortions and dispersion).

The main texture components deformed to 97%, and then recrystallized foil are $\{221\}\langle 114 \rangle$ and $\{100\}\langle 011 \rangle$. The martensite phase is formed in β -grains formed during recrystallization. The sequence of development of MP in the maternal phase has been established. When stretched up to 1% along the RD or TD in the-grains compressed along the normal direction of the foil, grains of the β -phase with the orientation $(100)[001]$ appear. With an increase in the degree of deformation to 1.6% the α'' -phase is formed in β -grains with the $\{221\}\langle 114 \rangle$ orientation, and the $[100]$ axis of the orthorhombic structure, along which the maximum decrease in size occurs, is formed in the region of compression of β -grains.

The work was carried out with the financial support of the Russian Federation represented by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (Agreement No. 075-15-2021-1352).

П.А. КРОХИЧЕВА

Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Москва, Россия
e-mail: polinariakroh@gmail.com

КАЛЬЦИЙ-МАГНИЙ ФОСФАТНЫЕ КОСНЫЕ ЦЕМЕНТЫ: ИССЛЕДОВАНИЕ АНТИБАКТЕРИАЛЬНЫХ СВОЙСТВ, ОЦЕНКА БИОСОВМЕСТИМОСТИ И ОСТЕОКОНДУКТИВНЫХ ПОТЕНЦИЙ IN VIVO

Актуальность работы обусловлена необходимостью создания костных цементов для вертебропластики позвоночника- малоинвазивной процедуре заполнения дефектов костных тканей, сформированных в результате травм, онкологических заболеваний, остеопороза. Благодаря значительному содержанию ионов магния (до 60 мол.%), играющих значительную роль в усилении остеогенеза, снижении активности остеобластов, стимулировании баланса биорезорбции и синтеза минеральной составляющей кости, кальций-магний фосфатные цементы в последние несколько лет нашли свое применение в качестве альтернативы классическим материалам на основе фосфатов кальция [1].

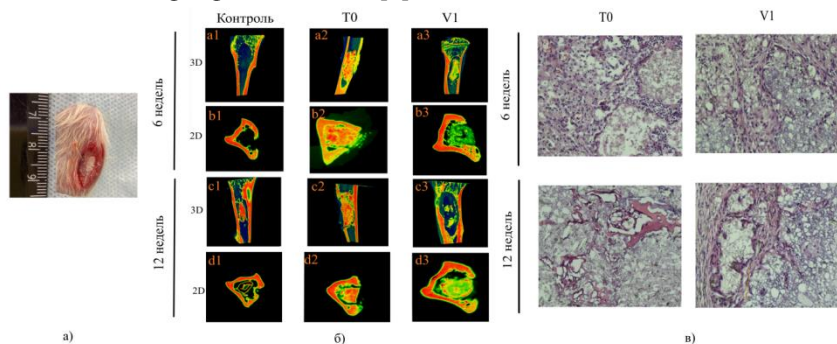


Рисунок 1. А - закрытая область дефекта с использованием цементных материалов, Б- микро-КТ цементных образцов T0, V1 и контрольного образца без цемента в 3D и 2D проекциях через 6 и 12 недель исследования,

В- гистологические срезы цементных образцов T0 и V1 через 6 и 12 недель исследования, окраска – гематоксилин-эозин, увеличение x200.

Работа посвящена созданию и изучению структурно-фазового состояния костных цементов на основе фазы струвит ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$). Были получены новые кальций-магний фосфатные цементы на основе системы $(Ca+Mg)/P=2$ с содержанием магния 60 мол.%, обладающие прочностью

при сжатии 54 ± 5 МПа, временем схватывания 6-7 мин и нейтральным значением pH. Было исследовано влияние введения в цементные материалы ванкомицина в количестве 160 мг/г и 100 мг/г. Прочность при сжатии цементных образцов уменьшается до 38 ± 3 МПа при введении ванкомицина вне зависимости от концентрации. Исследование кинетики выделения ванкомицина показало, что в течение 21 сут происходит выделение антибиотика в количестве до 98%. Материалы проявляли выраженную антибактериальную активность в отношении штаммов *Staphylococcus aureus* и *Escherichia coli*. По макро- и микро- признакам цементные материалы являются полностью биосовместимыми, к 6 неделе наблюдается образование новой костной ткани (рис.1).

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ и правительства Москвы в рамках научного проекта № 21-33-70079.

1. Goldberg M. A. et al. In situ magnesium calcium phosphate cements formation: From one pot powders precursors synthesis to in vitro investigations //Bioactive Materials. – 2020. – V. 5. – № 3. – P. 644-658.

P.A. KROKHICHEVA

A.A. Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS, Moscow, Russia

e-mail: polinariakroh@gmail.com

CALCIUM-MAGNESIUM PHOSPHATES BONE CEMENTS: RESEARCH OF ANTIBACTERIAL PROPERTIES, BIOCOMPATIBILITY AND OSTEOCONDUCTIVE POTENTIALS IN VIVO

Nowadays, the development of new bone cements requires to improve injectability and cohesion properties for medicine applications in kyphoplasty and vertebroplasty/ The aim of this work is creation new bone cements for vertebroplasty of the spine, a minimally invasive procedure for filling bone tissue defects formed as a result of trauma, cancer, osteoporosis. Due to the significant content of magnesium ions (up to 60 mol%), which play a significant role in enhancing osteogenesis, reducing the activity of osteoblasts, stimulating the balance of bioresorption and synthesis of the mineral component of the bone, calcium-magnesium phosphate cements have found their application in the last few years as an alternative to classical materials. based on calcium phosphates [1].

The work is devoted to the creation and study of the structural-phase state of bone cements based on the struvite phase ($MgNH_4PO_4 \cdot 6H_2O$). Were obtained new calcium-magnesium phosphate cements based on the system (Ca +

Mg) / P = 2 with a magnesium content of 60 mol.%, compressive strength is about 54 ± 5 MPa, a setting time of 6-7 minutes and a neutral pH value. The effect of the introduction of vancomycin into cement materials in the amount of 160 mg /g and 100 mg/g was investigated. The compressive strength of cement samples decreases to 38 ± 3 MPa with the introduction of vancomycin, regardless of concentration. A study of the kinetics of vancomycin release showed that up to 98% of the antibiotic is released within 21 days. The materials exhibited pronounced antibacterial activity against *Staphylococcus aureus* and *Escherichia coli* strains. According to macro- and micro-signs, cement materials are completely biocompatible, by the 6th week, the formation of new bone tissue is observed (Fig. 1).

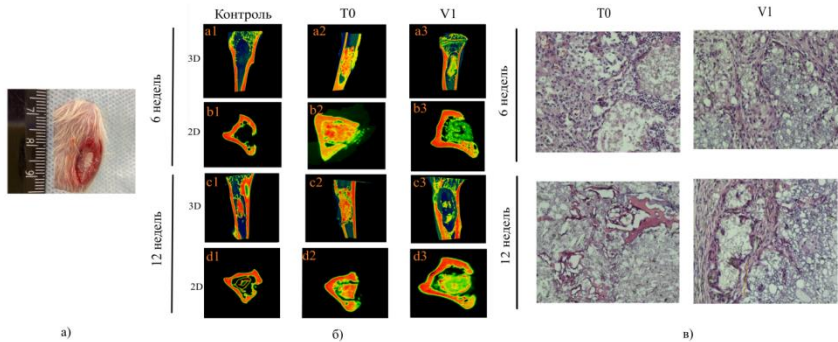


Figure 1. A - closed area of the defect using cement materials, B- micro-CT of cement samples T0, V1 and a control sample without cement in 3D and 2D projections after 6 and 12 weeks of the study, B- histological sections of cement samples T0 and V1 through 6 and 12 weeks of the study, staining - hematoxylin-eosin, x200 magnification.

The research was funded by RFBR and Moscow city Government according to the project № 21-33-70079

1. Goldberg M. A. et al. In situ magnesium calcium phosphate cements formation: From one pot powders precursors synthesis to in vitro investigations //Bioactive Materials. – 2020. – V. 5. – №. 3. – P. 644-658.

А.А. ИВАННИКОВ¹, В. ФЁДОРОВ², А.В. АБРАМОВ¹, Т. УЛИГ²,
А.Н. СУЧКОВ¹, М.А. ПЕНЯЗЬ¹, Г. ВАГНЕР², О.Н. СЕВРЮКОВ¹

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

²Хемницкий Технологический Университет, Хемницы, Германия

БЫСТРОЗАКАЛЕННЫЕ СПЛАВЫ-ПРИПОИ СИСТЕМЫ Al-Ge-Si, ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ДЛЯ СОЕДИНЕНИЯ ВЫСОКОПРОЧНОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА АА6082 С КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛЬЮ AISI 304

Актуальность применения легких алюминиевых сплавов обусловлена экономической выгодой и экологической повесткой. С развитием производства становятся все более актуальными исследования в области соединения высокопрочных алюминиевых сплавов, применяемых во многих сферах транспортной отрасли. Одной из актуальных технологических задач является получение разнородного соединения из высокопрочных алюминиевых сплавов с коррозионностойкой сталью. Данную задачу можно решить с использованием технологии пайки, позволяющей обеспечить герметичность и прочность соединения в сочетании с минимальной деградацией структурно-фазового состояния основных материалов. Повышение прочности алюминиевых сплавов сопровождается понижением температуры их солидуса до 550–600 °С, что накладывает ограничение на применение традиционных сплавов системы Al-Si [1]. Однако, использование элементов, понижающих температуру плавления, позволяет использовать классическую систему Al-Si в качестве основы для разработки новых припоев. Большинство работ посвящено использованию в качестве легирующих элементов цинк, медь и германий. Высокое содержание цинка в припоях вызывает эрозию алюминия или его сплавов, а присутствие меди приводит к образованию в паяном шве хрупких интерметаллических фаз Al₂Cu. В случае бинарного сплава Al-Ge высокое содержание германия также вызывает охрупчивание паяных соединений. Сплавы на основе системы Al-Ge-Si, рассматриваемые в данной работе, перспективны для создания припоев. Преимуществами данных сплавов являются низкая температура плавления, приемлемые механические характеристики и достаточная технологичность при их производстве [2]. Целью работы являлось комплексное изучение свойств сплавов на основе системы Al-Ge-Si. Исследованы экспериментальные сплавы Al-30,4/35,5/40,0Ge-5,5/4,4/3,4Si мас.%. Слитки сплавов получали методом индукционной вакуумной плавки. Ленты припоев толщиной 55 ± 1 мкм были получены по технологии сверхбыстрого затвердевания плоской струи расплава на медном диске-холодильнике. Для определения температурных характеристик сплавов

использовали метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Полученные экспериментальные результаты по определению зависимости температуры ликвидуса от содержания Si и Ge, согласуются с теоретическими проекциями поверхности ликвидуса тройной фазовой диаграммы состояния Al-Ge-Si [3]. На кривых ДСК наблюдаются плавление/кристаллизация твердого раствора и два чётко выраженных пика, свидетельствующих о плавлении/кристаллизации двух различных структурных составляющих эвтектического типа. Изучение микроструктуры слитков показало, что сплав состоит из двух эвтектик. С помощью рентгеновского фазового анализа (РФА) установлено, что первая эвтектика состоит из твердого раствора (Al, Ge) с твердым раствором (Ge, Si), а вторая – из твердого раствора (Al, Ge) с твердым раствором на основе Ge. Измерения нанотвердости показали, что раствор (Si, Ge) и раствор на основе Ge имеют близкую нанотвердость, она составляет 11,6 ГПа и 10,2 ГПа, соответственно. При этом раствор на основе Al и интерметаллическая фаза Al_7Ge_2Fe имеют значительно меньшую нанотвердость 0,7 ГПа и 6,7 ГПа соответственно. Измерения твердости слитков по Бринеллю показали, что слитки припоев достаточно пластичны и обладают твердостью, сравнимой с твердостью алюминиевого сплава AA6082, который будет использоваться для пайки с коррозионностойкой сталью AISI 304. Полученные результаты для исследуемых слитков могут быть использованы для прогнозирования формирующейся структуры шва после пайки с поправкой на диффузионные процессы, происходящие между паяемыми материалами и исследуемыми сплавами-припоями.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Немецкого научно-исследовательского сообщества в рамках научного проекта № 21-52-12026.

1. Velu P.K. Study of the effect of brazing on mechanical properties of aluminum alloys for automotive heat exchangers. Purdue University, 2017.– 92 p.
2. NIU Z. wei. Effects of germanium additions on microstructures and properties of Al-Si filler metals for brazing aluminum // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2016.– P. 775–782.
3. Al-Ge-Si Projection of Ternary Phase Diagram: Datasheet from “PAULING FILE Multinaries Edition – 2012” in SpringerMaterials / ed. Villars P., Okamoto H. Springer-Verlag Berlin Heidelberg & Material Phases Data System (MPDS), Switzerland & National Institute for Materials Science (NIMS), Japan.

A.A. IVANNIKOV¹, V. FEDOROV², A.V. ABRAMOV¹,
T. UHLIG², A.N. SUCHKOV¹, M.A. PENYAZ¹, G. WAGNER²,
O.N. SEVRYUKOV¹

¹National research nuclear university "MEPhI", Moscow, Russia

²Chemnitz University of Technology, Chemnitz, Germany

RAPIDLY-QUENCHED FILLER ALLOYS OF THE Al-Ge-Si SYSTEM, PROMISING FOR THE CONNECTION OF HIGH-STRENGTH ALUMINUM ALLOY AA6082 WITH CORROSION-RESISTANT STEEL AISI 304

The actuality of the use of the light aluminum alloys is caused by the economic benefits and ecological agenda. With the development of manufacturing, research of the joining high-strength aluminum alloys, that used in many areas of the transport industry, is becoming increasingly important. One of the actual technological tasks is to obtain a heterogeneous compound from high-strength aluminum alloys with corrosion-resistant steel. This problem can be solved by using brazing technology, which allows to ensure the tightness and strength of the joint in combination with minimal degradation of the structural and phase state of the base materials. An increase in the strength of aluminum alloys is accompanied by a decrease in their solidus temperatures to 550–600 °C, which imposes a restriction on the use of traditional alloys of the Al-Si system [1]. However, the use of elements that reduce the melting point makes it possible to use the classical Al-Si system as a basis for the development of new filler alloys. Most of the works are devoted to the use of zinc, copper and germanium as alloying elements. The high zinc content in filler alloys causes erosion of aluminum or its alloys, and the presence of copper leads to the formation of brittle intermetallic phases of Al₂Cu in the brazed joint. In the case of the binary Al-Ge alloy, the high germanium content also causes embrittlement of the brazed joints. Alloys based on the Al-Ge-Si system, considered in this paper, are promising for the creation of filler alloys. The advantages of these alloys are low melting point, acceptable mechanical characteristics and sufficient manufacturability in their production [2]. The aim of the work was a comprehensive study of the properties of alloys based on the Al-Ge-Si system. Experimental alloys investigated in the work were Al-30,4/35,5/40,0Ge-5,5/4,4/3,4Si wt.%. Alloy ingots were obtained by induction vacuum melting. Filler foils with a thickness of 55 ± 1 microns were obtained using the technology of ultrafast solidification of a flat melt jet on an installation with a rapidly rotating copper disk. The method of differential scanning calorimetry (DSC) was used to determine the temperature characteristics of alloys. Experimental results on the determination of the liquidus depending on the content of Si and Ge are consistent with the theoretical projections of the liquidus of the triple-phase di-

agram of the Al-Ge-Si state[3]. Melting/crystallization of the solid solution and two distinct peaks are observed on the DSC curves, indicating melting/crystallization of two different structural components of the eutectic type. The evaluation of the ingot microstructure showed that the alloy consists of two eutectics. Using X-ray phase analysis (XRD), it was found that the first eutectic consists of a solid solution (Al, Ge) with a solid solution (Ge, Si), and the second consists of a solid solution (Al, Ge) with a Ge-based solid solution. Nano-hardness measurements have shown that solid solution (Ge, Si) and Ge-based solid solution are significantly harder than other microstructural components of alloy ingots. The elastic modulus of indentation of an Al-based solid solution is significantly lower than the measured values of other structural microstructural components. Ingot hardness measurements have shown that filler ingots are sufficiently ductile and have a hardness comparable to that of aluminum alloy AA6082, which will be used for brazing with corrosion-resistant steel AISI 304. The results obtained for the ingots under study can be used for predicting the emerging structure of the seam after brazing, adjusted for diffusion processes occurring between the brazed materials and the studied filler alloys.

Acknowledgments: The reported study was funded by RFBR and DFG, project number 21-52-12026.

1. Velu P.K. Study of the effect of brazing on mechanical properties of aluminum alloys for automotive heat exchanges. Purdue University, 2017. – 92 p.
2. NIU Z. wei. Effects of germanium additions on microstructures and properties of Al-Si filler metals for brazing aluminum // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2016. – P. 775–782.
3. Al-Ge-Si Liquidus Projection of Ternary Phase Diagram: Datasheet from “PAULING FILE Multinaries Edition – 2012” in SpringerMaterials / ed. Villars P., Okamoto H. Springer-Verlag Berlin Heidelberg & Material Phases Data System (MPDS), Switzerland & National Institute for Materials Science (NIMS), Japan.

ПОЛУЧЕНИЕ ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ВК94-1/29НК И С48-3/ЦМ-2А АКТИВНЫМИ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫМИ ПРИПОЯМИ

Керамические материалы применяются в самых различных областях, в том числе и в вакуумной технике, где широко используется алюмооксидная вакуумноплотная керамика ВК94-1. Для расширения возможностей применения керамики, создаются их соединения с металлами, позволяющие использовать полезные свойства обоих материалов. Задача создания таких соединений является актуальной, поскольку керамики обладают низкой технологичностью из-за своей высокой твёрдости и практически нулевой пластичностью, а процесс их производства сложен. Для таких целей часто применяется сплав 29НК (Fe-29Ni-17Co). Особенностью этого сплава является низкий коэффициент теплового расширения (КТР), который согласуется с некоторыми видами стекол и керамик. Существуют различные технологии создания соединений металлов с керамиками. Одним из них является активная пайка, то есть использование припоев, которые содержат активные компоненты. В данной работе исследуются паяные соединения керамики ВК94-1 со сплавом 29НК, а также стекла С48-3 со сплавом ЦМ-2А, полученные с помощью быстроокаленных активных припоев.

В ходе работы подобраны несколько активных припоев на основе Ti, Zr и эвтектики Cu-Ag, подходящих для получения таких паяных соединений, создана модель для расчёта остаточных термических напряжений в паяном соединении, проведены измерения углов смачивания этих припоев, рассмотрено их физико-химическое взаимодействие с подложками из паемых материалов. Отработаны режимы пайки стекла со сплавом ЦМ-2А и керамики ВК94-1 со сплавом 29НК, получены неразъёмные соединения с использованием активных припоев различных составов. Показано, что полученные соединения обладают герметичностью и термостойкостью.

1. Way M., Willingham J., Goodall R. Brazing filler metals // *Int. Mater. Rev.* 2020. Т. 65, № 5. С. 257–285.
2. Ali M. и др. Evolution of the interfacial phases in Al₂O₃–Kovar® joints brazed using a Ag–Cu–Ti-based alloy // *Philos. Mag.* Taylor & Francis, 2017. Т. 97, № 10. С. 718–742.
3. Marinho С. и др. Electrochemical response of Ti joints vacuum brazed with Ti-CuNi, AgCu, and Ag fillers // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. The Nonferrous Metals Society of China)*, 2021. Т. 31, № 4. С. 999–1011.
4. Siegmund P. и др. Reactive wetting of alumina by Ti-rich Ni–Ti–Zr alloys // *J. Mater. Sci.* Springer US, 2016. Т. 51, № 8. С. 3693–3700.
5. Ali M. и др. Active metal brazing of Al₂O₃ to Kovar® (Fe–29Ni–17Co wt.%) using Copper ABA® (Cu–3.0Si–2.3Ti–2.0Al wt.%) // *Philos. Mag.* Taylor & Francis, 2018. Т. 98, № 3. С. 182–202.
6. Morokhov P.V. и др. Microstructure formation and mechanical properties of isothermally-solidified titanium alloy joints brazed by a Ti–Zr–Cu–Ni–Be amorphous alloy foil // *Non-ferrous Met.* 2020. Т. 2. С. 63–72.

THE OBTAINING OF JOINTS ALUMINA/KOVAR AND GLASS/MOLYBDENUM ALLOY WITH ACTIVE AMORPHOUS AND NANOSTRUCTURES BRAZING ALLOYS

Ceramic materials are widely used in a variety of applications, including vacuum engineering, where alumina ceramic is one of the common materials. To increase the possibilities of using ceramics, they are combined with metals, to make it possible to use the favorable properties of both materials. The creating of such compounds is highly significant, as the workability of ceramic is restricted due to its high hardness and near-zero plasticity, thus the ceramic production process is complex. For such purposes, Kovar[®] (Fe-29Ni-17Co) is often used. The characteristic of this alloy is the low coefficient of thermal expansion (CTE), which is consistent with some types of glass and ceramics. There are different technologies for obtaining metal-ceramics compounds. One is active brazing that uses the brazing alloys containing active components. This paper examines two types of joints: alumina ceramic joint with Kovar alloy and glass joint with molybdenum alloy. These joints are produced with amorphous or nanostructures active brazing alloys.

This study shows several brazed joints produced with active brazing alloys that are based on Ti, Zr, and Cu-Ag eutectic and are suitable for the production of such compounds. A model for the calculation of residual thermal stresses in the brazed assembly was created. Moreover, the angle of wetting of described brazing alloys was investigated. The research also describes the interaction between brazing alloys and substrates. The brazing regimes of brazing glass with molybdenum alloy and alumina ceramic with Kovar have been developed, solid joints have been obtained with active brazing alloys of various compositions. The resulting joints showed a hermeticity and good thermal sustainability.

1. Way M., Willingham J., Goodall R. Brazing filler metals // *Int. Mater. Rev.* 2020. V. 65, № 5. P. 257–285.
2. Ali M. et al. Evolution of the interfacial phases in Al₂O₃–Kovar[®] joints brazed using a Ag–Cu–Ti-based alloy // *Philos. Mag. Taylor & Francis*, 2017. V. 97, № 10. P. 718–742.
3. Marinho C. et al. Electrochemical response of Ti joints vacuum brazed with Ti–CuNi, AgCu, and Ag fillers // *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed. The Nonferrous Metals Society of China)*, 2021. V. 31, № 4. P. 999–1011.
4. Siegmund P. et al. Reactive wetting of alumina by Ti-rich Ni–Ti–Zr alloys // *J. Mater. Sci.* Springer US, 2016. V. 51, № 8. P. 3693–3700.
5. Ali M. et al. Active metal brazing of Al₂O₃ to Kovar[®] (Fe–29Ni–17Co wt.%) using Copper ABA[®] (Cu–3.0Si–2.3Ti–2.0Al wt.%) // *Philos. Mag. Taylor & Francis*, 2018. V. 98, № 3. P. 182–202.
6. Morokhov P.V. et al. Microstructure formation and mechanical properties of isothermally solidified titanium alloy joints brazed by a Ti–Zr–Cu–Ni–Be amorphous alloy foil // *Non-ferrous Met.* 2020. V. 2. P. 63–72.

Ю.А. ГУРОВА¹, Д.М. БАЧУРИНА¹, М.Д. САВЕЛЬЕВ¹,
Н.А. БАБИНОВ², И.А. ХОДУНОВ², Р.С. СМИРНОВ²,
О.Н. СЕВРЮКОВ¹

¹*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

²*ФТИ им. А.Ф. Иоффе
Violinarus@inbox.ru*

ПРИМЕНЕНИЕ АЛЮМИНИЕВЫХ ПРИПОЕВ ДЛЯ ПАЙКИ ПЬЕЗОКЕРАМИЧЕСКИХ КОМПОНЕНТОВ

Пьезосиловые элементы планируется использовать для приведения в движение внутривакуумных компонентов диагностики томсоновского рассеяния (ДТР) в реакторе ИТЭР. Условия работы ДТР характеризуются высокими радиационными нагрузками, высокой температурой при прогреве, вибрацией и высокими перегрузками при вероятных аварийных событиях [1]. В силу этого к соединениям, в том числе и неразъёмным, эксплуатируемым в реакторе, предъявляются весьма жёсткие требования.

В данной работе исследовали возможность применения высокотемпературной пайки пьезосиловых элементов быстрозакалёнными припоями. Были спаяны столбики керамических дисков ПКВ-460 и ТСВС-2 толщиной 0,5 и 1 мм, соответственно, с медным покрытием 3 мкм и электрическими выводами из медной фольги. Пайка производилась аморфным ленточным припоем СТЕМЕТTM1502 (Al–29,5Ge–3,9Si мас. %), $T_s = 425$ °C $T_1 = 520$ °C при температуре 600 °C и выдержке 10 минут [2].

Для сравнения была проведена пайка пьезокерамик ТСВС-2 толщиной 1 мм и ПКВ-460 0,5 мм с медным покрытием, и выводами из медной фольги чистым алюминием при 680 °C с выдержкой 10 минут.

Методом ЭДС-анализа на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO 50 XVP изучены микроструктуры паяных соединений и получены карты распределения химических элементов в паяном шве. Показана возможность получения механически прочного соединения керамик ПКВ-460 и ТСВС-2 с омеднением и фольгой из меди, припоем СТЕМЕТTM1502. Использование алюминиевой фольги в качестве припоя не позволяет получить механически прочное неразъёмное соединение из пьезокерамик данного типа.

1. Mukhin E. et al. Hardware solutions for ITER divertor Thomson scattering// Fus. Eng. Design, 2017. Vol. 123. P. 686–689.
2. Sevryukov O.N., Suchkov A.N., Guseva E. V. Brazing of modern engineering materials with STEMET® amorphous brazing filler metals. “Ore and Metals” Publishing house, 2015. Vol. 2015, № 1. P. 45–49.

Y.A. GUROVA¹, D.M. BACHURINA¹, M.D. SAVELIEV¹,
N.A. BABINOV², I.A. KHODUNOV², R.S. SMIRNOV²,
O.N. SEVRYUKOV¹

¹*National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia*

²*Physicotechnical Institute named after A.F. Ioffe*

Violinarus@inbox.ru

APPLICATION OF ALUMINUM BRAZING FILLER METALS FOR BRAZING PIEZOCERAMIC COMPONENTS

The piezoactuators are planned to be used for motion of the in-vessel components of ITER Divertor Thomson scattering (DTS) diagnostic. The operating conditions of the DTS are characterized by high radiation loads, high temperature during baking, vibration and high overloads during possible emergency events. [1]. Due to this, very strict requirements are imposed to the connections, including the permanent, operating in the reactor.

In this work, we investigated the possibility of using high-temperature brazing of piezoelectric elements with a brazing alloy. Stacks of ceramic discs PKV-460 and TSVS-2 with a thickness of 0.5 and 1 mm, respectively, with a copper coating of 3 microns, and electrical leads made of copper foil were brazed with a brazing alloy STEMETTM1502 (Al-29.5Ge-3.9Si mas. %), $T_s = 425$ °C $T_l = 520$ °C at a temperature of 600 °C and holding for 10 minutes [2].

For comparison, the brazing of piezoceramics TSVS-2 with a thickness of 1 mm and PKV-460 0.5 mm with a copper coating, and leads from copper foil with pure aluminum at 680 °C and a holding time of 10 minutes was carried out.

The microstructures of the brazed joints were studied by the EDX analysis on a scanning electron microscope Carl Zeiss EVO 50 XVP and maps of the distribution of chemical elements in the brazed seam were obtained. The possibility of obtaining a mechanically strong connection of PKV-460 and TSVS-2 ceramics with copper plating and copper foil, STEMETTM1502 was demonstrated. The use of aluminum foil as a brazing allow does not allow obtaining a mechanically strong permanent connection of piezoceramics of these types.

1. Mukhin E. et al. Hardware solutions for ITER divertor Thomson scattering// Fus. Eng. Design, 2017. Vol. 123. P. 686–689.
2. Sevryukov O.N., Suchkov A.N., Guseva E. V. Brazing of modern engineering materials with STEMET® amorphous brazing filler metals. "Ore and Metals" Publishing house, 2015. Vol. 2015, № 1. P. 45–49.

Д.М. БАЧУРИНА, А.Н. СУЧКОВ, Ю.А. ГУРОВА,

О.Н. СЕВРЮКОВ

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,

Москва, Россия

dmbachurina@mephiru

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПАЯНОГО СОЕДИНЕНИЯ W/Ta/Rusfer, ПОЛУЧЕННОГО С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРИПОЯ Ti-Zr-Be

Для создания реактора ДЕМО необходимо разработать качественную технологию соединения вольфрама со сталью. Сложности возникают при их прямом соединении из-за большой разницы в коэффициенте теплового расширения (КТР). Для подавления разницы КТР обычно используются промежуточные прослойки, такие как ванадий или тантал, при этом высокотемпературная пайка является перспективной технологией. Подавляющее большинство работ посвящено припоям на основе меди и никеля, однако их применимость ограничена из-за высокой остаточной радиоактивности. Поэтому в данной работе был использован полностью малоактивируемый припой 48Ti-48Zr-4Be мас.%. Температура плавления данного припоя позволяет совместить процессы пайки и термообработки сталей.

С помощью EDS и EBSD анализа установлено структурно-фазовое состояние паяных швов. Шов Rusfer / TiZr4Be / Ta состоит из фаз ОЦК-Fe, ZrC, Ta₂Be, ZrFe₂ и ОЦК-Ta. Шов Ta / TiZr4Be / W состоит из ОЦК-Ta, Ta₂Be, β-Ta, твердого раствора на основе ОЦК-Ti, ZrC.

Прочность на срез паяного соединения составляет 127 ± 20 МПа. Разрушение происходит по шву Rusfer / Ta по фазе Ta₂Be.

Провели испытания на термоциклирование в вакууме в диапазоне температур 300–600 °С (нагрев - 5 °С / мин, охлаждение - 2 °С / мин). Установлено образование трещин и отслоений в периферийных участках соединения, что связано с недостатком геометрии экспериментальных образцов. После термоциклирования ни морфология, ни состав швов, ни микротвердость не изменились.

Работа выполнена при поддержке Совета по грантам Президента РФ, проект № СП-3248.2019.2

D.M. BACHURINA, A.N. SUCHKOV, Y.A. GUROVA, O.N.
SEVRYUKOV

National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia
dmbachurina@mephi.ru

MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF THE W / Ta / Rusfer BRAZED JOINT OBTAINED WITH THE USE OF THE Ti-Zr-Be BRAZING ALLOY

To create a DEMO reactor, it is necessary to develop high-quality technology to join tungsten with steel. Difficulties arise in their direct connection due to the large difference in coefficient of thermal expansion (CTE). To suppress difference of CTE intermediate interlayers are usually used, such as vanadium or tantalum and brazing is a prospective technology to conduct joining. The vast majority of works represent copper or nickel based brazing alloys, however their applicability is under big discussion because of irradiation. That's why in this work fully reduced activation 48Ti-48Zr-4Be wt.% brazing alloy was used, melting point of what allows to unite brazing and steels' heat treatment processes

By EDS and EBSD analysis microstructure of the joint was determined. Rusfer/TiZr4Be/Ta seam consists of bcc-Fe, ZrC, Ta₂Be, ZrFe₂ and bcc-Ta phases. Ta/TiZr4Be/W seam consists of bcc-Ta, Ta₂Be, β-Ta, solid solution based on bcc-Ti, ZrC.

Shear strength of as-joined composition is 127±20 MPa. The failure occurs along Rusfer/Ta seam throughout Ta₂Be phase.

Thermocycling tests were carried out in vacuum in the temperature range between 300-600°C (Vheating = 5°C/min, Vcooling=2°C). Individual cracks formed in Rusfer/TiZr4Be/Ta after 200 thermocycles, which do not propagate neither into Ta nor into the steel. After thermocycling neither morphology nor composition of the seams changed as well as microhardness.

The work was funded by The Council on Grants of the President of the Russian Federation, project № CII-3248.2019.2.

Е. А. БАЗДНИКИНА¹, А. Н. СУЧКОВ¹, О. Н. СЕВРЮКОВ¹,
В. Н. КАЗАКОВА¹, Н. С. ПОПОВ¹, Д. С. ГОРБУНОВ¹, А. А.
ФАДЕЕВ², А. В. САМОХИН²

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»
²Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова, Москва,
Россия

katyamaksimkina@mail.ru

ОТРАБОТКА ПАРАМЕТРОВ ПОЛУЧЕНИЯ ОБЪЁМНЫХ АМОРФНЫХ И АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ СОСТАВА $Zr_{35}Ti_{30}Ve_{27,5}Cu_{7,5}$ МЕТОДОМ ИСКРОВОГО ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВ

В работе представлено обоснование выбора оптимального режима получения объёмного аморфного сплава (металлического стекла) методом электроимпульсной консолидации аморфного сферического порошка фракцией 63–100 мкм сплава на основе циркония $Zr_{35}Ti_{30}Ve_{27,5}Cu_{7,5}$. Насыпная плотность порошков составляла 3,35 г/см², текучесть – 25 с/50 г. Для определения оптимальной температуры спекания, методом дифференциально-термического анализа сплава $Zr_{35}Ti_{30}Ve_{27,5}Cu_{7,5}$ определена температура стеклования $T_g = 299$ °С, температура кристаллизации $T_x = 468$ °С, и величина термической стабильности сплава $\Delta T = 169$ °С.

С целью получения объёмного аморфного сплава было проведено варьирование параметров консолидации: давление, температура спекания, время выдержки, скорости нагрева и охлаждения. Для достижения наибольшей степени аморфности была определена оптимальная температура искрового плазменного спекания в интервале от 280 °С до 400 °С, которая составила 340 °С. Для формирования минимальной пористости время выдержки варьировали в интервале от 7 мин до 20 мин при фиксированной температуре 340 °С и давлении 50 Мпа. Наибольшая плотность полученного образца при этом составила 4,9 г/см³, при этом плотность литого образца – 5, 5 г/см³.

Методом рентгенофазового анализа установлено, что образцы, изготовленные в интервале температур 320 – 340 °С, имеют полностью рентгено-аморфную структуру. При изучении микроструктуры образцов обнаружено, что после спекания остаётся большое количество границ между исходными, вероятно окисленными поверхностями частиц.

Установлено, что микротвёрдость образцов, полученных искровым плазменным спеканием меньше микротвёрдости литого образца в среднем на 22-30%, что связано в первую очередь с наличием пор в образцах, полученных методом консолидации. Микротвёрдость литого образца составила 6,3 ГПа, наибольшая микротвёрдость образца, полученного спеканием, составила 4,9 ГПа.

Показано, что оптимальным режимом является: нагрев со скоростью 50 °С/мин до 300 °С и со скоростью 5 °С/мин до 340 °С при давлении 50 МПа, выдержка в течение 20 мин и охлаждение со скоростью 80 °С/мин.

E. A. BAZDNIKINA¹, A. N. SUCHKOV¹, O. N. SEVRYUKOV¹,
V.N. KAZAKOVA¹, N.S. POPOV¹, D.S. GORBUNOV¹, A.A.
FADEEV², A.V. SAMOKHIN²

¹National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia,
²A. A. Baykov Institute of Metallurgy and Materials Science, Moscow, Russia
katyamaksimkina@mail.ru

OBTAINING PARAMETERS FOR THE PRODUCTION OF BULK AMORPHOUS AND AMORPHOUS-CRYSTALLINE ALLOYS OF THE COMPOSITION $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ BY SPARK PLASMA SINTERING OF POWDERS

The paper presents the rationale for choosing the optimal mode for obtaining a bulk amorphous alloy (metallic glass) by the method of electro-pulse consolidation of an amorphous spherical powder with a fraction of 63-100 μm of a Zr-based alloy $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$. The bulk density of the powders was 3.35 g/cm^2 , the fluidity was 25 s/50 g. To determine the optimal sintering temperature, the glass transition temperature $T_g = 299$ °C, crystallization temperature $T_x = 468$ °C, and the value of the thermal stability of the alloy $\Delta T = 169$ °C were determined by differential thermal analysis of the alloy $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$.

The consolidation parameters were varied: pressure, sintering temperature, dwell time, heating and cooling rates. To achieve the highest degree of amorphousness, the optimal temperature of SPS was determined in the range from 280 °C to 400 °C, and it made up 340 °C. To form the minimum porosity, the holding time was varied in the range from 7 min to 20 min at a fixed temperature of 340 °C and a pressure of 50 MPa. The highest density of the obtained sample was 4.9 g/cm^3 , while the density of the cast sample was 5.5 g/cm^3 .

By X-ray phase analysis, it was found that the samples produced in the temperature range 320 - 340 °C have a completely amorphous structure. When studying the microstructure of samples, it was found that after sintering, a large number of boundaries remain between the initial, probably oxidized surfaces of particles.

The microhardness of the samples obtained by spark plasma sintering is less than the microhardness of the cast sample by an average of 22-30%, which is primarily due to the presence of pores in the samples obtained by the consolidation method. The microhardness of the cast sample was 6.3 GPa, the highest microhardness of the sample obtained by the test was 4.9 GPa.

It is shown that the optimal mode is: heating at a speed of 50 °C/min to 300 °C and at a speed of 5 °C/min to 340 °C at a pressure of 50 MPa, dwelling for 20 minutes and cooling at a speed of 80 °C/min.

S. CORTHAY¹, K.L. FIRESTEIN², D.G. KVASHNIN^{1,3}, M.K. KUTZHANOV¹, A.T. MATVEEV¹, A.M. KOVALSKII¹, D.V. LEYBO¹, D.V. GOLBERG^{2,4}, D.V. SHTANSKY¹

¹National University of Science and Technology "MISIS", Moscow, Russia

²Centre for Materials Science and School of Chemistry and Physics, Faculty of Science, Queensland University of Technology (QUT), Brisbane, Australia

³Emanuel Institute of Biochemical Physics RAS, 4 Kosigina, Moscow, 119334, Russia

⁴International Centre for Materials Nanoarchitectonics (MANA), National Institute for Materials Science (NIMS), Tsukuba, Ibaraki, Japan

E-mail: shakti.corthay@isis.ru

ELEVATED-TEMPERATURE HIGH-STRENGTH *h*-BN-DOPED AL2014 AND AL7075 COMPOSITES

Al2014 (Al2) and Al7075 (Al7) series composites with and without addition of hexagonal BN (*h*-BN) flakes were fabricated from the powder mixtures of individual elements using a combination of high-energy ball milling (HEBM) and spark plasma sintering (SPS).

Structural study of the fabricated composites revealed the presence of phases which differed from standard alloys obtained *via* casting and subsequent heat treatment. During SPS, one part of BN additives had reacted with Al, Si, and Mg to form AlB₂, SiN_x, and MgB₂/Mg₃(BO₃)₂ inclusions, while the other part remained unreacted and contributed to the material strength.

Classical molecular dynamics simulations indicated that the *h*-BN nanosheets had provided solid lubrication, prevented nanoparticle agglomeration during HEBM, led to a reduced porosity and more homogeneous reinforcing phase distributions in the powder mixtures and resultant composites.

Addition of 3 wt% *h*-BN led to an increase in hardness of 60% (Al2 series) and 34% (Al7 series), an increase in the room-temperature tensile strength of 74% and 16%, and at elevated temperatures, the tensile strength values were also improved in comparison to unreinforced composites.

The enhancement of the mechanical properties was attributed to the combination of high thermal stability of the reinforcing phases, solid solution hardening, and Orowan (precipitation) strengthening.

S. CORTHAY, M.K. KUTZHANOV, U.U. NARZULLOEV, A.S.
KONOPATSKY, A.T. MATVEEV, D.V. SHTANSKY
National University of Science and Technology "MISIS", Moscow, Russia
E-mail: shakti.corthay@isis.ru

BN REINFORCED NI MATRIX COMPOSITES

An actual trend in the world of materials science is the strengthening of materials by addition of nanosized particles. Nickel, by its high-temperature strength, is often used as a metal matrix in composite materials and is frequently reinforced by graphite, graphene and carbon nanotubes.

In this work, for the first time, Ni metal matrix composites containing nano hexagonal boron nitride (h-BNn) particles (0-0.1 wt.%) were fabricated by combination of high energy ball milling and spark plasma sintering. h-BNn has a high Young's modulus and lubricating properties similar to those of graphite, but has a significantly higher oxidation resistance temperature.

The mechanical properties, that is tensile, bending and compressive strength were measured on sintered specimens. By addition of only 0.05 wt.% of h-BNn, specimens showed a maximal tensile strength at 25 and 750°C, which represents an improvement of 26% and 63% compared to additive free Ni. The bending strength of this composite at room temperature showed an improvement of 121 % in comparison to additive free Ni specimens, whereas compression tests showed high ductility.

Addition of h-BN reinforcer in small quantities decreased the Ni grain size, strengthened the material by solid solution and grain boundary strengthening.

Such composites can have potential applications in aeronautics, automobile and high temperature work which demand light-weight materials, resistance to corrosion and relatively good mechanical properties at room and elevated temperatures.

S.Corthay thanks the Russian Foundation for Basic Research (project number No. 20-33-90110).

Е.Ю. СТРУГОВЩИКОВ¹, А. ПИЩЕВ², С.Ж. КАРАЖАНОВ^{3,4}

¹*Университет Ровира и Вергили, Таррагона, Испания*

²*Институт Физики, Университет Тарту, Тарту, Эстония*

³*Национальный Исследовательский Ядерный Университет МИФИ,
Москва, Россия*

⁴*Департамент Солнечной Энергетики, Институт Энергетических Тех-
нологий, Шеллер, Норвегия*

evgenii.strugovshchikov@fundacio.urv.cat

ПРЕОБРАЗОВАНИЯ В ХИМИЧЕСКОМ ПРОСТРАНСТВЕ: НА ПРИМЕРЕ ОКСИГИДРИДОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ

Точное предсказание того, каким образом определяется структурно-фазовое состояние нового материала, является одной из важнейших задач материаловедения. В частности, четкое понимание того, каким будет отношение состав-структура-свойства для данной кристаллизации, имеет решающее значение при разработке новых материалов. Однако, для большого количества новых неорганических химических композиций эта проблема все еще остается открытой. В своем докладе я расскажу о новом теоретическом подходе к проектированию кристаллических структур, который предлагает большие возможности для наиболее точного предсказания новых функциональных материалов с желаемыми свойствами. Этот подход представляет собой эволюционную стратегию, основанную на кристаллохимическом моделировании, в которой набор экспериментальных данных, используемые теоретические методы и вычислительные алгоритмы объединены в единую интегрированную структуру. Ключевым моментом нашей стратегии является то, что мы используем классическую комбинацию кристаллографии и методов теории групп, логику квантовой химии и соответствующие симуляциями теории функционала плотности для описания структурной эволюции макроскопического материального объекта на различных уровнях сложности. Таким образом мы получаем набор моделей, которые содержат наилучшие атомные конфигурации для каждого конкретного состояния системы. Такой подход к моделированию дает возможность предсказать широкий спектр новых стабильных соединений с различной 2Д и 3Д архитектурой кристаллов. Наше исследование было мотивировано большим количеством экспериментальных результатов по синтезу и анализу различных свойств мульти-анионных химических систем, таких как оксигидриды редкоземельных металлов [1,2]. Эти материалы обладают рядом интересных свойств, которые могут быть использованы для проектирования и разработки новых функциональных материалов [3,4]. Однако, в ходе многочисленных исследований, проведен-

ных с этими системами, возник ряд фундаментальных вопросов, касающихся ключевых факторов и основных механизмов, ответственных за пути их формирования, структурные, электронные и оптические свойства этих материалов. Кроме того, в контексте многофункциональных свойств, я опишу технологические перспективы различных применений для этих материалов.

1. J. Maehlen, *et al*, Lattice contraction in photochromic yttrium hydride, *J. Alloys Compd.*, 2013, 580(1), 119-121.
2. C. You, *et al*, Engineering of the band gap and optical properties of thin films of yttrium hydride, *Appl. Phys. Lett.*, 2014, 105, 031910.
3. A. Pishtshev, *et al*, Conceptual Design of Yttrium Oxyhydrides: Phase Diagram, Structure, and Properties, *Cryst. Growth Des.*, 2019, 19(5), 2574-2582.
4. E. Strugovshchikov, *et al*. Orthogonal chemistry in the design of rare-earth metal oxyhydrides. *Pure and Applied Chemistry*, 2021, 07

Dr. E. STRUGOVSHCHIKOV¹, Dr. A. PISHTSHEV²,
Prof. S. KARAZHANOV^{3,4}

¹*University of Rovira i Virgili, Tarragona, Spain*

²*Institute of Physics, University of Tartu, Tartu, Estonia*

³*National Research Nuclear University MEPH, Moscow, Russia*

⁴*Department for Solar Energy, Institute for Energy Technology, Kjeller,
Norway*

evgenii.strugovshchikov@fundacio.urv.cat

TRANSFORMATIONS IN THE CHEMICAL SPACE: RARE-EARTH METAL OXYHYDRIDES AS A CASE STUDY

A rigorous prediction of how a given structural-phase state of a new material is established is one of the most important problems of materials science. In particular, a clear understanding of how the composition-structure-property relationships will unfold for a given crystallization is crucial when designing material characteristics. However, for a large number of inorganic chemical compositions this problem is still open. In this talk, I will discuss a new theoretical approach in solid-state structure design that offers great opportunities for making the most accurate predictions of new functional materials with desired properties. This approach represents an evolutionary strategy that is based on crystal-chemical modeling in which experimental datasets, theoretical methods, and computational algorithms are combined into an integrated framework. The key point of our strategy is that we use the classical combination of crystal geometry with group-theory methods, quantum chemistry reasoning, and appropriate DFT simulations to describe the structural evolution of a macroscopic

material object at various levels of complexity as complete sequences of the best available configurations in every given state. This modeling approach leads to the possibility of predicting a wide range of new stable compounds with different 2D and 3D crystal architectures. Our study was motivated by a large number of experimental results on the synthesis and various properties of multi-anion chemical systems such as rare-earth metal oxyhydrides [1,2]. These materials exhibit a number of interesting properties that can be used in the design and development of new functional materials [3,4]. However, in the course of the many studies conducted on these systems, a number of fundamental issues have arisen concerning the key factors and basic mechanisms responsible for the formation pathways, structural, electronic, and electrical properties of these materials. In the context of multifunctional properties, I will describe the technological perspectives regarding various applications of these materials.

1. J. Maehlen, *et all*, Lattice contraction in photochromic yttrium hydride, *J. Alloys Compd.*, 2013, 580(1), 119-121.
2. C. You, *et all*, Engineering of the band gap and optical properties of thin films of yttrium hydride, *Appl. Phys. Lett.*, 2014, 105, 031910.
3. A. Pishtshev, *et all*, Conceptual Design of Yttrium Oxyhydrides: Phase Diagram, Structure, and Properties, *Cryst. Growth Des.*, 2019, 19(5), 2574-2582.
4. E. Strugovshchikov, *et all*. Orthogonal chemistry in the design of rare-earth metal oxyhydrides. *Pure and Applied Chemistry*, 2021, 07

А.В. БРАЦУК, Д.А. БЕЗЖОВЧИЙ, С.Ю. КОВТУН,
А.А. ИГОНИНА, Д.С. КИСЕЛЕВ, А.С. ШАДСКИЙ,
А.А. УРУСОВ, Е.Н. ФЕДОРОВ
АО «НИИ НПО «ЛУЧ», Подольск, Россия
avbratsuk@mail.ru

СИНТЕЗ НАНОТРУБОК ИЗ ДИОКСИДА ТИТАНА И ОСОБЕННОСТИ ИХ МОДИФИКАЦИИ ПРИМЕНИТЕЛЬНО К СОЗДАНИЮ БЕТА-ВОЛЬТАИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ

Нанотрубчатые структуры на основе диоксида титана актуальны во многих приложениях, например, в фото- и бета-вольтаике, микроэлектронике, медицине, системах фильтрации, датчиков, сенсоров. Целью работы является создание массивов нанотрубок из диоксида титана (TiO_2 НТ) с последующей их модификацией для применения в бета-вольтаических элементах (БВЭ) в качестве полупроводниковых преобразователей энергии бета-излучения в электрическую.

В работе TiO_2 НТ синтезировали в виде вертикально-ориентированных массивов методом электрохимического анодирования титановой подложки во фторидсодержащем электролите в стандартной двухэлектродной электрохимической ячейке. Отработали режимы синтеза, влияющие на степень самоорганизации нанотрубок, а также на их длину, диаметр, толщину стенок и морфологию. Получили гладкие и ровные TiO_2 НТ с открытыми концами и с минимальным количеством структурных дефектов (Рис.1). Длина нанотрубок зависела от времени анодирования и составляла до 15 мкм. Диаметр нанотрубок варьировался от 70 нм до 120 нм в зависимости содержания ионов фтора и воды в электролите.

Модификацию свежеприготовленных TiO_2 НТ проводили с использованием известного метода кристаллизации, отжига на воздухе, в результате проведения которого аморфная фаза TiO_2 НТ трансформировалась в фазу анатаза.

Прошедшие модификацию массивы TiO_2 НТ благополучно отделяли от исходной титановой подложки с помощью дополнительного синтеза аморфной прослойки диоксида титана под кристаллизованным массивом TiO_2 НТ и последующего ее химического растворения. Фрагмент отделенного массива TiO_2 НТ представлен на Рис. 2.

На основе отделенных массивов TiO_2 НТ и фольги из никеля-63 создавали единичные БВЭ и измеряли ток короткого замыкания и напряжение холостого хода, в результате чего в лучшем варианте достигли 0,2 В и 0,3 нА/см², соответственно, при толщине БВЭ ~ 15 мкм. Данные значения приемлемы и являются многообещающими для создания бета-вольтаической батареи миниатюрного размера с повышенной удельной мощностью.

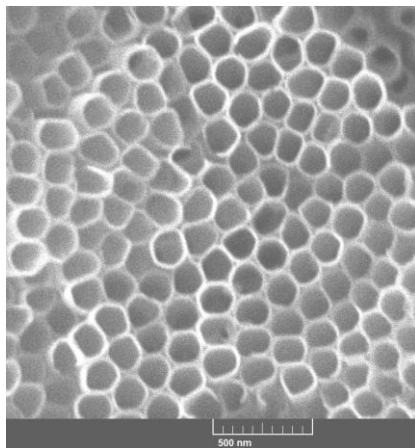


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение участка массива TiO₂ НТ

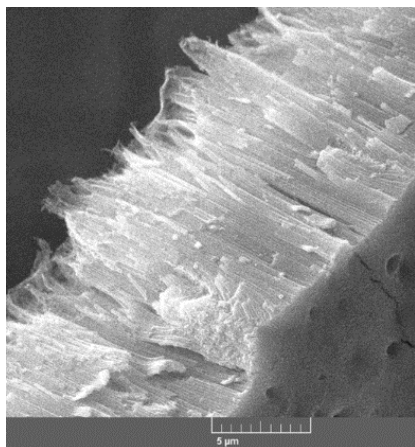


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение отдельного массива TiO₂ НТ в поперечном сечении

A.V. BRATSUK, D.A. BEZZHOVCHIY, S.Y. KOVTUN,
A. A. IGONINA, D.S. KISELEV, A.S. SHADSKIY,
A.A. URUSOV, E.N. FEDOROV
LUCH JSC, Podolsk, Russia
avbratsuk@mail.ru

TITANIUM DIOXIDE NANOTUBES SYNTHESIS AND MODIFICATION FOR THE DEVELOPMENT OF BETAVOLTAIC CELLS

Nanotubular structures based on titanium dioxide are relevant in many areas, for example, in photo- and beta-voltaics, microelectronics, medicine, filtration systems, detectors and gas sensors. The aim of this work is to create arrays of titanium dioxide nanotubes (TiO_2 NT) with their subsequent modification for use in beta-voltaic cells (BVC) as semiconductor converters of beta-radiation energy into electrical energy.

In this work, TiO_2 NTs were synthesized as vertically oriented arrays by electrochemical anodization of a titanium substrate in a fluoride-containing electrolyte using a standard two-electrode electrochemical cell. We have worked out the synthesis modes, that affect the self-organization degree of nanotubes as well as their length, diameter, wall thickness, and morphology. Smooth and straight TiO_2 NTs with open ends and with a minimum number of structural defects were obtained (Fig. 1). The length of the nanotubes depended on the anodization time and amounted to 15 μm . The nanotube diameter varied from 70 nm to 120 nm depending on the concentration of fluorine ions and water in the electrolyte.

The modification of as-prepared TiO_2 NTs was carried out using the well-known crystallization method, because of which the amorphous TiO_2 NT phase was transformed into the anatase phase. Heat treatment in a muffle furnace were used.

The modified TiO_2 NT arrays were safely detached from the initial titanium substrate by additional synthesis of an amorphous titanium dioxide interlayer under the crystallized TiO_2 NT array and its subsequent chemical dissolution. A fragment of the detached TiO_2 NT array is shown in Fig. 2.

Based on the detached free-standing TiO_2 NT arrays and nickel-63 foil, single BVCs were created and the short-circuit current and open-circuit voltage were measured, because of which, in the best variant, they reached 0.2 V and 0.3 nA/cm^2 with a BVC thickness of $\sim 15 \mu\text{m}$. These values are acceptable and perspective for a miniature beta-voltaic battery with increased power density.

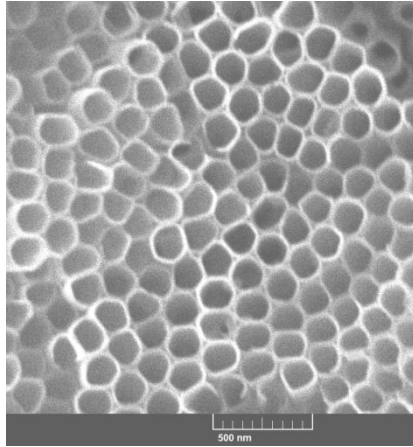


Fig. 1. SEM image of the TiO₂ NT array

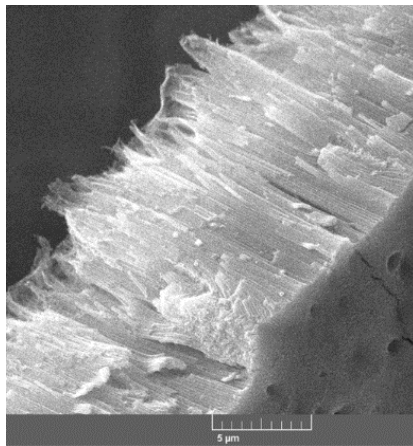


Fig. 2. SEM image of the detachable TiO₂ NT array in cross section

М.О. ЭТРЕКОВА, К.Ю. ОБЛОВ, Н.Н. САМОТАЕВ,
А.В. ЛИТВИНОВ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва,
Россия*

moetrekova@mephi.ru

ТЕХНОЛОГИЯ ЛАЗЕРНОЙ МИКРОФРЕЗЕРОВКИ ДЛЯ SMD-КОРПУСИРОВАНИЯ СЕНСОРОВ ВОДОРОДА, РАСТВОРЕННОГО В ТРАНСФОРМАТОРНОМ МАСЛЕ

Онлайн мониторинг концентрации газов, растворенных в масле трансформаторов - эффективная мера профилактики аварийных ситуаций из-за старения или неисправности высоковольтного оборудования. В [1] предложен метод контроля H_2 , растворенного в трансформаторном масле, с помощью МДП-сенсоров конденсаторного типа с порогом обнаружения по концентрации H_2 непосредственно в масле на уровне 0,5 ppm. Однако задача оснащения маслonaполненного оборудования подобными сенсорами накладывает строгие ограничения на габариты чувствительных элементов. Поэтому разработано решение по миниатюризации МДП-сенсоров с переходом от объемного металлостеклянного корпуса ($0,6 \text{ см}^3$) к керамическому SMD корпусу для поверхностного монтажа ($0,1 \text{ см}^3$), изготовленному по технологии лазерной микрофрезеровки [2].

В отличие от поточной кремниевой микроэлектронной технологии, разработанный программно-аппаратный комплекс микрофрезеровки на базе иттербиевого импульсного волоконного лазера IPG-Photonics позволяет производить обработку широкого перечня материалов толщиной от 0,005 до 10 мм: кремния, керамики и различных металлов. Это дает возможность изготавливать чипы микронагревателей и SMD корпуса для специализированных газовых датчиков в одном производственном цикле со скоростью фрезеровки до $200 \text{ мм}^3/\text{ч}$, что оптимизирует многономенклатурное мелкосерийное производство. Отлажена уникальная методика формирования топологических рисунков двусторонней платиновой металлизации с использованием лазерной абляции (точность совмещения $\pm 5 \text{ мкм}$ при повороте листового материала на 180°), которая позволила уменьшить производственный брак с 50 %, что характерно для магнетронного напыления через маску, до 1 %.

Работа поддержана РФФИ (Соглашение 18-79-10230 от 08.08.2018).

1. Litvinov A., Samotaev N., Etrekova M., Ivanova A., Filipchuk D. Hydrogen concentration control in oil-filled power transformers using field effect capacitive gas sensors // Journal of the Electrochemical Society, 2021, 168(1), 017503.
2. Fritsch M., Mosch S., Vinnichenko M., Trofimenko N., Kusnezoff M., Fuchs F.M., Oblov K. Printed Miniaturized Platinum Heater on Ultra-Thin Ceramic Membrane for MOX Gas Sensors // ECS Meeting Abstracts IOP: Bristol, UK, 2020. P. 2125.

M. ETREKOVA, K. OBLOV, N. SAMOTAEV, A. LITVINOV

National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia

moetrekova@mephi.ru

LASER MICRO MILLING TECHNOLOGY FOR SMD HOUSING OF GAS SENSORS FOR MEASURING HYDROGEN DISSOLVED IN TRANSFORMER OIL

Online concentration monitoring of gases dissolved in the transformers' oil is an effective measure for preventing emergencies due to aging or malfunction of high-voltage equipment. In [1], a monitoring method for measuring of hydrogen dissolved in transformer oil using capacitor-type MIS sensors with a limit of detection hydrogen concentration directly in the oil at a level of 0.5 ppm was proposed. However, the task of equipping oil-filled installation with such sensors imposes strict restrictions on the sensitive elements dimensions. Therefore, a solution has been developed for the miniaturization of MIS sensors with the transition from a bulk metal-glass case (0.6 cm^3) to a ceramic SMD case for surface mounting (0.1 cm^3), manufactured using laser micro milling technology [2].

Unlike in-line silicon microelectronic technology, the developed software and hardware micro milling complex based on the IPG-Photonics ytterbium pulsed fiber laser allows processing a wide range of materials with a thickness of 0.005 to 10 mm: silicon, ceramics and various metals. This makes it possible to manufacture micro heater chips and SMD housings for specialized gas sensors in one production cycle with a milling speed of up to 200 mm^3 per hour, which optimizes multi-product small-scale production. A unique technique for the formation of topological patterns of double-sided platinum metallization using laser ablation (alignment accuracy of ± 5 microns when rotating the sheet material by 180°) has been debugged, which made it possible to reduce manufacturing defects from 50%, which is typical for magnetron sputtering through a mask, to 1%.

This work was supported by the Russian Science Foundation (Agreement 18-79-10230 of 08.08.2018).

1. Litvinov A., Samotaev N., Etrekova M., Ivanova A., Filipchuk D. Hydrogen concentration control in oil-filled power transformers using field effect capacitive gas sensors // *Journal of the Electrochemical Society*, 2021, 168(1), 017503.
2. Fritsch M., Mosch S., Vinnichenko M., Trofimenko N., Kusnezoff M., Fuchs F.M., Oblov K. Printed Miniaturized Platinum Heater on Ultra-Thin Ceramic Membrane for MOX Gas Sensors // *ECS Meeting Abstracts IOP: Bristol, UK*, 2020. P. 2125.

М.А. ПАХОМОВ¹, Д.О. МОСКОВСКИХ³,
В.Ю. НОВИКОВ², В.В. СТОЛЯРОВ¹

¹*Институт машиноведения имени А. А. Благонравова РАН,
Москва, Россия*

²*Белгородский государственный национальный исследовательский
университет, Белгород, Россия*

³*Национальный исследовательский технологический университет,
Москва, Россия*

pakhomovmish@gmail.com

ВЛИЯНИЕ ГРАФЕНА НА ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТНОЙ КЕРАМИКИ

Спеченная крупнокристаллическая керамика Al_2O_3 является одним из современных конструкционных материалов с высокой температурой плавления, модулем упругости, термостойкостью, коррозионной стойкостью, но имеет ряд недостатков, ограничивающих практическое применение – высокую хрупкость, низкие трещиностойкость и износостойкость [1]. Добавление графена в состав наноразмерной керамики может стать способом улучшения перечисленных сервисных характеристик. Целью данной работы является изучение влияния графена на трибологические свойства нанокompозитной керамики на основе оксида алюминия.

Был использован композит из керамического нанопорошка Al_2O_3 и графеновых нанохлопьев, спеченный методом SPS, в форме диска размером $\varnothing 15 \times 2$ мм. Исследованы образцы без графена и с содержанием графена 2 масс.%. Испытания на износ и трение проводились без смазки на трибometре «CSM Instruments» при комнатной температуре и круговой схеме трения «шар-диск» с радиусом трения $r=2,5$ мм и линейной скоростью 15 см/с. Эксперимент проводили на воздухе при комнатной температуре. Материалом контртела был сапфировый шарик $\varnothing 3$ мм, нагрузка 20Н.

Введение 2 масс. % графена в керамику оксида алюминия привело к снижению износа и коэффициента трения на 19 и 30%, соответственно, и скорости износа на три порядка с $2,55 \times 10^{-8}$ до $6,13 \times 10^{-5}$ $mm^3 \cdot H^{-1} \cdot m^{-1}$. Обсуждается механизм влияния графена, связанный с его морфологией и распределением.

1. O. Jankovsk'y, P. Simek, D. Sedmidubsk'y, S. Huber, M. Pumerab, Z. Sofer. Towards highly electrically conductive and thermally insulating graphene nanocomposites: Al_2O_3 – graphene, RSC Adv., 2014, 47, p. 7418-7424.

M.A. PAKHOMOV¹, D.O. MOSKOVSKIY³, V.Y. NOVYKOV²,
V.V. STOLYAROV¹

¹*Mechanical Engineering Research Institute RAS, Moscow, Russia*

²*Belgorodsky State National Research University, Belgorod, Russia*

³*National Research Technological University, Moscow, Russia*

pakhomovmish@gmail.com

INFLUENCE OF GRAPHENE ON TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF NANOCOMPOSITE CERAMICS

Sintered coarse-crystalline ceramics Al_2O_3 is one of the modern structural materials with high melting point, elastic modulus, heat resistance, corrosion resistance, but has a number of disadvantages limiting practical application - high brittleness, low crack resistance and wear resistance [1]. The addition of graphene to the composition of nanosized ceramics can be a way to improve the listed service characteristics. The aim of this work is to study the effect of graphene on the tribological properties of nanocomposite ceramics based on aluminum oxide.

It has been used a composite sintered by the SPS method, consisting of an Al_2O_3 ceramic nanopowder and graphene nanoflakes, in the form of a disk with a size $\varnothing 15 \times 2$ mm. Samples without graphene and with a graphene content of 2 wt.% were studied. Wear and friction tests were carried out without lubrication on a tribometer CSM Instruments instrument at room temperature and a circular ball-disk friction pattern with a friction track radius $r = 2.5$ mm and a linear velocity of 15 cm / s. The experiment was carried out in air at room temperature. A sapphire ball served as a counter body $\varnothing 3$ mm, the load was 20N.

At friction the addition of 2%, graphene to aluminum oxide ceramics allows:

- to reduce wear and friction coefficient by 19 and 30%, correspondingly;
- to reduce the wear rate by three orders of magnitude, from 2.55×10^{-8} to $6.13 \times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$).

The structural mechanism of the graphene influence depending on its morphology and distribution is discussed.

1. O. Jankovsk'y, P. Simek, D. Sedmidubsk'y, S. Huber, M. Pumerab, Z. Sofer. Towards highly electrically conductive and thermally insulating graphene nanocomposites: Al_2O_3 – graphene, RSC Adv., 2014, 47, p. 7418-7424.
2. E.A. Klyatskina, A. Borrell, E.G. Grigoriev, A.G. Zholnin, M.D. Salvador, V.V. Stolyarov, Structure features and properties of graphene / Al_2O_3 composite, J. of Ceram. Soc & Tech. 2018, 9 (3), p. 215-224. 10-3

М.Д. ГРИЦКЕВИЧ, Д.В. ФОМИНСКИЙ, Р.И. РОМАНОВ, В.Ю.
ФОМИНСКИЙ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТВЕРДОСМАЗОЧНОГО ПОКРЫТИЯ, СФОРМИРОВАННОГО РЕАКЦИОННЫМ ИМПУЛЬСНЫМ ЛАЗЕРНЫМ ОСАЖДЕНИЕМ ТИТАНА И МОЛИБДЕНА

Рассмотрены структурные изменения в покрытиях, полученных методом реакционного импульсного лазерного осаждения молибдена и титана в реакционной газовой среде (сероводороде, H_2S) различного давления (5 и 10 Па) на нагретую до $+250^\circ C$ подложку. Выявлены различия в трибологических свойствах в зависимости от режима осаждения. Приведены результаты исследования структуры и трибологических свойств этих покрытий при различных значениях давления. Установлено, что покрытия, полученные при давлении 5 Па, обладают лучшими трибохарактеристиками во всех режимах испытания. Помимо этого, покрытиям требуется меньше циклов приработки при функционировании при высокой температуре и в среде азота.

M.D. GRITSKEVICH, D.V. FOMINSKI, R.I. ROMANOV, V.Y.
FOMINSKI

National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia

TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF SOLID-LUBRICATING COATING FORMED BY REACTIVE PULSE LASER DEPOSITION OF TITANIUM AND MOLYBDENUM

Structural changes in coatings obtained by the method of reactive pulsed laser deposition of molybdenum and titanium in a reaction gas medium (hydrogen sulfide, H_2S) of various pressures (5 and 10 Pa) on a substrate heated to $+250^\circ C$ are considered. Differences in tribological properties were revealed depending on the deposition regime. The results of studying the structure and tribological properties of these coatings at various pressures are presented. It was found that coatings obtained at a pressure of 5 Pa have the best tribo characteristics in all test modes. In addition, the coatings require fewer burn-in cycles when operating at high temperatures and under nitrogen.

О.В. РУБИНКОВСКАЯ, Д.В. ФОМИНСКИЙ, Р.И. РОМАНОВ,
В.Ю. ФОМИНСКИЙ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

deut2amu@gmail.com

ФОТОЭЛЕКТРОКАТАЛИТИЧЕСКАЯ АКТИВНОСТЬ РАСЩЕПЛЕНИЯ ВОДЫ ГИБРИДНОЙ СТРУКТУРОЙ MoS_x/WSe₂, ФОРМИРУЕМОЙ МЕТОДАМИ ТЕРМОХИМИЧЕСКОГО СИНТЕЗА И ОСАЖДЕНИЯ

Исследованы особенности термохимической обработки тонкопленочного прекурсора триоксида вольфрама (WO₃) в сероводороде, направленной на формирование слоев дисульфида вольфрама (WS₂) в гибридной структуре MoS_x/WSe₂ при быстром селенировании на стеклоуглеродной подложке при 900 °С. Нанослой аморфного сульфида молибдена (MoS_x ~ 3), обладающий высокой каталитической активностью в электрохимической реакции выделения водорода, наносится на поверхность полученных пленок WSe₂ методом импульсного лазерного осаждения. Показано, что состав тонкопленочного прекурсора WO₃ оказывает существенное влияние на морфологию нанослоев WSe₂, и эта характеристика во многом определяет эффективность выделения водорода гетероструктурой MoS₃/WSe₂ при фотоактивированном расщеплении воды. Наиболее эффективное выделение водорода обнаружено для гетероструктура MoS₃/WSe₂, содержащая WSe₂ в виде кристаллических лепестков толщиной ~ 50 нм, причем эти кристаллы ориентированы перпендикулярно поверхности подложки. Проведен теоретический анализ синергетического взаимодействия на границе MoS₃/WSe₂ на эффективность образования водорода. Расчеты теории функционала плотности показали, что кластеры MoS₃ могут повышать эффективность реакция выделения водорода при контакте с поверхностными участками нанокристаллов WSe₂.

O.V. RUBINKOVSKAYA, D.V. FOMINSKIY, R.I. ROMANOV,
V.YU. FOMINSKIY

National research nuclear university "MEPhI", Moscow, Russia
deut2amu@gmail.com

PHOTOELECTROCATALYTIC ACTIVITY OF MoS_x/WSe₂ HYBRID STRUCTURE WATER SPLITTING PREPARED BY THERMOCHEMICAL SYNTHESIS AND DEPOSITION

The characteristics of thermochemical treatment of a thin-film precursor of tungsten trioxide (WO₃) in hydrogen sulfide aimed at the formation of layers of tungsten disulfide (WS₂) in a hybrid MoS_x/WSe₂ structure with rapid selenization on a glass-carbon substrate at 900 °C. A nanolayer of amorphous molybdenum sulfide (MoS_x ~ 3), which has a high catalytic activity in the electrochemical reaction of hydrogen evolution, is applied to the surface of the obtained WSe₂ films by pulsed laser deposition. The composition of the thin-film precursor WO₃ has a significant effect on the morphology of WSe₂ nanolayers, and this characteristic largely determines the efficiency of the MoS₃/WSe₂ heterostructure hydrogen evolution by during photoactivated water splitting was shown. The most effective hydrogen evolution for the MoS₃/WSe₂ heterostructure containing WSe₂ in the form of crystal petals ~ 50 nm thickness, and these crystals are oriented perpendicular to the surface of the substrate was found. A theoretical analysis of the synergetic interaction at the MoS₃/WSe₂ boundary on the efficiency of hydrogen evolution is carried out. Calculations of the density functional theory have shown that MoS₃ clusters can increase the efficiency of the hydrogen evolution reaction upon contact with the surface areas of WSe₂ nanocrystals.

Е.В. КРОПОЧЕВ, В.Н. БРЕНДАКОВ

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия
messive@yandex.ru

ЧИСЛЕННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ ФТОРА В СРЕДНТЕМПЕРАТУРНОМ ЭЛЕКТРОЛИЗЕРЕ

В современной ядерной технологии с помощью фтора получают один из основных её продуктов – гексафторид урана. В производственных условиях фтор получают среднетемпературным (~100 °С) электролизом расплава гидрофторида калия, который образуется при насыщении расплава $KF \cdot 2HF$ фтороводородом до содержания 36,5-41,0% мас. HF , наиболее распространенные конструкции промышленных среднетемпературных электролизеров работают при плотности тока на анодах 0,1-0,2 А/см². При электролизе происходит превращение электрической энергии в химическую. Электролиз подчиняется законам Фарадея и уравнениям кинетики электродных процессов [1].

Получение фтора – физически энергоемкий и дорогостоящий процесс, что затрудняет проведение объемных экспериментальных исследований. В связи с этим общепризнанной мировой практикой является разработка математических моделей в области совершенствования конструкции и технологии фторных электролизеров. Адекватный расчет, дающий детализированное представление о подробностях процесса, является одним из первостепенных условий экономически эффективного производства [2].

В ранее проведенных работах отсутствует полный системный учет достоверных экспериментальных данных при производстве фтора, которые могли бы лечь в основу разрабатываемых моделей. Для усовершенствования конструкции и режимов работы среднетемпературных электролизеров рекомендуется: провести испытания вновь разработанной конструкции сетчатого фильтра для очистки анодного газа от твердо- и жидкофазных взвешенных частиц; провести исследование влияния добавки фторида алюминия в электролит на выход фтора по току; провести испытания по снижению высоты коксовой пластины на 25%, что позволит снизить коррозию медного токоподвода и разрушение коксовой пластины; рассмотреть вопрос пульсационного перемешивания электролита с импульсом, приводящим к изменению уровня электролита примерно $\pm (5-10)$ мм.

1. Галкин Н.П., Крутиков А.Б. Технология фтора. –М.: Атомиздат, 1968.–188 с.
2. Будилов И.Н., Лукашук Ю.В. Моделирование магнитогидродинамических процессов в промышленных электролизерах с помощью ANSYS // ANSYS Solutions. Русская редакция. – 2007, №6. – С. 13-17.

NUMERICAL STUDY OF THE PROCESS OF OBTAINING FLUORINE IN A MEDIUM TEMPERATURE ELECTROLYSER

One of the main products of modern nuclear technology is obtained with the help of fluorine - it is uranium hexafluoride. Under industrial conditions, fluorine is obtained by medium-temperature ($\sim 100^\circ\text{C}$) electrolysis of potassium hydrofluoride melt, which is formed when the $\text{KF}\cdot 2\text{HF}$ melt is saturated with hydrogen fluoride to a content of 36.5-41.0% wt. HF. The most common designs of industrial medium-temperature electrolyzers operate at an anode current density of 0.1-0.2 A/cm^2 . Electrolysis converts electrical energy into chemical energy. Electrolysis obeys Faraday's laws and equations of the kinetics of electrode processes [1].

The production of fluorine is a physically energy-consuming and expensive process, which makes it difficult to carry out voluminous experimental studies. In this regard, the generally recognized world practice is the development of mathematical models in the field of improving the design and technology of fluorine electrolyzers. Adequate calculation, which gives a detailed view of the details of the process, is one of the primary conditions for cost-effective production [2].

A complete systematic account of reliable experimental data in the production of fluorine, which could form the basis of the models being developed, is absent in previous works. To improve the design and operating modes of medium-temperature electrolyzers, it is recommended: to test the newly developed design of the mesh filter for cleaning the anode gas from solid and liquid-phase suspended particles; to conduct a study of the effect of the addition of aluminum fluoride to the electrolyte on the fluorine output by current; to conduct tests to reduce the height of the coke plate by 25%. This will reduce the corrosion of the copper current lead and the destruction of the coke plate; to consider the issue of pulsating mixing of the electrolyte with a pulse leading to a change in the electrolyte level of about $\pm (5-10)$ mm.

1. Galkin N, Krutikov A. Fluorine technology. – M.: Atomizdat, 1968. – 188 p.
2. Budilov I, Lukashchuk Yu. Modeling magnetohydrodynamic processes in industrial electrolyzers using ANSYS // ANSYS Solutions. Russian edition. - 2007, No. 6. - S. 13-17.

А.С. ВИНОГРАДОВ¹, П.М. КОРУСЕНКО^{1,2}, Д.В. СИВКОВ¹

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

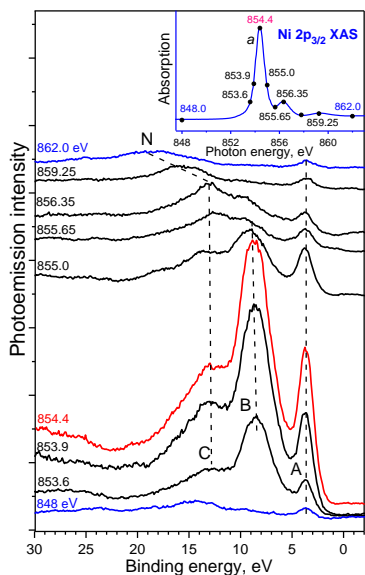
²Омский государственный технический университет, Россия, Омск, Россия

E-mail: korusenko_petr@mail.ru

ИЗУЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОННОЙ СТРУКТУРЫ КОМПЛЕКСА [Ni(Salen)] МЕТОДОМ РЕЗОНАНСНОЙ ФОТОЭМИССИИ

Недавно методами рентгеновской валентной фотоэмиссии (VB PE) и поглощения (NEXAFS) с использованием СИ было выполнено исследование электронного строения комплекса [Ni(Salen)], NiO₂N₂C₁₆H₁₄, который является перспективным мономером для электрохимического синтеза

электропроводящих полимеров [1]. Для подтверждения выводов о Ni 3d-природе верхних занятых состояний в [Ni(Salen)] дополнительно были измерены VB PE спектры методом резонансной фотоэмиссии [2]. Эти спектры, возбуждаемые фотонами с энергиями резонансов в Ni2p_{3/2}-, O1s- и N1s-NEXAFS спектрах комплекса, были получены, используя Российско-Германский канал СИ электронного накопителя BESSYII. Полученные данные демонстрируют наличие сильных резонансных эффектов при возбуждении VB PE спектров квантами с энергиями 853.6–855.65 эВ в области резонанса *a* в Ni 2p_{3/2} NEXAFS спектре (рисунок, вставка). Подобные эффекты не наблюдались в спектрах, измеренных при использовании фотонов с энергиями резонансов в O1s- и N1s-спектрах



поглощения.

Исследование выполнено за счет гранта РФФ №21-72-10029.

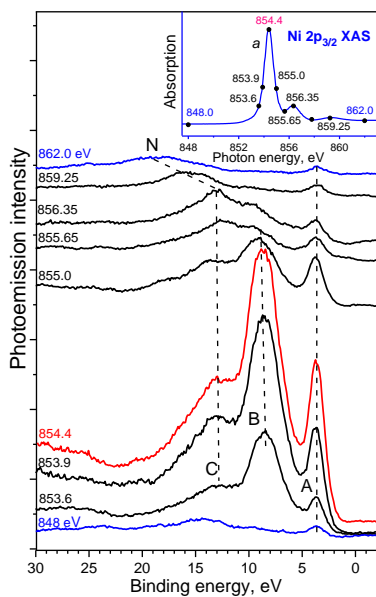
1. G.I. Svirskiy, et al. Electronic structure of the [Ni(Salen)] complex studied by core-level spectroscopies. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **23**, 11015 (2021).
2. J.W. Allen, Resonant photoemission of solids with strongly correlated electrons, in: R.Z. Bachrach (Ed.), in: *Synchrotron Radiation Research. Advances in Surface and Interface Science*, vol. 1, Plenum Press, New York, 1992, pp. 253–323.

A.S. VINOGRADOV¹, P.M. KORUSENKO^{1,2}, D.V. SIVKOV¹
¹St. Petersburg State University, St. Petersburg, Russia
²Omsk State Technical University, Omsk, Russia
 E-mail: korusenko_petr@mail.ru

STUDY OF THE ELECTRONIC STRUCTURE OF THE [Ni (Salen)] COMPLEX BY RESONANCE PHOTOEMISSION

Recently, the electronic structure of the [Ni(Salen)], NiO₂N₂C₁₆H₁₄ complex, which is a promising monomer for the electrochemical synthesis of electrically conductive polymers [1], has been studied by X-ray valence photoemission (VB PE) and absorption (NEXAFS) methods using SR [1]. To confirm the

conclusions about the Ni3d nature of the upper occupied states in [Ni(Salen)], the VB PE spectra were additionally measured by the resonant photoemission method [2]. These spectra, excited by photons with resonance energies in the Ni2p_{3/2}⁻, O1s- and N1s-NEXAFS spectra of the complex, were obtained using the Russian-German SR beamline of the BESSYII electron storage ring. The data obtained demonstrate the presence of strong resonance effects upon excitation of the VB PE spectra by photons with energies of 853.6 - 855.65 eV in the resonance *a* region in the Ni 2p_{3/2} NEXAFS spectrum (figure, inset). Such effects are not observed in the spectra measured using photons with resonance energies in the O1s and N1s absorption spectra.



The study was supported by the Russian Science Foundation grant No. 21-72-

10029.

1. G.I. Svirskiy, et al. Electronic structure of the [Ni(Salen)] complex studied by core-level spectroscopies. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **23**, 11015 (2021).
2. J.W. Allen, Resonant photoemission of solids with strongly correlated electrons, in: R.Z. Bachrach (Ed.), in: *Synchrotron Radiation Research. Advances in Surface and Interface Science*, vol. 1, Plenum Press, New York, 1992, pp. 253–323.

П.М. КОРУСЕНКО^{1,2}, С.Н. НЕСОВ², А.С. ВИНОГРАДОВ¹, Е.В. КНЯЗЕВ¹, Д.В. СОКОЛОВ¹, Д.В. СИВКОВ¹, О.В. ПЕТРОВА¹

¹*Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия*

²*Омский государственный технический университет, Омск, Россия*

E-mail: korusenko_petr@mail.ru

МОДИФИЦИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ МНОГОСТЕННЫХ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НЕПРЕРЫНОГО ИОННОГО ПУЧКА

Углеродные нанотрубки (УНТ) являются перспективным материалом, применяемым в различных областях науки и техники. Существующая проблема агломерации УНТ в жгуты или крупные частицы микронных размеров, может быть решена с применением воздействия различных потоков энергии (ионов, электронов, и др.) [1]. Такой подход позволяет формировать структурные дефекты на поверхности нанотрубок и тем самым функционализировать их за счет закрепления кислородсодержащих групп (КСГ), которые повышают химическую инертность.

Целью данного исследования является разработка методики функционализации многостенных УНТ (МУНТ) путем закрепления КСГ на их поверхности с использованием облучения непрерывным пучком ионов аргона для последующего создания нового композитного материала на основе электропроводящих редокс-полимеров poly-[M(Salen)] (M=Ni, Co, Cu) и МУНТ.

В работе были использованы МУНТ, полученные методом CVD [2]. Облучение проводили в камере высокодозного имплантера со следующими режимами облучения: энергия (E) 5-12 кэВ; флюенс пучка (F) 10^{16} - 10^{18} см⁻².

Анализ изменения структуры и химического состояния МУНТ с использованием современных методов электронной микроскопии (SEM) и рентгеновской спектроскопии (XPS, NEXAFS) позволил определить оптимальные параметры ионной обработки, которые обеспечивают эффективную функционализацию их поверхности и в то же время не приводят к значительным эффектам распыления.

Исследование выполнено за счет гранта РФФИ №21-72-10029.

1. A.V. Krashennnikov and K. Nordlund. J. Appl. Phys. **107**, 071301 (2010).
2. P.M. Korusenko, S.N. Nesov et. al. Nanomaterials, **11**, 2163 (2021).

P.M. KORUSENKO^{1,2}, S.N. NESOV², A.S. VINOGRADOV¹, E.V. KNYAZEV¹, D.V. SOKOLOV¹, D.V. SIVKOV¹, O.V. PETROVA¹
¹St. Petersburg State University, St. Petersburg, Russia,
²Omsk State Technical University, Omsk, Russia
E-mail: korusenko_petr@mail.ru

MODIFICATION OF THE MULTI-WALL CARBON NANOTUBES STRUCTURE BY A CONTINUOUS ION BEAM

Carbon nanotubes (CNTs) are promising materials used in various fields of science and technology. The existing problem of CNT agglomeration into bundles or large particles of micron size can be solved using the effect of various energy fluxes (ions, electrons, etc.) [1]. This approach makes it possible to form structural defects on the nanotubes surface and thereby functionalize their due to the fixation of oxygen-containing groups (OCG), which increase the chemical inertness.

The aim of this study is to develop a way for the functionalization of multi-walled CNTs (MWCNTs) by fixing OCGs on their surfaces using irradiation with a continuous beam of argon ions for the subsequent formation of a new composite material based on poly-[M(Salen)] (M = Ni, Co, Cu) and MWCNTs.

We used MWCNTs obtained by the CVD method [2]. Irradiation was carried out in the chamber of a high-dose implanter with the following irradiation modes: energy (E) 5-12 keV; beam fluence (F) 10^{16} - 10^{18} cm⁻².

Analysis of changes in the structure and chemical state of MWCNTs using modern methods of electron microscopy (SEM) and X-ray spectroscopy (XPS, NEXAFS) make it possible to determine the optimal parameters of ion treatment, which ensure efficient functionalization of their surface and at the same time do not lead to significant sputtering effects.

The study was supported by the Russian Science Foundation grant No. 21-72-10029.

1. A.V. Krashennnikov and K. Nordlund. *J. Appl. Phys.* **107**, 071301 (2010).
2. P.M. Korusenko, S.N. Nesov et. al. *Nanomaterials*, **11**, 2163 (2021).

Е.Г. КОЛЕСНИКОВ, Н.А. БОЧКОВ, Д.И. КОЧЕТОВ,
В.А. СТЕПАНОВ, П.А. СОСЕНКОВ.
АО «НИИ НПО «Луч», Подольск, Россия
BochkovNA@sialuch.ru.

ПРОЧНОСТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ МОЛИБДЕН-НИОБИЙ

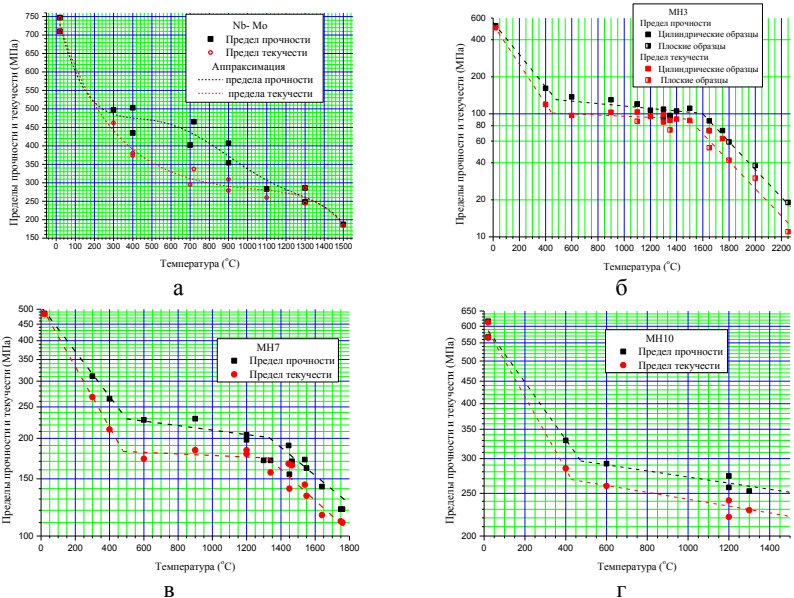
Элементы ракетно-космической, авиационной и ядерной техники, работающие в условиях высоких температур и напряжений с разной продолжительностью эксплуатации, требуют применения материалов в зависимости от уровня напряжений либо с высоким сопротивлением ползучести, либо с высокой прочностью, либо и с тем и с другим.

При выборе и разработке кандидатных материалов нужно анализировать их кратковременную прочность в широком температурном диапазоне и характеристики ползучести при рабочих температурах.

В данной работе в качестве кандидатных материалов рассматривали монокристаллические сплавы ниобия с высоким содержанием молибдена (НМ) с ориентацией роста $\langle 110 \rangle$, – полученные по технологии электроннолучевой бестигельной зонной плавки, и молибденовые сплавы МН3, МН4, МН5, МН6, МН7 и МН10 с ориентацией роста $\langle 111 \rangle$ [2]. Их кратковременные прочностные свойства определяли в температурном диапазоне от комнатной до 1800 °С.

Прочностные испытания на растяжение проводили на высокотемпературной машине для испытаний конструкционных материалов «УТС 110МН-50» в интервале температур от 20 до 1800 °С со скоростью 1 мм/мин по ГОСТ 9651-84 в вакууме не ниже 10 мПа.

Из результатов испытаний следует, что температурные зависимости прочностных характеристик имеют два температурных перелома. Для молибдена низкотемпературный перелом реализуется при температурах в диапазоне от 450 до 600 °С, а высокотемпературный в диапазоне от 1300 до 1500 °С. Для НМ, так же характерны два перелома, хоть и менее выражены. В диапазоне температур до низкотемпературного перелома происходит интенсивное разупрочнение сплавов, в промежутке между переломами разупрочнение практически исчезает, а потом после высокотемпературного перелома интенсивность разупрочнения снова увеличивается.



а – NM; б – MN3; в – MN7; г – MN10

Рисунок 1 – Температурные зависимости пределов прочности и текучести

Результаты испытаний показали, что легирование молибденового сплава 10 % ниобия приводит при комнатных температурах к незначительному, ~50%, упрочнению в сравнении с чистым монокристаллическим молибденом. Однако при температурах от 600 до 1300 °С такое же легирование увеличивает предел прочности более чем вдвое, а текучести уже от 2 до 6 раз, а при 1550 °С легирование повышает прочностные характеристики более 8 раз. Легирование ниобия молибденом, от 1 до 30-40 процентов увеличивает предел прочности и текучести при комнатной температуре более чем в 8 раз.

1. А.А. Ястребков, Н.Г. Афанасьев, В.А. Репий, В.П. Смирнов. – Разработка жаропрочных монокристаллических сплавов на основе молибдена и вольфрама. – «Цветные металлы». №11, 2007, 10-14 с.
2. Колесников Е.Г., Сериков В.С., Бочков Н.А., Афанасьев Н.Г., Кочетов Д.И., Звонков А.А. – Прочностные характеристики монокристаллических сплавов на основе молибдена. – Межотраслевая научно-техническая конференция «Реакторные материалы ядерной энергетики». Тезисы докладов. Екатеринбург, 06-09 сентября 2021 г. – 48-49 с.

К ПОСТРОЕНИЮ ТЕОРИИ МИКРОПЛАСТИЧНОСТИ

Предложен подход, основанный на термодинамических соображениях, позволяющий в области умеренно высоких температур последовательно построить для твердого тела полную теорию микропластичности, возникающей вследствие неупругих явлений и микротекучести, в окрестности физического предела упругости. Показано, что количественные положения теории могут быть выведены в третьем и четвертом приближении свободной энергии тела. В третьем приближении получено выражение для тензорного поля напряжений и составлены уравнения равновесия твердого тела при микропластичности.

Введение

В материалах, в том числе и жаропрочных сплавах, микропластичность начинает проявляться в локальных зонах, при этом сам материал находится в упругой области. По мере деформирования тела вовлекаются все новые и новые зоны, и в итоге материал полностью переходит в пластическое состояние. В связи с этим наряду с упругим поведением особую роль приобретает описание процесса перехода материала от упругой области деформаций к упруго-пластической [1].

Основные положения теории микропластичности

Было замечено [1, 2], как в металлических сплавах даже при малых деформациях $\gamma \ll 1$ возникают отклонения от идеально упругого поведения вещества, описываемого в рамках классической теории упругости законом Гука (см. рисунок).

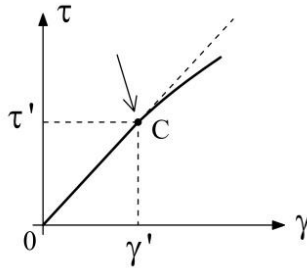


Рисунок – Общий вид кривой нагружения при кручении.

Для описания напряженно-деформированного состояния в окрестности точки «С» рассмотрим недеформированное твердое тело объемом V . Пусть его свободная энергия, приходящаяся на единицу объема, равна F_0 . Тогда полная свободная энергия в равновесии

$$\Phi_0 = \int F_0 dV,$$

где интегрирование производится по всему объему тела.

Приложим внешнюю силу, например, начнем тело закручивать и так его слегка деформируем. Напишем свободную энергию теперь уже деформированного тела в третьем приближении

$$F = F_0 + F^{(2)} + F^{(3)} + \dots,$$

где $F^{(2)}$ – свободная энергия упругой деформации, $F^{(3)}$ – энергия неупругой деформации в общем случае.

В гукковском приближении [3]

$$F^{(2)} = \mu u_{ik}^2 + (\lambda/2) u_{ii}^2,$$

где μ , λ – коэффициенты Ламэ. Далее для изотропного тела имеем

$$F^{(3)} = \frac{\alpha}{3} u_{ik} u_{i\ell} u_{k\ell} + \beta u_{ik}^2 u_{\ell\ell} + \frac{\gamma}{3} u_{\ell\ell}^3,$$

где α , β , γ – новые модули, характеризующие материал.

Записывая тензор деформации u_{ik} в общем виде, и оставляя слагаемые $\partial_i u_\ell \cdot \partial_k u_\ell$, находим свободную энергию тела в третьем приближении

$$F = F_0 + \frac{\mu}{4} (\partial_k u_i + \partial_i u_k)^2 + (\mu + \alpha/4) \partial_k u_i \partial_i u_\ell \partial_k u_\ell + \frac{\lambda}{2} (\partial_\ell u_\ell)^2 + \\ + \frac{\beta + \lambda}{2} (\partial_k u_i)^2 \partial_\ell u_\ell + \frac{\alpha}{12} \partial_k u_i \partial_i u_\ell \partial_\ell u_k + \frac{\beta}{2} \partial_k u_i \partial_i u_k \partial_\ell u_\ell + \frac{\gamma}{3} (\partial_\ell u_\ell)^3.$$

Тензор напряжений Коши становится несимметричным,

$$\sigma_{ik} = \mu (\partial_k u_i + \partial_i u_k) / 2 + (\mu + \alpha/4) \partial_i u_\ell \partial_k u_\ell + (\beta + \lambda) \partial_k u_i \partial_\ell u_\ell + \\ + (\alpha/12) \partial_i u_\ell \partial_\ell u_k + (\beta/2) \partial_i u_k \partial_\ell u_\ell + 3\lambda \partial_k u_i + \gamma (\partial_\ell u_\ell)^2 \delta_{ik},$$

что согласуется с представлениями о микропластичности. Новые уравнения равновесия гласят $\partial_k \sigma_{ik} = 0$.

Работа выполнена при финансовой поддержке Правительства Тульской области (грант № ДС/260).

Библиографический список

1. R. Maas, P.M. Derlet // Acta Materialia. 2018. Vol. 143. pp. 338 – 363.
2. А.А. Ильющин. Пластичность. Часть первая. М.: ОГИЗ, 1948. 376 с.
3. Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Теория упругости. М.: Наука, 1987. 247 с.

D.M. LEVIN, D.O. FROLOV
Tula State University, Tula, Russia
e-mail: fdolegovich@yandex.ru

TO THE CONSTRUCTION OF THE THEORY OF MICROPLASTICITY

An approach based on thermodynamic considerations is proposed, which makes it possible to consistently construct for a solid a complete theory of microplasticity resulting from inelastic phenomena and micro-fluidity in the vicinity of the physical limit of elasticity in the region of moderately high temperatures. It is shown that the quantitative provisions of the theory can be derived in the third and fourth approximation of the free energy of the body. In the third approximation, an expression for the tensor stress field is obtained and the equations of equilibrium of a solid body with microplasticity are compiled.

Introduction

In materials, including heat-resistant alloys, microplasticity begins to manifest itself in local zones, while the material itself is in an elastic region. As the body is deformed, more and more new zones are involved, and as a result, the material completely passes into a plastic state. In this regard, along with elastic behavior, a special role is played by the description of the process of transition of a material from an elastic deformation region to an elastic-plastic one [1].

The main provisions of the theory of microplasticity

It was noticed [2] how in metal alloys, even with small deformations $\gamma \ll 1$, deviations from the ideally elastic behavior of a substance described in the framework of the classical theory of elasticity by Hooke's law occur (see Figure).

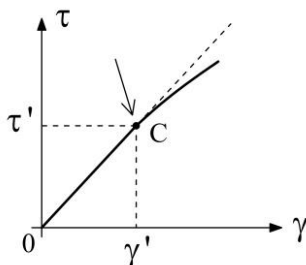


Figure – A general view of the torsion loading curve.

To describe the stress-strain state in the vicinity of point "C", consider an undeformed solid with volume V . Let its free energy per unit volume be equal to F_0 . Then the total free energy is in equilibrium

$$\Phi_0 = \int F_0 dV,$$

where integration is performed over the entire volume of the body.

We will apply an external force, for example, we will start twisting the body and so we will slightly deform it. Let's write the free energy of the now deformed body in the third approximation

$$F = F_0 + F^{(2)} + F^{(3)} + \dots,$$

where $F^{(2)}$ is the free energy of elastic deformation, $F^{(3)}$ is the energy of inelastic deformation in the general case.

In the Hooke approximation [3]

$$F^{(2)} = \mu u_{ik}^2 + \frac{\lambda}{2} u_{ii}^2,$$

where μ, λ are the Lamé coefficients. Further, for an isotropic body, we have

$$F^{(3)} = \frac{\alpha}{3} u_{ik} u_{i\ell} u_{k\ell} + \beta u_{ik}^2 u_{\ell\ell} + \frac{\gamma}{3} u_{\ell\ell}^3,$$

where α, β, γ are the new modules characterizing the material.

Writing down the strain tensor u_{ik} in general form, and leaving the terms of the second order $\partial_i u_\ell \cdot \partial_k u_\ell$, we find the free energy of the body in the third approximation

$$F = F_0 + \frac{\mu}{4} (\partial_k u_i + \partial_i u_k)^2 + (\mu + \alpha/4) \partial_k u_i \partial_i u_\ell \partial_k u_\ell + \frac{\lambda}{2} (\partial_\ell u_\ell)^2 + \\ + \frac{\beta + \lambda}{2} (\partial_k u_i)^2 \partial_\ell u_\ell + \frac{\alpha}{12} \partial_k u_i \partial_i u_\ell \partial_\ell u_k + \frac{\beta}{2} \partial_k u_i \partial_i u_k \partial_\ell u_\ell + \frac{\gamma}{3} (\partial_\ell u_\ell)^3.$$

The Cauchy stress tensor becomes asymmetric,

$$\sigma_{ik} = \mu (\partial_k u_i + \partial_i u_k) / 2 + (\mu + \alpha/4) \partial_i u_\ell \partial_k u_\ell + (\beta + \lambda) \partial_k u_i \partial_\ell u_\ell + \\ + (\alpha/12) \partial_i u_\ell \partial_\ell u_k + (\beta/2) \partial_i u_k \partial_\ell u_\ell + 3\lambda \partial_k u_i + \gamma (\partial_\ell u_\ell)^2 \delta_{ik},$$

which is consistent with the concepts of microplasticity. The new equilibrium equations state $\partial_k \sigma_{ik} = 0$.

The work was supported by a grant from the Government of the Tula region № DS/260.

Bibliography

1. R. Maas, P.M. Derlet // Acta Materialia. 2018. Vol. 143. pp. 338 – 363.
2. A.A. Ilyushin. Plasticity. Part one. Moscow: OGIz, 1948. 376 p.
3. L.D. Landau, E.M. Lifshits. Theory of elasticity. M.: Nauka, 1987. 247 p.

И.В. ФЕДОТОВ, А.А. ИВАННИКОВ, Е.Р. ЧЕРНАВСКАЯ,
О.Н. СЕВРЮКОВ

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

AAIvannikov@mephi.ru

МЕХАНИЗМ ФОРМИРОВАНИЯ СОЕДИНЕНИЯ ПРИ ВАКУУМНОЙ ПАЙКЕ SiC С ПОМОЩЬЮ БЫСТРОЗАКАЛЕННОГО СПЛАВА-ПРИПОЯ СИСТЕМЫ ZrTiCuBe

В наши дни карбид кремния рассматривается как перспективный материал широкого применения, прочностные свойства которого можно повысить армированием (Cf/SiC или SiC/SiC). Для изготовления деталей сложной геометрии из карбида кремния и композитов на его основе используют технологию активной пайки.

В работе исследована возможность применения быстрозакалённого ленточного сплава $Zr_{35}Ti_{25}Cu_{12}Be_{28}$, ат. % для активной пайки карбида кремния. Определены краевые углы смачивания керамики припоем. С помощью методов SEM, EDX, XRD, в паяном соединении обнаружены следующие фазы: $(Zr, Ti)_2Cu$, $ZrBe_2$ и $TiBe_2$. Также, предположительно, в паяном шве формируются силициды $ZrSi$ и Zr_2CuSi_4 .

Испытания на прочность при сдвиге показали, что разрушение соединений SiC/SiC происходит по хрупкому механизму с образованием трещины и ее распространением через карбид кремния и поверхность раздела паяный шов/SiC. Средняя прочность на сдвиг составила 153 ± 54 МПа для режима пайки с нагревом до 720 °С и выдержкой в течение 10 мин и 201 ± 57 МПа при нагреве до 810 °С и выдержкой 10 мин. Микротвердость паяного шва находится в пределах 3,2-4,4 ГПа и слабо зависит от режима пайки.

Оценка термостойкости паяного шва производилась путем испытаний на распайку с нагревом до 1450 °С и выдержкой 10 мин. Обнаружено, что после испытаний соединение сохраняет целостность, с изменением микроструктуры и фазового состава и увеличением толщины шва в 4 раза (от ~ 15 мкм до 60 мкм). Значительная концентрация кремния в паяном шве после испытания указывает на то, что произошло растворение карбида кремния. Сравнение свободных энергий Гиббса показало, что в паяном шве наиболее устойчивыми силицидами являются фазы $ZrSi$, $TiSi_2$.

Исследование выполнено при финансовой поддержке совета по грантам Президента Российской Федерации. №СП-1192.2021.1.

Н.Д. КОМАРОВ, В.А. БОРОДИН

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия
komarovnd@mail.ru*

МОДЕЛИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ГРАНИЦЫ РАЗДЕЛА МЕЖДУ ЖЕЛЕЗОМ И МАГНЕТИТОМ В УСЛОВИЯХ ОБРАЗОВАНИЯ ЗАЩИТНОГО ОКСИДНОГО СЛОЯ НА ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЯХ В КИСЛОРОДОСОДЕРЖАЮЩЕМ ТЕПЛОНОСИТЕЛЕ

Эксплуатация сталей в реакторах на быстрых нейтронах с жидкотеплоносительным теплоносителем связана с риском быстрого коррозионного разрушения металла. Для предотвращения прямого взаимодействия стали с жидкотеплоносительным теплоносителем предполагается использовать естественные слои окислы на поверхности стали, толщина которых в процессе эксплуатации стальных изделий регулируется подбором оптимальной концентрации растворенного кислорода в теплоносителе. Предсказание изменений толщины и внутренней структуры оксидной пленки в широком диапазоне эксплуатационных параметров (температуры, содержания кислорода в теплоносителе, интенсивности и длительности облучения) является сложной задачей, решению которой может значительно помочь аналитическое и численное моделирование, позволяющее прояснить физические механизмы роста оксидного слоя и оценить параметры предлагаемых моделей роста.

Одним из важнейших аспектов построения предсказательной модели роста оксидного слоя на поверхности стали является корректное описание процессов, происходящих на границе раздела между слоем окисла и основным металлом, включая особенности захвата атомов кислорода и вакансий металла у границы раздела, а также особенности повреждения границы в процессе облучения. Атомистическое моделирование указанных процессов невозможно без физически обоснованных представлений о структуре границы раздела «сталь-оксид».

В данной работе был детально изучен ряд возможных атомистических моделей границы раздела между оцк железом и оксидом Fe_3O_4 (магнетит), учитывающих существующие литературные данные о свойствах границы раздела «сталь-оксид», в частности - ее высокую когерентность. Для всех предложенных моделей границ были оценены их энергии с использованием нескольких полуэмпирических потенциалов атомного взаимодействия, что позволило определить наиболее энергетически выгодный вариант сопряжения решетки оксида с матрицей металла. В дальнейшем эта оптимизированная модель может быть использована для детального атомистиче-

ского моделирования как движения границы раздела вглубь металла за счет захвата кислорода, так и особенностей разрушения и восстановления границы под действием каскадов атомных столкновений.

1. Martinelli L. etc. Oxidation mechanism of a Fe–9Cr–1Mo steel by liquid Pb–Bi eutectic alloy (Part I) // *Corr. Sci.* 2008. V. 50. P. 2523–2536.
2. Plimpton S. Fast Parallel Algorithms for Short-Range Molecular Dynamics // *J. Comp. Phys.* 1995. V. 117. P. 1–19.
3. Hirel P. Atomsk: A tool for manipulating and converting atomic data files // *Comp. Phys. Comm.* 2015. V. 197. P. 212–219.
4. Davenport A.J. The Structure of the Passive Film That Forms on Iron in Aqueous Environments // *Journal of The Electrochemical Society.* 2000. V. 147. N. 6. P. 2162.
5. Littmark U., Ziegler J. F. Handbook of Range Distributions for Energetic Ions in All Elements // New York: Pergamon Press. 1980. 353 p.

N.D. KOMAROV, V.A. BORODIN

National Research Nuclear University MEPHI, Moscow, Russia
komarovnd@mail.ru

MODELING OF THE BOUNDARY STRUCTURE BETWEEN IRON AND MAGNETITE UNDER THE CONDITIONS OF FORMATION OF A PROTECTIVE OXIDE LAYER ON FERRITE-MARTENSITE STEELS IN AN OXYGEN-CONTAINING COOLANT

The operation of steels in fast reactors with a liquid metal coolant is associated with the risk of rapid corrosion destruction of the metal. To prevent direct interaction of steel with a liquid metal coolant, it is proposed to use natural layers of scale on the surface of steel, the thickness of which during the operation of steel products is regulated by selecting the optimal concentration of dissolved oxygen in the coolant. Predicting changes in the thickness and internal structure of an oxide film over a wide range of operating parameters (temperature, oxygen content in the coolant, intensity and duration of irradiation) is a difficult task, the solution of which can be significantly helped by analytical and numerical modeling. This will make it possible to clarify the physical mechanisms of the growth of the oxide layer and to evaluate the parameters of the proposed growth models.

One of the most important aspects of constructing a predictive model for the growth of an oxide layer on a steel surface is a correct description of the processes occurring at the interface between the oxide layer and the base metal. These processes include the features of the capture of oxygen atoms and metal

vacancies at the interface, as well as features of damage to the interface during irradiation. Atomistic modeling of these processes is impossible without physically grounded ideas about the structure of the "steel-oxide" interface.

In this work, a number of possible atomistic models of the interface between bcc iron and Fe_3O_4 oxide (magnetite) were studied in detail, taking into account the existing literature data on the properties of the steel-oxide interface, in particular, its high coherence. For all proposed boundary models, their energies were estimated using several semiempirical atomic interaction potentials, which made it possible to determine the most energetically favorable variant of conjugation of the oxide lattice with the metal matrix. In the future, this optimized model can be used for detailed atomistic modeling of both the motion of the interface deep into the metal due to the capture of oxygen and the features of destruction and restoration of the interface under the action of atomic collisions cascades.

1. Martinelli L. etc. Oxidation mechanism of a Fe–9Cr–1Mo steel by liquid Pb–Bi eutectic alloy (Part I) // *Corr. Sci.* 2008. V. 50. P. 2523–2536.
2. Plimpton S. Fast Parallel Algorithms for Short-Range Molecular Dynamics // *J. Comp. Phys.* 1995. V. 117. P. 1–19.
3. Hirel P. AtomsK: A tool for manipulating and converting atomic data files // *Comp. Phys. Comm.* 2015. V. 197. P. 212–219.
4. Davenport A.J. The Structure of the Passive Film That Forms on Iron in Aqueous Environments // *Journal of The Electrochemical Society.* 2000. V. 147. N. 6. P. 2162.
5. Littmark U., Ziegler J. F. Handbook of Range Distributions for Energetic Ions in All Elements // New York: Pergamon Press. 1980. 353 p.

Н.А. ПУХАРЕВА¹, П.С. ДЖУМАЕВ¹, Е.Л. КОРЕНЕВСКИЙ^{1,2},
Е.С. АНТОНОВА¹

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

²Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь
E-mail: puhareva.natalja@yandex.ru

ЖИДКОФАЗНОЕ ПОВЕРХНОСТНОЕ ЛЕГИРОВАНИЕ ТУГОПЛАВКИМИ МЕТАЛЛАМИ СПЛАВА Э110

Воздействие концентрированными потоками энергии (КПЭ) на циркониевый сплав приводит к изменению структурно-фазового состояния поверхностных слоев материала, что улучшает его эксплуатационные свойства, в частности, механические и коррозионные [1].

Высокотемпературные потоки импульсной плазмы (ВТИП), являясь разновидностью технологии КПЭ, имеют преимущества перед другими методами ввиду возможности обрабатывать большую площадь поверхности за короткий промежуток времени. При этом образовавшийся модифицированный слой имеет высокую однородность по структуре и фазовому составу. Если на материал предварительно нанести покрытие, то с помощью воздействия ВТИП можно добиться жидкофазного легирования атомами пленки. Толщина полученного слоя превышает толщину покрытия, при этом легирующий элемент равномерно распределяется в матрице мишени [2, 3]. В качестве легирующих элементов выбираются материалы, имеющие следующие характеристики: высокая температура плавления; обеспечение одновременной прочности и пластичности во всем диапазоне температур; высокая коррозионная стойкость. В связи с этим, в качестве легирующих элементов выбраны тугоплавкие металлы, такие, как титан, ниобий и тантал.

В данной работе исследовано влияние толщины покрытия, его конфигурации, числа импульсов и плотности потока энергии плазмы на эффективность жидкофазного легирования циркониевого сплава Э110.

Покрытия на поверхности оболочек твэлов из сплава Э110 получены методом магнетронного напыления. Толщина нанесенных покрытий – 300 и 600 нм. Получены многокомпонентные однослойные и многослойные покрытия системы “Ta-Nb-Ti”. Затем образцы подвергались воздействию потоками высокотемпературной импульсной гелиевой плазмой в экспериментальной плазменной установке типа Z-пинч – «ДЕСНА-М». Плотность потока энергии плазмы Q составляла 26 и 29 Дж/см², число импульсов облучения N изменялось от 2 до 6. Методом растровой электронной микроскопии получены снимки микроструктуры и проведен анализ элементного состава поверхности и поперечного сечения модифицированно-

го слоя. Методом энергодисперсионного анализа получены профили концентраций легирующих элементов по глубине слоя.

Установлено, что увеличение количества импульсов плазменной обработки с 2 до 4 для всех использованных удельных энергий падающих потоков плазмы (26 и 29 Дж/см²) приводит к улучшению структуры модифицированного слоя и однородности распределения легирующих элементов. Дальнейшее увеличение числа импульсов приводит к деградации поверхности: происходит образование трещин и пор в поверхностном слое.

Определены оптимальные режимы получения модифицированного слоя методом жидкофазного легирования. Обработка в таких режимах позволяет получить наименее развитый рельеф поверхности и однородный модифицированный слой. Таковыми является воздействие плазменными потоками с плотностью энергии $Q=26$ Дж/см² и числом импульсов $N=4$ в случае нанесения на поверхность толщиной 300 нм. В случае нанесения покрытия толщиной 600 нм – воздействие потоками с плотностью энергии $Q=29$ Дж/см² и числом импульсов $N=4$.

1. Перспективные радиационно–пучковые технологии обработки материалов: Учебник / Грибков В.А., Григорьев Ф.И., Калинин Б.А., Якушин В.Л. Под ред. Б.А. Калина. – М.: Круглый год, 2001. – 528 с.

2. Калинин Б.А., Волков Н.В., Якушин В.Л. Радиационно-пучковое воздействие – метод создания градиентного структурно-фазового состояния в материалах атомной техники // Вопросы атомной науки и техники. – 2007. – № 90. – С. 164–171.

3. Джумаев П.С. Влияние обработки потоками высокотемпературной импульсной плазмы на коррозионную стойкость сталей в различных агрессивных средах: дис. ... канд. техн. наук : 01.04.07 / П. С. Джумаев; рук. работы В. Л. Якушин. – 2015. – 152 с.

N.A. PUKHAREVA¹, P.S. DZHUMAЕV¹, E.L. KORENEVSKI^{1, 2},
E.S. ANTONOVA¹

¹*National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia*

²*Belarusian State University, Minsk, Belarus*

E-mail:puhareva.natalja@yandex.ru

A LIQUID-PHASE SURFACE ALLOYING OF ALLOY E110

The influence of concentrated energy fluxes (CEF) on a zirconium alloy leads to the structural-phase state modifying of the material's surface, which improves its operational properties, in particular, mechanical and corrosion behavior.[1].

High-temperature pulsed plasma flows (HTPPF), being a type of CEF technology, is more efficient than other methods due to the ability to process a large

surface area in a short period of time. In this case, the resulting modified layer has a high homogeneity in structure and phase composition. If the material is preliminarily coated, using HTPPF, it will be possible to achieve liquid-phase doping with film atoms. The thickness of the obtained layer exceeds the thickness of the coating, while the dopant is evenly-distributed in the target matrix [2, 3]. Materials with the following characteristics should be selected as alloying elements: high melting point; maintaining simultaneous strength and ductility over the entire temperature range; high corrosion resistance. Hence, refractory metals such as titanium, niobium and tantalum were selected as alloying elements.

In this paper, the influence of the coating thickness, its configuration, the number of pulses and the plasma energy flux density on the efficiency of liquid-phase alloying of zirconium alloy E110 is investigated.

The coatings on the surface of the fuel element cladding made of alloy E110 were obtained by magnetron sputtering. The thickness of the applied coatings is 300 and 600 nm. Multicomponent single-layer and multilayer coatings of the "Ta-Nb-Ti" system were obtained. Then the samples were treated with high-temperature pulsed helium plasma flows in an experimental plasma installation of the Z-pinch type – "DESNA-M". The plasma energy flux density Q was 26 and 29 J/sm², the number of irradiation pulses N varied from 2 to 6. It was found that an increase in the number of plasma treatment pulses from 2 to 4 for all the energies of incident plasma flows used (26 and 29 J/cm²) leads to an improvement in the structure of the modified layer and the homogeneous distribution of alloying elements. A further increase in the number of pulses leads to degradation of the surface: cracks and pores formation in the surface layer.

The optimal modes of obtaining a modified layer by liquid-phase alloying are determined. Processing in such modes makes it possible to obtain the least developed surface relief and a homogeneous modified layer. These are the effects of plasma flows with an energy density of $Q = 26 \text{ J/cm}^2$ and the number of pulses $N = 4$ in the case of application coating to a surface with a thickness of 300 nm. In the case of coating with a thickness of 600 nm – exposure to flows with an energy density of $Q = 29 \text{ J/cm}^2$ and the number of pulses $N = 4$.

А.А.КОЛЧИНА^{1,2}, Д.В.МАРИН^{1,2}, А.С.ЩЕКИН^{1,2},
В.Н. ПЕТРОВСКИЙ².

¹ООО НТО «ИРЭ-Полюс»

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

alisakolchina12@gmail.com

МЕТОДИКА ПРЕЦИЗИОННОЙ ЛАЗЕРНОЙ ЭРОЗИИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

В работе представлена технология обработки стали марки 12Х18Н9 сканирующим лазерным лучом для селективной лазерной эрозии. Лазерная эрозия, также называемая фрезеровкой, стали имеет множество преимуществ по сравнению с традиционными методами обработки. Эта технология подходит для обработки широкого спектра материалов: металлы, стекло, керамика, пластик. Лазерная фрезеровка также подходит в случае, когда не допустим физический контакт между обрабатывающим инструментом и образцом, а также если невозможно обрабатывать материал традиционными методами. При этом у данного метода существует ряд недостатков: длительное время обработки изделий, малая эффективность процесса, наличие конусности, наличие зоны термического влияния (ЗТВ). Также сложность создает количество варьируемых параметров лазерной системы, так как определить значимость параметра на конечный результат достаточно не просто. При этом их влияние на обработку ещё до конца не изучено, поэтому нахождение оптимальных параметров обработки является важной задачей. К тому же нет возможности полностью смоделировать получаемый результат, так как значения некоторых ключевых характеристик качества обработки, таких как показатели шероховатости, невозможно получить из модели.

Наносекундная обработка является оптимальной по соотношению производительность/качество, поскольку пико- и фемтосекундная обработка хоть и позволяет получить более качественную обработку образцов [1], но не позволяет получить высокую производительность, так как использование более длительных импульсов приводит к преобладанию жидкой фазы при абляции и к увеличению шероховатости поверхности, а следовательно, и понижению качества обработки [2].

В данной работе проводилось исследование по влиянию энергии в импульсе, частоты следования импульсов, длительности импульсов и скорости сканирования на скорость удаления материала и шероховатость поверхности после лазерной обработки. Также было определено влияние косвенных параметров (плотность мощности, плотность энергии, скважность) на лазерную фрезеровку.

A.A.KOLCHINA^{1,2}, D.V.MARIN^{1,2}, A.S.SHCHEKIN^{1,2},
V.N. PETROVSKIJ².

¹*Scientific and Technical Association "IRE-Polus"*

²*National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia*
alisakolchina12@gmail.com

PRECISION LASER EROSION TECHNIQUE FOR STAINLESS STEEL

The paper presents the technology of 12X18H9 steel treatment by scanning laser beam for selective laser erosion. Laser erosion, also called milling, of steel has many advantages over traditional methods of processing. This technology is suitable for processing a wide range of materials: metals, glass, ceramics, plastics. Laser milling is also suitable when physical contact between the machining tool and the sample is not allowed, and if it is impossible to process the material using traditional methods. However, this method has a number of disadvantages: long machining time, low process efficiency, the presence of conicity, the presence of a heat-affected zone (HAZ). The number of varied parameters of the laser system also creates a difficulty, as it is rather difficult to determine the importance of the parameter on the result. Their influence on the machining is not yet completely understood, so finding the optimal machining parameters is an important task. In addition, it is not possible to fully simulate the obtained result, since the values of some key machining quality characteristics, such as roughness values, cannot be obtained from the model.

Nanosecond processing is optimal in terms of performance/quality ratio, because pico- and femtosecond processing, although it allows to obtain higher quality processing of samples [1], but does not allow to obtain high productivity, because the use of longer pulses leads to the predominance of the liquid phase during ablation and to an increase in surface roughness and, therefore, a decrease in processing quality [2].

In this work, a study was conducted on the effect of pulse energy, pulse repetition rate, pulse duration and scanning speed on the material removal rate and surface roughness after laser treatment. The influence of indirect parameters (power density, energy density, and duty cycle) on laser milling was also determined.

1. Domke M., Matylitsky V., Stroj S. Surface ablation efficiency and quality of fs lasers in single-pulse mode, fs lasers in burst mode, and ns lasers // Applied Surface Science. North-Holland, 2020. Vol. 505. P. 144594.
2. Leitz K.H. et al. Metal Ablation with Short and Ultrashort Laser Pulses // Physics Procedia. Elsevier, 2011. Vol. 12, № PART 2. P. 230–238.

В.В. УГЛОВ¹, П.С. ГРИНЧУК², М.В. КИЯШКО²,
В.М. ХОЛОД¹, С.В. ЗЛОЦКИЙ¹

¹Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь

²Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ КАРБИДА КРЕМНИЯ, ОБЛУЧЕННОГО НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ ИОНАМИ КРИПТОНА

Вследствие своей высокотемпературной прочности, высокой теплопроводности и малому поперечному сечению захвата нейтронов карбид кремния является перспективным материалом для использования в качестве конструктивных элементов в термоядерных реакторах (оболочка ТВЭЛа), а также в качестве герметизирующего материала для ядерного топлива в легкой воде, реакторах и газоохлаждаемых реакторах деления, а также в захоронениях радиоактивных ядерных отходов [1].

Керамические образцы SiC были получены в ИТМО НАН РБ путём связывания двух фракций порошков SiC M5 и M50 (размер зёрен 5 мкм и 50 мкм соответственно) с помощью термопластичного связующего на основе парафина P-2 и последующим силицированием при температуре 1800°C и давлении 0,13 Па. В результате конечная Si/SiC керамика содержит порядка 78 % карбида кремния и менее 2 % единичных остаточных пор с характерным размером до нескольких мкм [2].

Облучение образцов проводилось низкоэнергетическими ионами криптона (280 кэВ) на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 (Институт ядерной физики, Нур-Султан, Казахстан). Облучения ионами криптона проводились при флюенсах $1 \cdot 10^{13}$, $1 \cdot 10^{14}$, $5 \cdot 10^{15}$ см⁻².

Исследование структурно-фазового состояния исходных и облучённых образцов карбида кремния проводилось методом рентгеноструктурного анализа (РСА) и методом комбинационного рассеяния света (КРС). РСА проводился на дифрактометре Ultima IV Rigaku с использованием геометрии параллельного пучка в медном (Cu_{Kα}) излучении с длиной волны 0,154179 нм. КРС проводился при комнатной температуре с использованием спектрально-аналитического комплекса на основе сканирующего конфокального микроскопа «Nanofinder HighEnd» (LOTIS-III, Беларусь - Япония). Длина волны возбуждения составляла 532 нм, а глубина возбуждения превышала 10 мкм.

Результаты исследований фазового состава показали, что исходные образцы представляют собой многофазную систему: SiC-6H – гексагональная (P63mc) сингония, Si – кубическая (Fd-3m) сингония и SiC-15R – тригональная (R3m) сингония. Основной фазой является SiC-6H (около 80 %), содержание фазы SiC-15R – около 20 %, Si – менее 5 %.

В качестве структуры вюрцита фаза 6H-SiC имеет комбинационно-активные фоновые моды, которые можно разделить на продольные (LO) и поперечные (TO): A1(LO), E1(TO) и E2(TO).

Для образцов SiC обнаружены четыре пика первого порядка колебаний Si-C при 766.4, 788.9, 796.3 и 966.5 см⁻¹, соответствующих модам E₂ (TO), E₂ (TO), E₁ (TO) и A₁ (LO) соответственно. Мода E₂ (TO) (766 см⁻¹) относится к разупорядоченным связям Si-C. [3]

Анализ спектров образцов, облученных при дозах 1·10¹³ и 1·10¹⁴ см⁻², показал, что с увеличением дозы уменьшается интенсивность и уширение пиков, что связано с разупорядочением кристаллической структуры, а также формированием и накоплением радиационных дефектов в образце SiC. Неизменность положения мод свидетельствует об отсутствии упругих напряжений. При дозе 5·10¹⁵ см⁻² отсутствуют пики первого порядка колебаний, из чего можно сделать вывод об аморфизации поверхностного слоя SiC, что также подтверждается электрономикроскопическими исследованиями.

1. A HRXRD and nano-indentation study on Ne-implanted 6H-SiC / C.L. Xu, C.H. Zhang, J.J. Li, L.Q. Zhang, Y.T. Yang, Y. Song, X.J. Jia, J.Y. Li, K.Q. Chen // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2012. – с. 129–133.
2. Effect of technological parameters on densification of reaction bonded Si/SiC ceramics / P.S. Grinchuk, M.V. Kiyashko, H.M. Abuhimd et al.// Journal of the European Ceramic Society 38. – 2018. – p. 4815-4823.
3. Xiaofei Chen, Wei Zhou, Qijie Feng et al. / Irradiation effects in 6H-SiC induced by neutron and heavy ions: Raman spectroscopy and high-resolution XRD analysis // Journal of Nuclear Materials, 478 (2016) 215-221.

V.V. UGLOV¹, P.S. GRINCHUK², M.V. KIYASHKO², V.M. KHOLAD¹, S.V. ZLOTSKI¹

¹Belarusian State University, Minsk, Belarus

¹Institute of Heat and Mass Transfer. Lykov NAS RB, Minsk, Belarus

STRUCTURAL-PHASE STATE OF SILICONE CARBIDE IRRADIATED WITH LOW-ENERGY IONS WITH KRYPTON

Due to its high-temperature strength, high thermal conductivity and small neutron capture cross-section, silicon carbide is a promising material for use as structural elements in thermonuclear reactors (fuel element shell), as well as a sealing material for nuclear fuel in light water, reactors, and gas-cooled fission reactors, as well as in the burial of radioactive nuclear waste.

Ceramic SiC samples were obtained at IHMT NAS RB by binding two fractions of SiC powders M5 and M50 (grain size 5 microns and 50 microns, respectively) using a thermoplastic binder based on paraffin P-2 and subsequent silicification at a temperature of 1800°C and a pressure of 0.13 Pa. As a result, the final Si/SiC ceramics contain about 78% silicon carbide and less than 2% of

single residual pores with a characteristic size up to several microns [2].

The samples were irradiated with low-energy krypton ions (280 keV) at the DC-60 heavy ion accelerator (Institute of Nuclear Physics, Nur-Sultan, Kazakhstan). Irradiation with krypton ions was carried out with fluencies $1 \cdot 10^{13}$, $1 \cdot 10^{14}$, $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$.

The structural and phase state of the initial and irradiated silicon carbide samples was studied by X-ray diffraction analysis (XRD) and Raman scattering (Raman). X-ray analysis was performed on an Ultima IV diffractometer (Rigaku) using the geometry of a parallel beam of copper ($\text{CuK}\alpha$) radiation with a wavelength of 0.154179 nm. The Raman was carried out at room temperature using a spectral-analytical complex based on a scanning confocal microscope "Nanofinder HighEnd" (LOTIS-TII, Belarus - Japan). The excitation wavelength was 532 nm, and the excitation depth exceeded 10 microns.

The results of studies of the phase composition showed that the initial samples are a multiphase system: SiC-6H – hexagonal (P63mc) crystal system, Si – cubic (Fd-3m) crystal system and SiC-15R – trigonal (R3m) crystal system. The main phase is SiC-6H (about 80%), the content of the SiC-15R phase is about 20%, Si is less than 5%.

As a wurtzite structure, the 6H-SiC phase has combinational active phonon modes, which can be divided into longitudinal (LO) and transverse (TO): A_1 (LO), E_1 (TO) and E_2 (TO).

Four peaks of the first order of Si-C oscillations were detected in SiC samples at 766.4 , 788.9 , 796.3 and 966.5 cm^{-1} , corresponding to the modes E_2 (TO), E_2 (TO), E_1 (TO) and A_1 (LO), respectively. The mode E_2 (TO) (766 cm^{-1}) corresponds to disordered Si-C bonds.

Analysis of the spectra of samples irradiated with doses of $1 \cdot 10^{13}$ and $1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ showed that with increasing dose, the intensity and broadening of peaks decreases, which is associated with the disordering of the crystal structure, as well as the formation and accumulation of radiation defects in the SiC sample. The immutability of the position of the modes indicates the absence of elastic stresses. At a dose of $5 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$, there are no peaks of the first order of oscillations, so we can conclude the amorphization of the SiC surface layer, which is also confirmed by electron microscopic studies.

1. A HRXRD and nano-indentation study on Ne-implanted 6H-SiC / C.L. Xu, C.H. Zhang, J.J. Li, L.Q. Zhang, Y.T. Yang, Y. Song, X.J. Jia, J.Y. Li, K.Q. Chen // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B. – 2012. – с. 129–133.
2. Effect of technological parameters on densification of reaction bonded Si/SiC ceramics / P.S. Grinchuk, M.V. Kiyashko, H.M. Abuhimd et al.// Journal of the European Ceramic Society 38. – 2018. – p. 4815-4823.
3. Xiaofei Chen, Wei Zhou, Qijie Feng et al. / Irradiation effects in 6H-SiC induced by neutron and heavy ions: Raman spectroscopy and high-resolution XRD analysis // Journal of Nuclear Materials, 478 (2016) 215-221.

С.В. ЧУВИКОВ, А.А. УРУСОВ, К.К. ПОЛУНИН, Д.В.

ИССЛЕДОВАНИЕ СТОЙКОСТИ ГАФНАТА ДИСПРОЗИЯ К ИОННОМУ ОБЛУЧЕНИЮ

В качестве нового перспективного поглощающего материала для реакторов на тепловых нейтронах широко рассматривается гафнат диспрозия (Dy_2HfO_5), который обладает повышенным сроком эксплуатации (до 20 лет), за счет меньшей скорости снижения физической эффективности и отсутствием распухания. Радиационная стойкость материала обусловлена (n, γ) механизмом при поглощении нейтронов. Поэтому наибольший вклад в радиационное воздействие при активной эксплуатации будет осуществляться за счет эффекта смещения, с образованием дефектов Френкеля. Имитировать упругое воздействие нейтронов на структуру материала можно облучением ионами большой энергии.

Целью данной работы было исследование стойкости структуры гафната диспрозия под действием высокодозного ионного облучения.

Керамические образцы поглощающего материала состава Dy_2HfO_5 , $Dy_{1,9}Gd_{0,1}HfO_5$, Dy_2TiO_5 были получены методом холодного прессования и механически обработаны до 13 класса шероховатости. Облучения материалов проводилось на базе АО «ГНЦ РФ – ФЭИ» в интервале 20-300 сна при температурах 350 °С и 550 °С.

По результатам исследований облученных материалов показана склонность гафната диспрозия к сохранению его кристаллической структуры и однофазности по сравнению с титанатом диспрозия под воздействием ионного облучения.

Продемонстрирована зависимость формирования пористости в материале от температуры и дозы облучения.

Распухание образцов как чистого, так и легированного гафната диспрозия, является крайне низким и не превышает 0,1 % при максимальных набранных дозах облучения.

S.V. CHUVIKOV, A.A. URUSOV, K.K. POLUNIN, D.V.
MITRONOV
LUCH JSC, Podolsk, Russia
PoluninKK@sialuch.ru

STUDY OF THE RESISTANCE OF DYSPROSIUM HAFNATE TO ION IRRADIATION

As a new promising neutron absorbing material for thermal neutron reactors, dispersion hafnate (Dy_2HfO_5) is widely considered, which has an increased service life (up to 20 years), due to a lower rate of decrease in physical efficiency and the absence of swelling. The radiation resistance of the material is due to the (n, γ) mechanism during neutron absorption. Therefore, the greatest contribution to radiation exposure during active operation will be due to the displacement effect, with the formation of Frenkel defects. It is possible to simulate the elastic effect of neutrons on the material structure by irradiation with high-energy ions.

The purpose of this work was to study the stability of the structure of dysprosium hafnate under the action of high-dose ion irradiation.

Ceramic samples of absorbing material of the composition Dy_2HfO_5 , $\text{Dy}_{1.9}\text{Gd}_{0.1}\text{HfO}_5$, Dy_2TiO_5 were obtained by cold pressing and mechanically processed to grade 13 roughness. Irradiation of materials was carried out at IPPE JSC in the range of 20-300 dpa at temperatures of 350 °C and 550 °C.

According to the results of studies of irradiated materials, the propensity of dysprosium hafnate to preserve its crystalline structure and single-phase nature in comparison with dysprosium titanate under the influence of ion irradiation is shown.

The dependence of porosity formation in the material on temperature and radiation dose is demonstrated.

The swelling of samples of both pure and doped lithium hafnate is extremely low and does not exceed 0.1 % at the maximum radiation doses collected.

К.К. ПОЛУНИН, А.А. УРУСОВ, С.В. ЧУВИКОВ, Д.В.
МИТРОНОВ

АО «НИИ НПО «ЛУЧ», г. Подольск, Россия
PoluninKK@sialuch.ru

ГИДРИД ГАФНИЯ КАК ПЕРСПЕКТИВНЫЙ ПОГЛОЩАЮЩИЙ МАТЕРИАЛ ДЛЯ РЕАКТОРОВ НА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНАХ

Обогащенный карбид бора (B_4C), используемый в стержнях регулирования БН-реакторов, имеет ряд недостатков. Во-первых, в России нет производственных мощностей по обогащению бора, что вынуждает импортировать данный материал. Во-вторых, карбид бора быстро выгорает, теряя свою эффективность поглощения нейтронов. В-третьих, карбид бора подвержен значительному радиационному распуханию за счет образования гелия в процессе (n, α) ядерной реакции. В качестве альтернативного поглощающего материала для быстрых реакторов рассматривается гидрид гафния (HfH_x). Он значительно меньше подвержен радиационному распуханию, по своей эффективности эквивалентен карбиду обогащенного бора, которая дольше сохраняется под действием нейтронного облучения.

Целью работы является создание и исследование свойств поглощающих материалов нового поколения на основе гидрида гафния.

В настоящей работе представлены результаты разработки технологии изготовления изделий из гидрида гафния различной стехиометрии сквозным (прямым) насыщением водородом (фазовый состав – δ -фаза $HfH_{1.6}$, массовая доля водорода – 0.86 ± 0.02 %, плотность – $11.5-11.6$ г/см³), а также спеканием порошка гидрида гафния (фазовый состав – ϵ -фаза $HfH_{1.9}$, массовая доля водорода – 1.09 ± 0.01 %, плотность – $10.4-10.6$ г/см³).

Показана технологическая возможность формирования керамических покрытий на поверхности гидрида методом оксидного анодирования. Оксидное покрытие (HfO_2) служит барьером, ограничивающим потерю водорода в процессе эксплуатации СУЗ.

Проведена серия испытаний образцов HfH_x , в результате которых определены основные теплофизические характеристики материала (удельная теплоемкость, теплопроводность, температуропроводность, плотность).

Получены данные по кинетике выхода водорода из гидрида гафния до температуры 1100 °С. Показано, что использование керамических покрытий позволяет повысить температуру начала выхода водорода, а также пиковую температуру дегидрирования (с 900 °С до 1000 °С).

K.K. POLUNIN, A.A. URUSOV, S.V. CHUVIKOV, D.V.
MITRONOV
LUCH JSC, Podolsk, Russia
PoluninKK@sialuch.ru

HAFNIUM HYDRIDE AS A PROSPECTIVE NEUTRON ABSORBING MATERIAL FOR FAST NEUTRON REACTORS

Enriched boron carbide (B_4C) used in control rods for BN reactors has several disadvantages. Firstly, Russia does not have production facilities for boron enrichment, which makes it necessary to import this material. Second, boron carbide quickly losing its efficiency in absorbing neutrons. Third, boron carbide is subject to significant radiation swelling due to the formation of helium during the (n, α) nuclear reaction. Hafnium hydride (HfH_x) is being considered as an alternative neutron absorbing material for fast reactors. It is much less susceptible to radiation swelling; in its effectiveness it is equivalent to enriched boron carbide, which remains longer under the action of neutron irradiation.

The aim of this work is to create and study the properties of new generation neutron absorbing materials based on hafnium hydride.

This work presents the results of the development of a technology for manufacturing products from hafnium hydride of various stoichiometry by direct saturation with hydrogen (phase composition – δ -phase $HfH_{1.6}$, hydrogen content – 0.86 ± 0.02 wt. %, density – $11.5-11.6$ g/cm³), and also by sintering hafnium hydride powder (phase composition - ϵ -phase $HfH_{1.9}$, hydrogen content – 1.09 ± 0.01 wt. %, density – $10.4-10.6$ g/cm³).

The technological possibility of forming ceramic coatings on the hydride surface by the method of oxide anodizing is shown. An oxide coating (HfO_2) serves as a barrier limiting the loss of hydrogen during the operation of the control rods.

A series of tests of HfH_x samples was carried out, as a result of which the main thermophysical characteristics of the material (specific heat, thermal conductivity, thermal diffusivity, density) were determined.

Data were obtained on the kinetics of the release of hydrogen from hafnium hydride up to a temperature of 1100 °C. It is shown that the use of ceramic coatings makes it possible to increase the temperature of the onset of hydrogen release, as well as the peak temperature of dehydrogenation (from 900 °C to 1000 °C).

И.В.КОЗЛОВ, С.А.ГУДОШНИКОВ,
В.И.ОДИНЦОВ, Ю.Б.ГРЕБЕНЩИКОВ

*Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»,
Москва, Россия*

Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н. В. Пушкова (ИЗМИРАН), Троицк, Россия

E-mail: Vertram@mail.ru

МЕТОД СОЗДАНИЯ НАНОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР В АМОРФНЫХ МАТЕРИАЛАХ С ПОМОЩЬЮ АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ СИСТЕМЫ ОТЖИГА И КОНТРОЛЯ СОПРОТИВЛЕНИЯ

Проведено исследование получаемых структур в аморфной матрице с помощью автоматизированной системы отжига и контроля сопротивления в комплексе с падающим синхротронным излучением и 2D-детектором. Во время термообработки постоянным током по заданному режиму проводились непрерывные измерения электросопротивления, велся контроль структурно-фазового состояния аморфных образцов различной длины. Такой подход при контролируемой термообработке постоянным током позволил обеспечить создание наноразмерных структур, а также способствовал выращиванию заданной или новой кристаллической структуры в аморфных сплавах.

I.V.KOZLOV, S.A.GUDOSHNIKOV,
V.I.ODINTSOV, Y.B.GREBENSHCHIKOV

*National University of Science and Technology «MISIS», Moscow, Russia
Pushkov Institute of Terrestrial Magnetism, Ionosphere and Radio Wave
Propagation, Russian Academy of Sciences, (IZMIRAN), Troitsk, Russia*

E-mail: Vertram@mail.ru

CREATION METHOD OF VARIOUS NANOSCALE STRUCTURES IN AMORPHOUS MATERIALS USING A MEASURING SYSTEM WITH PROGRAMMABLE CONTROL OF THE HEATING MODES

The formation of clusters and nanocrystallization of amorphous materials during DC Joule heating were investigated. The approach of controlled long-term holding during the DC Joule heating applied in the study allows for creation of various nanoscale structures in an amorphous matrix provides an opportunity to grow of a given structure in amorphous alloys.

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ
ПОЛУЧЕНИЯ И ОБРАБОТКИ
МАТЕРИАЛОВ

Сборник тезисов докладов 19-й Международной школы-конференции
для молодых ученых и специалистов.
14 – 16 декабря 2021 г.

Подписано в печать 25.12.2021. Формат 60x84 1/16.

Печ. л. 12,0 Тираж 100 экз.

Изд № 1001-3. Заказ № 87

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Типография НИЯУ МИФИ

115409, Москва, Каширское ш. 31