

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ЯДЕРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»

ИНСТИТУТ ЯДЕРНОЙ ФИЗИКИ И ТЕХНОЛОГИЙ

**НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ:
Перспективные технологии
получения
и методы исследования**

Сборник тезисов докладов
20-й Международной школы-конференции
имени Б.А. Калина
для молодых ученых и специалистов

Москва, 14 – 16 ноября 2022 г.

Москва 2022

УДК 621.039.531 (06)
ББК 30.3
М43

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: Перспективные технологии получения и методы исследования: Сборник тезисов докладов 20-й Международной школы-конференции имени Б.А. Калина для молодых ученых и специалистов. Москва, 14 – 16 ноября 2022 г. М.: НИЯУ МИФИ, 2022. – 260 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 перспективных методов 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

Тезисы лекций и докладов получены до 30.10.2021, одобрены программным комитетом и издаются в авторской редакции.

ISBN 978-5-7262-2904-1

© Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 2022

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:

Банных О.А. ИМЕТ РАН

Сопредседатель:

Барбашина Н.С. НИЯУ МИФИ

Заместитель:

Исаенкова М.Г. НИЯУ МИФИ

Секретарь:

Джумаев П.С. НИЯУ МИФИ

Члены комитета

Алымов М.И. ИСМАН

Зайцев П.А. АО «Наука и инновации»

Карпюк Л.А. АО ВНИИНМ

Никулин С.А. НИТУ МИСиС

Кулешова Е.А. НИЦ КИ

Мокрушин А.А. НПО "ЛУЧ"

Новиков В.В. АО ВНИИНМ

Санин В.Н. ИСМАН

Сагарадзе В.В. ИМФ УР_о РАН

Тихомиров Г.В. НИЯУ МИФИ

Банных И.О. ИМЕТ РАН

ИСПОЛНИТЕЛЬНАЯ ГРУППА

Джумаев П.С. – руководитель, НИЯУ МИФИ

Елманов Г.Н. – зам. руководителя, НИЯУ МИФИ

Бачурина Д.М. НИЯУ МИФИ

Киселев Д.С. НИИ НПО «ЛУЧ»

Козлов И.В. НИЦ КИ

Михальчик В.В. НИЯУ МИФИ

Передкова Т.Н. АО ВНИИНМ

Шорников Д.П. НИЯУ МИФИ

ПРОГРАММА
20-ой Международной on-line школы-конференции
им. Б.А. Калина «Новые материалы: Перспективные
технологии получения и методы исследования»
(лекции выделены серым фоном)

14 ноября

ОТКРЫТИЕ				10-00
1.	О.А. Банных	ИМЕТ РАН	Приветствие участникам конференции	10-05
2.	А.А. Калинин	НИЯУ МИФИ	Памяти заведующего кафедрой, д.ф.-м.н., профессора Б.А. Калина	10-15
3.	М.И. Алымов	ИСМАН РАН	Развитие метода самораспространяющегося высокотемпературного синтеза керамических материалов	10-30
4.	В.В. Новиков	ВНИИНМ	Задачи развития циркониевых материалов для твэлов и ТВС реакторов на тепловых нейтронах	11-00
5.	М.В. Леонтьева-Смирнова	ВНИИНМ	Результаты разработки и постановки на производство конструкционных материалов активных зон реакторов на быстрых нейтронах	11-30
ПЕРЕРЫВ				12-00
6.	Е.А. Кулешова	НИЦ «Курчатовский институт»	Материаловедческий подход к продлению срока службы действующих и созданию новых перспективных реакторов типа ВВЭР	12-10
7.	А.А. Мокрушин	НИИ НПО «Луч», Подольск	Топливо высокотемпературных газоохлаждаемых реакторов	12-40
8.	П.Ю. Пискарев	НИИЭФА, СПб	Компоненты, обращенные к плазме, установки «Токамак Реакторных Технологий»	13-10
ПЕРЕРЫВ				13-40

МАТЕРИАЛЫ АТОМНОЙ ТЕХНИКИ				
9.	К.Е. Клюкова	НИЯУ МИФИ, ВНИИНМ	Оценка степени рекристаллизации изделий из циркониевых сплавов по данным дифракции электронов и рентгеновских лучей	14-30
10.	М.И. Петров	НИЯУ МИФИ	Закономерности выделения гидридной фазы в наводороженных трубах из сплавов Э110опт и Э635	14-45
11.	Д.В. Сиделёв	ТПУ, Томск	Защитные покрытия на основе хрома для циркониевых сплавов	15-00
12.	К.А. Зиньковский	ТПУ, Томск	Влияние толщины хромовых покрытий на их стойкость к окислению	15-15
13.	А.Е. Рубанов	НИЯУ МИФИ	Закономерности формирования структуры, кристаллографической текстуры и анизотропии свойств в изделиях, полученных методом селективного лазерного сплавления порошков из сплавов с ГЦК, ОЦК и ГПУ структурами	15-30
14.	М.Е. Матвенов	НИЯУ МИФИ	Анализ эволюции микроструктуры урангадолиниевых таблеток в зависимости от режимов спекания	15-45
15.	В.Е. Рукосуев	НИЯУ МИФИ, ВНИИНМ	Коррозионная стойкость дисилицида триурана в водяном паре	16-00
16.	А.С. Чернявский	ИМЕТ РАН; МИФИ	Синтез нитридной керамики на основе твердых растворов Zr-U и Zr-Nb	16-15
ПЕРЕРЫВ				16-30
17.	А.А. Потехин	НИЦ «Курчатовский институт»; НИЯУ МИФИ	Тенденции изменения структурно-фазового состояния, влияющие на радиационное охрупчивание стеллей корпуса реактора ВВЭР-1000 при продлённом сроке службы	16-45

18.	Е.А. Орлова	ИАТЭ МИФИ, ГНЦ ФЭИ,	Влияние ионной имплантации на разрушение стали при течи воды в натрии.	17-00
19.		Обнинск; ООО «ОРЛАН», НИЦ КИ	Исследование колебательных спектров методом неупругого рассеяния нейтронов и расчет тепловых характеристик монокристалла урана	17-00
20.	А.В. Нохрин	ННГУ, Нижний Новгород	Прочностные, релаксационные и коррозионные свойства субмикроструктурной стали 08X18H10T	17-15
Методы получения и свойства покрытий и тонких пленок				
21.	Г.М. Тарасюк	НИЯУ МИФИ	Кластерная установка для нанесения покрытий, насыщения их водородом и термодесорбционных измерений	17-30
22.	И.А. Черепанова	НИЯУ МИФИ	Изменение структуры пленок, полученных магнетронным распылением, при насыщении их водородом	17-45
23.	Э.Э. Оруджов	ТПУ, Томск	Статистическое моделирование процесса роста тонких пленок при работе магнетронных распылительных систем в режиме высокоскоростного осаждения	18-00
24.	Е.Д. Воронина	ТПУ, Томск	Поиск способов управления фазовым составом покрытий, полученных методом магнетронного распыления с разделением инертной и реактивной атмосферы на примере пленок оксида меди	18-15
25.	М. А. Сударчикова	ИМЕТ РАН	Послойный элементный анализ слоистых композитов с поверхностными слоями из титана и нитрида титана, сформированных методом магнетронного распыления	18-30
26.	Г.Д. Кардашова	Дагестанский ГТУ, Махачкала	Получение тонких пленок на основе твердых растворов $(SiC)_{1-x}(AlN)_x$ методом магнетронного распыления	18-45

15 ноября

Сверхпроводники и их использование				
27.	В.С. Высоцкий	ВНИИКП	Перспективы использования высокотемпературных сверхпроводников	10-00
28.	Е.А. Дергунова	НИЯУ МИФИ	Особенности формирования морфологии зеренной структуры сверхпроводящих соединений А-15 в технических сверхпроводниках	10-30
Современные методы исследования реакторных материалов				
29.	И.И. Чернов	НИЯУ МИФИ	Методы исследования поведения радиогенных газов в ванадиевых сплавах	11-00
30.	С.В. Рогожкин	НИЯУ МИФИ	Комплексный анализ наноструктуры дисперсно-упрочненных оксидами сталей методами ультрамикроскопии	11-30
31.	В.Н. Петровский	НИЯУ МИФИ	Использование синхротронного излучения для диагностики материалов, полученных с помощью аддитивных технологий	12-00
ПЕРЕРЫВ				12-30
Модифицирование материалов и изделий концентрированными потоками энергии				
32.	А.В. Клауз	НИЦ «Курчатовский институт»; НИЯУ МИФИ	Исследование влияния облучения ионами Fe на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей методами ультрамикроскопии	13-15
33.	Д.А. Абин	НИЯУ МИФИ, НИЦ КИ – ИТЭФ	Влияние облучения ионами железа на критические характеристики ВТСП композитов	13-30

34.	М.С. Стальцов	НИЯУ МИФИ; ИЯФ РК, Алматы, Казахстан	Использование облучения ионами инертных газов для имитации взаимодействия газообразных продуктов деления с конструкционными материалами при длительном хранении отработавшего ядерного топлива	13-45
35.	Н.А. Епифанов	ИМЕТ РАН	Влияние импульсных потоков ионов гелия и гелиевой плазмы на состояние поверхностного слоя сплава инконель 718	14-00
36.	Н.А. Пухарева	НИЯУ МИФИ	Поверхностная обработка высокоэнтропийных сплавов потоками высокотемпературной импульсной плазмы	14-15
Синтез и химико-термическая обработка				
37.	А.А. Солдатов	Ин-т химии силикатов РАН	FDM 3D-печать керамическими пастами	14-30
38.	А.И. Габов	НИЯУ МИФИ	Синтез фотокатализаторов со смешанными анионами: оксинитрид $SrTiO_{3-x}N_x:Al$ и оксисульфиды на основе Bi и Pb	14-40
39.	Е.Д. Тараканов	НИЯУ МИФИ; Гос. лазерный полигон «Радуга», Радужный	Исследование и определение качества исходных образцов активных элементов лазерной керамики алюмоиттриевого граната легированного ионами неодима ($Nd^{3+}:YAG$)	14-50
40.	Ю.С. Вергунова	ИСМАН, Черноголовка	Получение высокоэнтропийных сплавов на основе тугоплавких элементов (Ti, V, Nb, Ta, Mo, W)	15-00
41.	В.А. Воркель	НИЯУ МИФИ	Коррозионное и электрохимическое поведение высокоэнтропийного сплава $CoCrFeNiMo$ в кислых и нейтральных хлоридсодержащих средах	15-15

42.	И.Г. Пузанова	МИСИС; ИЭМ РАН, Черного- ловка	Синтез железосодержащих сверхпроводников состава $FeSe_{1-x}Te_x$	15-30
43.	М.Е. Попов	НИЯУ МИФИ	Окисление внутренней по- верхности алюминиевой трубки в аномальном тлею- щем разряде с центральным электродом	15-45
44.	Д.А. Ашихмин	ТПУ, Томск	Высокотемпературное окис- ление и механическое пове- дение лазерных сварных со- единений из сплава Э110 с хромовым покрытием	16-00
ПЕРЕРЫВ				16-15
Моделирование и экспериментальное исследование процессов в твердых телах				
45.	П.М. Корусенко	СПб ГУ, СПб; Омский ГУ, Омск; МИФИ	Электронное строение ком- плексов $[M(Salen)]$: исследо- вание методами рентгенов- ской спектроскопии с син- хротронным излучением	16-30
46.	И.Ю. Панарин	МГУ им. М.В. Ло- моносова	Моделирование развития хрупкого разрушения мате- риалов при двухчастотном нагружении на разных мас- штабно-структурных уров- нях	16-45
47.			К оценке предельных состо- яний материалов на разных масштабно-структурных уровнях при бигармониче- ских режимах нагружения	16-45
48.	Г. В. Сергеев	НИЯУ МИФИ	Моделирование диффузион- ных характеристик в системе Ni-Cr в зависимости от со- става	17-00
49.	Н.Д. Комаров	НИЯУ МИФИ	Моделирование каскадов атомных столкновений в ок- сиде железа Fe_3O_4	17-15

50.	К.Г. Гаспарян	РЭУ им. Г.В. Плеханова; ИБХФ РАН	Сравнение сроков деградации и физико-механических свойств нетканых и пленочных материалов из полигидроксибутирата	17-30
51.	М.М. Зарипова	НИЯУ МИФИ, НИТУ МИСиС	Влияние текстуры на мартенситные превращения и механические свойства в за- никеленом никелиде титана	17-45
52.	М.В. Железный	ИМЕТ РАН; НИТУ МИСиС; РУДН; МПУ	Влияние защитной атмосферы на структурообразование аустенитной стали 316L при селективном лазерном плавлении	18-00
53.	Э.К. Александров-ский	НИЯУ МИФИ	Влияние комбинированной прокатки и старения на структурно-фазовое состояние и механические свойства сплава ВТ35	18-15
54.	В.А. Глушенков	НИУ им. академика С.П. Коро- лева, Самара	Визуализация процесса уплотнения порошковой композиции в металлической оболочке под действием гибридной нагрузки	18-30
55.	О.Б. Скворцов	ИМАШ РАН	Механизм ударного воздействия на структуру металла при электропластическом и вибропластическом эффектах	18-45
56.	В.И. Стащенко	ИМАШ РАН	Динамическое механическое действие электрического тока в проводящих элементах мощного энергетического оборудования	19-00

16 ноября

57.	Е.Г. Григорьев	ИСМАН, Черног-ловка	Перспективы развития ме-тода высоковольтной консо-лидации порошковых мате-риалов	10-00
58.	А.Н. Сучков	НИЯУ МИФИ	Опыт разработки быстроза-каленных припоев в НИЯУ МИФИ	10-30
59.	В.В. Углов	БГУ, Минск, Беларусь	Эрозия многослойных кри-сталлическо-аморфных плен-ок, облученных ионами ге-лия	11-00
60.	А.П. Менушенков	НИЯУ МИФИ	EXAFS-метод – уникаль-ный метод исследования локальной структуры материалов	11-30
ПЕРЕРЫВ				12-00
61.	В. М. Холод	БГУ, МТМО, Минск, Беларусь; ИЯФ РК, Нур-Султан, Казахстан	Влияние облучения ионами гелия на микроструктуру и фазовые изменения карбида кремния	12-15
62.	М.М. Белов	БГУ; МТМО, Беларусь; ИЯФ РК, Нур-Султан Ка-захстан	Микроструктурные исследо-вания однофазных концен-трированных твердых рас-творов на основе V-Nb-Ta-Ti при облучении ионами крип-тона	12-30
63.	Д.В. Рыкунов	НИИАР, Димитров-град	Оболочка твэла из сплава Э110 о.ч. с хромовым покры-тием	12-45
64.	А.А. Лаушкина	ТПУ, Томск	Полимерные мембраны с TiSiN покрытиями для при-ложений сердечно-сосудистой хирургии	13-00
65.	М.О. Этрекова	НИЯУ МИФИ	Образование паров воды при дегазации водорода с поверхности каталитически активных электродов ем-костных МДП-сенсоров	13-10

66.	А.А. Бурцев	Ин-т проблем лазерных и информационных технологий РАН, Шатура	Изменение физических свойств тонких пленок халькогенидных фазоизменяемых материалов при термическом воздействии	13-20
ПЕРЕРЫВ				13-30
Консолидация порошков и самораспространяющийся высокотемпературный синтез				
67.	Т.С. Саргаева	СГУ, Самара	Возможности ИМП в повышении качества изделий, полученных с помощью аддитивных технологий	14-15
68.	Д.С. Горбунов	НИЯУ МИФИ; НИЦ «Курчатовский институт»; ИМЕТ	Поиск оптимальных режимов получения объемных аморфно-кристаллических сплавов из порошка состава $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ методом ИПС	14-30
69.	Н.В. Филатова	ГХТУ, Иваново	Реакционная способность оксидов никеля (III) и железа (III), полученных методом горения в растворах	14-45
70.	В.Е. Лебедев	НИЯУ МИФИ	Получение композита на основе меди методом высоковольтной электроимпульсной консолидации	15-00
71.	А.Г. Жолнин	ГУ по Землеустройству, Москва	Влияние добавок графена на механические и электрические свойства корунда	15-15
72.	Г.Д. Кардашова	Дагестанский ГТУ, Махачкала	Электроимпульсное формирование керамических мишеней SiC-AlN и их свойства	15-30
73.	А.Н. Кубанова	ИСМАН, Черноголовка, Тульский ГПУ, Центр исследований, дизайна и технологий, Тула	Получение композиционной лигатуры из тугоплавких металлов методами центробежной СВС-металлургии	15-45

74.	Е.В. Пугачева	ИСМАН, Черноголовка	Синтез ферромагнитных кобальтсодержащих СВС-катализаторов глубокого окисления и гидрирования CO_2 в магнитных полях	16-00
75.	А.В. Болоцкая	ИСМАН, Черноголовка	Получение модифицированных керамических материалов на основе боридов титана методом СВС-экструзии	16-15
76.	Р.А. Минушкин	НИЯУ МИФИ	Закономерности развития кристаллографической текстуры листов из сплава $\text{Fe}_3\text{Si}_1\text{Al}$ при холодной прокатке и термообработке	16-30
ПЕРЕРЫВ				16-45
Сварка и пайка				
77.	С.С. Федотов	РХТУ им. Д.И. Менделеева	Лазерная сварка стекла и ситалла с различающимися значениями ТКЛР	17-00
78.	А.Е. Розен	Пензенский госуниверситет, Пенза	Эксплуатационные характеристики коррозионностойких слоистых металлических материалов с внутренним протектором	17-10
79.	Е.Р. Чернавская	НИЯУ МИФИ	Изучение эволюции структурно-фазового состояния паяных соединений SiC/SiC при высокотемпературной термической обработке	17-20
80.	Д.А. Медведев	АО «Композит», Королев; ВНИИНМ	Технологические возможности диффузионной сварки разнородных материалов в условиях горячего изостатического прессования	17-30
81.	Н.С. Попов	НИЯУ МИФИ; Ин-т гидродинамики СО РАН; НГТУ, Новосибирск	Получение композитных материалов на основе кристаллического титана и аморфного сплава методом магнитно-импульсной сварки	17-40

82.	Ю.А. Гурова,	НИЯУ МИФИ; ФТИ им. А.Ф. Иоффе, СПб	Применение алюминиевого припоя СТЕМЕТ® 1502 для пайки пакетных пьезосиловых элементов	17-50
83.	А.В. Абрамов	НИЯУ МИФИ	Закономерности формирования соединений коррозионностойкой стали AISI 304 и высокопрочного алюминиевого сплава AA 6082, полученных методом вакуумной пайки с применением быстрозакаленных припоев системы Al-Ge-Si	18-00
84.	А.А. Баженов	НИЯУ МИФИ	Влияние температурных режимов на спекание урангадолиниевых оксидов	18-10
85.	А.С. Быканов	НИЯУ МИФИ	Исследование микроструктуры слитков ядерного топлива U_3Si_2	18-20
ПОДВЕДЕНИЕ ИТОГОВ. ЗАКРЫТИЕ КОНФЕРЕНЦИИ				18-30

Тезисы лекций

Е.А. КУЛЕШОВА^{1,2}, Б.А. ГУРОВИЧ¹

¹НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия

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

*e-mail: evgenia-orm@yandex.ru

МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ ПОДХОД К ПРОДЛЕНИЮ СРОКА СЛУЖБЫ ДЕЙСТВУЮЩИХ И СОЗДАНИЮ НОВЫХ ПЕРСПЕКТИВНЫХ РЕАКТОРОВ ТИПА ВВЭР

Рассмотрены материаловедческие аспекты продления срока службы корпусов реакторов (КР) и внутрикорпусных устройств (ВКУ) как несменяемых элементов, определяющих срок службы реакторной установки в целом. В основе подхода к продлению срока службы используемых сталей КР и ВКУ и созданию новых сталей для перспективных реакторов с продленным сроком службы лежит изучение радиационно-индуцированных элементов структуры и механизмов радиационного охрупчивания, приводящих к деградации их механических характеристик.

Представлены методы исследования и их аналитические возможности при исследовании наноразмерных структурных составляющих облученных реакторных материалов.

Обозначены механизмы радиационного охрупчивания сталей КР и ВКУ, структурные параметры, ответственные за деградацию свойств, а также прогнозные оценки ресурсоспособности сталей при продлении срока службы действующих реакторов ВВЭР-1000 до 60 и более лет.

Рассмотрены перспективы создания новых реакторов типа ВВЭР поколения III+ и IV с точки зрения стратегии развития ядерной энергетики России, разработанной ГК «Росатом»*. Определены основные параметры и требования, предъявляемые к материалам (температура, доза облучения, давление теплоносителя) перспективных реакторных установок, срок службы которых должен составлять более 60 лет.

Для сталей КР представлены дополнительные требования к химическому составу и структурному состоянию для повышения их термической и радиационной стойкости, а также к достижению более высокого уровня прочности (категория прочности КП=65+ при температурах вплоть до 400°C) применительно к перспективным реакторам с повышенным давлением теплоносителя. Достижение столь высоких КП возможно за счет значительного повышения содержания Ni (до 4-5 мас. %). При этом совокупность мер по очистке от вредных примесей, снижению содержания Mn при обеспечении мелкозернистой структуры с равномерным распределением наноразмерных карбидов высокой плотности создает возможность обеспечения для высоконикелевой стали достаточных значений КП, критической температуры хрупкости (Тк), а также низкого темпа радиационного и термического охрупчивания (сталь разработана в АО «НПО «ЦНИИТМАШ»).

Для сталей ВКУ перспективных российских реакторов рассмотрено влияние повышенного (до 25 мас.%) содержания Ni на снижение уровня радиационного распухания в качестве критического параметра с точки зрения предъявляемых к ним требований по повышенной повреждающей дозе и температуре облучения, что способствует меньшему формоизменению элементов ВКУ и меньшим растягивающим напряжениям. Показано, что с увеличением повреждающей дозы радиационное распухание становится одним из определяющих факторов, ограничивающим работоспособность изделий ВКУ, поскольку плотность радиационно-индуцированных фаз и радиационных дефектов не будет значимо увеличиваться вследствие постепенного выхода их плотности на насыщение. В связи с этим сталь с 25% Ni (разработана в НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей») может рассматриваться в качестве кандидатного материала ВКУ для перспективных реакторов ВВЭР, в которых предполагаются более высокие температуры и сроки эксплуатации свыше 60 лет.

*Стратегия развития ядерной энергетики России до 2050 и перспективы на период до 2100 г. Москва, 2018. <https://www.rosatom.ru/production/generation/>

E.A. KULESHOVA^{1,2}, B.A. GUROVICH¹

¹*National research center "Kurchatov institute", Moscow, Russia*

²*National research nuclear university "MEPhI", Moscow, Russia*

*e-mail: evgenia-orm@yandex.ru

MATERIALS SCIENCE APPROACH TO LIFETIME EXTENSION OF EXISTING AND CREATION OF NEW PERSPECTIVE VVER-TYPE REACTORS

Materials science aspects of lifetime extension of reactor pressure vessels (RPV) and reactor vessel internals (RVI) as non-changeable elements, determining overall lifetime of reactor, are reviewed. Approach to the extending the RPV and RVI steels lifetime as well as creation of new steels for perspective reactors with extended lifetime is based on the investigating the radiation-induced structural elements and radiation embrittlement mechanisms that lead to the degradation of their mechanical characteristics.

Research methods and their analytical capabilities in investigating nanoscale structural components of irradiated reactor materials are presented.

Radiation embrittlement mechanisms of RPV and RVI steels and structural parameters responsible for properties degradation are identified as well as predictive estimates of steels resource capacity at extended service times of active VVER-1000 reactors up to 60 years and more.

Perspectives of new VVER-type reactors of generation III+ and IV creation are considered from the point of view of Russian nuclear energetic development

strategy, developed by State Corporation “Rosatom”. General parameters and requirements (temperature, radiation dose, coolant pressure) for materials of perspective reactors with service time more than 60 years are determined.

For RPV steels addition requirements are provided for chemical composition and structural state in order to improve their thermal and radiation resistance and to achieve higher strength level (strength category 65+ at temperatures up to 400° and more) with regard to perspective reactors with increased coolant pressure. Achievement of such high values of strength category is possible through significant increasing Ni content (up to 4-5 mas.%). Wherein set of measures to purify from harmful impurities, to lower Mn content together with ensuring fine-grain structure with uniform distribution of high-density nanoscale carbides creates an opportunity for providing sufficient values of strength category, critical temperature of brittleness (ΔT_c) and low rate of radiation and thermal embrittlement for high-nickel steel.

For RVI steels of perspective Russian reactors influence of increased (up to 25 mas.%) Ni content on the decreasing of radiation swelling rate is considered as a critical parameter in terms of requirements for increased damaging radiation dose and temperature. This facilitates less shape changes of RVI elements and less tensile stresses. It is shown that, as the damaging radiation dose is increasing, radiation swelling becomes one of the factors that limit the working capacity of RVI elements, since density of radiation-induced phases and radiation defects is unlikely to grow significantly due to density saturation. In this regard, steel with 25% Ni content might be considered as a candidate RVI material for perspective VVER reactors with assumed higher temperatures and service times longer than 60 years.

А.А. МОКРУШИН, Д.С. КИСЕЛЕВ, О.И. ФЕДИН
АО «НИИ НПО «ЛУЧ», г. Подольск, Россия
*e-mail: mokrushinaa@sialuch.ru

ТОПЛИВО ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ГАЗООХЛАЖДАЕМЫХ РЕАКТОРОВ

Аннотация: представлен обзор отечественных и зарубежных разработок в области ядерного топлива для газоохлаждаемых реакторов, эксплуатируемых ранее, действующих и перспективных. Проанализированы тенденции развития топливного направления и потенциальные области использования реакторных установок данного типа. Приведены результаты текущей стадии разработки данного топлива в России в интересах создания атомной энерго – технологической станции для производства водорода.

Основными требованиями к любой энергетической станции являются безопасность, экологичность и высокая эффективность. Высокотемпературный газоохлаждаемый реактор (ВТГР) является одним из наиболее перспективных решений, который полностью удовлетворяет этим требованиям, позволяющим, помимо этого, осуществить переход к водородной энергетике и применить получаемую высокую температуру напрямую в различных производствах и других промышленных предприятиях, связанных с использованием высоких температур. Совокупность этих факторов поспособствовала развитию научно-исследовательских и проектно-конструкторских разработок топлива, технологий и дизайнов ВТГР реакторов во множестве стран.

Высокий уровень безопасности ВТГР реакторов достигается за счёт поддержания температуры активной зоны ниже порога выхода продуктов деления во всех предполагаемых сценариях инцидентов, уровень удержания которых на порядки выше по сравнению с реакторами других типов и должен обеспечиваться высоким качеством изготовления топлива и его характеристиками при нормальной работе.

Эффективность и безопасность работы ВТГР реакторов во многом определяется работоспособностью ядерного топлива, что стимулирует разработки на поиски путей повышения качества микротвзлов и оптимизации их конструкции для обеспечения глубокого выгорания при высокой температуре эксплуатации. На данный момент многие научно-исследовательские центры во всём мире проводят исследования топлива ВТГР, накоплено много экспериментальных данных по испытаниям топлива, как при рабочих, так и при аварийных режимах, подтверждающих его безопасность.

Проведен анализ отечественных и зарубежных разработок топливных и конструкционных материалов газоохлаждаемых реакторов – ВГ-400, ВГМ, Пич-Боттом, Форт-Сент-Врейн, Драгон, AVR, THTR-300, HTTR, HTR-10, HTR-PM, а также ряд актуальных малых модульных энергоёмких установок на базе ВТГР. Показано, что все разрабатываемые, действующие и выведенные из эксплуатации установки базируются на основной концепции – микротвзлах, состоящих из сферического керна на основе

кислородного топлива, покрытого BISO- или TRISO-покрытием; которые распределены в графитовой матрице и используются в призматических активных зонах реакторной установки или с шаровой засыпкой.

На примере первых реакторов AVR и Пич-Боттом показана принципиальная реализуемость работы реакторов типа ВТГР. Реакторы Fort Saint Vrain и THTR развили потенциал использования данного типа реакторов до тепловых мощностей порядка 800 МВт.

Представленные методы конструирования и производства твэлов ВТГР и результаты реакторных испытаний позволяют охарактеризовать следующие основные достигнутые показатели их работоспособности: время облучения 2-5 лет, флюенс быстрых нейтронов энергией 0,18 МэВ порядка $(2-5) \cdot 10^{21}$ нейтр/см², относительная мощность (2 – 6) кВт/твэл, максимальная температура топлива в номинальном режиме (1000 – 1300) °С, температура топлива в аварийных ситуациях (1200 – 1600) °С до 10 часов. Дальнейшее развитие работ предполагало решение вопросов, связанных с масштабированием производства до промышленного уровня, автоматизацией производственных цепочек, разработкой методов неразрушающего контроля и способами обращения с некондиционными твэлами и микротвэлами.

Основные исследовательские работы, проведение реакторных испытаний и послереакторных исследований были выполнены в 80-ые годы прошлого века для сферического типа топлива, используемого в засыпной активной зоне. Создание и обоснование топлива для призматической активной зоны, рассматриваемой в современных отечественных проектах ВТГР, с меньшим диаметром микротвэлов и меньшей неоднородностью содержания топлива в объеме топливного компакта потребует разработки и создания нового оборудования для осуществления опытного и промышленного производства топлива, воссоздания экспериментальной базы, существовавшей в отраслевых институтах (АО «НИИ НПО «ЛУЧ», АО «ВНИИНМ», АО «ОКБМ Африкантов», АО «ГНЦ НИИАР», АО «ИРМ»), а также в НИЦ «Курчатовский институт» для реакторных испытаний топлива, графита и испытаний реакторного оборудования (теплообменников, СУЗ и прочее). Сегодня кооперация отечественных предприятий разработала основы технологии топлива ВТГР и ведет исследования его поведения под облучением с дальнейшим переходом к созданию опытно – промышленной технологии производства и подтверждением характеристик, заданных разработчиками реакторной установки.

В дальнейшем же расширение функционала ВТГР реакторов при использовании их с повышенной эффективностью в областях нефтехимии, металлургии и выработки водорода требует увеличения параметров работы реакторной установки, что возможно осуществить лишь путём перехода на новый вид топлива - бескислородного ядерного топлива, в частности уран-циркониевого карбонитрида в качестве материала топливного ядра, и карбида кремния или карбида циркония в качестве конструкционных материалов твэлов. Примерами таких разработок являются Energy Multiplier Module (General Atomics, США) и Micro Module Reactor (Ultra Safe Nuclear Corporation, США).

П.Ю. ПИСКАРЕВ*, И.В. МАЗУЛЬ, А.Н. МАХАНЬКОВ,
Н.В. ЛИТУНОВСКИЙ, М.С. КОЛЕСНИК
АО «НИИЭФА», Санкт-Петербург, Россия
*e-mail: piskarev@sintez.niiefa.spb.su

КОМПОНЕНТЫ, ОБРАЩЕННЫЕ К ПЛАЗМЕ, УСТАНОВКИ «ТОКАМАК РЕАКТОРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ»

В настоящий момент, в рамках Федерального проекта №3 «Разработка технологий управляемого термоядерного синтеза и инновационных плазменных технологий» комплексной программы «Развитие техники, технологий и научных исследований в области использования атомной энергии в Российской Федерации» (ФП-3 КП РТТН) ведётся эскизное проектирование установки Токамак Реакторных Технологий (ТРТ) [1]. Главным конструктором ТРТ, организацией, осуществляющей проектирование установки, является АО «НИИЭФА». Основными особенностями ТРТ являются:

- использование высокотемпературных сверхпроводников в обмотках катушек полоидального и тороидального поля, что позволит достичь значения магнитного поля в 8 Тл на оси [2];

- использование технологий «увлечения тока» плазмы, что позволит достичь стационарного импульса длительностью 100 сек.;

- высокая средняя плотность мощности тепловой нагрузки на первую стенку (ПС) не менее $0,2 \text{ МВт/м}^2$ [3] и пиковая нагрузка до 25 МВт/м^2 в диверторе [4], что обусловлено большой мощностью дополнительного нагрева плазмы 40 МВт и относительной компактностью установки (площадь обращённой к плазме поверхности ПС около 80 м^2);

- использование литиевых устройств внутри вакуумной камеры [5], позволяющих управлять взаимодействием плазма-стенка, снижая объём поступающих в плазму примесей, и тем самым увеличивая длительность разряда.

Наиболее энергонапряженными компонентами конструкции ТРТ являются компоненты, обращённые к плазме (КОП), включающие панели ПС и кассеты дивертора. С целью обеспечения эффективности эксплуатации установки на номинальных параметрах, а также выполнения экспериментальной программы, предполагается постепенное введение в конструкцию ТРТ экспериментальных устройств, как литиевых [5], так и инновационных диверторных устройств [3].

На начальной фазе эксплуатации ТРТ предполагается использование стартового комплекта КОП, основанных на материалах и технологиях ИТЭР [6, 7, 8]. При этом стартовый комплект КОП изначально проектируется таким образом, чтобы эксплуатироваться в заданных условиях (тепловые нагрузки; взаимодействие с жидким/парообразным литием) и сценарных нагрузках (срыв тока плазмы).

Наиболее энергонапряженными элементами конструкции КОП являются обращенные к плазме элементы (ОПЭ), представляющие собой многослойную композицию из разнородных материалов, обеспечивающие интерфейс плазма-стенка и воспринимающие всю поверхностную тепловую нагрузку от плазмы. В качестве защитной облицовки (обращенного к плазме материала) в ОПЭ ППС используется бериллий, в ОПЭ дивертора - вольфрам. Для снижения уровня поверхностных термических напряжений облицовка разделена на отдельные плитки, допустимый размер которых определен экспериментально для конкретной марки материала, технологии соединения и значения тепловой нагрузки [9].

Плитки защитной облицовки присоединяются на поверхность теплоотводящего слоя основания ОПЭ методом высокотемпературной пайки. Для плиток из вольфрама, в отличие от бериллия, вследствие большой разницы коэффициентов линейного термического расширения, необходим промежуточный слой, позволяющий снизить уровень термических напряжений в зоне соединения плитки с основанием ОПЭ. В качестве припоя, прослойки и теплоотводящего слоя в проекте ИТЭР выбраны, экспериментально обоснованы и используются материалы на основе меди. Использование данных материалов в проекте ТРТ, вследствие их низкой коррозионной стойкости в литии, ограничено необходимостью соблюдения условия по недопущению взаимодействия с литием. Таким образом, разработка неразъемного паянного соединения облицовки с теплоотводящим слоем, обладающего высокой коррозионной стойкостью в литии (в области температур 200 - 500 °С) и обеспечивающего надежный тепловой контакт при термоциклических нагрузках с пиковым значением до 4 МВт/м² (ПС) и до 25 МВт/м² (дивертор) является актуальной задачей.

Для стартового комплекта КОП ТРТ принято решение об использовании, апробированных в проекте ИТЭР, конструкций основания ОПЭ на основе биметаллической композиции CuCrZr/316L(N)-IG, охлаждаемой водой. Для предотвращения взаимодействия медного сплава с литием, планируется обеспечить его герметичную/квазигерметичную защиту со всех сторон тонкостенной (около 1 мм) оболочкой из нержавеющей стали 316L(N)-IG, обладающей приемлемой коррозионной стойкостью в литии [10]. Среди многообразия технологий получения биметаллического соединения CuCrZr/316L(N)-IG рассматриваются следующие: диффузионная сварка в условиях горячего изостатического прессования (ГИП) [7, 11] и наплавка в вакууме медного сплава на сталь [12]. Применение различных технологий нанесения покрытия для создания защитной оболочки рассматриваются «во вторую очередь» по причине малой толщины, либо высокой пористости получаемого слоя, что при значительных пластических деформациях основания ОПЭ может привести к сквозному растрескиванию или отшелушиванию слоя покрытия. Таким образом, разработка конструкций основания ОПЭ ТРТ, обеспечивающего теплоотвод поглощенной мощности и обладающего приемлемой коррозионной стойкостью в литии (200-500 С) с учетом циклических термических напряжений (до 5000 циклов) также является актуальной задачей.

Разрабатываемый в рамках ФП-3 КП РТТН отечественный проект ТРТ, базируется на созданной в ходе исполнения проекта ИТЭР основе (подходах и технологиях), но при этом ряд уникальных особенностей ТРТ требует обязательной модификации и дальнейшего развития данной основы, что ставит перед разработчиками и исследователями ряд актуальных задач.

1. Красильников А.В. и др. Токамак с реакторными технологиями (TRT): концепция, миссии, основные особенности и ожидаемые характеристики — Физика плазмы, Т. 47, № 11, 2021, с. 970-985.
2. Э.Н. Бондарчук и др. Инженерно-технические аспекты электромагнитной системы установки TRT — Физика плазмы, Т. 47, №. 12, 2021, с. 1070-1086.
3. И.В. Мазуль и др. Обращенные к плазме компоненты токамака TRT — Физика плазмы, Т. 47, №. 12, 2021, с. 1103-1122.
4. А.С. Кукушкин, А.А. Пшенов. Режим работы традиционного дивертора в TRT — Физика плазмы, Т. 47, №. 12, 2021, с. 1123-1129.
5. А.В. Вертков и др. Сравнительный анализ концепций литиевой первой стенки для токамака реакторных технологий — Физика плазмы, Т. 47, №. 12, 2021, с. 1130-1145.
6. I.V. Mazul et. al. Technological challenges at ITER plasma facing components production in Russia // Fusion Engineering and Design, Elsevier, 2016, pp 1028-1034.
7. Герваш А.А. и др. Оработка технологии горячего изостатического прессования вакуумно-плотного биметаллического соединения внутрикамерных компонентов ИТЭР// Инновационные проекты и технологии ядерной энергетики: сб. докладов V Международной научно-технической конференции. – М.: Изд-во АО «НИКИЭТ», 2018. – с. 963-970.
8. A. Gervash et. al. The development of technology of Be/CuCrZr joining using induction brazing // Fusion Engineering and Design, 146 (2019), pp. 2292-2296
9. I.V. Mazul et. al. Russian development of enhanced heat flux technologies for ITER first wall // Fusion Engineering and Design, Elsevier, 2012, pp 437-442.
10. Lyublinski I.E. et. al. Numerical and experimental determination of metals and alloys solubility in liquid lithium, lithium containing nonmetallic impurities, lead and lead-lithium eutectic — Journal of Nuclear Materials, 224, 1995, p. 288-292.
11. P.Y. Piskarev et. al. Study of the Bimetallic Joint CuCrZr/316L(N) // Materials Science Forum Vol. 1040, 2021 pp 8-14.
12. A. Gervash et. al. Study of Alternative SS/Cu-Alloy Joining Methods for ITER. Fusion Eng. and Design 56-57 (2001) 381-384.

P.YU. PISKAREV*, I.V. MAZUL, A.N. MAKHANKOV,
N.V. LITUNOVSKY, M.S. KOLESNIK
JSC «NIIIEFA», Saint-Petersburg, Russia
*e-mail: piskarev@sintez.niiefa.spb.su

TRT PLASMA FACING COMPONENTS

At the moment the preliminary design of the Tokamak of Reactor Technology (TRT) facility [1] is being developed under Federal project No. 3 (FP-3) “Development of controlled thermonuclear and innovative plasma technologies” of the Integrated program (IP) “Development of technologies and researches in the field of use of atomic energy in the Russian Federation” (DTR). The JSC “NIIIEFA” is the main designer of the TRT. The key features of the TRT are:

- the use of high-temperature conductors in PF and TF coil windings that will achieve the magnetic field value of 8 T on the axis [2];
- the use of plasma current dragging technologies that will achieve the steady-state pulse with a duration of 100 s;
- the high average power density of heat load on the First Wall (FW) which is at least 0.2 MW/m^2 [3] and critical heat load up to 25 MW/m^2 in the Divertor [4] due to the high power of auxiliary plasma heating of 40 MW and the relative compactness of the facility (the area of the FW plasma facing surface is about 80 m^2);
- the use of lithium devices inside the Vacuum Chamber [5] allowing to control the plasma-Wall interaction by reducing the amount of impurities entering the plasma and, thus, by expanding the discharge duration.

The most energy-intensive components of the TRT structure are the plasma facing components (PFC) including FW panels and Divertor cassettes. To provide the operating efficiency of the facility using rated parameters as well as to perform the experimental program, it is planned to gradually introduce the experimental devices both the lithium [5] and the innovative divertor devices [3] in the TRT structure.

In the early stage of TRT operation it is planned to use the initial set of the PFCs based on the ITER materials and technologies [6, 7, 8]. Meanwhile the initial PFC set is originally designed in such a way as to operate under specified conditions (thermal loads, interaction with liquid/vapor lithium) and under scenario loads (plasma disruption).

The most energy-intensive elements of the PFC structure are the plasma facing elements (PFE) which represent the multilayer composition of dissimilar materials, provide the plasma-wall interface and take the whole surface thermal load from plasma. As a protective armor (plasma facing material), beryllium is used in the PFEs of the FW panels and tungsten – in the PFEs of the Divertor. To reduce the level of the surface thermal stresses, the armor is divided into the separate tiles which permissible dimension is specified experimentally for a specific material grade, joining technique and heat load value [9].

The joint of the protective armor tiles to the surface of the heat sink layer of the PFE base is carried out using the high-temperature brazing. For the tungsten tiles (as opposed to beryllium), due to the big difference in linear thermal expansion coefficients the intermediate layer is required which allows to reduce the level of the thermal stresses in the area of the tile to PFE base joint. In the ITER project the copper-based materials have been selected, experimentally validated and are used as a brazing alloy, interlayer and heat sink layer. The use of these materials in the TRT project is limited by the necessity to fulfil the condition for prevention of their interaction with lithium due to their low corrosion resistance in lithium. Thus, the actual problem is to develop the fixed brazed joint of the armor to the heat sink layer which has a high corrosion resistance in lithium (in the temperature range of 200 - 500°C) and provides a reliable thermal contact under thermal cyclic loads with a peak value up to 4 MW/m² (FW) and up to 25 MW/m² (Divertor).

For the initial set of TRT PFCs, the decision has been made to use the ITER project validated structures of the PFE base based on a water-cooled Cu-CrZr/316L(N)-IG bimetallic alloy. To prevent the interaction of the copper alloy with lithium, it is planned to provide the leaktight/quasi-leaktight protection of the alloy from all sides with 316L(N)-IG stainless steel thin-wall (about 1 mm) shell which has a acceptable corrosion resistance in lithium [10]. Among the variety of CuCrZr/316L(N)-IG bimetallic alloy production techniques the following processes are examined: diffusion welding under hot isostatic pressing (HIP) conditions [7, 11] and deposition of the copper alloy on steel in vacuum [12]. The application of various coating deposition techniques for the protective shell is examined in the second place due to the small thickness or high porosity of the resulting layer that may lead to through cracking or exfoliation of the coating layer at significant plastic deformations of the PFE base. Thus, the development of the structures for the TRT PFE base which provides the heat sink of the absorbed power and has the acceptable corrosion resistance in lithium (200 - 500°C) taking into account cyclic thermal stresses (up to 5000 cycles) is the actual problem as well.

The Russian TRT project being developed under the FP-3 of the IP DTR is based on the foundation (approaches and technologies) created during implementation of the ITER project. However, a set of unique features of the TRT requires the mandatory modification and further development of this foundation which sets a number of actual problems for designers and researches.

1. A.V. Krasilnikov et. al. Tokamak with Reactor Technologies (TRT): Concept, Missions, Key Distinctive Feature and Expected Characteristics — Plasma Phys. Rep., Vol. 47, issue 11, 2021, pp. 1092-1106.
2. E.N. Bondarchuk et. al. Engineering Aspects of the Electromagnetic System of the TRT Tokamak — Plasma Phys. Rep., Vol. 47, issue 12, 2021, pp. 1188-1203.
3. I.V. Mazul et. al. Plasma-Facing Components of the TRT Tokamak — Plasma Phys. Rep., Vol. 47, issue 12, 2021, pp. 1220-1237.

4. A.S. Kukushkin, A.A. Pchenov. Performance of the Conventional Divertor in TRT — Plasma Phys. Rep., Vol. 47, issue 12, 2021, pp. 1238-1244.
5. A.V. Vertkov et. al. Comparative Analysis of Lithium First Wall Concepts for Tokamak with Reactor Technologies — Plasma Phys. Rep., Vol. 47, issue 12, 2021, pp. 1245-1260.
6. I.V. Mazul et. al. Technological challenges at ITER plasma facing components production in Russia // Fusion Engineering and Design, Elsevier, 2016, pp 1028-1034.
7. Gervash A.A. et. al. Refinement of the technology of hot isostatic pressing of vacuum-tight bimetallic joint of ITER in-Vessel components. In: Innovative Designs and Technologies of Nuclear Power: Collection of papers of V International Scientific and Technical Conference. Moscow: Publishing House of JSC "NIKIET"; 2018. p.2428-2434.
8. A. Gervash et. al. The development of technology of Be/CuCrZr joining using induction brazing // Fusion Engineering and Design, 146 (2019), pp. 2292-2296
9. I.V. Mazul et. al. Russian development of enhanced heat flux technologies for ITER first wall // Fusion Engineering and Design, Elsevier, 2012, pp 437-442.
10. Lyublinski I.E. et. al. Numerical and experimental determination of metals and alloys solubility in liquid lithium, lithium containing nonmetallic impurities, lead and lead-lithium eutectic — Journal of Nuclear Materials, 224, 1995, p. 288-292.
11. P.Y. Piskarev et. al. Study of the Bimetallic Joint CuCrZr/316L(N) // Materials Science Forum Vol. 1040, 2021 pp 8-14.
12. A. Gervash et. al. Study of Alternative SS/Cu-Alloy Joining Methods for ITER. Fusion Eng. and Design 56-57 (2001) 381-384.

И.И. ЧЕРНОВ*, М.С. СТАЛЬЦОВ

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

**e-mail: i_chernov@mail.ru*

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕДЕНИЯ РАДИОГЕННЫХ ГАЗОВ В ВАНАДИЕВЫХ СПЛАВАХ

Гелий и водород, образующиеся во всех материалах при нейтронном облучении, оказывают негативное влияние на свойства реакторных конструкционных материалов, проявляющееся в упрочнении и охрупчивании; радиационном формоизменении, в том числе за счет вакансионного и газового распухания и т.д. Несмотря на меньшую скорость образования гелия и водорода в ванадиевых сплавах по сравнению со сталями различного класса, гелий и водород, проявляя эффект синергизма, даже при малых концентрациях, но при определенном их соотношении, катастрофически увеличивают распухание ванадия и его сплавов. Водород, незначительно изменяя пределы прочности и текучести ванадия и его сплавов, при высоких концентрациях заметно снижает относительное удлинение на растяжение, причем в присутствии кислорода проявляется эффект синергизма – при одинаковых концентрациях водорода с увеличением концентрации кислорода охрупчивание усиливается.

В связи с этим в настоящей работе представлен обзор собственных работ по изучению влияния легирующих элементов на поведение гелия, особенности развития газовой пористости, количество удерживаемого введенного разными способами водорода в сплавах ванадия с Ti, Cr, W и Ta с быстрым спадом наведенной радиоактивности. Показано, что химический состав сплавов оказывает существенное влияние на параметры формирующейся гелиевой пористости, захват, удержание и выделение гелия и водорода. Обнаружены одни и те же закономерности влияния химического состава сплавов на захват и удержание водорода независимо от способа его введения: автоклавное насыщение водородом без дефектообразования или ионное внедрение его с образованием радиационных дефектов. Установлено, что при легировании ванадия химически активным элементом (сплавы V–Ti) зависимости как параметров формирующейся гелиевой пористости, так и количества удерживаемого водорода от концентрации легирующего элемента немонотонные, что объяснено особенностями взаимодействия титана с примесями кислорода и азота в ванадии, которые влияют на количество образующегося гидрида титана. Показано, что предварительное облучение ионами гелия увеличивает количество удерживаемого водорода при последующем его внедрении независимо от температуры предварительного облучения ионами гелия.

I.I. CHERNOV*, M.S. STALTSOV
National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia
*e-mail: i_chernov@mail.ru

METHODS FOR STUDYING OF RADIOGENIC GASES BEHAVIOR IN VANADIUM ALLOYS

Helium and hydrogen formed in all materials under neutron irradiation, have a negative effect on the properties of reactor structural materials. This is carried out in hardening and embrittlement of materials; in radiation-induced change of the active zone constructive elements shapes by the vacancy and gaseous swelling et al. There is a lower rate of helium and hydrogen formation in vanadium alloys compared with steels of various classes. But helium and hydrogen show a synergistic effect. They catastrophically increase the radiation swelling of vanadium and its alloys even at low concentrations at a certain ratio of them. Hydrogen, slightly changing the strength and yield strength of vanadium and its alloys at high concentrations significantly reduces the relative elongation. A synergistic effect is manifested in the presence of oxygen: embrittlement increases with increasing of oxygen concentration at the same concentrations of hydrogen.

In this regard, this paper presents a review of our own works on the study of alloying elements influence on helium behavior, gaseous porosity development, amount of retained hydrogen introduced by various methods in binary and ternary alloys of vanadium with Ti, Cr, W and Ta having a rapid decay of induced radioactivity. It is shown the alloys chemical composition has a significant effect on the parameters of helium porosity, the capture, retention and release of helium and hydrogen. There were found the same regularities of the alloys chemical composition influence on trapping and retention of hydrogen regardless the method of its introduction. Namely, introduction was made by autoclave saturation with hydrogen without defects formation or its introduction by ion-implantation accompanied by the radiation defects formation. It has been established nonmonotonic dependences of both the parameters of formed helium porosity and the amount of retained hydrogen on the alloying element concentration when vanadium is doped with a chemically active element (V-Ti alloys). This is explained by the peculiarities of titanium interaction with oxygen and nitrogen impurities in vanadium, which affect the amount of forming titanium hydride. It is shown that preliminary irradiation by helium ions increases the amount of retained hydrogen during its subsequent introduction regardless the temperature of preliminary helium ions irradiation.

С.В. РОГОЖКИН^{1,2}, А.А. ХОМИЧ^{2,1}, А.В. КЛАУЗ^{1,2},
А.А. БОГАЧЕВ^{2,1}, А. А. НИКИТИН^{2,1}, Н.А. ИСКАНДАРОВ^{2,1},
А.А. ЛУКЪЯНЧУК^{2,1}, О.А. РАЗНИЦЫН^{2,1}, А.С. ШУТОВ^{2,1},
А.Г. ЗАЛУЖНЫЙ^{1,2}, Ю.Е. ГОРШКОВА³, Г.Д. БОГУЧАВА³
¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия
²НИЦ «Курчатовский институт» – ИТЭФ, Москва, Россия
³Объединенный институт ядерных исследований, г. Дубна, Россия
e-mail: SVRogozhkin@mephi.ru; Sergey.Rogozhkin@itep.ru

КОМПЛЕКСНЫЙ АНАЛИЗ НАНОСТРУКТУРЫ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ МЕТОДАМИ УЛЬТРАМИКРОСКОПИИ

В настоящее время идет разработка различных наноструктурированных материалов. Среди них особое место занимают дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) сплавы и стали, имеющие значительно более высокую жаропрочность по сравнению с традиционными материалами за счет значительного числа равномерно распределенных оксидов (см., например [1]). Область применения этих материалов достаточно широка: от материалов газотурбинных установок до материалов активной зоны ядерных энергетических установок. В процессе разработки этих материалов идет совершенствование структурно фазового состояния: размера зерен, оптимизация содержащихся включений по размерам, составу и равномерности их распределения по объему материала. Характеризация наноструктуры перспективных ДУО сталей требует комплексного анализа с применения взаимодополняющих методик исследования.

Комбинация атомно-зондовой томографии (АЗТ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) позволяет исследовать структуру материала в широком диапазоне: от наноразмерных кластеров до микроструктуры [2]. При этом оба метода являются локальными и не предоставляют информацию о большем объеме исследуемого материала. Для получения информации о средних характеристиках наноструктуры большого объема материала необходимы другие методы, например малоугловое рентгеновское рассеяние (МУРР) [3] или малоугловое рассеяние нейтронов [4]. Целью настоящей работы является комплексный анализ наноструктуры дисперсно-упрочненных оксидами сталей методами просвечивающей электронной микроскопии, атомно-зондовой томографии, малоуглового рентгеновского рассеяния и оценка вкладов в упрочнение ДУО сталей различных элементов наноструктуры. Для оценки величины этих вкладов использована модель дисперсионного барьерного упрочнения (dispersed barrier hardening - DBH model).

Сравнение результатов ПЭМ, АЗТ и МУРР анализа позволяет наиболее корректно определить какие типы включений и в каком количестве содержатся в исследуемых материалах. Показано что в большинстве сталей содержатся оксидные включения и кластеры, обогащенные по О и Y, а также по V, Ti, Al, Zr в зависимости от состава сталей. Исследования методами ПЭМ и АЗТ дают детальную информацию о типе включений, а методы МУРР позволяют наиболее точно определить средние плотности включений по большим объемам материала. Продемонстрирована важность правильного определения типа включения для расчетов упрочнения, проведено сравнение результатов таких расчетов с измерениями микротвердости. Расчётные значения упрочнений в исследованных сталях лежат в пределе 2.7-4.3 ГПа, что хорошо согласуется с измерениями микротвёрдости.

1. B. Mouawad, X. Boulnat, D. Fabrègue, M. Perez, Y. de Carlan, *Journal of Nuclear Materials*, 465 (2015) 54-62
2. С.В. Рогожкин, А.А. Хомич, А.А. Богачев, А.А. Никитин, В.В. Хорошилов, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.С. Шутов, А.Л. Васильев, М.Ю. Пресняков, *Ядерная физика и инжиниринг*, 2020, том 11, № 1, с. 22–31. DOI: 10.1134/S2079562920010121; S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich, A.A..
3. N. Oono, S. Ukai, *Materials Transactions*, Vol. 59, No. 10 (2018) 1651-1658
4. R. Coppola, M. Klimiankou, R. Lindau, R.P. May, M. Valli, *Physica B* 350 (2004) e545–e548

Е.А. ДЕРГУНОВА
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»
Москва, Россия
e-mail: AEDergunova@mephi.ru

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ МОРФОЛОГИИ ЗЕРЕННОЙ СТРУКТУРЫ СВЕРХПРОВОДЯЩИХ СОЕДИНЕНИЙ А-15 В ТЕХНИЧЕСКИХ СВЕРХПРОВОДНИКАХ

Задача увеличения токонесущей способности Nb_3Sn сверхпроводников, которые являются наиболее используемыми при изготовлении высокопольных магнитов для крупных магнитных систем (ITER, DEMO, HL-LHC, FCC и др.) может быть решена путем разработки способов создания мелкозеренной структуры сверхпроводящих слоев интерметаллида с максимальной возможной плотностью центров пиннинга флюксоидов [1,2]. Известно, что наиболее эффективными центрами пиннинга в соединениях типа А-15 являются границы зерен, поэтому совершенствование структуры является определяющим для увеличения критической плотности тока. Особенностью структуры Nb_3Sn слоя в многоволоконных сверхпроводниках является формирование в процессе реакционной термообработки (РТО) нескольких зон, отличающихся не только размером, но и формой зерен (столбчатых и равноосных).

В данной работе проведен анализ особенностей морфологии зеренной структуры сверхпроводящей фазы в сверхпроводниках на основе соединений типа А-15, полученных разными методами, отличающихся конструкцией, составом, количеством, формой и размером сверхпроводящих волокон. Рассмотрены отличия процессов формирования микроструктуры сверхпроводящих фаз в технических сверхпроводниках на основе различных соединений А-15.

Сравнительный анализ результатов исследования состава и микроструктуры сверхпроводников проведен следующими методами: ТЭМ, СЭМ и с помощью просвечивающего растрового электронного микроскопа (ПРЭМ), с применением энергодисперсионного рентгеновского микроанализа [1].

Показано, что при твердофазной диффузии, в условиях обеднения бронзовой матрицы, микроструктура V_3Ga и Nb_3Sn формируется по-разному. Процесс формирования V_3Ga в многоволоконных сверхпроводниках идет через предварительное образование зародышей фазы, затем их рост, объединение в монолитный слой и последующую вторичную рекристаллизацию, приводящую к укрупнению зерна. В отличие от этого формирование слоя Nb_3Sn идет сплошным фронтом с постепенным увеличением толщины, без образования зародышей фазы.

Установлено, что зеренная структура слоя формируется независимо от структуры ниобиевого волокна на границе взаимодействия. На фольгах

поперечного сечения образцов композиционных сверхпроводников, полученных методом ФИП, в столбчатых зернах Nb_3Sn выявлено заметное снижение содержания олова и отклонение в них параметра решетки, a , от кубической структуры A15. Также в работе [1] отмечено, что состав столбчатых зерен заметно отличается от стехиометрического. Само ниобиевое волокно в готовом сверхпроводнике до РТО имеет характерную рекристаллизованную структуру с равноосными зернами, размер которых значительно больше, чем размер зерна фазы интерметаллида. По-видимому, скорость рекристаллизации ниобия значительно больше, чем скорость роста слоя сверхпроводящей фазы, в которой формируется очень мелкое зерно. Отмечено, что рекристаллизация сильнодеформированного ниобиевого волокна происходит при температуре около 500 °С (при отжиге готового провода для снятия напряжений), что значительно ниже температуры рекристаллизации ниобиевых прутков перед сборкой многоволоконной заготовки (950-1000 °С).

Области столбчатых зерен Nb_3Sn фазы в процессе РТО формируются на границе с остаточным ниобием в центре волокна при снижении скорости диффузии олова через ранее образовавшийся слой интерметаллида при одновременном обеднении бронзовой матрицы (Рис.1).

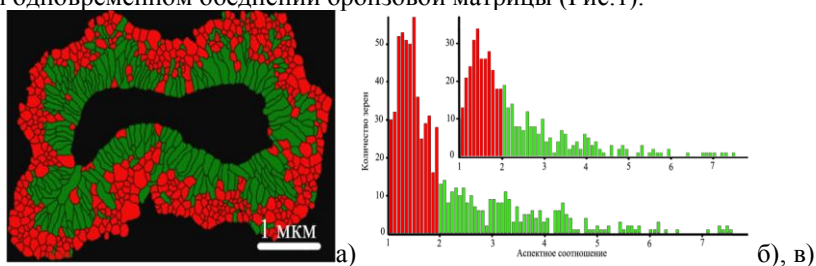


Рис. 1 – Микроструктура Nb_3Sn фазы (СЭМ) в образце с повышенным содержанием Sn в матрице (а). Гистограммы распределения зерен по аспектному соотношению для образцов с 14,5 (б) и 15,5 мас. % (в)

При этом установлено [3], что повышение содержания Sn (от 14,5 до 15,5 мас. %) в матрице приводит к увеличению области равноосных зерен, а также к некоторому снижению аспектного соотношения (h/d) столбчатых зерен.

Также исследование зеренной структуры Nb_3Sn на модельных образцах с различным расположением сверхпроводящих волокон показало, что при сближении волокон происходит формирование преимущественно столбчатых зерен из-за уменьшения притока олова к ним. Создание конструкции сверхпроводника с кольцевыми волокнами, в которой диффузия олова идет как из центра, так и с периферии волокна, позволяет избежать формирования столбчатых зерен с пониженной плотностью межзеренных границ. Однако такая конструкция не позволяет получить большое количество сверхпроводящей фазы, что отрицательно сказывается на величине общей токонесящей способности сверхпроводника.

Ограничение возможности повышения содержания олова в проводниках, получаемых бронзовым методом из-за ухудшения пластичности бронзы, привело к интенсификации разработки альтернативных методов изготовления Nb₃Sn сверхпроводников. Сравнительный анализ взаимосвязи особенностей микроструктуры Nb₃Sn фазы в сверхпроводниках, полученных разными методами, такими как бронзовый, внутреннего источника (ВИП) и «порошок в трубе» (ПИТ) показал, что обеспечение равномерного притока олова на границу с ниобием при получении методами ВИП и ПИТ, позволяет получить равноосную мелкозернистую структуру. Благодаря увеличению интенсивности диффузионного потока олова в процессе РТО удастся не только получить значительно большее количество сверхпроводящей фазы, но и изменить ее структуру. При этом, в основном, формируются равноосные зерна со средним размером в 1,5 - 2 раза меньше, чем в бронзовом варианте [4]. А зоны со столбчатой структурой встречаются гораздо реже, и преимущественно в области диффузионных барьеров. Это позволяет существенно повысить токонесущую способность Nb₃Sn сверхпроводников.

¹Е.А. Dergunova, I.A. Karateev, A.L. Vasiliev, et al., 2019, «Study of the Specific Features of Kinetics Formation and Structure of the Superconducting Nb₃Sn Phase in Technical Superconductors», 2019, Vol. 64, No. 2, pp. 233–241. / ISSN 1063-7745, Crystallography Reports, doi: 10.1134/s1063774519020093

²Дергунова Е.А., Фигуровский Д.К., Абдюханов И.М. и др. «Разработка сверхпроводящих композиционных материалов для специальных магнитных систем», «МНТК ФТИ-2017». с. 34-43.

³Е.А.Дергунова, И.М. Абдюханов, М.О. Курилкин и др. «Взаимосвязь структуры сверхпроводящих слоев с конструкцией композиционных сверхпроводников на основе Nb₃Sn», в сб. «TESTMAT» ВИАМ 2016.

⁴М. V. Krylova¹, I M. Abdjukhanov¹, A. S. Tsapleva¹, E. A. Dergunova¹, et.al, “The microstructure of Nb₃Sn superconductors, differing in the number of copper inserts, at different stages of diffusion heat treatment”/ ICESC27-ICMC 2018 IOP Conf. Series: Material Science and Engineering, 502(2019)012174, doi:10/1088/1757-899X/502/1/012174/

В.Н. ПЕТРОВСКИЙ

Национальный исследовательский ядерный университет (МИФИ)

E-mail: vnpetrovskij@mephi.ru

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ С ПОМОЩЬЮ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Аддитивное производство (АП) относится к набору преобразующих технологий, которые создают трехмерные объекты путем добавления материалов слой за слоем на основе цифрового дизайна. В частности, АП с использованием металлических порошков нашло множество применений в области биомедицины, аэрокосмической промышленности, автомобилестроения и обороны. По сравнению с традиционными технологиями производства металла, АП обладает многими уникальными преимуществами, включая короткий срок разработки до выхода на рынок, короткую цепочку поставок, производство запасных частей и инструментов на месте и по требованию, меньшее потребление энергии и меньшее количество отходов материалов. Что еще более важно, АП в значительной степени устраняет ограничения на оснастку и дает свободу проектирования и изготовления деталей со сложной геометрией и улучшенной производительностью. За последние три десятилетия АП с использованием металлических порошков быстро развивалось благодаря значительным инвестициям в технологию как государственных, так и частных групп по всему миру. Появилось множество производителей 3D-принтеров, и, по-видимому, было достигнуто совершенство техники. Однако точный контроль микроструктуры и свойств продуктов, изготовленных с добавлением добавок, остается сложной задачей, а количество металлических материалов, которые можно использовать для АП, по-прежнему очень ограничено.

Таким образом, решение фундаментальных материальных проблем является ключом к раскрытию всего потенциала АП изготовления металлических деталей. Существует несколько различных методов печати металлических материалов. За исключением струйного распыления связующего, все другие методы обработки металлов включают нанесение тепловой энергии на образец с помощью лазерных или электронных источников. В типичном процессе сборки лазерный или электронный луч локально нагревает образец до температур, превышающих температуры плавления или даже кипения металлов. В то же время скорости нагрева и охлаждения составляют порядка 106 К/с и выше, а локальный температурный градиент может легко достигать 103 К/мм. Такие экстремальные температурные условия позволяют нам изготавливать материалы с очень уникальными и благоприятными микроструктурами, которые никогда не могли достичь раньше; но, с другой стороны, в материалах АП существует множество дефектов, включая пористость, трещины, остаточные напряжения, нежелательные структуры зерен и неравновесные фазы.

Синхротронные рентгеновские методы являются одними из наиболее универсальных и эффективных методов для характеристики микроструктур материалов и их эволюции в различных процессах и условиях. В последние годы эти методы привлекают все больше исследователей, которые пользуются преимуществами превосходного жесткого источника рентгеновского излучения. С помощью современной высокоэнергетической рентгеновской дифракции, микроскопии Лауэ, компьютерной томографии, высокоскоростных методов визуализации ученые начинают решать многие критические проблемы с материалами в АП.

В данном докладе представлен краткий обзор работ по использованию синхротронного излучения для диагностики металлических материалов, синтезированных аддитивными технологиями.

V.N. PETROVSKIY
National Research Nuclear University (MEPhI)
E-mail: vnpetrovskij@mephi.ru

THE USE OF SYNCHROTRON RADIATION FOR THE DIAGNOSIS OF MATERIALS OBTAINED USING ADDITIVE TECHNOLOGIES

Additive manufacturing (AM) refers to a suite of transformative technologies that build three-dimensional objects by adding materials layer by layer based on digital design. In particular, metal AM has found many applications in the fields of biomedical, aerospace, automobile, and defense. Compared with conventional metal manufacturing techniques, AM exhibits many unique advantages, including short design-to-market, short supply chain, on-site and on-demand spares and tools manufacturing, less consumption of energy, and less generation of material waste. More importantly, AM largely eliminates tooling constraints, and gives us the freedom to design and build parts with complex geometries and improved performance. Metal AM has developed rapidly in the last three decades, thanks to substantial investments in the technology from both public and private groups worldwide. Numerous 3D printer manufacturers have emerged, and the technique maturation was seemingly reached. However, a precise control of microstructures and properties of additively manufactured products remains challenging, and the metallic materials we can use for AM are still very limited.

Therefore, solving the fundamental material problems holds the key to unleash AM's full potential to revolutionize the way we build metal parts. There are a few AM techniques for printing metallic materials. Except binder jetting, all other metal AM techniques involve depositing thermal energy to the sample with laser or electron sources. In a typical build process, the laser or electron beam heats up the sample locally to temperatures higher than the melting or even boiling temperatures of metals. In the meanwhile, the heating and cooling rates are in the order 106 K/s and above, and the local thermal gradient can eas-

ily reach 103 K/mm. Such extreme thermal conditions allow us to fabricate materials with very unique and favorable microstructures that we could never achieve before; but on the other hand, a variety of defects exist in AM materials, including porosity, cracks, residual stress, undesired grain structures and non-equilibrium phases.

Synchrotron x-ray techniques are among the most versatile and effective techniques for characterizing materials microstructures and their evolution in various processes and conditions. The APS has seen more and more users from the AM community in the recent years, who take the advantages of the superior hard x-ray source and sophisticated beamline instruments the APS affords. With state-of-the-art high-energy x-ray diffraction, Laue microscopy, computed tomography, high-speed imaging techniques, scientists start to address many critical material issues in AM associated with the feed stocks, build processes, and end products.

This report provides a brief overview of the work on the use of synchrotron radiation for the diagnosis of metallic materials synthesized by additive technologies.

В.Ю. ГОЛЬЦЕВ¹, А.В. ОСИНЦЕВ¹, Е.Л. СТРИЖАКОВ²,
С.В. НЕСКОРОМНЫЙ², С.О. АГЕЕВ^{2,5}, А.Н. ЧУМАКОВ³,
И.С. НИКОНЧУК³, О.О. КУЗНЕЧИК⁴, Е.Г. ГРИГОРЬЕВ^{5*}

¹НИЯУ «МИФИ», Москва, Россия

²ДГТУ, Ростов-на-Дону, Россия

³Институт физики НАНБ, Минск, Беларусь

⁴Институт порошковой металлургии НАНБ, Минск, Беларусь

⁵ИСМАН, Черноголовка, Россия

*e-mail: eugengrig@mail.ru

ПЕРСПЕКТИВЫ РАЗВИТИЯ МЕТОДА ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ КОНСОЛИДАЦИИ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Рассмотрены основные особенности метода высоковольтной консолидации порошковых материалов и обусловленные ими преимущества и ограничения данного метода. Метод высоковольтной консолидации порошков эффективен для производства тугоплавких композиционных материалов, сохраняющих прочностные свойства при сверхвысоких температурах в условиях агрессивных внешних воздействий. Кратковременность высокотемпературного воздействия в процессе высоковольтной консолидации позволяет сохранить в консолидированном компактном материале структурно-фазовое состояние исходного порошкового материала. Особенностью данного метода является концентрация высокой плотности выделяемой энергии в области контактов между частицами порошка. При этом исходное состояние поверхности частиц порошка (толщина и структура окисных пленок, наличие посторонних примесей и т. п.), форма частиц порошка и их размеры существенно влияют на закономерности процессов высоковольтной консолидации. Наряду с характеристиками порошка, определяющими факторами являются: скорость ввода энергии электромагнитного поля в порошковый материал, величина и характер механического давления, воздействующего на порошковую заготовку в процессе высоковольтной консолидации. Высокая плотность энергии в зонах контактов частиц приводит к локальному изменению агрегатного состояния вещества порошка в этих зонах. Наряду с неоднородностью нагрева порошка в межчастичных контактах возможно макроскопически неоднородное распределение плотности тока в объеме консолидируемого образца. Формирование структуры порошкового материала при высоковольтной консолидации определяется разномасштабными процессами, протекающими на межчастичных контактах, в частицах порошка, в объеме всего образца и взаимодействием этих процессов.

Дальнейшее развитие данного метода связано с детальным экспериментальным изучением тепловых процессов при высоковольтной консолидации порошков тугоплавких материалов с использованием импульс-

ной фотометрии. Проведены экспериментальные исследования параметров высоковольтного электроимпульсного воздействия в процессе консолидации высокотемпературных порошковых композиций TaC и HfC. Регистрация параметров высоковольтного импульса тока и интенсивности теплового излучения консолидируемых порошковых материалов осуществлялась с помощью разработанного авторами измерительного комплекса. Данный комплекс включает: пояс Роговского с интегрирующей цепочкой, который регистрирует параметры высоковольтного импульса тока; фотодиодные датчики, регистрирующие интенсивность теплового излучения, которое передается по специальному оптическому волноводу от консолидируемых порошковых прессовок; системы запуска и синхронизации компонентов измерительного комплекса. Анализ возникающего теплового электромагнитного излучения с поверхности консолидируемого порошкового образца в процессе высоковольтной консолидации проводится в видимом диапазоне излучения, в пределах от $\lambda_{\Gamma}=650$ нм до $\lambda_{\Gamma}=950$ нм. На рисунке 1 приведен пример регистрации данным измерительным комплексом динамики изменения импульсного тока (1), воздействующего на консолидируемый материал, и интенсивности светового потока (2) излучения от обрабатываемого материала.



Рисунок 1. Динамика изменения тока (1) и интенсивности теплового излучения (2) обрабатываемого материала.

Интенсивный импульсный адиабатический нагрев материала порошковой прессовки резко снижает ее сопротивлению пластическому деформированию, и под действием внешнего механического давления порошковый материал уплотняется с характерной скоростью деформации, зависящей от системы нагружения. Охлаждение консолидированного материала прессовки осуществляется за счет теплоотвода в прессоснастку (пуансоны и матрицу). Результаты экспериментального и теоретического исследования кинетики процесса уплотнения порошкового материала при высоковольтной консолидации приведены в работе [1]. Анализ полученных результатов выявил волновой характер процесса уплотнения порошковой прессовки в процессе консолидации. Представлены результаты расчетов динамики закрытия (коллапса) межчастичных пор в уплотняемом материале. Обсуждаются экспериментальные результаты высоковольтной

консолидации порошков карбидов гафния и тантала, твердых сплавов и тяжелых сплавов на основе вольфрама [1].

Представлены результаты исследования макро- и микроструктуры консолидированных материалов и механических испытаний полученных образцов. Испытания при комнатной температуре на сжатие в исследованном диапазоне показали, что все консолидированные образцы выдерживают сжимающее напряжение без разрушения [1]. Высоковольтное спекание способствует поддержанию исходной мелкозернистой структуры, более равномерному распределению железо-никелевого связующего и практически полному отсутствию пористости в консолидированных материалах.

Экспериментальными исследованиями высоковольтной консолидации порошковых материалов выявлены неустойчивые режимы, приводящие к формированию неоднородных свойств получаемых образцов или к разрушению исходных порошковых заготовок и технологической пресс-оснастки. Определяющим технологическим фактором, который приводит к неустойчивым режимам высоковольтной консолидации порошковых материалов, является амплитуда высоковольтного импульса тока. Если амплитуда импульса тока превышает определенное критическое значение, то процесс высоковольтной консолидации теряет устойчивость. Это критическое значение зависит как от давления, воздействующего на консолидируемую заготовку, так и электрофизических характеристик порошка. В результате проведенных экспериментальных и теоретических исследований установлены закономерности физических процессов, протекающих при высоковольтной консолидации порошков, и механизмы, приводящие к формированию неустойчивых режимов консолидации. Механизм, приводящий к неустойчивым режимам консолидации, связан с волновым характером процесса уплотнения порошкового материала. Неустойчивый режим консолидации возникает, когда межчастичные поры захлопываются с нарастанием скорости в момент схлопывания – «кумулятивный режим» [2]. При этом режиме, как правило, формируется неоднородная структура консолидированного материала

Установлен критерий, определяющий диапазон оптимальных технологических параметров высоковольтной консолидации для создания тугоплавких высокоплотных материалов. Предложены возможные направления дальнейших исследований процесса высоковольтной консолидации порошковых материалов.

1. Grigoryev E., et al. // Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science, 53, 1552–1563 (2022). <https://doi.org/10.1007/s11663-022-02465-x>
2. Balankin S.A., Gorbachev L.P., Grigor'ev E.G., & Skorov D.M. Cumulation effect in dynamic pressing of powdered materials. // Journal of Applied Mechanics and Technical Physics, 21(4), 548–551. (1980). <https://doi.org/10.1007/BF00916493>

V.Yu. GOLTSEV¹, A.V. OSINTSEV¹, E.L. STRIZHAKOV²,
S.V. NESCOROMNIY², S.O. AGEEV^{2,5}, A.N. CHUMAKOV³,
I.S. NIKONCHUK³, O.O. KUZNECHIK⁴, E.G. GRIGORYEV^{5*}

¹*NRNU "MEPhI", Moscow, Russia*

²*DSTU, Rostov-on-Don, Russia*

³*B.I. Stepanov Institute of Physics, Minsk, Belarus*

⁴*SSI PMI, Minsk, Belarus*

⁵*ISMAN, Chernogolovka, Russia*

*e-mail: eugengrig@mail.ru

PERSPECTIVES FOR THE DEVELOPMENT OF THE METHOD OF HIGH-VOLTAGE CONSOLIDATION OF POWDER MATERIALS

The main features of the method of high-voltage consolidation of powder materials and the resulting advantages and limitations of this method are considered. The method of high-voltage consolidation of powders is effective for the production of refractory composite materials that retain their strength properties at ultrahigh temperatures under aggressive external influences. The short duration of high-temperature exposure in the process of high-voltage consolidation makes it possible to preserve the structural-phase state of the initial powder material in the consolidated compact material. A feature of this method is the high density concentration of the released energy in the area of contacts between powder particles. In this case, the initial state of the surface of powder particles (the thickness and structure of oxide films, the presence of foreign impurities, etc.), the shape of powder particles and their sizes significantly affect the regularities of high-voltage consolidation processes. Along with the characteristics of the powder, the determining factors are: the rate of input of the energy of the electromagnetic field into the powder material, the magnitude and nature of the mechanical pressure acting on the powder compact in the process of high-voltage consolidation. The high energy density in the particle contact zones leads to a local change in the state of aggregation of the powder substance in these zones. Along with the inhomogeneity of powder heating in interparticle contacts, a macroscopically inhomogeneous distribution of the current density in the volume of the consolidated sample is possible. The formation of the structure of a powder material during high-voltage consolidation is determined by processes of different scales occurring at interparticle contacts, in powder particles, in the bulk of the entire sample, and by the mutual influence of these processes.

Further development of this method is associated with a detailed experimental study of thermal processes during high-voltage consolidation of powders of refractory materials using pulsed photometry. Experimental studies of the parameters of high-voltage electrical impulse action in the process of consolidation of high-temperature TaC and HfC powder compositions have been

carried out. Registration of the parameters of a high-voltage current pulse and the intensity of thermal radiation of the consolidated powder materials was carried out using a measuring complex developed by the authors. This complex includes: a Rogowski coil with an integrating circuit, which registers the parameters of a high-voltage current pulse; photodiode sensors that register the intensity of thermal radiation, which is transmitted through a special optical waveguide from consolidated powder compacts; systems for triggering and synchronizing the components of the measuring complex. The analysis of the emerging thermal electromagnetic radiation from the surface of the consolidated powder sample in the process of high-voltage consolidation is carried out in the visible radiation range, ranging from $\lambda_r=650$ nm to $\lambda_r=950$ nm. Figure 1 shows an example of registration by this measuring complex of the dynamics of changes in the pulsed current (1) acting on the material being consolidated, and the intensity of the light flux (2) of radiation from the processed material.



Figure 1. Dynamics of changes in current (1) and intensity of thermal radiation (2) of the processed material.

Intense pulsed adiabatic heating of the powder compact material sharply reduces its resistance to plastic deformation, and under the action of external mechanical pressure, the powder material is compacted with a characteristic strain rate that depends on the loading system. The cooling of the consolidated material of the compact is carried out by heat removal to the press equipment (the punches and the die). The results of experimental and theoretical studies of the kinetics of the compaction process of powder material during high-voltage consolidation are given in [1]. The analysis of the obtained results revealed the wave nature of the compaction process of the powder compact in the process of consolidation. The results of calculations of the dynamics closure (collapse) of interparticle pores in a compacted material are presented. The experimental results of high-voltage consolidation hafnium and tantalum carbides powders, hard alloys and heavy alloys based on tungsten are discussed [1].

The results of a study of the macrostructure and microstructure of consolidated materials and mechanical tests of the obtained samples are presented. Compressive testing of specimens at room temperature in the studied range

showed that all consolidated specimens withstand compressive stress without failure [1]. High-voltage sintering contributes to the maintenance of the initial fine-grained structure, more uniform distribution of the iron-nickel binder, and the almost complete absence of porosity in the consolidated materials.

Experimental studies of high-voltage consolidation of powder materials revealed unstable modes, leading to the formation of inhomogeneous properties of the obtained samples or to the destruction of the original powder compacts and technological press equipment. The determining technological factor that leads to unstable modes of high-voltage consolidation of powder materials is the amplitude of the high-voltage current pulse. If the amplitude of the current pulse exceeds a certain critical value, then the process of high-voltage consolidation becomes unstable. This critical value of the pulse current amplitude depends both on the pressure acting on the consolidated powder compact and on the electrophysical characteristics of the powder. As a result of the experimental and theoretical studies carried out, the regularities of the physical processes occurring during high-voltage consolidation of powders and the mechanisms leading to the formation of unstable modes of consolidation have been established. The mechanism leading to unstable modes of powder consolidation is associated with the wave nature of the compaction process of the powder material. An unstable consolidation regime occurs when interparticle pores collapse with increasing velocity at the moment of collapse - the “cumulative regime” [2]. In this mode, as a rule, an inhomogeneous structure of the consolidated material is formed.

A criterion has been established that determines the range of optimal technological parameters of high-voltage consolidation for the creation of refractory high-density materials. Possible directions for further research into the process of high-voltage consolidation of powder materials are proposed.

1. Grigoryev E., et al. // Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science, 53, 1552–1563 (2022). <https://doi.org/10.1007/s11663-022-02465-x>
2. Balankin S.A., Gorbachev L.P., Grigor'ev E.G., & Skorov D.M. Cumulative effect in dynamic pressing of powdered materials. // Journal of Applied Mechanics and Technical Physics, 21(4), 548–551. (1980). <https://doi.org/10.1007/BF00916493>

**А.Н. СУЧКОВ¹, О.Н. СЕВРЮКОВ¹, П.В. МОРОХОВ¹,
А.А. ИВАННИКОВ¹, И.В. ФЕДОТОВ¹, М.А. ПЕНЯЗЬ¹, Д.М.
БАЧУРИНА¹**

*¹Национальный исследовательский ядерный университет
«МИФИ», Москва, Россия
e-mail: ansuchkov@mephi.ru

ОПЫТ РАЗРАБОТКИ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ ПРИПОЕВ В НИЯУ МИФИ

Более тридцати лет на кафедре «Физические проблемы материаловедения» выполняются работы по быстрому затвердеванию металлических расплавов. В результате реализации этого технологического процесса происходит фиксация метастабильного состояния, причем при соблюдении определенных параметров можно получить материал с аморфной структурой, что в свою очередь придает ему комплекс уникальных физико-химических свойств, которые в дальнейшем можно использовать в зависимости от функционального применения.

Во второй половине XX века начали широко применять технологию быстрого затвердевания расплава при изготовлении припоев на основе меди, никеля и титана. Обусловлено это тем, что в зависимости от способа охлаждения можно получить материал в функционально требуемом виде – в форме порошка заданного гранулометрического состава распылением расплава струей инертного газа, либо в виде лент с фиксированными геометрическими параметрами, которые вследствие аморфной или нанокристаллической структуры, легко подвергаются механической обработке – резанию, штамповке и т.п., что существенно упрощает использование их как закладных элементов с точной дозировкой припоя для заполнения зазора.

За годы существования лаборатории быстрозакаленных материалов коллективом авторов были разработаны припои СТЕМЕТ[®] на основе Al, Cu, Fe, Ni, Ti, и Zr, предназначенные для высокотемпературной пайки (450–2000 °С) широкого спектра материалов: от металлических сплавов до керамики различного состава. Данные припои применяют как в виде лент (ширина до 50 мм, толщина 30-70 мкм), так и в виде порошка различного гранулометрического состава в интервале до 400 мкм.

В настоящем докладе проведен обзор данных о проделанных авторами работах за последние 15 лет. Представлены результаты разработки припоев для пайки циркониевых дистанционирующих решеток (ЦДР) ядерных реакторов из сплава Э110, антидебризных фильтров из коррозионностойкой стали, элементов компонентов, обращенных к плазме (КОП) тероядерных установок (ТЯР) ИТЭР и ДЕМО – пайка Wc CuCrZr-бронзой и сталями ферритно-мартенситного класса ЭК-181 и Eurofer; материалов элементов жидкостных ракетных двигателей из стелей ЭП-750 и ЭИ-811, деталей анодов рентгеновских трубок – пайка Мо и графита, конструктивных элементов из карбида кремния (SiC) – как перспективного материала для создания толерантного топлива, а также других изделий различного назначения из разнородных материалов.

В.В. УГЛОВ^{1*}, С.В. ЗЛОЦКИЙ¹, И.С. ВЕРЕМЕЙ¹, Г. АБАДИ²

¹*Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь*

²*Университет Пуатье, Пуатье, Франция*

*e-mail: Uglov@bsu.by

ЭРОЗИЯ МНОГОСЛОЙНЫХ КРИСТАЛЛИЧЕСКО-АМОРФНЫХ 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. Для этого необходимо создавать материалы с большим количеством стоков для точечных дефектов, таких как дислокации, границы зерен и межфазные границы [1]. Многослойные системы перспективны для исследований, поскольку межслоевые границы могут влиять на устранение радиационных дефектов [2]. У них есть значительные межфазные области, которые могут действовать как стабильные поглотители дефектов.

Многослойные пленки нк-ZrN/a-Si₃N₄ и нк-ZrN/a-ZrCu были сформированы при 500°C методом реактивного магнетронного напыления в камере высокого вакуума (базовое давление 10^{-5} Па), оснащенной тремя конфокальными мишенями и криогенным насосом (макс. 500 л/с). Ионная имплантация многослойных пленок проводилась ионами He²⁺ 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.

Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии многослойных пленок после осаждения показали, что пленки состоят из чередующихся слоев нанокристаллического ZrN и аморфного a-Si₃N₄ или a-ZrCu. Выявлены горизонтальные сплошные слои с плоскими и резкими границами раздела. Столбчатая структура роста зерен в многослойках нк-ZrN/a-Si₃N₄ проходит через все многослойное покрытие. Образование кристаллических слоев ZrN также подтверждается рентгеноструктурными исследованиями.

Было обнаружено, что минимальный критический флюенс образования блистеров обнаружен для пленки ZrN (флюенс 6×10^{17} см⁻²). СЭМ исследования поверхности пленок моонитрида a-Si₃N₄, 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, пострадиационный отжиг (600°C) выявил значительное увеличение подвижности этих кластеров в пленках a-Si₃N₄,

объединение их в большие блистеры и образование блистеров уже при флюенсе $5 \times 10^{16} \text{ см}^{-2}$.

Микроскопические (СЭМ, АСМ) исследования многослойных пленок, облученных ионами He, показали, что радиационная эрозия поверхности в нанослойных системах ZrN/a-Si₃N₄ значительно ниже по сравнению с монокристаллом ZrN. Установлено, что степень радиационной эрозии многослойных пленок сильно зависит от соотношения толщин кристаллического и аморфного слоев (f_{ZrN}) и минимальна при f_{ZrN} равной 0,29. Наиболее устойчивы к радиационной эрозии многослойные системы с толщиной аморфного слоя, большей, чем у кристаллического слоя.

Было выявлено, что основным механизмом радиационной эрозии многослойных пленок нк-ZrN/a-ZrCu является флекинг. Комплексы гелий-вакансия и их кластеры диффундируют в аморфные слои и растворяются в них с образованием пузырьков гелия. Это приводит к разбуханию многослойной пленки без поверхностной эрозии. С увеличением концентрации меди и увеличением толщины аморфного слоя растет критическая доза флекинга. Фазовый состав показал, что при облучении происходит разрушение аморфного слоя с образованием металлической меди. Для образцов нк-ZrN/a-Zr_{26,2}Cu_{73,8} кристаллизация меди происходит при дозе $9 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Остальные же остаются стабильными при всех флюенсах облучения.

1. Xinghang Zhang, Khalid Hattar, Youxing Chen et al., Progress in Materials Science. V. 96 (2018), p. 217
2. D. Chen, N. Li, D. Yuryev et al., Sci. Adv. V. 3 (2017), № 11, p. eaao2710

V.V. Uglov^{1*}, S.V. ZLOTSKI¹, I.S. VEREMEI¹, G. ABADIAS²

¹Belarusian State University, Minsk, Belarus

²Institut Pprime, CNRS-Université de Poitiers- ENSMA, France

*e-mail: Uglov@bsu.by

EROSION OF MULTILAYERED CRYSTALLINE-AMORPHOUS FILMS IRRADIATED WITH HELIUM IONS

At present, the development of new radiation-resistant materials is an important problem, which is especially relevant for the nuclear / thermonuclear industry, aerospace industry, etc., where objects are exposed to strong ion, neutron, and electron radiation. To do this, it is necessary to create materials with a large number of sinks for point defects, such as dislocations, grain boundaries, and interfacial boundaries [1]. Multilayer systems are promising for research, since interlayer boundaries can affect the elimination of radiation defects [2]. They have significant interfacial regions that can act as stable defect sinks.

Multilayer films of nc-ZrN/a-Si₃N₄ and nc-ZrN/a-ZrCu were formed at 500°C by reactive magnetron sputtering in a high vacuum chamber (base pressure 10^{-5} Pa) equipped with three confocal targets and cryogenic pump (max. 500 l/s). Ion implantation of multilayer films was carried out with He²⁺ ions with an energy of 40 keV at a DC-60 heavy ion accelerator at fluences from 3.0×10^{17} to 1.1×10^{18} cm⁻².

Transmission electron microscopy studies of multilayer films after deposition showed that the films consist of alternating layers of nanocrystalline ZrN and amorphous a-Si₃N₄ or a-ZrCu. Horizontal continuous layers with flat and sharp interfaces are revealed. The columnar structure of grain growth in nc-ZrN/a-Si₃N₄ multilayers extends through the entire multilayer coating. The formation of ZrN crystalline layers is also confirmed by X-ray diffraction studies.

It was found that the minimum critical fluence of blister formation was found for the ZrN film (fluence 6×10^{17} cm⁻²). SEM studies of the surface of a-Si₃N₄ mononitride films irradiated with He ions did not reveal the formation of blisters even at the maximum fluence. This is due to 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) revealed a significant increase in the mobility of these clusters in α -Si₃N₄ films, their combination into large blisters and the formation of blisters already at a fluence of 5×10^{16} cm⁻².

Microscopic (SEM, AFM) studies of multilayer films irradiated with He ions showed that radiation erosion of the surface in ZrN/a-Si₃N₄ nanolayer systems is much lower compared to ZrN mononitride. It has been established that the degree of radiation erosion of multilayer films strongly depends on the ratio of the thicknesses of the crystalline and amorphous layers (f_{ZrN}) and is minimal at f_{ZrN} equal to 0.29. The most resistant to radiation erosion are multilayer systems with a thickness of the amorphous layer greater than that of the crystalline layer.

It was found that the main mechanism of radiation erosion of multilayer nc-ZrN/a-ZrCu films is flaking. Helium-vacancy complexes and their clusters diffuse into amorphous layers and dissolve in them with the formation of helium bubbles. This leads to swelling of the multilayer film without surface erosion. With an increase in the concentration of copper and an increase in the thickness of the amorphous layer, the critical dose of flecking increases. The phase composition showed that irradiation destroys the amorphous layer with the formation of metallic copper. For samples of nc-ZrN/a-Zr_{26.2}Cu_{73.8} copper crystallization occurs at a dose of 9×10^{17} cm⁻². The rest remain stable at all irradiation fluences.

1. Xinghang Zhang, Khalid Hattar, Youxing Chen et al., Progress in Materials Science. V. 96 (2018), p. 217
2. D. Chen, N. Li, D. Yuryev et al., Sci. Adv. V. 3 (2017), № 11, p. eaao2710

Тезисы сообщений

К.Е. КЛЮКОВА^а, М.Г. ИСАЕНКОВА^{а*}, О.А. КРЫМСКАЯ^а,
В.А. ФЕСЕНКО^а, П.С. ДЖУМАЕВ^а, В.В. НОВИКОВ^{а,б},
А.Ю. ГУСЕВ^б, П.Л. ДОБРОХОТОВ^б

^а*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва, Россия*

^б*Акционерное общество «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов»*

им. А.А. Бочвара, Москва, Россия

*e-mail: mgisaenkova@mephi.ru

ОЦЕНКА СТЕПЕНИ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ ПО ДАННЫМ ДИФРАКЦИИ ЭЛЕКТРОНОВ И РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ

Основной фазой отечественных циркониевых сплавов является α -фаза, характеризующаяся гексагональной плотноупакованной структурой и определяющая анизотропию их физико-механических свойств. Поведение изделий из сплавов на основе циркония в процессе их эксплуатации существенно зависит от структурного состояния материала или о степени его рекристаллизации. Электронно-микроскопические методы исследования характеризуются локальностью проводимых исследований и связаны с утонением исследованной фольги до минимально возможных толщин, что приводит к перераспределению дефектов и структурного состояния зерен. Большинство работ, направленных на оценку степени рекристаллизации, в настоящее время базируются на методе дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-метод), позволяющем получить информацию от большего числа зерен. Использование рентгеновских методов исследования позволяет увеличить изучаемый объем и повысить статистическую значимость получаемых результатов. К тому же, рентгеновское излучение позволяет получать информацию для более толстых слоев металла по сравнению с электронной дифракцией.

В рамках данного исследования были рассмотрены изменения структуры деформированных труб из сплавов Э110, Э110М и Э635 в температурном интервале от 480 до 640 °С. С помощью методов электронной микроскопии и рентгеновского анализа проведено всестороннее систематическое изучение процесса рекристаллизации. На основании экспериментальных данных построены корреляционные зависимости между степенью рекристаллизации, оцениваемой электронно-микроскопическим и рентгеновским методом. В качестве основного параметра оценки степени рекристаллизации выбрано соотношение компонент текстуры рекристаллизации и текстуры прокатки.

K.E. KLYUKOVA^a, M.G. ISAENKOVA^{a,*}, O.A. KRYMSKAYA^a,
V.A. FESENKO^a, P.S. DZHUMAEV^a, V.V. NOVIKOV^{a,b}, A.Y.
GUSEV^b, P.L. DOBROKHOTOV^b

^a*National Research Nuclear University MPhI, Moscow, Russia*

^b*Joint-stock company "High-tech research institute of inorganic materials"
named after A.A. Bochvar, Moscow, Russia*

*e-mail: mgisaenkova@mail.ru

EVALUATION OF THE RECRYSTALLIZATION DEGREE OF PRODUCTS FROM ZIRCONIUM ALLOYS BASED ON ELECTRON AND X-RAY DIFFRACTION DATA

The main phase of domestic zirconium alloys is the α -phase, which is characterized by a hexagonal close-packed structure and determines the anisotropy of their physical and mechanical properties. The behavior of products made of zirconium-based alloys in the course of their operation essentially depends on the structural state of the material or on the degree of its recrystallization. Electron microscopic research methods are characterized by the locality of the research being carried out and are associated with the thinning of the investigated foil to the minimum possible thickness, which leads to a redistribution of defects and the structural state of the grains. Most of the works aimed at assessing the degree of recrystallization are currently based on the electron backscatter diffraction (EBSD) method, which makes it possible to obtain information from a larger number of grains. The use of x-ray research methods allows you to increase the volume of study and increase the statistical significance of the results. In addition, X-ray radiation makes it possible to obtain information for thicker metal layers compared to electron diffraction.

Within the framework of this study, changes in the structure of deformed pipes made of alloys E110, E110M and E635 in the temperature range from 480 to 640 °C were considered. Using the methods of electron microscopy and X-ray analysis, a comprehensive systematic study of the recrystallization process was carried out. On the basis of experimental data, correlation dependences were constructed between the degree of recrystallization, estimated by electron microscopy and X-ray methods. The ratio of the components of the recrystallization texture and the rolling texture was chosen as the main parameter for assessing the degree of recrystallization.

М.И. ПЕТРОВ, М.Г. ИСАЕНКОВА, В.А. ФЕСЕНКО, Н.А.
МИХАЛЁВ, И.В. КОЗЛОВ, А.В. БОГОМОЛОВА
Национальный Исследовательский Ядерный Университет «МИФИ»
e-mail: mipetrov.99@yandex.ru

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВЫДЕЛЕНИЯ ГИДРИДНОЙ ФАЗЫ В НАВОДОРОЖЕННЫХ ТРУБАХ ИЗ СПЛАВОВ Э110ОПТ И Э635

Перспектива сухого хранения отработанных топливных сборок предполагает существенно превышающую срок эксплуатации продолжительность стабильной устойчивости циркониевых сплавов к вредному воздействию водорода. Для оценки способности сплавов выдерживать это воздействие необходимо обладать информацией о механизмах и закономерностях образования и роста гидридов при насыщении изделий водородом [1-2].

В работе исследовано поведение гидридной фазы в наводороженных трубах из отечественных циркониевых сплавов Э635 и Э110опт, а также её влияние на структуру и кристаллографическую текстуру α -фазы Zr.

При помощи анализа оптических металлографических снимков с использованием разработанного программного обеспечения выявлено, что увеличение содержания водорода в сплавах способствует повышению доли радиально ориентированных гидридов, что связано с появлением сжимающих напряжений в радиальном направлении при образовании тангенциально ориентированных первичных гидридов. Это также подтверждается структурными исследованиями, демонстрирующими снижение параметра c α -Zr при повышении содержания водорода.

Текстурный анализ α -Zr показал переориентацию базисных нормалей из T - и L - направлений в R -направление в сплаве Э110опт, тогда как в сплаве Э635 такого эффекта не наблюдалось, что может быть вызвано активацией двойникования в зёрнах α -фазы сплава Э110опт.

Текстурный анализ гидридной фазы при помощи синхротронного излучения также показал отличия в поведении сплавов. В частности, наличие в сплаве Э110 опт гидридов с частично аксиальной текстурной компонентой $\{112\}$ обусловлено активацией в δ -фазе двойникования по плоскостям $\{10\bar{1}2\}$ и $\{10\bar{1}1\}$, которое осуществляется при повышении сжимающих напряжений вдоль радиального направления. В переориентированных зёрнах образуются гидриды в соответствии с известным ориентационным соотношением $(0001)_{\alpha Zr} \parallel \{111\}_{\delta-ZrH_{1,66}}$. В то время, как в работе [3] рассматривается вероятность реализации дополнительного ориентационного соотношения $(0001)_{\alpha Zr} \parallel \{001\}_{\delta}$.

M. PETROV, M. ISAENKOVA, V. FESENKO, N. MIKHALYOV,
I. KOZLOV, A. BOGOMOLOVA
National Research Nuclear University "MEPhI"
*e-mail: mipetrov.99@yandex.ru

REGULARITIES OF HYDRIDE PHASE PRECIPITATION IN HYDROGENATED TUBES MADE OF E110OPT AND E635 ALLOYS

The prospect of spent fuel assemblies dry storage assumes significantly longer service life duration with stable resistance to the hydrogen harmful effects for zirconium alloys. To assess the ability of alloys to withstand this impact, it is necessary to have information about hydrides formation and growth during hydrogenation mechanisms and patterns [1-2].

The work investigates hydride phase behavior in hydrogenated tubes made of Russian E635 and E110 opt zirconium alloys, as well as its effect on the structure and crystallographic texture of the α -Zr phase.

By optical metallographic images analyzing using developed software, it was revealed that an increase the hydrogen content in alloys contributes to an increase in the fraction of radially oriented hydrides, which is associated to the appearance of compressive stress in the radial direction during the tangentially oriented primary hydrides formation. That is also confirmed by structural studies demonstrating the α -Zr c parameter decrease with an increase in the hydrogen content.

α -Zr texture analysis have shown a reorientation of the basic normals from the T - and L -directions to the R -direction in the E110 alloy, whereas no such effect was observed in the E635 alloy, which may be caused by the activation of twinning in the α -phase grains in E110 alloy.

Hydride phase texture analysis using synchrotron irradiation have also shown difference in the alloys behavior. E.g., hydrides with a partially axial texture component $\langle 112 \rangle$ presence in the alloy E110 is due to twinning activation in the α -phase along the planes $\{10\bar{1}2\}$ and $\{10\bar{1}1\}$, which occurs when compressive stress increase along the radial direction. Hydrides are formed in reoriented grains according to the known orientation relationship $(0001)_{\alpha Zr} || \{111\}_{\delta-ZrH_{1.66}}$. However, in [3] the probability of an additional orientation relationship $(0001)_{\alpha Zr} || \{001\}_{\delta}$ realization is considered.

1. Motta A.T. et al. // J. Nucl. Mater. 2019. Vol. 518. P. 440–460.
2. Тенишев А.В. et al. // Металлы. 2022. Vol. 6. P. 1–7.
3. Kiran Kumar N.A.P. et al. // Mater. Sci. Eng., 2011. Vol. 528. P. 6366–6374.

Д.В. СИДЕЛЁВ*, Е.Б. КАШКАРОВ М.С. СЫРТАНОВ,
В.Н. КУДИЯРОВ

Томской политехнический университет, г. Томск, Россия

*e-mail: sidelevdv@tpu.ru

ЗАЩИТНЫЕ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ ХРОМА ДЛЯ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Сегодня активно ведутся разработки нового вида (толерантного) топлива, необходимого для повышения безопасности работы легководных ядерных реакторов [1,2]. Краткосрочная стратегия разработки такого топлива состоит в нанесении защитных покрытий на Zr оболочки тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов). Изучаются большое число материалов покрытий (Cr, FeCrAl, CrN и др.) и методов их получения для создания толерантного топлива, стойкого при условиях, имитирующих нормальную и аварийную работы ядерного реактора [2-4]. Опубликованные в литературе данные продемонстрировали, что Zr сплавы могут быть эффективно защищены от окисления в течение продолжительного времени при магнетронном нанесении Cr покрытия на их поверхность. Большой потенциал Cr покрытий подтверждается участием крупных институтов, таких как СЕА (Франция), ВНИИНМ (Россия), KIT (Германия) и др., в реакторных испытаниях толерантного топлива. В настоящей работе представлены результаты испытаний пластин, оболочечных труб и изделий со сварными соединениями из циркониевого сплава Э110 с покрытиями на основе хрома, полученными методом магнетронного распыления.

Приведён цикл исследований изделий из циркониевого сплава Э110 с покрытиями на основе хрома при высокотемпературном окислении на воздухе, в потоке водяного пара, в водяном паре под давлением и в среде водорода [5-12]. Было выполнено сравнительное изучение условий осаждения покрытий из хрома на их структурные свойства [5,11], далее проведены испытания пластин из циркониевого сплава Э110 с Cr покрытиями при высокотемпературном окислении в потоке водяного пара при 900, 1050 и 1200 °С. Измерения *in situ* привеса образцов продемонстрировали различную кинетику окисления образцов в зависимости от толщины покрытий и их микроструктуры. При защитном поведении циркониевых образцов с хромовыми покрытиями наблюдалось параболическое окисление. Установлено, что роль микроструктуры Cr покрытий снижается с повышением температуры испытаний, а длительность защитного состояния циркониевого сплава с хромовым покрытием существенно зависит от диффузии и растворения Cr в Zr сплаве, который испытывает $\alpha \rightarrow \beta$ превращение в ходе испытаний. За счёт формирования слоя α -Zr, стабилизированного кислородом, на границе Cr покрытия и циркониевого сплава происходило замедление кинетики диффузии Cr-Zr. Расчёт констант ско-

ростей окисления Cr покрытий, полученных при различных условиях осаждения, позволил установить роль типа осаждения покрытий на их стойкость к окислению. Показано, что образцы Cr покрытий, полученные мульткатодным магнетронным распылением, характеризовались энергией активации окисления 249 кДж/моль, что сравнимо с данными по окислению хромовых покрытий (240 кДж/моль), получаемых коллективом J.C. Brachet в СЕА [4].

Анализ поведения образцов оболочечных труб с хромовыми покрытиями при высокотемпературном окислении в потоке пара в соответствии с требованиями U.S. NRC RG-1.222 RG-1.223 подтвердил высокую коррозионную стойкость хромовых покрытий, получаемых мульткатодным магнетронным распылением. В ходе испытаний установлено, что оболочечные трубы могут иметь защитное поведение при двустороннем окислении в течение не менее 3600 с, сохраняя при этом остаточную пластичность не менее 2% при испытаниях на сжатие. С целью установления максимальной длительности защитного поведения циркониевого сплава Э110 с Cr покрытиями были выполнены дополнительные эксперименты по окислению Zr сплава в виде пластин с объёмным напылением на всю их поверхность. Показано, что защита циркониевого сплава с покрытиями из хрома может быть продлена до 7200 с в потоке водяного пара при 1200 °С.

Полученная технология осаждения хромовых покрытий была апробирована для защиты сварных соединений из циркониевого сплава Э110, полученных методами лазерной лучевой и контактной стыковой сварки [7,9,12]. Было выполнено 3 серии испытаний на окисление:

- в потоке водяного пара при температуре 400 °С и давлении 105 атм;
- в потоке водяного пара при температуре 1200 °С;
- на воздухе при изотермическом окислении (1100 °С);
- в среде водорода (2 атм) при 360, 450 и 900 °С.

При высокотемпературном окислении образцы из Zr сплава без покрытий достаточно быстро окислялись ввиду незащищённого поведения оксида циркония, формирующегося на поверхности образцов, при высоких температурах. Наблюдалось ускоренное окисление образцов, полученных лазерной сваркой, в области сварного шва. Наличие азота в окислительной атмосфере вызывало ускорение окисления, а также приводило к повышению неоднородности окисления по поперечному сечению образцов. Из-за формирования защитной плёнки оксида хрома на поверхности микроструктура швов не претерпевала значительных изменений в области сварного шва и зоны термического воздействия (ЗТВ). Испытания сварных соединений с хромовыми покрытиями в условиях окисления в паре под давлением (105 атм) показали, что формирующийся на поверхности образцов слой оксида хрома значительно подавляет окисление. Образцы сварных соединений, полученных контактной стыковой и лазерной лучевой сваркой, без покрытия имели привес 155,4 и 206,3 мг/дм² после

180 суток окисления, образцы с хромовыми покрытиями – 6,8 и 8,3 мг/дм², соответственно.

Показано, что нанесение покрытия Cr может замедлить скорость поглощения водорода образцами лазерных лучевых швов из сплава Э110, поскольку энергия активации поглощения водорода (70 кДж/моль) выше, чем у образцов без покрытия (61 кДж/моль). Рост гидридов зависит от условий наводороживания и исходной микроструктуры свариваемого сплава в различных зонах. Индентирование и испытания на трехточечный изгиб показывают, что формирование гидридов в свариваемом сплаве может вызывать его упрочнение и потерю пластичности.

Ключевая проблема применения Cr покрытий для защиты Zr сплавов при высокотемпературном окислении состоит в взаимной диффузии Cr и Zr с образованием эвтектического Cr-Zr слоя и растворения Cr в Zr сплаве [8,10]. Таким образом, между Cr покрытием и сплавом должен быть нанесен барьерный слой, а толщина такого слоя должна быть достаточной с учётом развитой морфологии поверхности оболочек и сварных соединений. В данной работе в качестве диффузионных барьеров рассмотрены материалы на основе металлов (Mo и Ta) и нитридов/оксидов металлов (CrN и ZrO₂).

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Госкорпорации «Росатом» в рамках научного проекта 20-21-00037.

1. Goldner F. (USDOE Office of Nuclear Energy). Development strategy for advanced LWR fuels with enhanced accident tolerance), 2012.
2. Tang C., et al. // Corros. Rev., 35 (2017) 141–165.
<https://doi.org/10.1515/correv-2017-0010>.
3. Krejci J., et al. // Nucl. Eng. Tech., 52 (2020) 597–609.
<https://doi.org/10.1016/j.net.2019.08.015>.
4. Brachet J.C., et al. // Corros. Sci., 167 (2020) 108537.
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108537>.
5. Sidelev D.V., et al. // Surf. Coat. Technol., 369 (2019) 69–78.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.057>.
6. Kashkarov E.B., et al. // Surf. Coat. Technol., 389 (2020) 125618.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125618>.
7. Sidelev D., et al. // Coatings, 11 (2021) 577.
<https://doi.org/10.3390/coatings11050577>.
8. Sidelev D., et al. // Coatings, 11 (2021) 227.
<https://doi.org/10.3390/coatings11020227>.
9. Sidelev D., et al. // Corr. Sci., 195 (2022) 110018.
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.110018>.
10. Syrtanov M.S., et al. // Surf. Coat. Technol., 439 (2022) 128459.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128459>.
11. Kashkarov E.B., et al. // Corr. Sci., 203 (2022) 110359.
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110359>.
12. Kashkarov E.B., et al. // J. Nucl. Mater., 570 (2022) 153980.
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2022.153980>.

К.А. ЗИНЬКОВСКИЙ*, Д.В. СИДЕЛЁВ
*Национальный исследовательский
Томский политехнический университет, Томск, Россия*
**e-mail: kaz10@tpu.ru*

ВЛИЯНИЕ ТОЛЩИНЫ ХРОМОВЫХ ПОКРЫТИЙ НА ИХ СТОЙКОСТЬ К ОКИСЛЕНИЮ

Хромовые покрытия рассматриваются в качестве защитного материала циркониевой оболочки тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов). Выбор в пользу хрома обусловлен такими свойствами как высокая температура плавления, высокая коррозионная стойкость в воде и паре (благодаря формированию плотной защитной плёнки оксида хрома (Cr_2O_3) на поверхности), что видно из фазовой диаграммы Cr – O, и коэффициент теплового расширения, аналогичный циркониевым сплавам. Для успешного внедрения в производство процесса нанесения хромовых покрытий на циркониевые оболочки ТВЭЛов необходимы данные, подтверждающие способность данных покрытий противостоять окислению. В частности, необходимо получение зависимости стойкости циркониевого сплава к окислению от толщины хромового покрытия. Таким образом, целью данной работы является получение данных о влиянии толщины хромовых покрытий на стойкость циркониевого сплава к окислению.

В настоящей работе нанесение Cr покрытий осуществлялось с помощью дуального магнетронного диода с горячей мишенью (плотность мощности разряда - 19 Вт/см^2 , плотность тока ионов на подложку - $1,6 \text{ мА/см}^2$, потенциал смещения на подложке – (-100) В). Предварительно, перед нанесением покрытий, вакуумная камера прогревалась и производилась ионная чистка подложек с помощью ионного источника с замкнутым дрейфом электронов. В качестве материала подложек использовался циркониевый сплав Э110. При ионной очистке и последующем осаждении покрытий подложки вращались планетарно со скоростью 1,25 об/мин.

В результате работы были получены хромовые покрытия толщиной 2,1, 4,0 и 10,8 мкм. Рентгеноструктурный анализ показал, что преимущественный рост Cr покрытия наблюдается в направлении Cr (200). Получены данные о влиянии толщины Cr покрытия на стойкость циркониевого сплава Э110 к атмосферному окислению при температуре $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ в течение 20–80 минут. Было установлено, что при высокотемпературном окислении хромовые покрытия с текстурой Cr (200) являются защитными для циркониевого сплава Э110 при следующих условиях:

- покрытие толщиной 10,8 мкм – более 80 мин;
- покрытие толщиной 4,0 мкм – менее 40 мин;
- покрытие толщиной 2,1 мкм – менее 20 мин.

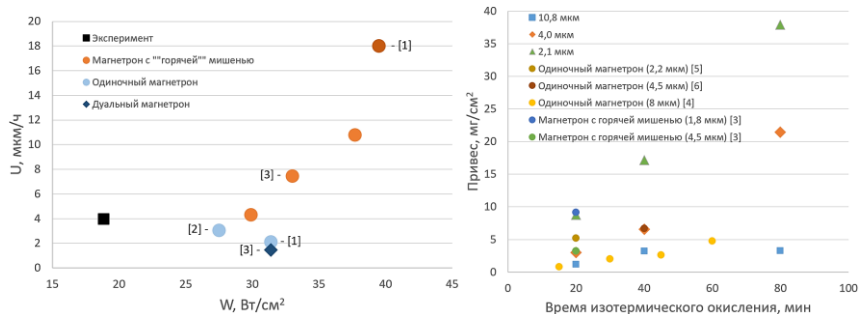


Рисунок 1. (слева) Зависимость скорости осаждения Cr покрытий от плотности мощности распыления; (справа) кинетика окисления на воздухе (1100 °C) Zr сплава с Cr покрытиями различной толщины.

Исследование выполнено в рамках выполнения гранта Президента РФ (проект № МК-3570.2022.4).

1. Kashkarov E. B. et al. // Corrosion Science, 203 (2022) 110359 <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2022.110359>.
2. Sidelev D. V. et al. // Vacuum, 143 (2017) 479-485 <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.03.020>.
3. Kashkarov E. B. et al. // Surface and Coatings Technology, 389 (2020) 125618 <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.125618>.
4. Syrtanov M. S. et al. // Surface and Coatings Technology, 439 (2022) 128459 <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128459>.
5. Sidelev D. V. et al. // Surface and Coatings Technology, 369 (2019) 69-78 <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.057>.
6. Sidelev D. V. et al. // Surface and Coatings Technology, 433 (2022) 128134 <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128134>.

М.Е. МАТВЕНОВ^{1*}, А.В ТЕНИШЕВ, Д.П. ШОРНИКОВ,
С.Н. НИКИТИН, А.А. БАЖЕНОВ

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

*e-mail: matvenov@mail.ru

АНАЛИЗ ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ УРАН-ГАДОЛИНИЕВЫХ ТАБЛЕТОК В ЗАВИСИМОСТИ ОТ РЕЖИМОВ СПЕКАНИЯ

Повышение производительности коммерческих ядерных реакторов за счет увеличения продолжительности топливной кампании является целью, преследуемой с самого начала использования ядерной энергетики. Самым оптимальным видом поглощения избыточной реактивности было принято использование выгорающего поглотителя, гомогенно смешанного с топливом ядерного реактора. Оксид гадолиния является одним из основных видов выгорающего поглотителя, применяемого в атомных реакторах. Порошок Gd_2O_3 путем сухого механического смешивания соединяется с порошком UO_2 . Такой способ изготовления помимо технологических достоинств имеет существенный недостаток, как вредное влияние Gd_2O_3 на традиционное поведение спекания UO_2 . Дилатометрический анализ показывает, что до температуры $1200^\circ C$ уран-гадолиниевое топливо ведет себя так же, как и UO_2 , однако, при повышении температуры (около $1200-1400^\circ C$) усадка гранул $UO_2-Gd_2O_3$ замедляется, скорость спекания уменьшается, а уплотнение смещается к более высоким температурам [1,2].

Известно, что как традиционное топливо из UO_2 , так и топливо с выгорающими поглотителями спекаются в восстановительной атмосфере H_2 . В работе [3] говорится о том, что спекание чистого UO_2 проводится в окислительной атмосфере (смесь CO / CO_2) и усиливается за счет присутствия катионов U^{5+} , что приводит к увеличению диффузионной способности катионов.

Однако в литературе [4,5] сообщается, что ухудшение спекания $UO_2-Gd_2O_3$ топлива значительно хуже при спекании в окислительной атмосфере. Так же, в данных работах рассматривается вопрос об образовании закрытых пор при спекании уран-гадолиниевого топлива. Исследователи предположили, что из-за разницы в скоростях уплотнения между частицами UO_2 и Gd_2O_3 образуются довольно большие закрытые поры. Таким образом, поры после окончания цикла спекания остаются закрытыми и как результат снижают конечную плотность топливного компакта. В работе [5] было отмечено, что с увеличением кислородного потенциала в атмосфере спекания плотность спеченного уран-гадолиниевого топлива снижается, и в областях с высоким содержанием Gd образуются новые поры.

При спекании прессовок 3,35 % Gd_2O_3 с выдержкой 8 ч отсутствуют микротрещины. Размер зерна составляет 2-5 мкм, а на сколах присутствуют области с размером кристаллитов менее 1 мкм и высокой пористостью. В таблетке с содержанием 3,35 % Gd_2O_3 не наблюдается микротрещин.

Установлена связь между средним размером зерна и временем выдержки. Полученная зависимость говорит о том, что размер зерна зависит линейно от времени изотермической выдержки.

Наибольшая плотности достигли таблетки с 3,35 % Gd_2O_3 , спеченные со скоростью нагрева 4 К/мин – 10,00 г/см³. Наименьшей плотностью обладают таблетки с 10 % Gd_2O_3 , и которые спекались со скоростью 8 К/мин – 9,08 г/см³.

1. Durazzo, M.; Oliveira, F. B. V.; Urano De Carvalho, E. F.; Riella, H. G. Phase studies in the UO_2 - Gd_2O_3 system. *J. Nucl. Mater.*, v. 400, p. 183-188, 2010.
2. Manzel, R.; Dörr, W. Manufacturing and irradiation experience with UO_2/Gd_2O_3 fuel. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, v. 59, n. 6, p. 601-603, 1980.
3. Peehs, M.; Assmann, H.; Manzel, R.; Mathieu, V. Progress in oxidative sintering of UO_2 fuel pellets (NIKUSI Process). In: improvements in water reactor fuel technology and utilization. PROCEEDINGS OF INTERNATIONAL SYMPOSIUM, 15-19 September, 1986, Stockholm. Anais... Vienna: IAEA, 1987. 621 p. p. 481-491. (IAEA-SM-288/23)
4. Yuda, R.; Une, K. Effect of sintering atmosphere on the densification of UO_2 - Gd_2O_3 compacts. *J. Nucl. Mater.*, v.178, 195-203, 1991.
5. Song G, K. W.; Kim, K. S.; Yang, J. H.; Kang, K. W.; Jung, Y. H. A mechanism for the sintered density decrease of UO_2 - Gd_2O_3 pellets under an oxidizing atmosphere. *J. Nucl. Mater.*, v. 288, p. 92-99, 2001.
6. Palanki B. Fabrication of UO_2 - Gd_2O_3 Fuel Pellets // *Journal of Materials Science and Chemical Engineering*. – 2016. – Vol.4. – P. 8-21
7. Durazzo M., Riella H. G. Effect of mixed powder homogeneity on the UO_2 - Gd_2O_3 nuclear fuel sintering behavior // *Key Eng. Mat.* – 2001. – Vol.89-191. – P. 60.

M.E MATVENOV^{1*}, A.V. TENISHEV, D.P. SHORNIKOV,
S.N. NIKITIN, A.A. BAGENOV

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

*e-mail: matvenov@mail.ru

ANALYSIS OF THE EVOLUTION OF THE MICROSTRUCTURE OF URANIUM-GADOLINIUM PELLETS DEPENDING ON THE SINTERING MODES

Increasing the productivity of nuclear reactors by increasing the duration of the fuel campaign is a goal pursued since the very beginning of the use of nuclear energy. A burnable absorber, homogeneously mixed with the fuel of the reactor, is considered to be the most optimal way to absorb an excess reactivity. Gadolinium oxide is one of the main burnable absorbers utilized in atomic reactors. The Gd₂O₃ powder is mixed the powder of UO₂ by a dry mechanical mixing. Such a manufacturing method has a significant disadvantage, as the detrimental effect of Gd₂O₃ on the conventional sintering behavior of UO₂. Dilatometric analysis shows that uranium-gadolinium fuel behaves in the same way as UO₂ up to a temperature of 1200°C, however, at a higher temperature (about 1200-1400°C), the shrinkage of UO₂- Gd₂O₃ granules slows down, the sintering rate decreases, and densification shifts to higher temperatures [1,2].

It is known that both the traditional UO₂ fuel and the fuel with burnable absorbers are sintered in a reducing atmosphere of H₂. In [3], it is reported that the sintering of pure UO₂ is carried out in an oxidizing atmosphere (CO/CO₂ mixture) and is enhanced by the presence of U⁵⁺ cations, which leads to an increase in the diffusion capacity of cations.

However, it is reported in the literature [4, 5] that deterioration in the sintering of UO₂- Gd₂O₃ fuel is much worse during sintering in an oxidizing atmosphere. The issue of the formation of closed pores during the sintering of uranium-gadolinium fuel is also considered in these works. The authors suggested that the difference in compaction rates between the UO₂ and Gd₂O₃ particles leads to the formation of rather large closed pores. Thus, the pores remain closed after the end of the sintering cycle and, as a result, the final density of the fuel compact is reduced. It was noted in [5] that with an increase in the oxygen potential in the sintering atmosphere, the density of sintered uranium-gadolinium fuel decreases, and new pores form in regions with a high Gd content.

During sintering of compacts with 3.35% Gd₂O₃ with holding for 8 hours, microcracks were not observed. The grain size is found to be 2-5 μm, while areas with a crystallite size of less than 1 μm and high porosity are found on the chips. No microcracks are observed in a tablet containing 3.35% Gd₂O₃.

Moreover, a relationship between the average grain size and holding time has been established. The result suggests that the grain size depends linearly on the isothermal holding time.

The highest density was achieved for pellets with 3.35% Gd_2O_3 , sintered at a heating rate of 4 K/min - 10.00 g/cm³. Tablets with 10% Gd_2O_3 have the lowest density, and they were sintered at a rate of 8 K/min - 9.08 g/cm³.

1. Durazzo, M.; Oliveira, F. B. V.; Urano De Carvalho, E. F.; Riella, H. G. Phase studies in the UO_2 - Gd_2O_3 system. J. Nucl. Mater., v. 400, p. 183-188, 2010.
2. Manzel, R.; Dörr, W. Manufacturing and irradiation experience with UO_2 / Gd_2O_3 fuel. Am. Ceram. Soc. Bull., v. 59, n. 6, p. 601-603, 1980.
3. Peehs, M.; Assmann, H.; Manzel, R.; Mathieu, V. Progress in oxidative sintering of UO_2 fuel pellets (NIKUSI Process). In: improvements in water reactor fuel technology and utilization. PROCEEDINGS OF INTERNATIONAL SYMPOSIUM, 15-19 September, 1986, Stockholm. Anais... Vienna: IAEA, 1987. 621 p. p. 481-491. (IAEA-SM-288/23)
4. Yuda, R.; Une, K. Effect of sintering atmosphere on the densification of UO_2 - Gd_2O_3 compacts. J. Nucl. Mater., v.178, 195-203, 1991.
5. Song G, K. W.; Kim, K. S.; Yang, J. H.; Kang, K. W.; Jung, Y. H. A mechanism for the sintered density decrease of UO_2 - Gd_2O_3 pellets under an oxidizing atmosphere. J. Nucl. Mater., v. 288, p. 92-99, 2001.
6. Palanki B. Fabrication of UO_2 - Gd_2O_3 Fuel Pellets // Journal of Materials Science and Chemical Engineering. – 2016. – Vol.4. – P. 8-21
7. Durazzo M., Riella H. G. Effect of mixed powder homogeneity on the UO_2 - Gd_2O_3 nuclear fuel sintering behavior // Key Eng. Mat. –2001. –Vol.89-191. – P. 60.

А.Е. РУБАНОВ^{а*}, М.Г. ИСАЕНКОВА^а, А.В. ЮДИН^б,
Э.К. АЛЕКСАНДРОВСКИЙ^а

^а*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ,
Москва, Россия*

^б*ГНЦ РФ АО «НПО «ЦНИИТМАШ», Москва, Россия*

*e-mail: toly.rubanov@yandex.ru

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ, КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ И АНИЗОТРОПИИ СВОЙСТВ В ИЗДЕЛИЯХ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ ПОРОШКОВ ИЗ СПЛАВОВ С ГЦК, ОЦК И ГПУ СТРУКТУРАМИ

Метод селективного лазерного сплавления порошка позволяет получать детали сложной формы [1], которые нельзя изготовить с помощью традиционных технологий производства. Формирование детали происходит путем последовательного нанесения слоёв металлического порошка и его сплавления под воздействием лазерного излучения. Лазерный луч движется по сечению формируемой детали в соответствии с выбранной стратегией сканирования (однопроходной, шахматной и т.д.) В тоже время материал, получаемый таким способом, обладает сложной структурой из множества перекрывающихся треков от отдельных проходов лазерного луча. Поэтому его структура сильно отличается от материалов, полученных традиционными способами [2].

Исследовано влияние формы детали и параметров процесса печати на кристаллографическую текстуру, фазовый состав, формирование макро-напряжений и анизотропию механических свойств в образцах из аустенитной стали 316L, титанового сплава BT1-00, никелевого жаропрочного сплава Inconel 718 различной формы.

Установлено, что на формирование кристаллографической текстуры оказывает влияние форма печатаемой детали, стратегия сканирования, координата по оси Z вдоль направления роста [3]. При кристаллизации из ванны расплава от прохода лазерного луча направления $\langle 100 \rangle$ ориентируются вдоль нормали к фронту кристаллизации, а итоговая текстура зависит от характера перекрытия треков. В результате изменения температуры материала в широком интервале в процессе печати в материале формируются упругие остаточные макронапряжения, распределение которых зависит от применяемой стратегии сканирования. В никелевом сплаве при термообработке (закалка и старение) происходит выделение упрочняющих фаз, которые дополнительно повышают уровень механических свойств, но не сказываются на закономерностях формирования кристаллографической текстуры.

Обнаружена анизотропия механических свойств, вызванная наличием острой кристаллографической текстуры [4]. При этом, из-за влияния формы детали и режима печати на кристаллографическую текстуру (и, следовательно, анизотропию свойств) нельзя напрямую использовать данные о анизотропии механических свойств сплошного материала для деталей сложной формы. Для оценки механических свойств деталей сложной формы (ячеистых конструкций) предложен способ расчета механических свойств путём численного моделирования при использовании данных о кристаллографической текстуре. Проведена верификация модели по результатам испытаний ячеистых конструкций на сжатие, установлено, что спрогнозированное поведение ячеистой конструкции при деформации хорошо согласуется с экспериментальными результатами [5].

Использованная литература:

1. Maconachie T., Leary M., Lozanovski B., Zhang X., Qian M., Faruque O., Brandt M. SLM lattice structures: Properties, performance, applications and challenges. *Mat. Des.*, 183 (2019), pp. 108-13
2. Kunze K., Etter T., Grasslin J. et al. *Mater. Sci & Eng. A*, 2015, 620, 213–222
3. Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., Yudin A.V., Rubanov A.E. Formation of crystallographic texture in samples with different geometry from VT1-0 alloy, obtained by selective laser melting powder method / *Tsvetnye Metally*, 2018, (16), pp. 69–74
4. Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., Rubanov A.E., Yudin A.V. Anisotropy of the mechanical properties of austenitic steel products obtained by selective laser melting / *CIS Iron and Steel Review*, 2019, 18, pp. 64–68
5. Isaenkova M.G., Yudin A.V., Rubanov A.E., Osintsev A.V., Degadnikova L.A. Deformation behavior modelling of lattice structures manufactured by a selective laser melting of 316L steel powder / *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, 9(6), pp. 15177–15184

A.E. RUBANOV^{a,*}, M.G. ISAENKOVA^a, A.V. YUDIN^b,
E.K. ALEKSANDROVSKIY^a

^a*National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia*

^b*JSC "NPO "TSNIITMASH", Moscow, Russia*

*e-mail: toly.rubanov@yandex.ru

REGULARITIES OF FORMATION OF STRUCTURE, CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE AND ANISOTROPY OF PROPERTIES IN PRODUCTS OBTAINED BY SELECTIVE LASER ALLOYING OF POWDERS OF ALLOYS WITH FCC, BCC AND HCP STRUCTURES

The method of selective laser melting allows obtaining parts of complex shape [1], which cannot be produced by traditional production methods. The part is formed by successive layers of metallic powder and its fusion under the influence of laser radiation. The laser beam moves along the cross section of the part to be formed according to the chosen scanning strategy (single-pass,

checkerboard, etc.) At the same time, the material obtained by this method has a complex structure of multiple overlapping tracks from individual passes of the laser beam. Therefore, its structure is very different from the materials obtained in the traditional way [2].

Influence of a part form and printing process parameters on crystallographic texture, phase composition, formation of macrostresses and anisotropy of mechanical properties in samples from austenitic steel 316L, titanium alloy BT1-00, nickel heat-resistant alloy VZh159 of various forms was studied.

We observed that formation of crystallographic texture is influenced by shape of printed part, scanning strategy, Z-axis coordinate along building direction [3]. During crystallization from the melt bath from the passage of the laser beam, directions $\langle 100 \rangle$ are oriented along the normal to the crystallization front, and the resulting texture depends on the pattern of overlapping tracks. As a result of changes in material temperature in a wide range in the printing process, elastic residual macrostresses are formed in the material, whose distribution depends on the applied scanning strategy. In nickel alloy during heat treatment (hardening and aging), hardening phases are released, which increase the mechanical properties but do not change the crystallographic texture.

Anisotropy of mechanical properties caused by the presence of a sharp crystallographic texture was found [4]. However, due to the influence of the part shape and printing mode on the crystallographic texture (and hence the anisotropy of the properties), the data on the anisotropy of the mechanical properties of solid material cannot be used directly for parts with complex shapes. In order to evaluate the mechanical properties of complex-shaped parts (lattice structures), a method for calculating mechanical properties by numerical simulation using data on the crystallographic texture is proposed. Verification of the model by the data of compression tests of lattice structures was carried out, it was established that the predicted behavior of the lattice structure during deformation agrees well with the experimental results [5].

Sources:

1. Maconachie T., Leary M., Lozanovski B., Zhang X., Qian M., Faruque O., Brandt M. SLM lattice structures: Properties, performance, applications and challenges. *Mater. Des.*, 183 (2019), pp. 108-13
2. Kunze K., Etter T., Grasslin J. et al. *Mater.Sci & Eng. A*, 2015, 620, 213–222
3. Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., Yudin A.V., Rubanov A.E. Formation of crystallographic texture in samples with different geometry from VT1-0 alloy, obtained by selective laser melting powder method / *Tsvetnye Metally*, 2018, (16), pp. 69–74
4. Isaenkova M.G., Perlovich Yu.A., Rubanov A.E., Yudin A.V. Anisotropy of the mechanical properties of austenitic steel products obtained by selective laser melting / *CIS Iron and Steel Review*, 2019, 18, pp. 64–68
5. Isaenkova M.G., Yudin A.V., Rubanov A.E., Osintsev A.V., Degadnikova L.A. Deformation behavior modelling of lattice structures manufactured by a selective laser melting of 316L steel powder / *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, 9(6), pp. 15177–15184

РУКОСУЕВ В.Е.^{1*}, БЫКАНОВ А.С.¹, ИВАНОВ Г.А.¹,
ШОРНИКОВ Д.П.¹, ТЕНИШЕВ А.В.¹, МИХЕЕВ Е.Н.²,
НОВИКОВ В.В.², СИВОВ Р.Б.²

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

² *АО «ВНИИНМ», Москва, Россия*

*e-mail: verukosuev@mail.ru

КОРРОЗИОННАЯ СТОЙКОСТЬ ДИСИЛИЦИДА ТРИУРАНА В ВОДЯНОМ ПАРЕ

В настоящее время в рамках программы получения топлива, устойчивого в аварийных ситуациях, дисилицид триурана рассматривается как перспективное топливо. Однако его коррозионная стойкость в водной среде может представлять собой проблему.

В данной работе рассмотрели способ получения образцов из дисилицида триурана методами порошковой металлургии. Исходные слитки дисилицида триурана получали методом дуговой плавки. Коррозионную стойкость полученных образцов исследовали в среде водяного пара. Характеристики структуры и фазового состава образцов изучали с помощью растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа. Показали, что при температуре 350°С образцы сохраняют свою форму и плотность, в ряде случаев наблюдается незначительное осыпание краев. Выявили, что при повышении температуры выше 400°С образцы быстро фрагментируются до состояния порошка не более чем за 1 час. Из результатов МРСА видно снижение концентрации кремния в образцах, при этом снижение возрастает (до 2 %) с повышением температуры испытаний, что может свидетельствовать о переходе кремния в водную среду.

RUKOSUEV V.E.^{1*}, BYKANOV A.S.¹, IVANOV G.A.¹,
SHORNIKOV D.P.¹, TENISHEV A.V.¹, MIKHEEV E.N.²,
NOVIKOV V.V.², SIVOV R.B.²

¹ *National research nuclear university «MEPhI», Moscow, Russia*

² *VNIINM, Moscow, Russia*

*e-mail: verukosuev@mail.ru

CORROSION RESISTANCE OF TRIURANIUM DISILICIDE IN VAPOR

Triuranium disilicide is currently being considered as perspective fuel now within the program of receiving the accident tolerant fuel. However, its corrosion resistance in the water environment can be a problem.

In this paper, a method for obtaining samples from triuranium disilicide by powder metallurgy methods was considered. Initial ingots of uranium silicide turned out by method of arc melting. The corrosion resistance of the obtained samples was studied in a vapor environment. Characteristics of structure and phase structure of samples were studied using scanning electronic microscopy and X-ray microanalysis. It was shown that at a temperature 350°C samples keep the form and density, in some cases there is a slight shedding of the edges. It was found that when the temperature rises above 400°C, the samples quickly fragment to a powder state in no more than 1 hour. The results of X-ray microanalysis show a decrease in the concentration of silicon in the samples, while the decrease increases (up to 2%) with an increase in the test temperature, which may indicate the transition of silicon into the water environment.

А.С. ЧЕРНЯВСКИЙ^{1,*}, И.А. КОВАЛЕВ¹, Г.П. КОЧАНОВ¹,
В.Ю. ЗУФМАН¹, К.Ю. ДЁМИН¹, Б.А. ТАРАСОВ²,
Д.П. ШОРНИКОВ², А.И. СИТНИКОВ¹, К.А. СОЛНЦЕВ¹

¹*Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова
РАН, Москва, Россия*

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

*e-mail: andreych_01@mail.ru

СИНТЕЗ НИТРИДНОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ Zr-U И Zr-Nb

Нитриды переходных металлов подгруппы титана в отличие от оксидов и карбидов имеют меньшую способность к спеканию. Проводимые исследования показывают, что керамику с плотностью выше 90% получить достаточно сложно. При этом традиционные способы компактирования нитридов имеют ряд ограничений [1-3]. Чрезвычайно важным условием проведения процесса спекания является подбор реакционной атмосферы [4]. Спекание в атмосфере азота подавляет разложение нитрида урана, диссоциация которого происходит во всех атмосферах кроме азотной [5-7]. В данной работе предложен новый подход, позволяющий в процессе полной нитридации синтезировать керамику в виде образцов любой наперед заданной формы [8]. Ранее была получена однокомпонентная нитридная объемная керамика, устойчивая к ионизирующим излучениям [9-10]. Контролируемый одностадийный процесс получения керамических изделий нитридацией твердых растворов Zr-U и Zr-Nb является совершенно новым технологическим процессом формирования объемной керамики без привлечения традиционных порошковых технологий.

В работе исследован процесс нитридации конструкционных сплавов Zr-Nb (0,1; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 масс. % Nb) и Zr-U (2 и 5 масс. % U). Процесс формирования нитридной керамики при температуре синтеза ниже и выше температуры плавления сплава в соответствии с фазовыми диаграммами систем Zr-Nb и Zr-U. Нитридацию проводили резистивным нагревом в атмосфере азота особой чистоты марки «6,0» (ГОСТ 10157-79) в течение 180 мин. Температуру реакции контролировали оптическим пирометром Luma Sense IMPAC ISR 50-LO.

На рисунке 1 приведены рентгеновские дифрактограммы исходных сплавов и нитридной керамики на основе состава Zr- Nb (2,5% и 7,5%).

Процесс нитридации твердых растворов Nb в Zr с разным содержанием Nb характеризуется последовательностью структурных изменений, отражающих этапы образования фаз разного состава от металлокерамиче-

ских композитов до нитрида состава $Zr_{1-x}Nb_xN$. В ходе высокотемпературного насыщения твердых растворов Nb в Zr азотом образуются композиты типа $Zr_{1-x}Nb_xN - (ZrN_{1-x}/\beta\text{-тв. р-р Zr в Nb}) - Zr_{1-x}Nb_xN$ или керамика на основе стехиометрических нитридов циркония и ниобия.

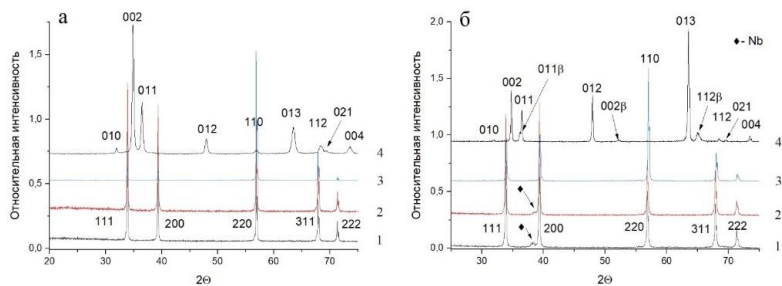


Рисунок 1 – Рентгеновские дифрактограммы керамики (а) Zr - 2,5%Nb, (б) Zr - 7,5%Nb: нитриды синтезированы при 1700 °С (1), 1900 °С (2), 2400 °С (3); исходный сплав (4)

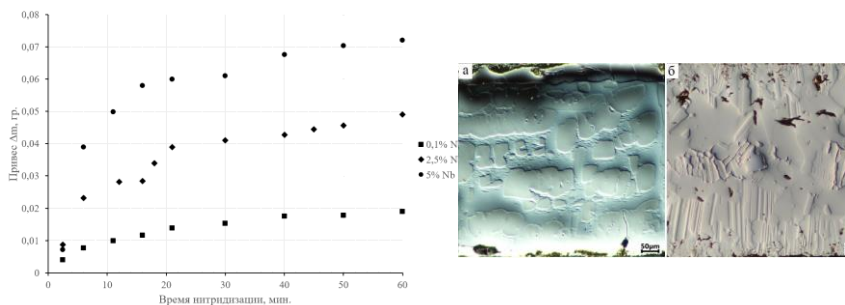


Рисунок 2 – Зависимость массы поглощенного азота от времени нитридации твердого раствора Nb в Zr при температуре 1900°С

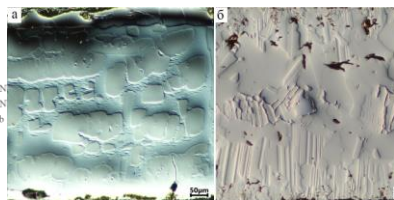


Рисунок 3 – Морфология поверхности шлифа нитридованного при 1900 °С образца твердого раствора Zr – 2.5% Nb: (а) частичная нитридация; (б) полная нитридация.

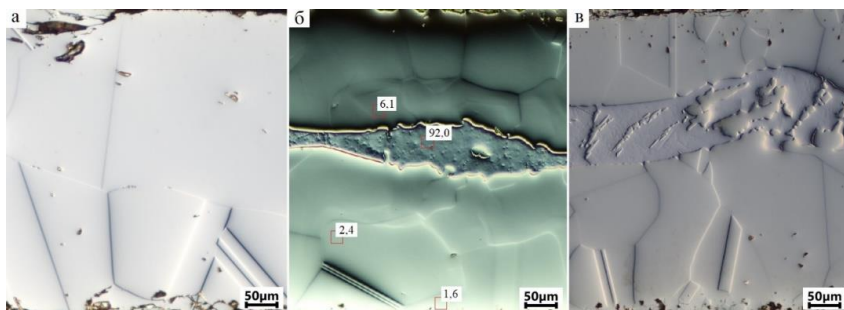


Рисунок 4 – Морфология поверхности шлифа нитрида твердого раствора: Zr – 0.1 масс. % Nb (а), Zr – 5 масс. % Nb (б), Zr – 10 масс. % Nb (в) после нитридации при 2400°С в течение 180 мин: (б) – цифры характеризуют содержание Nb (% ат.)

В нитридах твердых растворов 7,5 масс. % и 10 масс. % Nb при 1700°С и 1900°С, содержание ниобия, сегрегированного между кристаллитами основной фазы, увеличивается. Ниобий однородно распределен в объеме материала. В некоторых областях в центре образца содержание Nb 92 ат. % (рис. 4б).

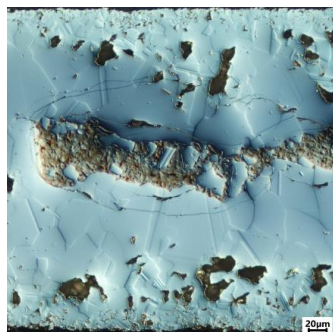


Рисунок 5 – Морфология поверхности шлифа нитризованного при 2100 °С образца твердого раствора Zr – 5% U

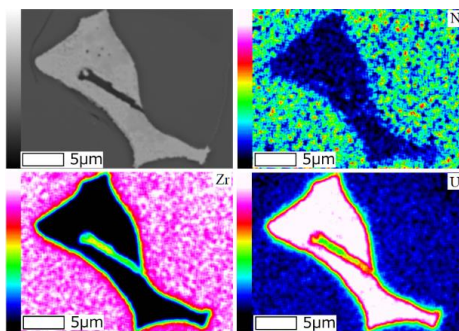


Рисунок 6 – Элементное картирование включений с высоким содержанием урана в центральных областях керамики

В связи с высоким сродством циркония к азоту, процесс нитридации твердых растворов U в Zr с разным содержанием U характеризуется образованием фазы нитрида циркония с сегрегированием фазы урана вглубь образца. Концентрирование U в отдельных включениях в центре образца достигает до 95,5 масс. % (рис.6). При этом внешние области керамики представляют собой преимущественно фазу ZrN.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-13-00392) (Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук).

- [1] O. V. Pshenichnaya, M. A. Kuzenkova, and P. S. Kislyi, "Effect of powder particle size on the sintering of zirconium nitride," *Powder Metall. Met. Ceram.*, vol. 18, pp. 882–887, 1979.
- [2] Y. R. Petrykina and K. L. Shvedova, "Hot pressing of transition metal nitrides and their properties," *Poroshkovaya Metall.*, vol. 11, no. 4, pp. 276–279, 1972.
- [3] M. S. Yurlova, V. D. Demenyuk, L. Y. Lebedeva, D. V. Dudina, E. G. Grigoryev, and E. A. Olevsky, "Electric pulse consolidation: An alternative to spark plasma sintering," *J. Mater. Sci.*, vol. 49, no. 3, pp. 952–985, 2014.
- [4] Y. Arai and K. Nakajima, "Preparation and characterization of PuN pellets containing ZrN and TiN," *J. Nucl. Mater.*, vol. 281, no. 2–3, pp. 244–247, 2000.
- [5] С. С. Башлыков, В. Д. Деменюк, Е. Г. Григорьев, Е. А. Олевский, and М. С. Юрлова, "Электроимпульсный метод компактирования порошка монокристалла урана," pp. 77–83, 2013.
- [6] S. S. Bashlykov, V. D. Demenyuk, E. G. Grigor'ev, E. A. Olevskii, and M. S. Yurlova, "Electropulse consolidation of UN powder," *Inorg. Mater. Appl. Res.*, vol. 5, no. 3, pp. 278–283, 2014.
- [7] M. Yurlova, B. Tarasov, D. Shornikov, E. Grigoryev, and E. Olevsky, "Properties of un sintered by high voltage electric discharge consolidation," *Phys. Procedia*, vol. 72, pp. 378–381, 2015.
- [8] К. А. Солнцев, С. В. Шевцов, А. П. Стецовский, and К. А. Шашкеев, "Конструирования тонкостенной керамики при высокотемпературном окислении массивных," 2010.
- [9] К. Б. Кузнецов et al., "Устойчивость Структуры Компактной Керамики Нитрида Циркония К Облучению Высокоэнергетическими Ионами Ксенона," *Неорганические Материалы*, vol. 52, no. 12, pp. 1311–1315, 2016.
- [10] А. И. Огарков, С. В. Шевцов, К. Б. Кузнецов, И. А. Ковалев, А. С. Чернявский, and К. А. Солнцев, "Эффект Облучения Нитридов Титана, Циркония И Гафния Высокоэнергетическими Ионами," *Неорганические Материалы*, vol. 52, no. 6, pp. 612–616, 2016.

А.А. ПОТЕХИН¹ (руководитель Е.А. КУЛЕШОВА^{1,2}),
¹НИЦ «Курчатовский институт», Москва, Россия
²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия
*e-mail: alexbiver@mail.ru

ТЕНДЕНЦИИ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ, ВЛИЯЮЩИЕ НА РАДИАЦИОННОЕ ОХРУПЧИВАНИЕ СТАЛЕЙ КОРПУСА РЕАКТОРА ВВЭР-1000 ПРИ ПРОДЛЁННОМ СРОКЕ СЛУЖБЫ

Рассмотрены изменения структурно-фазового состояния сталей корпусов реакторов (КР) ВВЭР-1000 при продлённом сроке службы в течение 60-ти лет и более. В основе подхода к продлению срока службы используемых сталей КР лежит изучение тенденций изменений объёмной плотности и средних размеров радиационно-индуцированных элементов структуры, радиационных дефектов и механизмов радиационного охрупчивания. Проведён комплексный анализ имеющихся литературных и экспериментальных данных об изменениях структурно-фазового состояния материалов КР при облучении. Приведены расширенные дозовые зависимости изменения параметров структуры материалов КР. Также показано, что темп роста зерно-границной сегрегации фосфора уменьшается при приближении к равновесной концентрации. Определён характер изменения прочностных характеристик и критической температуры хрупкости материалов КР вследствие облучения. На основании анализа тенденций изменения структурно-фазового состояния материалов КР ВВЭР-1000 на сроках эксплуатации в течение 60-ти и более лет можно сделать **следующие выводы:**

- На сроках эксплуатации в течение 60-ти и более лет темп роста зерно-границной сегрегации фосфора значительно замедляется, приближаясь к уровню равновесной сегрегации. Это приводит к уменьшению вклада неупрочняющего механизма в радиационное охрупчивание;
- Темп роста среднего размера и объёмной плотности радиационно-индуцированных преципитатов замедляется, тогда как объёмная плотность дислокационных петель продолжает расти. Это может привести к тому, что предел текучести продолжит расти, хотя темп его увеличения снизится;
- Таким образом, следует ожидать, что вклад упрочняющего механизма в радиационное охрупчивание на сроках эксплуатации более 60-ти лет будет преобладать;
- Следует ожидать, что темп роста сдвига критической температуры хрупкости (ΔT_k) на долгих сроках эксплуатации также замедляется;
- Расчётно-экспериментальным методом показано, что для КР ВВЭР-1000 возможно продление их срока эксплуатации свыше 60 лет как за счет доаттестации, так и, в ряде случаев, за счет восстановительного отжига;
- Решение о продлении срока службы каждого конкретного КР должно приниматься индивидуально.

A.A. POTEKHIN¹ (scientific leader E.A. KULESHOVA^{1,2})

¹National research center "Kurchatov institute", Moscow, Russia

²National research nuclear university "MEPhI", Moscow, Russia

*e-mail: alexbiver@mail.ru

TENDENCIES OF CHANGES IN STRUCTURAL-PHASE STATE AFFECTING RADIATION EMBRITTLEMENT OF VVER-1000 REACTOR PRESSURE VESSEL STEELS AT EXTENDED LIFETIME

Changes in structural-phase state of VVER-1000 reactor pressure vessel (RPV) steels at extended lifetime of 60 and more years are reviewed. Approach to the extending the RPV steels service time is based on the investigating the tendencies of changes in volume density and average sizes of radiation-induced structural elements, radiation defects and radiation embrittlement mechanisms. Complex analysis of existing literature and experimental data for changes in structural-phase state of RPV materials under irradiation was performed. Extended dose dependencies of changes in structural parameters of RPV materials are given. It is also shown that growth rate of grain boundary phosphorous segregation is decreasing while approaching the equilibrium concentration. Rate of changes of strength characteristics and critical temperature of brittleness for RPV materials due to irradiation was determined.

Based on analysis of tendencies of structural-phase state changing of VVER-1000 RPV materials at service times of 60 and more years the following conclusions can be made:

- At service times of 60 and more years rate of grain boundary phosphorous segregation is significantly decelerated, while approaching the equilibrium segregation level. This leads to reducing the input from non-strengthening mechanism into the radiation embrittlement;
- Growth rate of radiation-induced precipitates average size and volume density is decelerated, while volume density of dislocation loops continues to grow. This may lead to the continued yield strength growth, although its growth rate will be decreased;
- Thus, the input of the strengthening mechanism in radiation embrittlement at service times of 60 and more years might prevail;
- Growth rate of critical temperature of brittleness shift (ΔT_c) is also expected to decelerate at long-term operations;
- By calculation-experimental method it was shown that the lifetime of VVER-1000 RPVs can be extended beyond 60 years by means of re-assessment and, in some cases, by recovering annealing;
- Decision to extend the lifetime of every particular RPV should be done individually.

Е.А. ОРЛОВА^{1*}, Д.С. САМОХИН¹, С.Н. КОРШУНОВ²,
М.В. АТАМАНОВ², А.В. ОРЛОВ², М.А. ОРЛОВ³,
С.А. ЗАГРЕБАЕВ⁴

¹ ИАТЭ НИЯУ МИФИ, Россия, Обнинск; ² НИЦ КИ, Россия, Москва;

³ ООО «ОРЛАН», Россия, Москва; ⁴ ГНЦ РФ-ФЭИ, Россия, Обнинск

*e-mail: EAOrlova@mephi.ru

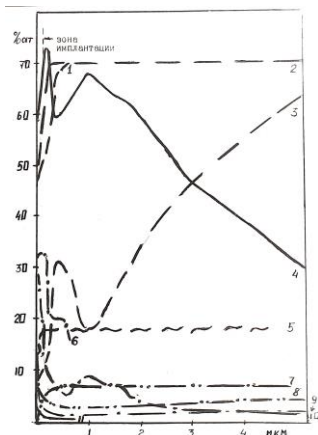
ВЛИЯНИЕ ИОННОЙ ИМПЛАНТАЦИИ НА РАЗРУШЕНИЕ СТАЛИ ПРИ ТЕЧИ ВОДЫ В НАТРИЙ

В быстрых реакторах с натриевым теплоносителем (типа БН) в двух контурах теплоносителем является натрий, в третьем контуре – водяной пар. При появлении неплотности между третьим и вторым контурами водяной пар под большим давлением проникает из третьего контура во второй и происходит экзотермическая реакция с образованием факела горения. При этом характеристики реакторов типа БН обеспечивают отсутствие перехода малой течи потока воды 0,01-10 г/с в большую течь (разрушение соседней трубы) [1]. Согласно [2] для секционного парогенератора обнаружение малой течи, отключение и сушка секции будет менее

15 - 25 с. Коррозионный процесс при течи воды в натрий может быть представлен коррозией в одной из самых агрессивных сред, реализующихся при этом. В качестве такой среды можно выбрать натрий с примесью гидроксида.

На рисунке представлены результаты оже-спектрометрии стали марки X18H9 с предварительной имплантацией Si^+ и 2O^+ с энергией 40 кэВ, дозой 10^{17} ион/см² и без имплантации после статических изотермических испытаний в Na + 30% NaOH + 5% Si в течение 500 часов при 973 К. В результате испытаний обнаружено незначительное снижение содержания железа (на глубину менее 1 мкм) на образце стали, не подвергнутом ионной имплантации и существенно большее (на глубину более 5 мкм) на образце стали с предварительной имплантацией. При этом наблюдалось также существенное внедрение натрия при предварительной ионной имплантации, что заметно также на металлографическом шлифе, где зона, протравленная натрием, составила 125 мкм для предварительно имплантированного образца стали марки X18H9 (в 5 раз больше неимплантированного образца) после дополнительных исследований в течении 4 часов при 1000 К.

Таким образом, предварительная ионная имплантация стали не привела к положительному результату в агрессивной среде, где область повреждения стали существенно превышает глубину имплантации ионов, и, наоборот, усилила повреждение вследствие появления напряжений.



Профиль концентрации элементов стали марки X18H9 с предварительной имплантацией Si^+ и 2O^+ с энергией 40 кэВ, дозой 10^{17} ион/см², а также с имплантацией и без имплантации после статических изотермических испытаний в Na и в Na + 30% NaOH + 5% Si в течение 500 часов при 973 К по результатам оже-спектрометрии.

№ п/п	Анализируемый в стали элемент	Имплантация Si^+ и 2O^+	Среда испытаний
1	Fe	—	Na + 30% NaOH +5% Si
2	Fe	+	
3	Fe	+	Na + 30% NaOH +5% Si
4	Na	+	Na + 30% NaOH +5% Si
5	Cr	+	
6	O	—	Na + 30% NaOH +5% Si
7	Ni	+	
8	Ni	+	Na + 30% NaOH +5% Si
9	O	+	
10	O	+	Na + 30% NaOH +5% Si
11	Na	—	Na + 30% NaOH +5% Si

[1] POPLAVSKY V.M., KOZLOV F.A. Safety of sodium-water steam generators, Energoatomizdat, Moscow (1990).

[2] POPLAVSKY V.M., KUZNETSOV I. A. Under the general editorship of the corresponding member of the Russian Academy of Sciences V.I. Rachkov/ Fast neutron NPP safety. M.: IzdAt, Moscow (2012).

E.A. ORLOVA¹ *, S.N. KORShUNOV², M.V. ATAMANOV²,
D.S. SA-MOKhIN¹, A.V. ORLOV², M.A. ORLOV³,
S.A.ZAGREBAEV⁴

*1-IATE SRNU MEPHI, Russia, Obninsk; 2-SRC KI, Russia, Moscow,;
3-LLC «ORLAN» Russia, Moscow; 4-JSC SSC RF-IPPE, Russia, Obninsk*
*e-mail: EAOrlova@mephi.ru

EFFECT OF IONIC IMPLANTATION ON STEEL BREAKDOWN IN SODIUM WATER LEAK

In fast reactors with sodium coolant (BN type) in two circuits, the coolant is sodium, in the third circuit - water vapor. When leakage occurs between the third and second circuits, water vapor under high pressure penetrates from the third circuit to the second and exothermic reaction with sodium occurs to form a combustion flare.

At that, characteristics of reactors of BN type ensure absence of transition of small leak of water flow 0.01-10 g/s to large leak (destruction of adjacent tube) [1]. According to [2] for the sectional steam generator, detection of a small leak, disconnection and drying of the section will also be less than 15 – 25 s.

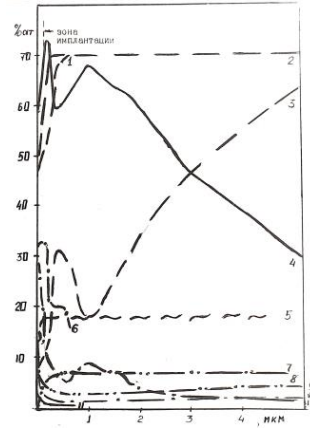
The corrosion process when water leaks into sodium can be represented by corrosion in one of the most aggressive media realized in this case. Sodium with an admixture of hydroxide may be selected as such medium.

Figure 1 shows the results of auger spectrometry of Cr18Ni9 steel with preliminary implantation of Si + and 2O + with an energy of 40 keV, a dose of 10^{17} ion/cm² and without implantation after static isothermal tests in Na + 30% NaOH + 5% Si for 500 hours at 973K.

As a result of the tests, an insignificant decrease in iron content (to a depth of less than 1 μm) was found on a steel sample not subjected to ion implantation and significantly greater (to a depth of more than 5 μm) on a steel sample with preliminary implantation.

At the same time, significant sodium introduction was also observed during preliminary ion implantation, which is also noticeable on the metallographic section, where the sodium etched zone was 125 μm for the pre-implanted sample of Cr18Ni9 steel (5 times larger than the original sample) after additional studies for 4 hours at 1000 K.

Thus, the preliminary ion implantation of the steel did not result in a positive result in an aggressive environment where the area of damage to the steel significantly exceeds the depth of implantation of the ions, and, conversely, increased the damage due to the appearance of stresses.



The concentration profile of auger spectrometry was Cr18Ni9 with preliminary implantation of Si + and 2O + with an energy of 40 keV, a dose of 10^{17} ion/cm², as well as with and without implantation after static isothermal tests in Na and in Na + 30% NaOH + 5% Si for 500 hours at 973K.

Order №	The element in Steel	Implantation Si ⁺ и 2O ⁺	Test environment
1	Fe	—	Na + 30% NaOH +5% Si
2	Fe	+	
3	Fe	+	Na + 30% NaOH +5% Si
4	Na	+	Na + 30% NaOH +5% Si
5	Cr	+	
6	O	—	Na + 30% NaOH +5% Si
7	Ni	+	
8	Ni	+	Na + 30% NaOH +5% Si
9	O	+	
10	O	+	Na + 30% NaOH +5% Si
11	Na	—	Na + 30% NaOH +5% Si

[1] POPLAVSKY V.M., KOZLOV F.A. Safety of sodium-water steam generators, Energoatomizdat, Moscow (1990).

[2] POPLAVSKY V.M., KUZNETSOV I. A. Under the general editorship of the corresponding member of the Russian Academy of Sciences V.I. Rachkov/ Fast neutron NPP safety. M.: IzdAt, Moscow (2012).

Е.А. ОРЛОВА¹, А.В. ОРЛОВ², Д.С. САМОХИН¹, М.А.ОРЛОВ³

¹ИИТЭ НИЯУ МИФИ, Россия, Обнинск

²НИЦ КИ, Россия, Москва

³ООО «ОРЛАН», Россия, Москва

*e-mail: EAOrlova@mephi.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ КОЛЕБАТЕЛЬНЫХ СПЕКТРОВ МЕТОДОМ НЕУПРУГОГО РАССЕЯНИЯ НЕЙТРОНОВ И РАСЧЕТ ТЕПЛОВЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МОНОНИТРИДА УРАНА

Методом неупругого рассеяния тепловых нейтронов на нейтронном спектрометре ДИН-2 проведены экспериментальные исследования нитрида урана UN, предназначенного для работы при высокой температуре.

Измерения проводились при температурах 293 К, 623 К, 923 К и 1273 К. Из экспериментальных спектров рассеянных нейтронов получены плотности фоновых состояний (спектры частот), использованные для вычисления теплоёмкости. На базе экспериментальных спектров была получена модель спектра частот, обеспечивающая хорошее описание экспериментальной температурной зависимости. Методом неупругого рассеяния тепловых нейтронов на нейтронном спектрометре ДИН-2 были проведены экспериментальные исследования топливного материала нитрида урана UN, предназначенного для работы при высокой температуре. Измерения проводились при температуре теплоемкости UN во всем интервале температуры до 1500 К.

$$C_p = 55.77 + 4.98 \cdot 10^{-3} \cdot T - 8.79 \cdot 10^{-5} \cdot T^2, \text{ кДж}/(\text{моль} \cdot \text{К}),$$

где T – температура, К

Равновесное давление азота над нитридом урана, рассчитанное по полученным в результате нейтронографических исследований значению теплоемкости по реакции: $\text{UN}=\text{U}+\text{N}_2$, находится между его значениями, полученными другими методами, и подчиняется зависимости (рисунок 1):

$$p, \text{ МПа} = 2 \cdot 10^7 e^{-684000/T},$$

где T – температура, К.

Величина достоверности аппроксимации – $R^2 = 0,997$.

Значения стандартных термодинамических характеристик нитридов, использованные для расчета равновесного давления азота над нитридами урана, магния, циркония, взяты из справочного издания [2]

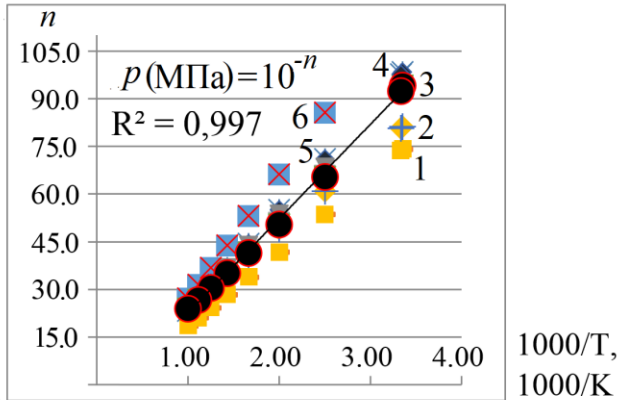


Рис. 1. Равновесное давление азота над нитридами $p \text{ (МПа)} = 10^{-n}$:
 1 - Mg_3N_2 [2]; 2 - UN [3]; 3 - UN [1]; 4 - UN [2]; 5 - UN [4]; 6 - ZrN [2]

Результат представляет интерес для оценки работоспособности твэлов с U-Pu нитридным (СНУП) топливом, планируемым к использованию в быстрых реакторах.

- [1] О.А. Дубовский, А.В. Орлов, В.А. Семенов // Физика твердого тела, 53 (2011) в.9. 1861-1871.
- [2] Верятин У.Д., Маширев В.П., Рябцев Н.Г. / Под ред. Зефирова А.П. – М.: Атомиздат, 1965.
- [3] Hayes S.L., Thomas J.K., Peddicord K.L.// Journal of Nuclear Materials 171 (1990) 300–318.
- [4] Tagawa H. // Journal of Nuclear Materials 51 (1974). С. 78–89.

E.A. ORLOVA¹*, A.V. ORLOV², D.S. SAMOKhIN¹, M.A. ORLOV³,
¹*IATE SRNU MEPHI, Russia, Obninsk*
²*SRC KI, Russia, Moscow*
³*LLC «ORLAN» Russia, Moscow*
*e-mail: EAOrlova@mephi.ru

STUDIES OF URANIUM MONONITRIDE OSCILLATORY SPECTRA BY METHOD OF INELASTIC NEUTRON SCATTERING AND ITS THERMAL CHARACTERISTICS CALCULATION

By inelastic scattering of thermal neutrons on the neutron spectrometer DIN-2, experimental studies were carried out on the fuel material of uranium nitride UN, designed for operation at high temperature.

Measurements were carried out at a temperature of 293 K, 623 K, 923 K and 1273 K under direction of V.A. Semenov. From the experimental spectra of scattered neutrons, the densities of phonon states (frequency spectra) used to calculate heat capacity were obtained. On the basis of experimental spectra, a model of the frequency spectrum was obtained, which provides a good description of the experimental temperature dependence of the heat capacity UN throughout the full temperature span up to 1500 K.

$$C_p = 55.77 + 4.98 \cdot 10^{-3} \cdot T - 8.79 \cdot 10^{-5} \cdot T^2, \text{ kJ}/(\text{mol} \cdot \text{K}),$$

where T – temperature, K.

The equilibrium pressure of nitrogen over uranium nitride, calculated from the value of heat capacity obtained from neutronographic studies by the reaction: $\text{UN} = \text{U} + \text{N}_2$, is between its values obtained by other methods and obeys the relationship (Figure 1):

$$p, \text{ MPa} = 2 \cdot 10^7 e^{-684000/T},$$

where T – temperature, K.

The value of validity of approximation $R^2 = 0.997$.

The values of standard thermodynamic characteristics of nitrides used to calculate the equilibrium pressure of nitrogen over nitrides of uranium, magnesium, zirconium are taken from the reference edition [2].

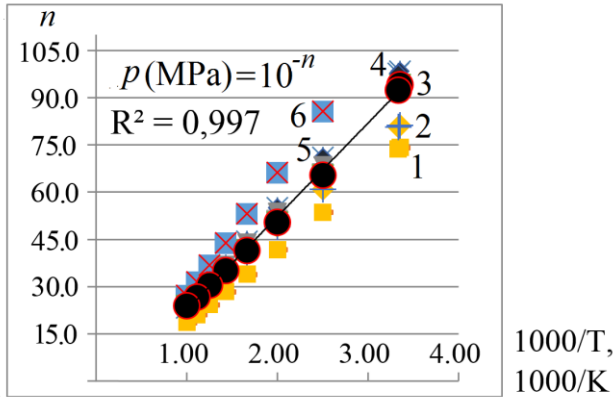


Fig. 1. Equilibrium pressure of nitrogen over nitrides p (MPa) = 10^{-n} :
 1- Mg_3N_2 [2]; 2- UN [3]; 3- UN [1]; 4- UN [2]; 5- UN [4]; 6- ZrN [2]

The result is of interest for assessing the operability of fuel elements with U-Pu nitride (SNUP) fuel planned for use in fast reactors.

- [1] Dubovsky O.A., Orlov A.V., Semenov V.A. //Solid state physics, 53 (2011), v.9. 1861-1871.
- [2] Veryatin U.D., Mashirev V.P., Ryabtsev N.G. /Ed. Zefirova A.P. - M.: Atomizdat, 1965.
- [3] Hayes S.L., Thomas J.K., Peddicord K.L. // Journal of Nuclear Materials 171 (1990) 300–318.
- [4] Tagawa H. // Journal of Nuclear Materials 51 (1974). C. 78–89.

А.В. НОХРИН*, В.И. КОПЫЛОВ, М.К. ЧЕГУРОВ,
Н.В. МЕЛЕХИН, М.Ю. ГРЯЗНОВ, С.В. ШОТИН,
К.В. ЛИХНИЦКИЙ, К.Е. СМЕТАНИНА

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

*e-mail: nokhrin@nifti.unn.ru

ПРОЧНОСТНЫЕ, РЕЛАКСАЦИОННЫЕ И КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТАЛИ 08X18N10T

Исследована микроструктура, механические свойства при комнатной и повышенной температурах, релаксационная стойкость и коррозионная стойкость образцов ультрамелкозернистой (УМЗ) стали 08X18N10T, полученной методом равноканального углового прессования (РКУП) при температурах 150 и 450 °С. В исходном состоянии сталь имеет аустенитную микроструктуру с выделениями частиц δ -феррита. После РКУП сталь имеет однородную УМЗ микроструктуру с размером зерен аустенита 0.3–0.7 мкм. Методом РФА показано, что при РКУП происходит образование мартенсита деформации – в структуре УМЗ стали после $N = 4$ циклов РКУП при $T = 450$ °С содержание мартенсита деформации достигает 17–18 %.

УМЗ сталь обладает повышенными механическими свойствами – после $N = 4$ циклов РКУП при температуре 150 и 450 °С величина предела прочности стали составляет 1100 МПа и 1020 МПа, соответственно. Основной вклад в повышение прочности стали при РКУП вносит увеличение плотности дислокаций и измельчение зеренной структуры до субмикронного уровня. На кривых растяжения $\sigma(\epsilon)$ образцов УМЗ стали при комнатной температуре присутствует стадия прерывистого течения по Людерсу и стадия равномерного пластического течения. Изломы образцов имеют вязкий характер.

Отжиг УМЗ стали при температурах более 700 °С приводит к началу процессов рекристаллизации, который сопровождается уменьшением объемной доли мартенсита деформации и выделением светлых нанометровых частиц, которые предположительно являются σ -фазой. Энергия активации процесса миграции границ зерен (6.0–8.3 кТ_м) оказывается на 20–30 % ниже, чем энергия активации диффузии по границам зерен аустенита. Снижение энергии активации обусловлено присутствием на неравновесных границах зерен избыточной плотности дефектов.

УМЗ сталь обладает повышенной релаксационной стойкостью – более высокой величиной предела макроупругости и меньшей величиной глубины релаксации (при заданной величине приложенного напряжения). Повышенная релаксационная стойкость УМЗ стали обусловлена особым механизмом релаксации внутренних напряжений, связанных с взаимодей-

ствием решеточных дислокаций с неравновесными границами зерен УМЗ стали. Второй вероятной причиной повышения релаксационной стойкости УМЗ стали может быть присутствие более прочных частиц мартенсита деформации, в которых затруднена аккомодационная перестройка дислокационной структуры.

Процесс РКУП приводит к снижению коррозионной стойкости аустенитной стали – наблюдается повышение скорости общей коррозии и увеличение склонности стали к межкристаллитной коррозии (МКК). Снижение коррозионной стойкости обусловлено, в первую очередь, наличием частиц мартенсита деформации, которые имеют бóльшую скорость растворения. Присутствие частиц мартенсита деформации приводит к появлению в микроструктуре стали микрогальванических пар «мартенсит – аустенит», по границам зерен которых возможно ускоренное протекание межкристаллитной коррозии.

Важно при этом отметить, что, не смотря на некоторое снижение коррозионной стойкости УМЗ стали, ее характеристики по-прежнему соответствуют всем требованиям нормативной документации (например, ГОСТ 9.914-91) по стойкости против МКК.

Работа выполнена при поддержке РФФ (грант №22-19-00238).

Г.М. ТАРАСЮК, В.А. СТЕПАНОВ, В.В. СОЛОВЬЕВ,
А.М. ПАНКРАТОВА, Д.М. ПИНЕГИН, Г.С. АКИНИН,
М.Е. ПОПОВ, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ,
А.А. ПИСАРЕВ

НИЯУ МИФИ, Москва, Российская Федерация
e-mail: aapisarev@mail.ru, tarasyuk.g.m@gmail.com

КЛАСТЕРНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ, НАСЫЩЕНИЯ ИХ ВОДОРОДОМ И ТЕРМОДЕСОРБЦИОННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ

Исследование водорода в тонких пленках представляет интерес для многих технологических приложений. Одним из методов исследования является термодесорбционная спектроскопия (ТДС). Большинство работ по напылению пленок, их насыщению водородом и ТДС выполнено с переносом образцов между соответствующими установками по воздуху. При этом могут непредсказуемо меняться условия на поверхности пленок, которые могут сказаться на кинетике абсорбции и десорбции водорода. В данной работе описана кластерная установка, в которой перенос образцов между камерами напыления, насыщения и термодесорбции производится в вакууме без выноса образцов на атмосферу. Установка создавалась в период 2019-2021 гг, и в настоящее время на ней начаты эксперименты с тонкими пленками водородоактивных металлов применительно к задаче создания твердотельного ленточного накопителя водорода.

Принципиально установка состоит из четырех основных камер: загрузочно-раздаточной, напылительной, насыщения и термодесорбционной. Все камеры имеют свои средства откачки и отделены от раздаточной камеры проходными клапанами, через которые образец переносится с помощью линейного ввода движения. Раздаточная камера служит для загрузки образца с атмосферы и для фиксации образца при его перемещении между камерами. В ней установлена центральная вращающаяся платформа, на которой крепится узел с держателем образца. Эта платформа может вращаться, ориентируясь относительно одной из трех рабочих камер для перемещения держателя образца. На время перемещения открывается соответствующий проходной клапан.

Камера напыления оснащена тремя магнетронами, предельное давление в ней 5×10^{-6} мбар, рабочее давление при напылении примерно 5×10^{-3} мбар. Камера насыщения имеет объем 1 л, водород напускается в нее до давления 10 бар, температура образца при насыщении может поддерживаться до 400°C. Камера ТДС имеет предельное давление 5×10^{-10} мбар и оснащена квадрупольным масс-спектрометром и системой его калибровки, которая используется после каждого измерения для точного определения его показаний. Образец нагревается линейно до заданной температуры вплоть до 1000°C.



Рисунок 1 – Схема установки.

На рисунке 2 для примера показаны спектры термодесорбции водорода из пленок $Mg_{85}Ti_{15}$, нанесенных в аргоне после насыщения их в водороде течение 3 часов при давлении 10 бар при разной температуре. Обычно выход водорода из гидрированных металлов рассматривается как последовательное разложение дигирида и гидрида, что дает два основных пика ТДС. Из рисунка 2 видно, что спектры весьма широкие с большим количеством пиков, что свидетельствует о сложной кинетике выхода водорода из тонких пленок.

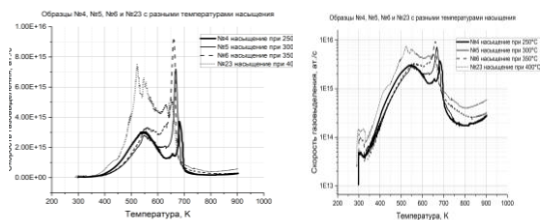


Рисунок 2. Спектры термодесорбции водорода из пленок $Mg_{85}Ti_{15}$

На рисунке 3 показано сравнение ТДС из пленок $Mg_{85}Ti_{15}$ и $Mg_{95}Ti_5$ с разным содержанием магния и титана. Видно, что при меньшем количестве титана в пленке температура выхода водорода уменьшается, что вполне ожидаемо, поскольку титан имеет большее отрицательное значение энтальпии образования гидрида.

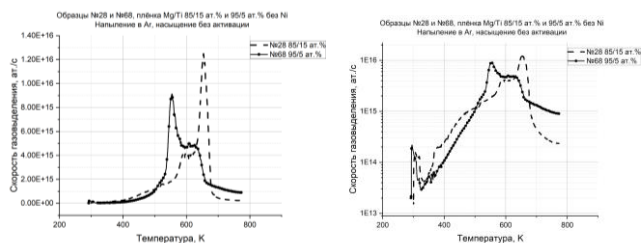


Рисунок 3 – Спектры ТДС образцов $Mg_{85}Ti_{15}$ и $Mg_{95}Ti_5$

G.M. TARASYUK, V.A. STEPANOV, V.V. SOLOVIEV,
A.M. PANKRATOVA, D.M. PINEGIN, G.S. AKININ, M.E. POPOV,
M.G. ISAENKOVA, O.A. CRYMSKAYA, and A.A. PISAREV
NRNU MEPhI, Moscow, Russia
e-mail: aapisarev@mail.ru, tarasyuk.g.m@gmail.com

CLUSTER INSTALLATION FOR COATING, HYDROGEN SORPTION, AND THERMAL DESORPTION SPECTROSCOPY

The study of hydrogen in thin films is of interest for many technological applications. One of the research methods is thermal desorption spectroscopy (TDS). Most of the work on the deposition of films, their sorption with hydrogen, and TDS was carried out with the transfer of samples between the corresponding installations by air. In this case, the conditions on the film surface can change unpredictably, which can ultimately affect the kinetics of hydrogen adsorption and desorption. In this work, a cluster setup is described where samples are transferred between sputtering, sorption, and thermal desorption chambers in vacuum without exposing the samples to the atmosphere. The installation was created in the period of 2019-2021, and at present, experiments with thin films of hydrogen-active metals have begun on it in relation to the task of creation of a solid-state tape type storage of hydrogen.

Basically, the installation consists of four chambers: loading and distribution, deposition, absorption, and thermal desorption. Each of these chambers has its own pumping system and is separated from the distribution chamber by vacuum gate valves, through which the sample is transported by linear feed-throughs. The distribution chamber is used to load the sample from the atmosphere and to hold the sample when it is moved into and out of the chambers. It has a central rotating platform on which the assembly with the sample holder is attached. This platform can rotate with respect to one of the three working chambers to move the holder into or out of the chamber. During the movement, the corresponding gate valve opens.

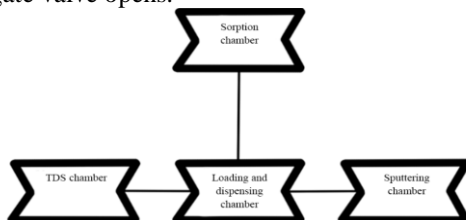


Fig. 1 – Installation scheme.

The deposition chamber is equipped with three magnetrons, the ultimate pressure is 5×10^{-6} mbar, the operating pressure during sputtering is approxi-

mately 5×10^{-3} mbar. The saturation chamber has a volume of 1 l, hydrogen working pressure of 10 bar, the temperature of the sample during sorption can be maintained up to 400°C. The TDS chamber has the ultimate pressure of 5×10^{-10} mbar and is equipped with a quadrupole mass spectrometer. The spectrometer has a calibration system, which is used after each measurement to accurately determine its readings. The sample is heated linearly to a predetermined temperature up to 1000°C.

For example, figure 2 shows the spectra of thermal desorption of hydrogen from Mg85Ti15 films deposited in argon and saturation in hydrogen for 3 hours at a pressure of 10 bar at different temperatures. Typically, the yield of hydrogen from hydrogenated metals is seen as the successive decomposition of dihydride and hydride, giving two main TDS peaks. Figure 1 shows that the spectra are very broad with a large number of peaks, which indicates the complex kinetics of hydrogen release from thin films.

Figure 2 shows a comparison of TDS from Mg85Ti15 and Mg95Ti5 films with different contents of magnesium and titanium. It can be seen that with a smaller amount of titanium in the film, the hydrogen release temperature decreases, which is quite expected, since titanium has a higher negative enthalpy of hydride formation.

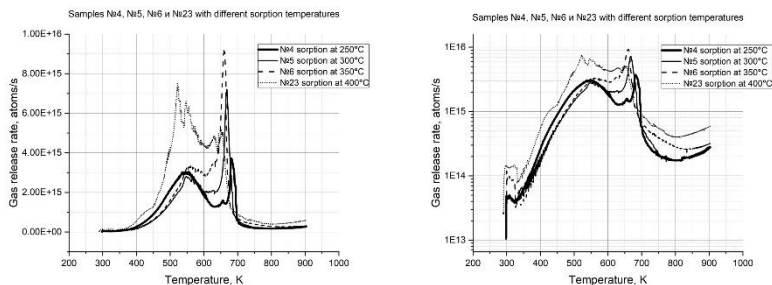


Figure 2 - Spectra of thermal desorption of hydrogen from Mg85Ti15 films

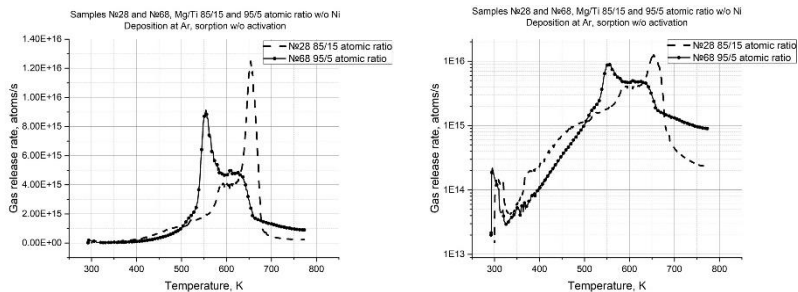


Figure 3 - TDS spectra of samples Mg85Ti15 and Mg95Ti5

И.А. ЧЕРЕПАНОВА*, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ,
Г.М.ТАРАСЮК, А.А. ПИСАРЕВ, В.А. ФЕСЕНКО

*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ,
Москва, Россия*

*e-mail: irinacherepanova12@yandex.ru

ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПЛЕНОК, ПОЛУЧЕННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ, ПРИ НАСЫЩЕНИИ ИХ ВОДОРОДОМ

Создание водородных аккумуляторов является актуальной материаловедческой задачей. Для повышения эффективности накопления водорода и последующего его отдачи необходимо разобраться с механизмом его накопления путем растворения в металлических структурах и последующего протекания фазовых превращений. Данная работа посвящена исследованию изменения структуры пленок Mg, Ti и сплавов Mg-Ti, нанесенных магнетронным методом на стальную подложку, в результате их насыщения водородом. При нанесении пленок варьировались параметры режима: атмосфера в рабочей камере, давление, и т.п. Рентгеновский анализ проводился на дифрактометре D8 Discover с использованием медного излучения, зеркала Гёбеля и линейного 1D-детектора LYNXEYE. Используются различные виды съемки: θ - 2θ (θ – брегговский угол); расположение первичного пучка под углом скольжения 3° и непрерывно движущийся детектор, а также съемка прямых полюсных фигур. Для идентификации фаз использовалось программное обеспечение Bruker AXS DIFFRAC.EVA v.4.2 и международная база данных ICDD PDF-2. Обработка экспериментально полученных спектров осуществлялась в программной среде DIFFRAC.TOPAS v.5.0.

Полученные дифракционные спектры пленок представлены отражениями от базисных плоскостей гексагональных плотноупакованных структур. Титан и магний характеризуются гексагональными решетками и в соответствии с диаграммой состояний титан не растворяется в магнии, а предельная концентрация растворения магния в α -Ti составляет 1,6 ат. % и в β -Ti – 2,4 ат. %. Наличие единственной линии в спектре (без учета отражений более высокого порядка) препятствует идентификации фазы. Для определения сингонии структуры формирующегося покрытия использован текстурный анализ. Показано, что исследованные магнетронные покрытия Mg и Ti обладают решетками ГПУ и характеризуются острой аксиальной кристаллографической текстурой (0001). В результате насыщения покрытий водородом наблюдается появление гидридных фаз, наследующих ориентацию ГПУ фазы. Количество гидридных фаз существенно зависит от соотношения магния и титана в сплаве и особенностей структуры наносимых металлических пленок, и, следовательно, от режимов нанесения покрытий.

I.A. CHEREPANOVA*, M.G. ISAENKOVA, O.A. KRYMSKAYA,
G.M. TARASYUK, A.A. PISAREV, V.A. FESENKO
National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia
*e-mail: irinacherepanova12@yandex.ru

CHANGES IN THE STRUCTURE OF FILMS PRODUCED BY MAGNETRON SPUTTERING AS A RESULT OF THEIR SATURATION WITH HYDROGEN

Creation of hydrogen accumulators is an urgent material science problem. To increase the efficiency of hydrogen accumulation and its subsequent release, it is necessary to understand the mechanism of its accumulation by dissolving in metal structures and subsequent phase transformations. This work is devoted to the study of changes in the structure of Mg, Ti films and Mg-Ti alloys deposited by the magnetron method on a steel substrate as a result of their saturation with hydrogen. When applying the films, the parameters of the mode were varied: the atmosphere in the working chamber, pressure, etc. X-ray analysis was carried out on a D8 Discover diffractometer using copper radiation, a Goebel mirror, and a LYNXEYE linear 1D detector. Various types of shooting were used: θ - 2θ (θ - Bragg angle); location of the primary beam at a grazing angle of 3° and a continuously moving detector, as well as shooting direct pole figures. The phases were identified using the BrukerAXS DIFFRAC.EVA v.4.2 software and the ICDD PDF-2 international database. The experimentally obtained spectra were processed in the DIFFRAC.TOPAS v.5.0 software environment.

The obtained diffraction patterns of the films are represented by reflections from the basal planes of hexagonal close-packed structures. Titanium and magnesium are characterized by hexagonal lattices and, according to the state diagram, titanium does not dissolve in magnesium, and the limiting concentration of magnesium dissolution in α -Ti is 1.6 at. % and in β -Ti – 2.4 at %. The presence of a single line in the spectrum (ignoring higher-order reflections) prevents phase identification. Texture analysis was used to determine the symmetry of the structure of the emerging coating. It is shown that the studied Mg and Ti magnetron coatings have hcp lattices and are characterized by a sharp axial crystallographic texture (0001). As a result of the saturation of the coatings with hydrogen, the appearance of the hydride phases, which inherit the orientation of the hcp phase, is observed. The amount of the hydride phases significantly depends on the ratio of magnesium and titanium in the alloy and the structural features of the deposited metal films, and, consequently, on the modes of coating deposition.

Э.Э. ОРУДЖОВ*, Г.А. БЛЕЙХЕР
*Национальный исследовательский Томский
политехнический университет*
*e-mail: elvin@tpu.ru

СТАТИСТИЧЕСКОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА РОСТА ТОНКИХ ПЛЁНОК ПРИ РАБОТЕ МАГНЕТРОННЫХ РАСПЫЛИТЕЛЬНЫХ СИСТЕМ В РЕЖИМЕ ВЫСОКОСКОРОСТНОГО ОСАЖДЕНИЯ

Повышение скорости осаждения при использовании магнетронных распылительных систем (МРС) может быть достигнуто путем использования энергии плазмы для нагрева вещества мишени, вследствие чего к распылительной компоненте осаждаемых частиц добавляется поток сублимированных либо испарённых атомов [1].

В рамках работы статистические методы моделирования используются для выяснения особенностей формирования структурных свойств получаемых покрытий. Входные данные моделирования определялись и рассчитывались на основе экспериментальных наблюдений работы МРС. Для решения задачи был использован пакет моделирования NASCAM [2].

Было рассмотрено несколько режимов работы магнетронных распылительных систем с разными характеристиками плотности потока осаждаемых частиц и их энергетического спектра. Было рассмотрено влияние высокоэнергетической компоненты при подаче отрицательного потенциала смещения на подложку.

Получены данные по плотности, шероховатости и пористости исследуемых плёнок.

1. Г.А. Блейхер, А.В. Юрьева, Д.В. Сиделёв, Ю.Н. Юрьев, В.А. Грудинин. Исследование фундаментальных аспектов режима самораспыления при работе магнетронных распылительных систем с испаряющимися мишенями и его влияние на свойства осаждаемых покрытий // Итоговый отчёт по НИР, рег. № НИОКР АААА-А18-118011090005-2. Томск, ТПУ - 2019. – 39 с.
2. NASCAM (NA_{no}SCALE Modeling) - Université de Namur [Электронный ресурс] – Режим доступа:
<https://www.unamur.be/sciences/physique/ur/larn/logiciels/nascam> (Дата обращения: 24.10.2022)

Е.Д. ВОРОНИНА*, Д.В. СИДЕЛЁВ

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

**e-mail: edv2@tpu.ru*

ПОИСК СПОСОБОВ УПРАВЛЕНИЯ ФАЗОВЫМ СОСТАВОМ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ С РАЗДЕЛЕНИЕМ ИНЕРТНОЙ И РЕАКТИВНОЙ АТМОСФЕРЫ НА ПРИМЕРЕ ПЛЁНОК ОКСИДА МЕДИ

В настоящей работе приведены данные о влиянии параметров процесса магнетронного осаждения, реализуемого в металлическом режиме, на фазовый и элементный состав покрытия CuO_x . В связи с значительным распространением функциональных покрытий со сложным фазовым составом [1-3], актуальным является вопрос поиска и формирования способов управления стехиометрией таких покрытий. Для их нанесения на данный момент разработаны и активно применяются различные методы вакуумного осаждения, среди которых выделяются лазерное импульсное осаждение, термическое испарение и магнетронное реактивное осаждение, последний метод является наиболее привлекательным в связи с широким выбором осаждаемых материалов, сравнительно высокими скоростями осаждения и многообразием управляющих технологических параметров. В данной работе качестве модельного покрытия, получаемого методом магнетронного реактивного осаждения в металлическом режиме выбраны соединения Cu и O . Магнетронный источник формирует поток металла с поверхности мишени в сторону подложки, для диссоциации и ионизации молекулярного кислорода в работе использовался высокочастотный генератор с индуктивно связанной плазмой [4].

В ходе магнетронного осаждения покрытий CuO_x , процессы распыления мишени и осаждения покрытия были пространственно разделены путем раздельной подачи реактивного и инертного газов в объеме рабочей камеры, что позволило избежать окисления мишени и поддерживать её стабильное распыление в металлическом режиме. Цель работы заключалась в установлении зависимости между фазовым и элементным составом покрытий CuO_x и параметрами магнетронного осаждения: скорости потока молекулярного кислорода, мощности распыляемой мишени и скорости планетарного вращения образцов (подложек). Для получения данных о фазовом и элементном составе использовались методы рентгеновской дифрактометрии и энергодисперсионной спектроскопии.

Выявлено, что при постепенном изменении технологических параметров магнетронного реактивного осаждения фазовый состав осаждаемых покрытий изменялся по следующей схеме $\text{Cu}_2\text{O} \rightarrow \text{CuO}$ и $\text{CuO} \rightarrow \text{Cu}_2\text{O}$, что обусловлено различным соотношением потоков меди и кислорода, по-

ступающих на единицу площади поверхности подложки. Например, в случае скорости потока кислорода (рис. 1) $10 \text{ см}^3/\text{мин}$ в покрытии обнаружены рефлексы Cu_2O фазы, которая при дальнейшем увеличении потока кислорода до величины $40 \text{ см}^3/\text{мин}$ полностью сменяется фазой CuO . Для всех трёх серий эксперименты были найдены режимы получения покрытия одной фазы.

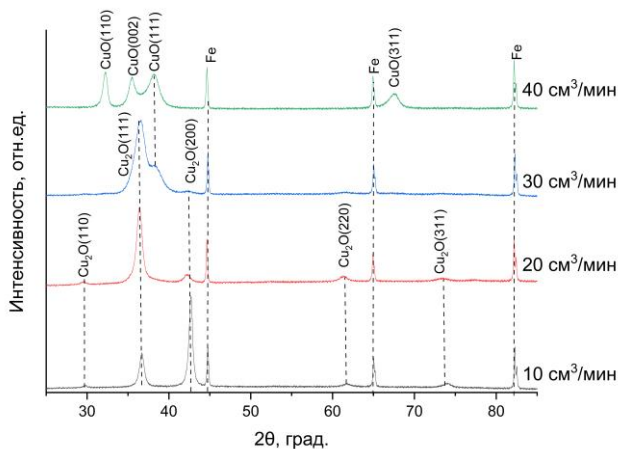


Рисунок 1 - Дифрактограммы образцов покрытия CuO_x при различных потоках O_2 .

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (№22-29-01173).

1. Kipkirui N. G. et al. // Surface and Coatings Technology, 449 (2022) 128988. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128988>.
2. Luan X. et al. //Sensors and Actuators A: Physical, 346 (2022) 113865. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.113865>.
3. Harabor A. et al. //Ceramics International, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2022.08.100>.
4. E.V. Berlin, N.N. Koval, L.A. Seidman, Plasma chemical-thermal treatment of the surface of steel parts, Moscow: Technosphere, 2012.

М. А. СУДАРЧИКОВА*, Е. О. НАСАКИНА, С. В. КОНУШКИН, К.
В. СЕРГИЕНКО, М. А. КАПЛАН, А. Г. КОЛМАКОВ
Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН
*e-mail: mariahsudar@yandex.ru

ПОСЛОЙНЫЙ ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ СЛОИСТЫХ КОМПОЗИТОВ С ПОВЕРХНОСТНЫМИ СЛОЯМИ ИЗ ТИТАНА И НИТРИДА ТИТАНА, СФОРМИРОВАННЫХ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

Научно-исследовательская работа посвящена формированию методом магнетронного распыления функциональных слоистых композиционных материалов на основе из алюминиевого и титанового сплавов с поверхностными чередующимися слоями из титана и нитрида титана. Слоистые композиционные материалы сочетают в себе свойства материала основы и поверхностных слоев, не присущие каждому материалу в отдельности. На структуру и свойства формируемых поверхностных слоев и композитов в целом, полученных методом магнетронного распыления, влияют и параметры распыления (время распыление, расстояние между подложкой и мишенью, соотношение реактивного и инертного газов, вольт-амперные характеристики), и природа материала основы-подложки, на которой формируют данные слои [1-3]. В данной работе в качестве основы рассматривается титановый сплав системы Ti-Nb-Mo, который перспективен в качестве материала для имплантатов и превосходит традиционно используемые материалы типа титана марки Grade 4 и титанового сплава ВТ6 по своим механическим характеристикам, однако обладает меньшей коррозионной стойкостью [4]. А также алюминиевый деформируемый сплав Д16, применяемый в узлах трения скольжения благодаря своим механическим свойства, позволяющим увеличить нагрузочную способность изделия, но обладающий слабыми трибологическими характеристиками. Цель работы заключалась в исследовании влияния природы подложки и соотношения рабочих газов на скорость формирования поверхностных слоев и его элементный состав при формировании поверхностных слоев из титана и нитрида титана методом магнетронного распыления на постоянном токе.

С помощью атомно-эмиссионного спектрометра с тлеющим разрядом было осуществлено исследование послойного элементного состава композитов на основе алюминиевого сплава Д16 и титанового сплава Ti-10Nb-3Mo с поверхностными слоями из титана, полученными в течение 30 минут и 50 минут, нитрида титана и чередующихся слоев титана и нитрида титана, полученными при соотношении газов $Ar/N_2=2,5$ и $Ar/N_2=1,2$, в течение 30, 50 и 60 минут при одинаковом значении постоянного тока 865 мА и дистанции между подложкой и мишенью 150 мм.

В результаты исследований послойного элементного состава композиционных материалов было выявлено, что при формировании поверх-

ностных слоев из титана на основе из алюминиевого сплава формируется переходный слой (слой, состоящий из материала основы и поверхностного слоя) толщиной 4,5 мкм, а для композита на основе титанового сплава – 1,7 мкм. Скорость формирования поверхностного слоя из титана в реактивной среде (при соотношении газов $Ar/N_2=1,2$) с образованием переходного слоя составила не более 70 нм/мин, что меньше скорости формирования титана в инертной среде более чем в 2 раза. Подслой из титана позволяет формировать более насыщенный азотом поверхностный слой из нитрида титана.

Работы выполнены при поддержке проекта РФФ № 21-79-10256.

1. Kashapov N. F., Luchkin A. G., Luchkin G. S. Magnetron discharge volt-ampere characteristic investigation at thin film coating process // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 69 1 (2014) 012030. DOI: 10.1088/1757-899X/69/1/012030.
2. Zhou Y. M. et al. Effects of deposition parameters on tantalum films deposited by direct current magnetron sputtering // Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 27 1 (2009) 109-113. <https://doi.org/10.1116/1.3046143>.
3. Komarov F. F. et al. The effect of steel substrate pre-hardening on structural, mechanical, and tribological properties of magnetron sputtered TiN and TiAlN coatings // Wear, 352 (2016) 92-101. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.02.007>.
4. Myslyvchenko O. M. et al. Influence of Heat Treatment on the Microstructure and Physicomechanical Properties of Titanium Alloys of the Ti– Nb– Mo system // Materials Science, 56 4 (2021) 481-490. <https://doi.org/10.1007/s11003-021-00454-0>.

M. A. SUDARCHIKOVA*, E. O. NASAKINA,
S. V. KANUSHKIN, K. V. SERGIENKO, M. A. KAPLAN,
A. G. KOLMAKOV

A. A. Baykov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences

*e-mail: mariahsudar@yandex.ru

LAYER-BASED ELEMENTAL ANALYSIS OF LAYERED COMPOSITES WITH SURFACE LAYERS OF TITANIUM AND TITANIUM NITRIDE FORMED BY MAGNETRON SPUTTERING

The research work is devoted to the formation by magnetron sputtering of functional layered composite materials based on aluminum and titanium alloys with surface alternating layers of titanium and titanium nitride. Layered composite materials combine the properties of the base material and surface layers that are not inherent in each material separately. The structure and properties of the formed surface layers and composites as a whole obtained by magnetron sputtering are also influenced by the sputtering parameters (sputtering time, distance be-

tween the substrate and the target, the ratio of reactive and inert gases, current-voltage characteristics), and the nature of the base material. the substrate on which these layers are formed [1-3]. In this paper, a titanium alloy of the Ti-Nb-Mo system is considered as a basis, which is promising as a material for implants and surpasses traditionally used materials such as Grade 4 titanium and VT6 titanium alloy in its mechanical characteristics, however, it has a lower corrosion resistance. resistance [4]. As well as aluminum wrought alloy D16, used in sliding friction units due to its mechanical properties, which make it possible to increase the load capacity of the product, but has poor tribological characteristics. The purpose of this work was to study the influence of the nature of the substrate and the ratio of working gases on the rate of formation of surface layers and its elemental composition during the formation of surface layers from titanium and titanium nitride by the DC magnetron sputtering method.

Using a glow-discharge atomic emission spectrometer, we studied the layer-by-layer elemental composition of composites based on aluminum alloy D16 and titanium alloy Ti-10Nb-3Mo with surface layers of titanium obtained within 30 minutes and 50 minutes, titanium nitride and alternating layers of titanium and titanium nitride, obtained with the ratio of gases $Ar/N_2=2.5$ and $Ar/N_2=1.2$, for 30, 50 and 60 minutes at the same value of direct current 865 mA and distance between the substrate and the target 150 mm.

The results of studies of the layer-by-layer elemental composition of composite materials revealed that during the formation of surface layers of titanium on an aluminum alloy base, a transition layer is formed (a layer consisting of the base material and the surface layer) with a thickness of 4.5 μm , and for a composite based on a titanium alloy - 1.7 μm . The rate of formation of a surface layer from titanium in a reactive medium (at a ratio of gases $Ar/N_2=1.2$) with the formation of a transition layer was no more than 70 nm/min, which is less than the rate of formation of titanium in an inert medium by more than 2 times. The titanium sublayer allows the formation of a more nitrogen-rich surface layer of titanium nitride.

The work was carried out with the support of the RSF project No. 21-79-10256.

1. Kashapov N. F., Luchkin A. G., Luchkin G. S. Magnetron discharge volt-ampere characteristic investigation at thin film coating process // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 69 1 (2014) 012030. DOI: 10.1088/1757-899X/69/1/012030.
2. Zhou Y. M. et al. Effects of deposition parameters on tantalum films deposited by direct current magnetron sputtering // Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films, 27 1 (2009) 109-113. <https://doi.org/10.1116/1.3046143>.
3. Komarov F. F. et al. The effect of steel substrate pre-hardening on structural, mechanical, and tribological properties of magnetron sputtered TiN and TiAlN coatings // Wear, 352 (2016) 92-101. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.02.007>.
4. Myslyvchenko O. M. et al. Influence of Heat Treatment on the Microstructure and Physicomechanical Properties of Titanium Alloys of the Ti- Nb- Mo system // Materials Science, 56 4 (2021) 481-490. <https://doi.org/10.1007/s11003-021-00454-0>.

ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК НА ОСНОВЕ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

Получение тонких пленок на основе твердых растворов $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ представляет гораздо больший интерес. Это связано с возможностью их применения в качестве эффективных источников света в синей и УФ – областях спектра и в качестве защитных покрытий. Получение эпитаксиальных слоев этих материалов проводили методом магнетронного и ВЧ-магнетронного распыления [1], причем ВЧ магнетронное распыление использовали для получения слоев с высоким содержанием AlN, так как мишени, полученные электроимпульсным спеканием, с большим содержанием нитрида алюминия очень высокоомны.

Для получения плёнок $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ использовалась вакуумная установка, модернизированная с учётом особенностей предполагаемой методики получения. Полученные пленки $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$, исследовались рентгенодифракционным методом (XRD) на дифрактометре Shimadzu-7000 с $\text{CuK}\alpha$ -излучением длиной волны $\lambda_\alpha=1.54051 \text{ \AA}$. Рентгеновские дифрактограммы получали как от подложки, так и от эпитаксиальной пленки. Об образовании твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ судили по изменению местоположения дифракционных максимумов относительно максимумов SiC подложки (рис.1). Кристаллическое совершенство подложки и ЭС твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ оценивали по полуширине пиков дифрактограммы.

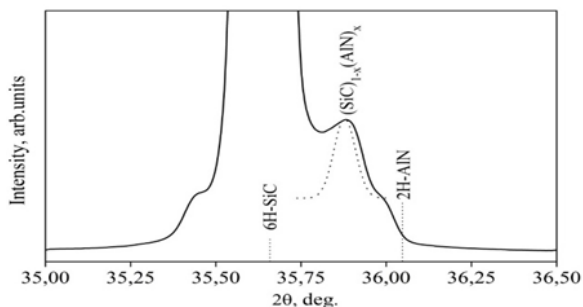


Рис. 1. Дифрактограмма от структуры 2H- $(\text{SiC})_{0,36}(\text{AlN})_{0,64}$ /6H-SiC

Как видно из рисунка 1 на фоне пика от подложки 6H-SiC располагается малый пик $2\theta=35.89^\circ$. Возникновение промежуточного пика между стандартными угловыми значениями от 6H-SiC и 2H-AlN (PDF card) свидетельствует об образовании пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$. По вычисленному значению межплоскостного расстояния $d=2.50013\text{\AA}$ был определен (по экстраполирующей линии стандартных значений для $d_{\text{SiC}}=2.5159$ и $d_{\text{AlN}}=2.49$) параметр кристаллической решетки $c=5.0026$ твердого раствора $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$. Было замечено, что в исследованных образцах структура твердого раствора $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ при составе $x=0.21$ имеет меньшую кристалличность, чем при составе $x=0.64$.

Из результатов сканирующей туннельной микроскопии участка поверхности пленки твердого раствора $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$ (рис.2) в направлении 0001 было установлено, что твердый раствор имеет шестигранную форму структуры связей в кристаллической решетке, свойственное гексагональной модификации (2H).

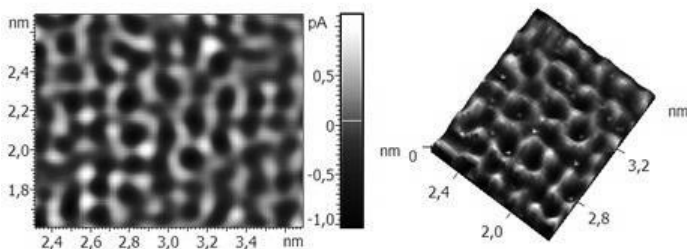


Рис. 2. СТМ-изображение поверхности пленки $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$.

Сложный профиль поверхности пленки объясняется многокомпонентностью состава пленки, ее поликристалличностью, а также возможным наличием на поверхности оксидных пленок, адсорбированных атомов и др.

1. Б.А. Билалов, Г.К. Сафаралиев, Г.Д. Кардашова, М.А. Гитикчиев, А.С. Ахмедов, Т.Э. Абдуллаев. Ионно-лучевое азотирование поверхности сапфира для формирования наноразмерных слоев нитрида алюминия. // «Электровакуумная техника и технология», Труды международного постоянно-действующего семинара. Под редакцией руководителя Семинара А.В. Горина. – М.: НОВЕЛЛА. – 2018. – С.56-58.

OBTAINING THIN FILMS BASED ON SOLID SOLUTIONS (SiC)_{1-x}(AlN)_x BY MAGNETRON SPUTTERING METHOD.

Obtaining thin films based on solid solutions (SiC)_{1-x}(AlN)_x is of much greater interest. This is due to the possibility of their use as effective light sources in the blue and UV spectral regions and as protective coatings. The preparation of epitaxial layers of these materials was carried out by the method of magnetron and HF magnetron sputtering [1], and HF magnetron sputtering was used to obtain layers with a high content of AlN, since the targets obtained by electropulse sintering with a high content of aluminum nitride are very high resistance.

To obtain films (SiC)_{1-x}(AlN)_x, a vacuum installation was used, modernized taking into account the features of the proposed method of obtaining. The obtained films (SiC)_{1-x}(AlN)_x, were studied by X-ray diffraction method (XRD) on a diffractometer Shimadzu -7000 with Cu K_α radiation of wavelength λ_α = 1.54051 Å. X-ray diffraction patterns were obtained from both the substrate and the epitaxial film. The formation of a solid solution (SiC)_{1-x}(AlN)_x was judged by the change in the location of the diffraction maxima relative to the maxima of the SiC substrate (Fig. 1). The crystalline perfection of the substrate and the ES of the solid solution (SiC)_{1-x}(AlN)_x were estimated from the half-width of the diffractogram peaks.

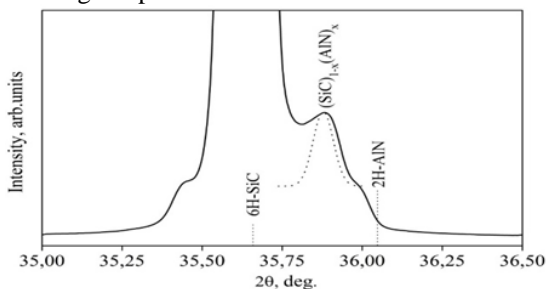


Fig. 1. Diffraction pattern from the structure 2H-(SiC)_{0.36}(AlN)_{0.64}/6H-SiC

As can be seen from Figure 1, against the background of the peak from the 6H - SiC substrate, there is a small peak 2θ = 35.89°. Occurrence of an intermediate peak between the standard angular values from 6H - SiC and 2H - AlN (PDF card) indicates the formation of a solid solution film (SiC)_{1-x}(AlN)_x. From the calculated value of the interplanar distance $d = 2.50013\text{Å}$, we determined (from the extrapolating line of standard values for $d_{\text{SiC}} = 2.5159$ and $d_{\text{AlN}} =$

2.49) the crystal lattice parameter $c = 5.0026$ of the solid solution $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$. It was noted that in the studied samples, the structure of the solid solution $(\text{SiC})_{1-x}(\text{AlN})_x$ with the composition $x = 0.21$ has a lower crystallinity than with the composition $x = 0.64$.

From the results of scanning tunneling microscopy of the surface area of the $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$ solid solution film (Fig.2) in the 0001 direction, it was found that the solid solution has a hexagonal bond structure in the crystal lattice, which is characteristic of the hexagonal modification (2H).

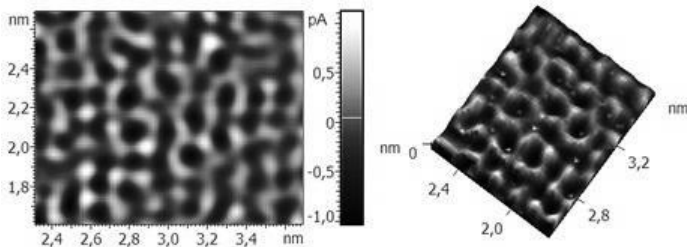


Fig. 2. STM image of the film surface $(\text{SiC})_{0.36}(\text{AlN})_{0.64}$.

The complex profile of the film surface is explained by the multicomponent composition of the film, its polycrystallinity, as well as the possible presence of oxide films, adsorbed atoms, etc., on the surface.

1. B.A. Bilalov , G.K. Safaraliev , G.D. Kardashova, M.A. Gitikchiev , A.S. Akhmedov , T.E. Abdullaev. Ion-beam nitriding of a sapphire surface for the formation of nanosized layers of aluminum nitride. // "Electro-vacuum technique and technology", Proceedings of the international permanent seminar. Under the editorship of the head of the Seminar A.V. Gorin.–M.: NOVELLA. – 2018 . - P.56-58.

М.С. СТАЛЬЦОВ¹, И.И.ЧЕРНОВ^{1*}, А.С. ДИКОВ², Л.А. ДИКОВА²,
С.О.АКАЕВ²

¹НИЯУ МИФИ, Москва, Россия,

²ИЯФ РК, Алматы, Республика Казахстан

*e-mail: i_chernov@mail.ru

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ ИНЕРТНЫХ ГАЗОВ ДЛЯ ИМИТАЦИИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ГАЗООБРАЗНЫХ ПРОДУКТОВ ДЕЛЕНИЯ С КОНСТРУКЦИОННЫМИ МАТЕРИАЛАМИ ПРИ ДЛИТЕЛЬНОМ ХРАНЕНИИ ОТРАБОТАВШЕГО ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА

Проведены исследования формирования микроструктуры стали ферритно-мартенситного класса, имплантированной ионами криптона, являющейся в настоящее время материалом чехла ТВС реакторов БН-600 и БН-800, а в будущем, при дисперсном ее упрочнении, – возможным заменителем оболочечной аустенитной стали ЧС-68. Актуальность работы обусловлена возможной деградацией микроструктуры и, соответственно, свойств конструкционных материалов ОТВС при длительном хранении отработавшего ядерного топлива (ОЯТ) при взаимодействии с газообразными и легколетучими продуктами деления (ГПД).

Имитация накопления ГПД в стали проводилось путем ионного облучения на ускорителе ДЦ-60 в ИЯФ Казахстана при температуре 350 °С, которая находится в диапазоне температур хранения ОЯТ. Облучение проводилось ионами $^{84}\text{Kr}^{15+}$ с энергией 300 кэВ до флюенса $1 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$.

Исследование стабильности микроструктуры стали под воздействием ионов криптона, имитирующих накопление ПД, проводилось в двух имитационных экспериментах, которые проводились на одном и том же образце. Сталь была в состоянии штатной термообработки (нормализация + высокий отпуск). Схема эксперимента приведена на рис. 1.



Рис. 1. Схема облучения и отжига образца стали 16X12ВФТАР в двух экспериментах.

Показано, что в процессе ионного внедрения криптона в ускорителе ДЦ-60 при вакууме $7 \cdot 10^{-4}$ Па в области мишени происходит сильнейшее окисление поверхности стали, по-видимому, вследствие баллистического эффекта («вбивание» атомов кислорода налетающими ионами криптона вследствие недостаточно высокого вакуума), поскольку необлученная сторона образца при выдержке в течение 70 ч при 350 °С не окисляется.

Не смотря на способ подготовки образцов для облучения (стандартная термообработка, а именно – нормализация + высокий отпуск либо отжиг при 350 °С в течение 70 ч) облучение ионами криптона вызывает примерно одинаковое изменение микроструктуры.

После ионного облучения в слое толщиной около 100 нм, начиная с глубины ~ 100 нм от облученной поверхности, развивается газовая пористость (рис. 2), причем степень распухания не превышает 0,5 %. На основании этого можно сделать вывод о том, что при хранении ОЯТ в штатных условиях не должны возникать напряжения в оболочках отработавших твэлов за счет газового распухания.

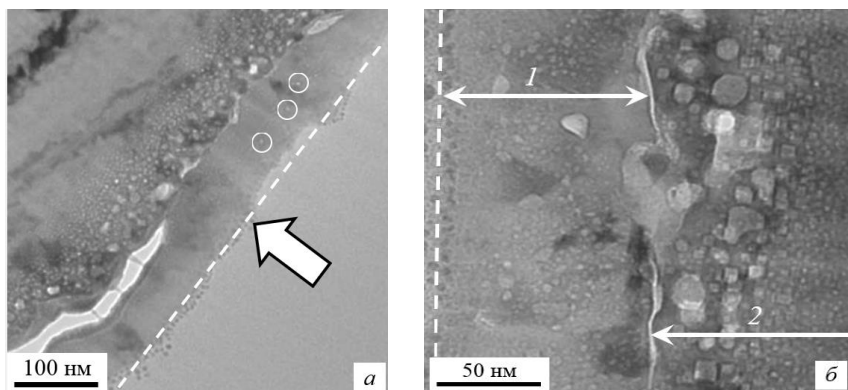


Рис. 2. Общий вид микроструктуры образца, облученного ионами криптона (*а* – Сторона 1): пунктирная линия – поверхность образца, стрелка – направление внедрения ионов; (*б* – Сторона 2): *1* – оксидный слой, *2* – основной металл).

При предварительном отжиге облучаемых образцов мелкая пористость развивается и в образовавшейся в процессе облучения оксидной пленке (см. слой *1* на рис. 2 на Стороне 2).

Между образовавшейся оксидной пленкой и основным металлом сформировались большие взаимосвязанные полости (см. рис. 2), которые приводят к ее отшелушиванию и образованию на поверхности островковой структуры.

M.S. STALTSOV¹, I.I. CHERNOV^{1*}, A.S. DIKOV², L.A. DIKOVA²,
S.O. AKAEV²

¹NRNU MEPhI, Moscow, Russia, ²INP RK, Almaty, Republic of Kazakhstan
*e-mail: i_chernov@mail.ru

USE OF IRRADIATION BY INERT GASE IONS TO SIMULATE THE INTERACTION OF GASEOUS FISSION PRODUCTS WITH STRUCTURAL MATERIALS DURING LONG-TERM STORAGE OF SPENT NUCLEAR FUEL

It has been studied the formation of the microstructure of ferritic-martensitic steel implanted by krypton ions, which is currently the material of the shell of fuel assemblies for BN-600 and BN-800 reactors, and in the future, with its dispersed hardening, will be a possible material for fuel cladding instead of austenitic ChS-68 steel. The relevance of the work is due to the possible degradation of the microstructure and, accordingly, the properties of the structural materials of spent fuel assemblies (SFA) during long-term storage of spent nuclear fuel (SNF) in the interaction with gaseous and volatile fission products (FP).

The accumulation of FP in steel was simulated by ion irradiation in the DC-60 accelerator of INP of Kazakhstan at a temperature of 350 °C, which is in the SNF storage temperature range. Irradiation was carried out by 300 keV ⁸⁴Kr¹⁵⁺ ions up to a fluence of $1 \cdot 10^{21} \text{ m}^{-2}$.

The study of the steel microstructure evolution under the influence of krypton ions simulating the accumulation of fission products was carried out in two simulation experiments on the same sample. The steel was in the state of standart heat treatment (normalization + high tempering). The scheme of the experiments is shown in Fig. 1.

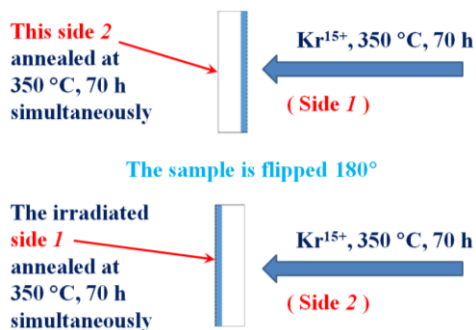


Fig. 1. Scheme of irradiation and annealing of 0.16C12CrVW TaB steel sample in two experiments.

It is shown that in the process of krypton ions injection in the DC-60 accelerator at a vacuum of $7 \cdot 10^{-4} \text{ Pa}$, the strongest oxidation of steel surface occurs

apparently due to the ballistic effect (“driving in” of oxygen atoms by krypton ions due to insufficiently vacuum) since the non-irradiated side of the sample does not oxidize when exposed for 70 h at 350°C.

Regardless of sample preparation method for irradiation (standard heat treatment, namely, normalization + high tempering or annealing at 350°C for 70 h), irradiation with krypton ions causes approximately the same development of the microstructure.

After ion irradiation, in a layer with a thickness of about 100 nm, starting from a depth of ~100 nm from the irradiated surface, gaseous porosity develops (Fig. 2), and the degree of swelling does not exceed 0.5%. Based on this, it can be concluded that during storage of SNF under standard conditions, stresses should not arise in the cladding of spent fuel rods due to gaseous swelling.

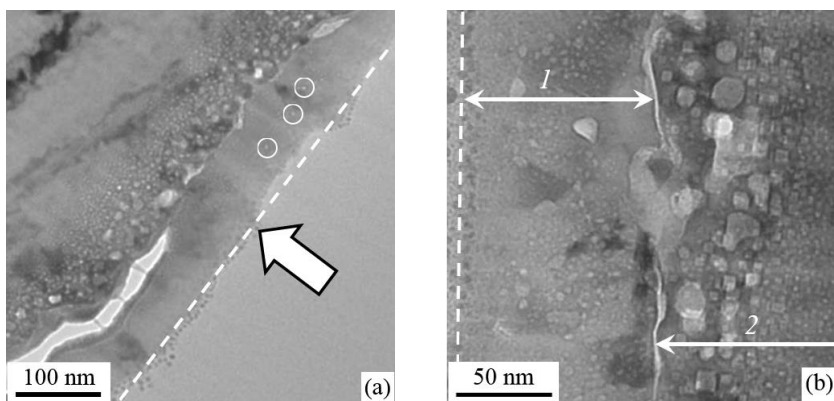


Fig. 2. General view of the sample microstructure after irradiation by krypton ions ((a) is Side 1): dotted line is sample surface, arrow is direction of ion penetration; ((b) is Side 2: *1* is oxide layer, *2* is base metal).

After preliminary annealing of sample for irradiation, fine porosity develops in the forming oxide film also (see layer *1* in Fig. 2 on Side 2).

Large interconnected cavities formed between the oxide film and the base metal (see Fig. 2) which lead to its exfoliation and the formation of an island structure on the surface.

Д.А. АБИН^{1*}, 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", Москва, Россия

*e-mail: Dima_abin@mail.ru

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ ЖЕЛЕЗА НА КРИТИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ 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, индукционных накопителях энергий, высокопольных исследовательских магнитах. Для повышения токонесущей способности ВТСП-ленты в сверхпроводящем слое создают дополнительные дефекты, которые служат искусственными центрами пиннинга (ИЦП) вихрей Абрикосова. Различные типы и концентрация ИЦП могут оказывать различное влияние на токонесущую способность ленты, например, уменьшать величину критического тока относительно немодифицированной ленты при температуре 77 К в собственном магнитном поле, но увеличивать при температуре ниже 40 К во внешнем магнитном поле свыше 10 Тл.

В данной работе ИЦП были созданы в промышленной ВТСП ленте 2ого поколения облучением ионами железа Fe^{2+} с энергией 5,6 МэВ при $T=300$ К и флюенсами в диапазоне $2,0 \times 10^{13} - 5,0 \times 10^{13}$ см⁻². Выбор ионов железа обусловлен наличием у них магнитных свойств. Перед воздействием с поверхности образцов методами химического травления удалялись слой меди, а на части образцов и слой серебра. Пучок ионов попадает на слой ВТСП толщиной ~ 2 мкм, а в половине образцов предварительно проходит слой серебра толщиной ~ 1,5 мкм. Для каждого образца на вибрационном магнетометре была измерена зависимость магнитного момента от внешнего магнитного поля в диапазоне температур 5 – 77 К. Показано улучшение токонесущей способности ВТСП-ленты, облученной через слой серебра с флюенсом $2,0 \times 10^{13}$ см⁻², и деградацию образца с открытым ВТСП слоем, облученного с тем же флюенсом (рис. 1,2). Моделирование облучения в пакете SRIM показывает, что при наличии серебряного слоя в ВТСП слое происходит значительная имплантация ионов железа, а в случае открытого

ВТСП слоя большая часть ионов имплантируется в слоях подложки, а в ВТСП слое создаются дефекты в виде вакансий.

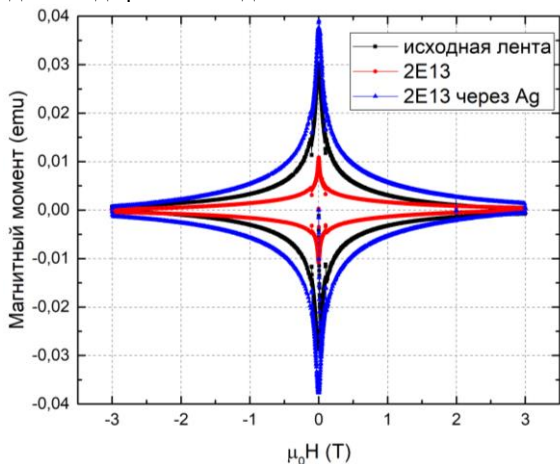


Рис. 1 Зависимость магнитного момента от величины внешнего магнитного поля для различных образцов при 77 К

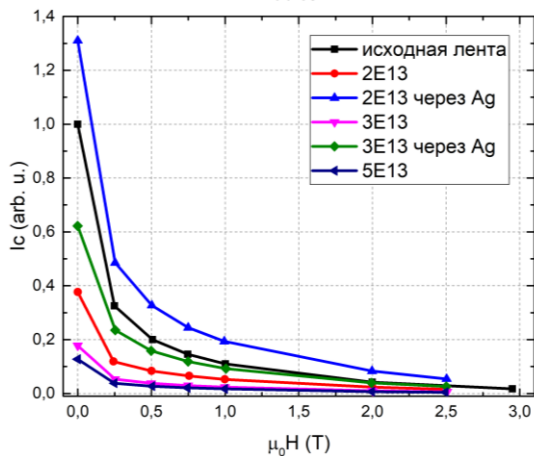


Рис. 2 Зависимость нормированного критического тока от величины внешнего магнитного поля для различных образцов при 77 К.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Росатома в рамках научного проекта № 20-08-00811. (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. ABIN^{1*}, 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 Engineering Physics Institute), Moscow, Russia*

²*National Research Centre "Kurchatov Institute", Moscow, Russia*

*e-mail: Dima_abin@mail.ru

INFLUENCE OF IRRADIATION WITH IRON IONS ON THE CRITICAL CHARACTERISTICS 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 have high critical current densities in strong magnetic fields, this makes them an extremely promising material for use in accelerators and tokamaks, induction energy storage devices, and high-field research magnets. To increase the current-carrying capacity of the HTS tape, additional defects are created in the superconducting layer, which serve as artificial pinning centers (APC) of Abrikosov vortices. Different types and concentrations of APC can have different effects on the current-carrying capacity of the tape, for example, reduce the critical current relative to the unmodified tape at a temperature of 77 K in its own magnetic field, but increase it at temperatures below 40 K in an external magnetic field above 10 T.

In this work, APC were created in an industrial HTS tape of the 2nd generation by irradiation with Fe²⁺ iron ions with an energy of 5,6 MeV at T = 300 K and fluences in the range of $2,0 \times 10^{13} - 5,0 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$. The choice of iron ions is due to the presence of their magnetic properties. Before exposure, the copper layer was removed from the surface of the samples by chemical etching, and on some samples, the silver layer as well. The ion beam hits a HTS layer ~2 μm thick, and in half of the samples the beam first passes through a silver layer ~ 1.5 μm thick. For each sample, the dependence of the magnetic moment on the external magnetic field was measured on a vibrating magnetometer in the temperature range 5–77 K. An improvement in the current-carrying capacity of an HTS tape irradiated through a silver layer with a fluence of $2,0 \times 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ and degradation of a sample with an open HTS layer irradiated with the same fluence is shown (fig. 1,2). Simulation of irradiation in the SRIM package shows that in the presence of a silver layer on the tape, a significant implantation of iron ions occurs in the HTS layer, and in the case of an open HTS layer, most of the ions are implanted in the substrate layers, and defects in the form of vacancies are created in the HTS layer.

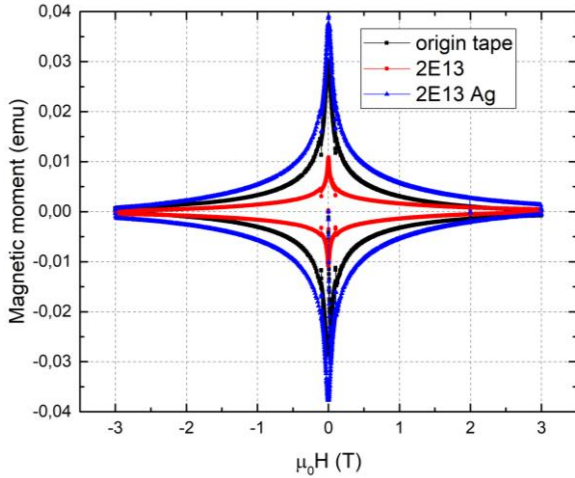


Fig. 1 Dependence of the magnetic moment on the magnitude of the external magnetic field for various samples at 77 K

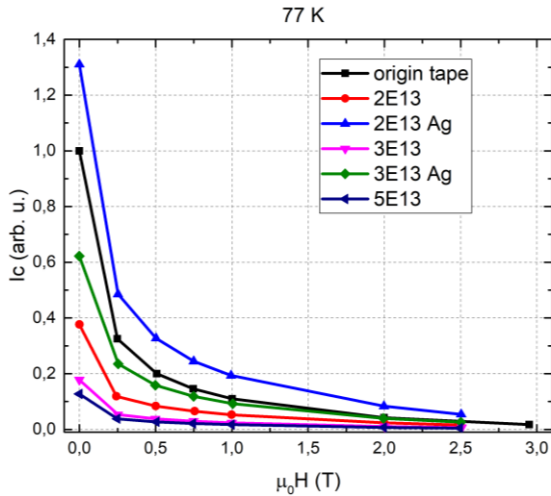


Fig. 2 Dependence of the normalized critical current on the magnitude of the external magnetic field for various samples at 77 K.

This work was funded by RFBR and ROSATOM, project number № 20-08-00811. (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).

Н.А. ЕПИФАНОВ, А.С. ДЕМИН, Е.В. МОРОЗОВ,
И.С. МОНАХОВ

ФГБУН Институт металлургии и материаловедения
им.А.А. Байкова РАН, Москва, Россия
e-mail: mophix94@gmail.com

ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНЫХ ПОТОКОВ ИОНОВ ГЕЛИЯ И ГЕЛИЕВОЙ ПЛАЗМЫ НА СОСТОЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ СПЛАВА ИНКОНЕЛЬ 718

Исследовано изменение состояния поверхностного слоя (*ПС*) сплава Инконель 718, приготовленного по аддитивной технологии методом селективного лазерного сплавления с последующей термической обработкой, в условиях многократных импульсных воздействий потоков ионов гелия (*ИГ*) и гелиевой плазмы (*ГП*). Жаропрочный сплав на никелевой основе Инконель 718, благодаря комплексу высоких механических и коррозионных свойств, которые он сохраняет при высоких температурах (вплоть до $\sim 1000^\circ\text{C}$), широко применяется в авиакосмической и нефтехимической отраслях промышленности. В литературе обсуждается вопрос об использовании высоконикелевых сплавов в качестве кандидатных материалов для оболочек тепловыделяющих элементов и чехлов тепловыделяющих сборок ядерных реакторов. Облучение образцов проведено в установке Плазменный фокус «Вихрь» (рис.1) в двух режимах: в мягком режиме с плотностью мощности излучения $q = 2 \cdot 10^8 \text{ Вт/см}^2$ при длительности импульса $\tau = 50 \text{ нс}$ и в жестком режиме ($q_0 = 1,5 \cdot 10^9 \text{ Вт/см}^2$, $\tau = 25 \text{ нс}$). Число импульсных воздействий в экспериментах составляло $N = 10$ и 20.

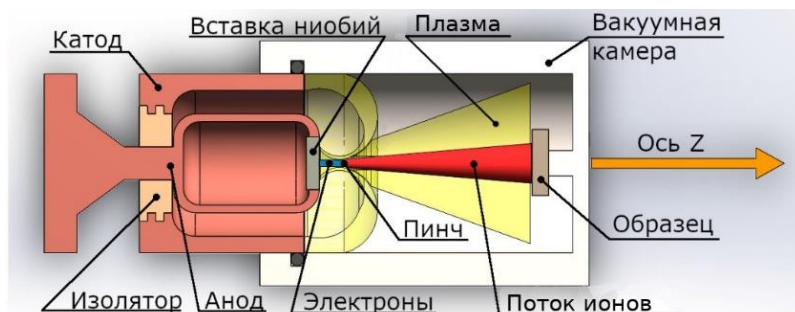


Рис.1. Схема облучения образцов сплава Инконель 718 в установке «Вихрь»

Показано, что в каждом режиме облучения происходили процессы распыления и испарения *ПС* сплава, а также его плавление и кристаллизация расплава с высокой скоростью. При этом поверхность сплава приоб-

ретала волнообразный рельеф (см. Рис.2 и 3). В мягком режиме облучения в микроструктуре *ПС* наблюдали поры, а при более жестких энергетических воздействиях появлялись также поверхностные микротрещины и блистеры с разрушенными оболочками.

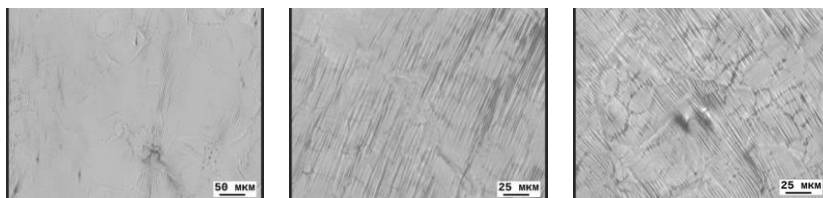


Рис.2 Микроструктура участков поверхностного слоя сплава Инк.718, облученного в мягком режиме (оптическая микроскопия).

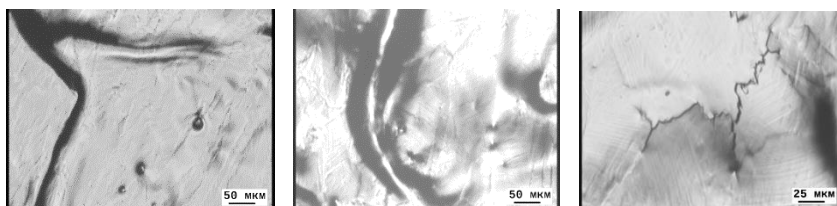


Рис.3 Микроструктура участков поверхностного слоя сплава Инк.718, облученного в жестком режиме (оптическая микроскопия).

Методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) выявлены особенности формирования ячеистой микроструктуры *ПС* исследуемого сплава при реализованных режимах облучения потоками *ИГ* и *ГП*. Специфика рассматриваемой микроструктуры заключается в том, что она представляет собой совокупность параллельных плоскостей, состоящих из мелких ячеек размером ~ 200 нм. В отдельных участках сплава наблюдаются расположенные параллельно друг другу столбцы, представляющие собой ряды цепочек из мелких ячеек (рис.4).

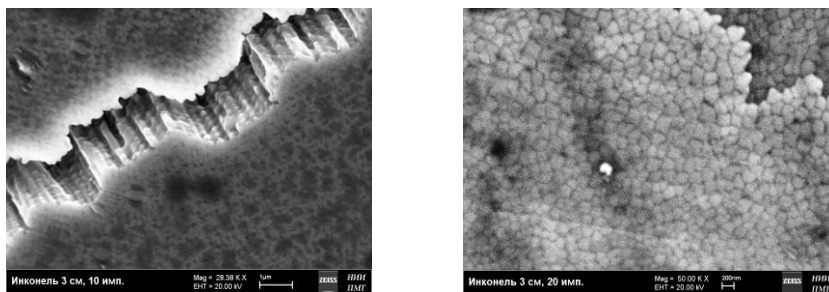


Рис.4 Микроструктура участков поверхностного слоя сплава Инк.718, облученного потоками *ИГ* и *ГП* в жестком режиме (СЭМ).

При анализе микроструктуры облучённой поверхности методами СЭМ в ряде участков *ПС* наблюдались линии скольжения (Рис.5), свидетельствующие о протекании процесса пластической деформации (*ПД*). Наиболее интенсивно *ПД* протекала в центральной зоне облучения сплава, где встречаются участки с тремя системами линий скольжения (рис.5 б,в). Пластическая деформация в облученных *ПС* сплава протекала под действием возникавших при охлаждении термических напряжений, и в различных локальных участках *ПС* зависела от ориентировки микрокристаллитов относительно оси приложенного напряжения.

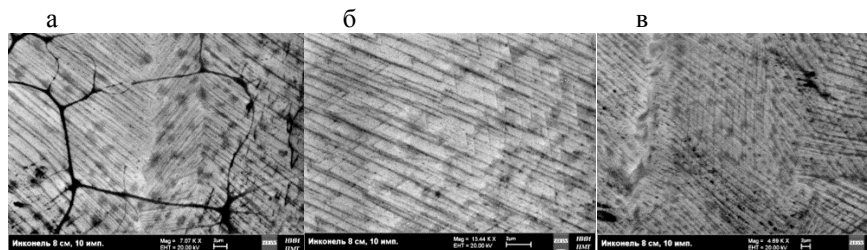


Рис.5 Микроструктура участков поверхности сплава Инк.718, облученного потоками *ИГ* и *ГП* в мягком режиме, при $N=10$, содержащая линии скольжения. (СЭМ)

Степень эрозии сплава за счет импульсного испарения и распыления определяли взвешиванием образца-мишени до и после облучения. Результаты оценок толщины слоя h , удаленного потоками *ИГ* и *ГП* за один импульс представлены в таблице 1. Из таблицы видно, что интенсивность эрозии сплава увеличивается с ростом плотности мощности падающего на образец-мишень излучения. В то же время в пределах одного режима облучения с ростом числа импульсов наблюдается снижение величины h .

Таблица 1. Эрозия сплава Инконель 718 при облучении *ИГ* и *ГП*

Режим облучения	Номер образца	Число имп. возд. N	Потеря массы за импульс ($\Delta m/N$), г	Толщина испарен. слоя за один импульс h , мкм/имп.
мягкий	1	10	$8,5 \times 10^{-5}$	0,13
	2	20	$4,0 \times 10^{-5}$	0,04
жесткий	3	10	$1,8 \times 10^{-4}$	0,27
	4	20	$1,6 \times 10^{-4}$	0,16

N.A. EPIFANOV, A.S. DEMIN, E.V. MOROZOV,
I.S. MONAKHOV

*Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science Russian Academy
of Sciences, Moscow, Russia*
e-mail: mophix94@gmail.com

THE EFFECT OF HELIUM IONS AND HELIUM PLASMA PULSED FLUXES ON THE SURFACE LAYER STATE OF THE INCONEL 718 ALLOY

The alteration of the Inconel 718 alloy surface layer (SL), prepared by additive technology by selective laser fusion with subsequent heat treatment, under conditions of multiple pulsed effects of helium ion fluxes (HI) and helium plasma (HP) was investigated. The heat-resistant nickel-based alloy Inconel 718, due to a complex of better mechanical and corrosion properties, which it retains at high temperatures (up to $\sim 1000^{\circ}\text{C}$), is widely used in the aerospace and petrochemical industries. The exploitation of high-nickel alloys as candidate materials for the fuel elements shells and fuel assembly's covers of nuclear reactors is discussed in the literature. Sample irradiation was performed in the Plasma focus "Vortex" device (Fig. 1) in two regimes: the soft one (radiation power density $q = 2 \cdot 10^8 \text{ W/cm}^2$, pulse duration $\tau = 50 \text{ ns}$) and the harsh one (radiation power density $q_0 = 1,5 \cdot 10^9 \text{ W/cm}^2$, pulse duration $\tau = 25 \text{ ns}$). The number of pulse actions in the experiments was $N = 10$ and 20 .

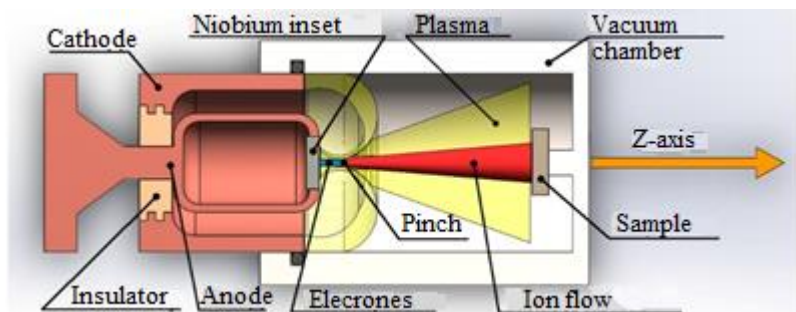


Fig. 1. Scheme of Inconel 718 alloy samples irradiation in the PF "Vortex" device

It is shown that in each irradiation mode, the processes of atomization and evaporation of the SL, as well as its melting and crystallization of the melt at a high rate, took place. At the same time, the surface of the alloy acquired an undulating relief (see Fig. 2 and 3). In the soft irradiation mode, pores were observed in the microstructure of the PS, and with more severe energy effects, surface microcracks and blisters with destroyed shells also appeared.

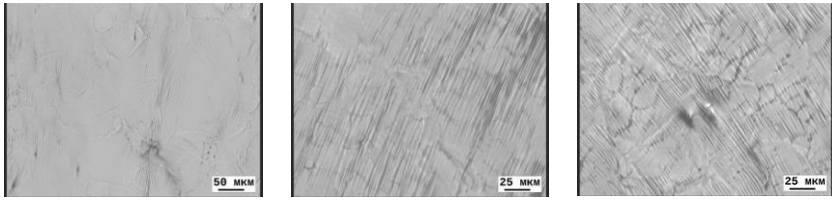


Fig.2. Microstructure of sections of the surface layer of Inc.718 alloy irradiated in soft mode (optical microscopy).

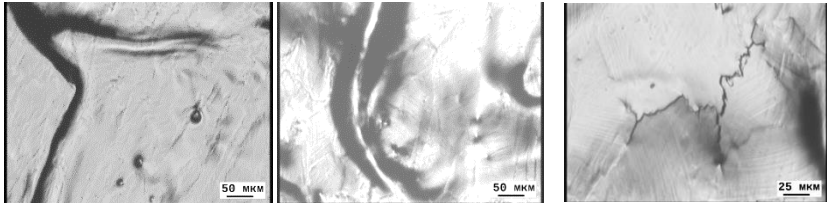


Fig.3. Microstructure of sections of the surface layer of Inc.718 alloy irradiated in harsh mode (optical microscopy).

Scanning electron microscopy (SEM) methods revealed the features of the formation of the cellular microstructure of the PS of the alloy under study under the realized modes of irradiation with HI and HP streams. The specificity of the microstructure under consideration is that it is a collection of parallel planes consisting of small cells with a size of ~ 200 nm. In some sections of the alloy, columns located parallel to each other are observed, representing rows of small cells (Fig.4).

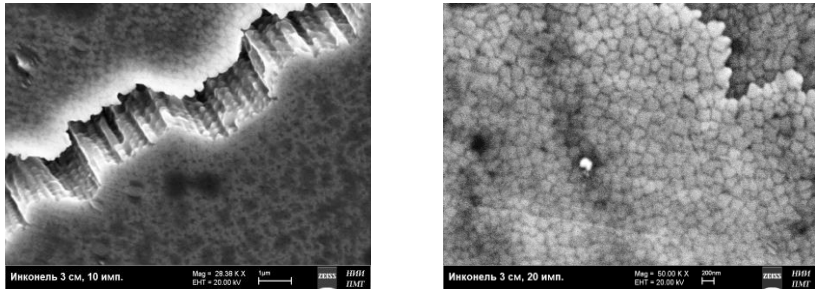


Fig. 4. Microstructure of the sections of the surface layer of Zinc.718 alloy irradiated by HI and HP flows in the harsh mode (SEM).

When analyzing the microstructure of the irradiated surface by SEM methods, slip lines were observed in a number of SL sections (Fig.5), indicating the course of the plastic deformation process (PD). PD proceeded most intensively

in the central irradiation zone of the alloy, where the areas with three systems of sliding lines are noticed (Fig. 5 b, c). Plastic deformation in the irradiated SL of the alloy proceeded under the influence of thermal stresses arising during cooling, and in various local sections of the SL depended on the orientation of microcrystallites relative to the axis of the applied stress.

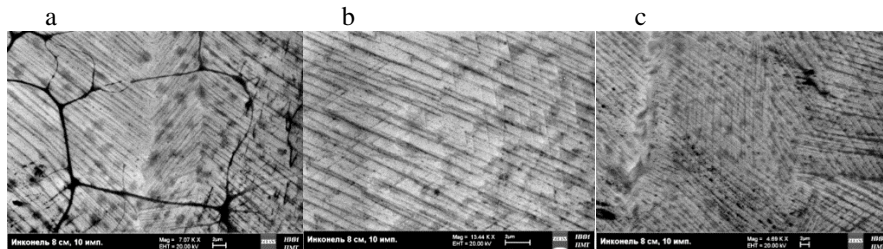


Fig. 5. The microstructure of the surface areas of the Inconel 718 alloy irradiated by HI and HP flows in the soft mode, at $N = 10$, containing sliding lines. (SEM)

Erosion degree of the alloy due to pulsed evaporation and sputtering was determined by weighing the target sample before and after irradiation. The results of the estimates of the thickness of the layer h removed by the HI and HP flows in one pulse are presented in Table 1. It can be seen from the table that the intensity of erosion of the alloy increases with an increase in the power density of the radiation incident on the target sample. At the same time, within the same irradiation mode, a decrease in the value of h is observed with an increase in the number of pulses.

Table 1. Erosion of Inconel 718 alloy under HI and HP irradiation

Irradiation regime	Sample number	Number of pulses, N	Weight loss per shot ($\Delta m/N$), g	Thickness of the vaporized layer per shot h , $\mu\text{m/pul.}$
soft	1	10	$8,5 \times 10^{-5}$	0,13
	2	20	$4,0 \times 10^{-5}$	0,04
harsh	3	10	$1,8 \times 10^{-4}$	0,27
	4	20	$1,6 \times 10^{-4}$	0,16

А.В. КЛАУЗ ^{*1,2}, С.В. РОГОЖКИН ^{1,2}, А.А. ХОМИЧ ^{1,2},
А.А. БОГАЧЁВ ^{1,2}, А.Г. ЗАЛУЖНЫЙ ^{1,2},

¹ Курчатовский комплекс теоретической и экспериментальной физики
Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»,

² Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
e-mail: artem.klauz@gmail.com

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Fe НА НАНОСТРУКТУРУ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ МЕТОДАМИ УЛЬТРАМИКРОСКОПИИ

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 до 150 смещений на атом (сна) при температурах 400–700 °С. Такая нагрузка может быть выдержана материалом, в структуру которого входят оксидные частицы. Известно, что присутствие в материале большого числа мало-размерных оксидных частиц приводит к улучшению механических характеристик ДУО стали [1,2].

Для анализа эволюции распределения оксидных включений в материале в процессе облучения, были проведены имитационные эксперименты по облучению образцов ДУО стали 10Cr ODS, KP-3 ODS и Eurofer ODS ионами Fe²⁺ с энергией 5,6 МэВ до повреждающих доз 3, 6 и 30 сна при температуре 350 °С и до дозы 100 сна при температуре 500 °С. Исследование проводилось с использованием современных методов ультрамикроскопии: просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии [3].

В исходном состоянии сталей обнаружены оксидные включения и кластеры. Средний размер оксидов варьировался от 3 до 8 нм, их объёмная плотность составляла от $2 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $13 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$. Объёмная плотность кластеров 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 [4].

Обнаружено, что при ионном облучении происходит частичное растворение кластеров и уход элементов в матрицу. Анализ химического состава кластеров показал, что с увеличением дозы облучения существенно уменьшается содержание Cr и V в кластерах, при этом концентрация Ti,

Y, O сохраняется в пределах погрешности, что говорит о стабильности кластеров типа Ti-Y-O. Продемонстрировано, что оксидные включения в стали Eurofer ODS более стабильны к ионному облучению до дозы 30 сна при 350 °С, чем включения в сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS .

Исследования, облучённых до 100 сна при 500 °С образцов, показали резкое уменьшение объёмной плотности оксидных частиц в сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS с $(13 \pm 2) \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $(2 \pm 1) \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ и с $(9 \pm 2) \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $(2 \pm 1) \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ соответственно. В стали Eurofer ODS объёмная плотность оксидных частиц не изменилась в пределах погрешности (от $(4 \pm 1) \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $(3 \pm 1) \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$).

Комплекс исследований показал, что сталь Eurofer ODS имеет стабильные частицы не только в области нижней границы температурного интервала эксплуатации, но для промежуточных температур эксплуатации.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 22-29-01279)»

1. B. Mouawad, X. Boulnat, D. Fabrègue, M. Perez, Y. de Carlan. Tailoring the microstructure and the mechanical properties of ultrafine grained high strength ferritic steels by powder metallurgy, Journal of Nuclear Materials, 465 (2015) 54-62, DOI: 10.1016/j.jnucmat.2015.05.053.
2. Xu S., Zhou Z., Jia H., Yao Z. // Steel research int. 2018. V. 90. P. 1800594. DOI:10.1002/srin.201800594
3. Michael K. Miller. Oak Ridge National Laboratory, P.O. Box 2008, Building 4500S, Mississippi 6136, Oak Ridge, Tennessee 37831-6136 "Atom probe tomography", Review of Scientific Instruments 78, 031101 (2007), DOI: 10.1063/1.2709758
4. С.В. Рогожкин, А.А. Хомич, А.А. Богачев, А.А. Никитин, В.В. Хорошилов, А.А. Лукьянчук, О.А. Разницын, А.С. Шутов, А.Л. Васильев, М.Ю. Пресняков, Детальный анализ наноструктуры дисперсно-упрочненных оксидами сталей - перспективных материалов ядерных реакторов, Ядерная физика и инжиниринг, 2020, том 11, № 1, с. 22–31.

A.V. KLAUZ^{*1,2}, S.V. ROGOZHKIN^{1,2}, A.A. KHOMICH^{1,2},

A.A. BOGACHEV^{1,2}, A.G. ZALUZHNYI^{1,2},

¹*Kurchatov Complex of theoretical and experimental physics
National Research Centre "Kurchatov Institute"*

²*National Research Nuclear University MEPhI*

*e-mail: artem.klauz@gmail.com

STUDY OF THE INFLUENCE OF Fe ION IRRADIATION ON THE NANOSTRUCTURE OF DISPERSION-STRENGTHENED OXIDES STEELS WITH ULTRAMICROSCOPY METHODS

Dispersion-strengthened oxide steels are potential core materials for the next generation of fast-neutron reactors. They are expected to withstand radiation loads up to damaging of up to 150 displacements per atom (dpa) at temperatures of 400-700 °C. Such a load can be withstood by a material whose structure includes oxide particles. It is known that the presence of a large number of small oxide particles in the material leads to an improvement in the mechanical characteristics of ODS steels [1,2].

To analyze the evolution of the distribution of oxide inclusions in the material after irradiation, simulation experiments were performed to irradiate 10Cr ODS, KP-3 ODS and Eurofer ODS steel samples with Fe²⁺ ions at 5.6 MeV to damaging doses of 3, 6 and 30 dpa at 350 °C and to a dose of 100 dpa at 500 °C. The study was carried out using modern ultramicroscopy methods: transmission electron microscopy and atom probe tomography [3].

Oxide inclusions and clusters were detected in the initial state of the steels. The average size of the oxides ranged from 3 to 8 nm and their densities ranged from $2 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ to $13 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$. The density of the clusters ranged from $2 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ to $4 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$. The increase of Ti concentration up to 0.3 at. %, lead to a decrease in size of clusters and oxides and to increase their density. It was also shown that Ti contributes more to the formation of clusters than V and Zr [4].

It was discovered that ion irradiation causes partial dissolution of clusters and activates movement elements from clusters into the matrix. Analysis of the chemical composition of the clusters showed that the content of Cr and V in the clusters decreases significantly with increase of irradiation dose, while the concentration of Ti, Y, O remains within the error range, which indicates the stability of the Ti-Y-O type clusters. It was demonstrated that oxide inclusions in Eurofer ODS steel are more stable to ion irradiation up to 30 dpa at 350 °C than inclusions in 10Cr ODS and KP-3 ODS steels.

Studies of samples irradiated up to 100 dpa at 500 °C showed a sharp decrease in the density of oxide particles in 10Cr ODS and KP-3 ODS steels from $(13 \pm 2) \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ to $(2 \pm 1) \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ and from $(9 \pm 2) \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ to $(2 \pm 1) \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ respectively. In Eurofer ODS steel, the density of oxide particles did not change within the margin of error (from $(4 \pm 1) \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ to $(3 \pm 1) \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$).

The complex of studies showed that Eurofer ODS steel has stable particles not only in the area of the lower limit of the operating temperature interval, but also at intermediate operating temperatures.

The study was funded by a grant from the Russian Science Foundation (Project No. 22-29-01279).

1. B. Mouawad, X. Boulnat, D. Fabrègue, M. Perez, Y. de Carlan. Tailoring the microstructure and the mechanical properties of ultrafine grained high strength ferritic steels by powder metallurgy, *Journal of Nuclear Materials*, 465 (2015) 54-62, DOI: 10.1016/j.jnucmat.2015.05.053.
2. Xu S., Zhou Z., Jia H., Yao Z. // *Steel research int.* 2018. V. 90. P. 1800594. DOI:10.1002/srin.201800594
3. Michael K. Miller. Oak Ridge National Laboratory, P.O. Box 2008, Building 4500S, Mississippi 6136, Oak Ridge, Tennessee 37831-6136 "Atom probe tomography", *Review of Scientific Instruments* 78, 031101 (2007), DOI: 10.1063/1.2709758
4. Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Bogachev A.A., Nikitin A.A., etc., *Comprehensive analysis of nanostructure of oxide dispersion strengthened steels as prospective materials for nuclear reactors*, *Nuclear physics and engineering*, 2020, Vol. 11, № 1, pp. 22–31.

Н.А. ПУХАРЕВА^{1*}, П.С. ДЖУМАЕВ¹, Е.Д. МАЛИНОВСКИЙ¹
¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия

*e-mail: puhareva.natalja@yandex.ru

ПОВЕРХНОСТНАЯ ОБРАБОТКА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ ПОТОКАМИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ИМПУЛЬСНОЙ ПЛАЗМЫ

Высокоэнтروпийные сплавы (ВЭС) представляют собой новый класс многокомпонентных сплавов, которые привлекают все большее внимание материаловедов. С термодинамической точки зрения, ВЭС должны обладать гораздо большей энтропией смешения по сравнению с обычными сплавами, что может привести к подавлению образования упорядоченных интерметаллических соединений, способствуя образованию однофазных твердых растворов с простыми кристаллическими структурами [1]. Однако, экспериментальные исследования показали, что большинство из сплавов не имеют однофазной микроструктуры, и в дополнение к неупорядоченным твердым растворам образуются интерметаллические соединения, такие как фазы Лавеса, σ -фазы или фазы типа B2 [2,3].

Добиться формирования однофазной структуры высокоэнтропийного сплава можно путем получения сплава методом искрового плазменного спекания (ИПС), магнетронного осаждения или путем обработки концентрированными потоками энергии (КПЭ), в частности, потоками высоко-температурной импульсной плазмы (ВТИП). Цель работы заключалась в исследовании возможности получения однофазной структуры высокоэнтропийных сплавов тугоплавких металлов AlCrMoTaTi и AlCrNbTaTi путем обработками потоками ВТИП. В качестве плазмообразующего газа выступали азот и гелий.

Выявлены изменения в фазовом составе до и после обработки потока-ми плазмы методом рентгеноструктурного анализа. Сплавы в изначальном состоянии имеют многофазную структуру, содержащую твердый раствор и интерметаллиды. Обработка гелиевой плазмой удельной энергией потоков 26 Дж/см² приводит к формированию однофазного ОЦК-твердого раствора, в то время, как обработка азотной плазмой с удельной энергией 18 и 21 Дж/см² приводит к образованию новых нитридных фаз в приповерхностном слое, что связано с взаимодействием азота с атомами сплавов.

1. Yeh J, Chen Y.L, et al. High-entropy alloys – a new era of exploitation. // Mater Sci Forum, 560 (2007) <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.560.1>
2. Gao M et al. High entropy alloys: fundamentals and applications. Cham: Springer International Publishing, 2016.
3. Miracle DB, Senkov ON. A critical review of high entropy alloys and related concepts // Acta Mater, 122 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>

N.A. PUKHAREVA^{1*}, P.S. DZHUMAEV¹, E.D. MALINOWSKY¹

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

*e-mail: puhareva.natalja@yandex.ru

SURFACE TREATMENT OF HIGH-ENTROPY ALLOYS BY HIGH-TEMPERATURE PULSED PLASMA FLOWS

High-entropy alloys (HEAs) represent a new class of multicomponent alloys that are attracting more and more attention from materials scientists. From a thermodynamic point of view, HEA should have a much higher entropy of mixing compared than conventional alloys, which can lead to the suppression of the formation of ordered intermetallic compounds, contributing to the formation of single-phase solid solutions with simple crystal structures [1]. However, experimental studies have shown that most of the alloys do not have a single-phase microstructure, and in addition to disordered solid solutions, intermetallic compounds are formed, such as Laves phases, σ -phases or B2-type phases [2,3].

It is possible to achieve the formation of a single-phase structure of a high-entropy alloy by obtaining an alloy by the method of spark plasma sintering (SPS), magnetron deposition, or by processing with concentrated energy flows (CFE), in particular, high-temperature pulsed plasma flows (HTPPF). The purpose of the work was to study the possibility of obtaining a single-phase structure of refractory high-entropy alloys AlCrMoTaTi and AlCrNbTaTi by treatment of HTPPF. Nitrogen and helium acted as the plasma-forming gas.

Changes in the phase composition before and after the treatment of plasma flows by X-ray diffraction analysis were revealed. Alloys in their original state have a multiphase structure containing a solid solution and intermetallic compounds. Treatment with helium plasma with a specific energy of flows of 26 J/cm² leads to the formation of a single-phase bcc solid solution, while treatment with nitrogen plasma with a specific energy of 18 and 21 J/cm² leads to the formation of new nitride phases in the near-surface layer, which is associated with the interaction of nitrogen with atoms of alloys.

1. Yeh J, Chen Y.L, et al. High-entropy alloys – a new era of exploitation. // *Mater Sci Forum*, 560 (2007) <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.560.1>
2. Gao M et al. High entropy alloys: fundamentals and applications. Cham: Springer International Publishing, 2016.
3. Miracle DB, Senkov ON. A critical review of high entropy alloys and related concepts // *Acta Mater*, 122 (2017). <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>

А.С. ДОЛГИН^{1*}, А.А. СОЛДАТОВ², А.Р. КОВАЛЬ²,
С.П. БОГДАНОВ²

¹*Институт химии силикатов им. И.В. Гребенщикова РАН, Санкт-Петербург, Россия*

²*Санкт-Петербургский Государственный технологический институт (технический университет), Санкт-Петербург, Россия*

*e-mail: dolgin.andrey@inbox.ru

FDM 3D-ПЕЧАТЬ КЕРАМИЧЕСКИМИ ПАСТАМИ

На сегодняшний день 3D-печать керамикой является перспективным направлением развития аддитивных технологий. Активно развивающееся направление, позволяет достигнуть новых качеств материала и развивать новые направления в различных сферах применения. В работах академика В.Я. Шевченко предложена идея использования керамических материалов со сложной топологией для условий экстремальных нагрузок [1]. Создать такие изделия возможно только с использованием 3D печати.

Оксид алюминия является одним из самых распространённых керамических материалов. Главным недостатком изготовления изделий из корунда, является его высокая температура спекания (1800°C). Для снижения температуры спекания корундовых изделий используют порошки со спекающими добавками. Основываясь на работе [2], в качестве спекающих добавок были выбраны металлические порошки Ti и Mn.

Кроме выбора спекающей добавки необходимо выбрать метод для её равномерного распределения в исходной смеси, так как распределить 3 масс% равномерно очень сложно. В данной работе, для равномерного распределения добавки был выбран метод плакирования порошков, с помощью газотранспортных реакций. Этот метод позволяет равномерно распределить добавки по всей поверхности корундового порошка и интенсифицировать процесс спекания.

Плакирование порошков проводили на установке, изображенной на рисунке 1. Методика включает в себя следующие операции: дозирование и смешение основного компонента (Al₂O₃), плакирующего металла (Ti, Mn) и йода; загрузка смеси (1) в герметичный кварцевый реактор (3); вакуумирование и промывка реактора аргоном; создание в реакторе необходимой газовой атмосферы; загрузка реактора в разогретую печь (2) и выдержка в течение заданного времени; охлаждение реактора, с последующей его разборкой и выгрузкой продуктов.

В качестве материалов для 3D-печати в работе использованы керамические пасты - шликер, представляющие собой смесь порошков корунда с покрытиями Ti и Mn с парафином (Σ 15 масс.%).

Разработанный экструдер для печати керамикой состоит из компрессора (1), который подаёт разогретый до температуры 80°C материал из резервуара (2) в экструдер (3) FDM 3D-принтера (рисунок 2).

Полученные после печати изделия по своим свойствам ничем существенно не отличаются от заготовок, получаемых традиционными методами шликерного литья. Поэтому их дальнейшую обработку проводили по традиционной технологии: сушка заготовок (медленный нагрев до 200°C) и последующее спекание сырца (температура спекания 1400°C и выдержка 2 часа).

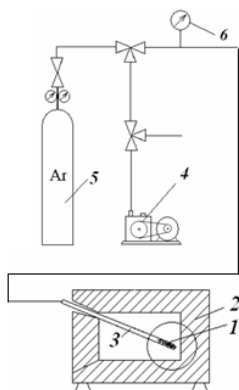


Рисунок 1 - Схема установки для газового транспорта: 1 – смесь реагентов, 2 – электрическая печь сопротивления, 3 - кварцевый реактор, 4 – вакуумный насос, 5 – баллон с аргоном, 6 – мановакуумметр.

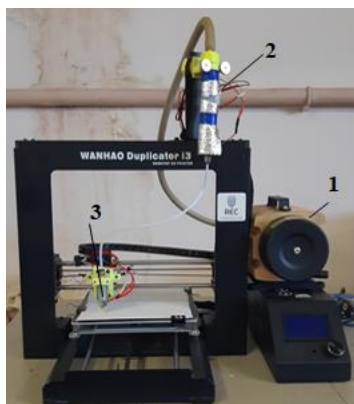


Рисунок 2 – FDM 3D-принтер с экструдером для печати керамическими пастами: 1 – компрессор, 2 – резервуар с керамическими пастами, 3 – экструдер 3D-принтера.

1. В.Я. Шевченко, М.М. Сычев, А.Е. Лапшин, Л.А. Лебедев. Керамические материалы с топологией трижды периодических поверхностей минимальной энергии для конструкций, работающих в условиях экстремальных нагрузжений. *ФиХС* 2017, т. 43, №6, С. 88-91. <https://elibrary.ru/item.asp?id=30628298>
2. Павлушкин Н.М. *Спечённый корунд*, М.: Гос. Изд-во по строительству, архитектуре и строительным материалам, 1961, - 195 с.

Работа выполнена в рамках госзадания АААА-А19-119022290092-5

А.И. ГАБОВ*, С.Ж. КАРАЖАНОВ
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*
* e-mail: aigabov@mephi.ru

СИНТЕЗ ФОТОКАТАЛИЗАТОРОВ СО СМЕШАННЫМИ АНИОНАМИ: ОКСИНИТРИД $\text{SrTiO}_{3-x}\text{N}_x\text{:Al}$, ОКСИСУЛЬФИДЫ НА ОСНОВЕ Bi И Pb

Фотокаталитическое расщепление молекул воды под воздействием солнечного света является одним из способов использования солнечной энергии. Полученный фотокаталитическим методом водород, который затем может быть использован в качестве топлива, отличается чистотой, а сама реакция не требует повышенной температуры или давления. В основе этого процесса лежат фотокатализаторы, которые должны удовлетворять следующим требованиям: положения границ запрещённой зоны соответствуют потенциалам реакций образования водорода и кислорода, генерация и разделение носителей заряда проходит с высокой эффективностью, а сам материал стабилен в воде и не склонен к быстрой деградации. К настоящему моменту, с целью использования солнечной энергии для расщепления воды разработано множество различных фотокатализаторов, однако большинство из них неспособны осуществлять этот процесс под воздействием видимого света. Большие группы исследуемых материалов представляют оксиды (BaTiO_3 , SrTiO_3 и др.) и оксисульфиды. Один из широко исследуемых подходов для создания фотокатализаторов – создание материалов со смешанными анионами, которые имеют таким образом измененный уровень валентной зоны, чтобы фотокатализатор был способен генерировать носители заряда под воздействием видимого света. В целом, реализация такого подхода осуществляется двумя методами: допирование фотокатализатора анионами с сохранением его первоначальной структуры (например, замена части анионов кислорода в оксидах анионами серы или азота) или создание соединений со структурой, содержащей два или более типа анионов (например, оксинитриды, оксисульфиды).

В ходе работы проведены эксперименты по синтезу гидроксида и оксинитрида на основе оксида $\text{SrTiO}_3\text{:Al}$ допированного алюминием, а также оксисульфидов на основе Bi и Pb . Соединения $\text{SrTiO}_{3-x}\text{N}_x\text{:Al}$ и $\text{SrTiO}_{3-x}\text{N}_x\text{:Al}$ получены по следующему пути: твердофазная реакция для синтеза SrTiO_3 , реакция в расплаве солей для допирования алюминием, реакция оксида с гидридом кальция для получения гидроксида, и аммонолиз для превращения гидроксида в оксинитрид. Рассмотрено влияние количества алюминия на содержание водорода. Проведены эксперименты по синтезу новых оксисульфидов на основе Bi и Pb . Опробованы пути синтеза через твёрдофазные реакции и реакции в расплаве солей, которые не позволили достичь желаемых структур. В настоящий момент проводятся эксперименты по синтезу этих соединений при высоком давлении.

A.I. GABOV*, S.Z. KARAZHANOV

National Research Nuclear University «MEPhI», Moscow, Russia

*e-mail: aigabov@mephi.ru

MIXED ANION PHOTOCATALYSTS SYNTHESIS: SrTiO_{3-x}N_y:Al OXYNITRIDE, Bi AND Pb BASED OXYSULFIDES

Solar water splitting is one of the ways to use solar energy. Produced by the photocatalytic method hydrogen, which can then be used as a fuel, is pure, and its production does not require elevated temperature or pressure. The key of this process lies in photocatalysts, which must satisfy the following requirements: the valence and conduction bands correspond to hydrogen and oxygen evolution potentials, the charge carrier's generation and separation are highly efficient, and the material is stable in water and does not degrade easily. To date, many different photocatalysts for water splitting have been developed, but most of them are unable to carry out this process under the visible light. Large groups of studied materials are oxides (BaTiO₃, SrTiO₃, etc.) and oxysulfides. One common approach to obtain such photocatalysts is to create mixed anion materials that have the valence band level altered in such a way that the photocatalyst is capable of generating charge carriers when exposed to visible light. In general, this approach includes two methods: doping the photocatalyst with anions while preserving its original structure (for example, replacing part of the oxygen anions in oxides with sulfur or nitrogen anions) or creating compounds with a structure containing two or more types of anions (for example, oxynitrides or oxysulfides).

This work shows experiments on the synthesis of hydroxide and oxynitride based on SrTiO₃:Al oxide doped with aluminium, as well as oxysulfides based on Bi and Pb. The compounds SrTiO_{3-x}H_x:Al and SrTiO_{3-x}N_x:Al were obtained by the following route: solid-state reaction to synthesize SrTiO₃, flux reaction to dope it with aluminium, reaction of oxide with calcium hydride to obtain hydroxide, and ammonolysis to converse hydroxide to oxynitride. The effect of different amount of Al doping on H content was explored. Experiments were carried out to synthesize new Bi- and Pb-based oxysulfides. Synthesis routes employing solid-phase reactions and flux reactions were tested, but they did not lead to the desired structures. At the moment, experiments on the synthesis of these compounds at high pressure are being carried out.

Е.Д. ТАРАКАНОВ¹, Я.В. УЛЬЯНОВ^{1,2*}, А.В. РУДЫЙ²

¹Федеральное казённое предприятие «Государственный лазерный полигон «Радуга», Радужный, Российская Федерация

²Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Российская Федерация

*e-mail: anti-peace@yandex.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВА ИСХОДНЫХ ОБРАЗЦОВ АКТИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ЛАЗЕРНОЙ КЕРАМИКИ АЛЮМО-ИТТРИЕВОГО ГРАНАТА, ЛЕГИРОВАННОГО ИОНАМИ НЕОДИМА (Nd³⁺:YAG)

В работе представлены результаты экспериментальных исследований качества исходных образцов активных элементов лазерной керамики алюмоиттриевого граната, легированного ионами неодима (Nd³⁺:YAG), изготовленные на ФКП «ГЛП «Радуга» [1]. Определение полных потерь в образцах активных элементов опиралось на работу [2]. Для проведения экспериментов был использован волоконный лазер ЛК-100-ЛП-ОМ-В. Для определения полных потерь в активном элементе, была измерена мощность излучения иттербиевого лазера и мощность излучения после его прохождения через активный элемент. Эксперимент проводился с каждым из активных элементов Nd³⁺:YAG. Вначале был произведён расчет коэффициента пропускания активного элемента. Далее рассчитан коэффициент полных потерь для обоих образцов. В результате проведенных вычислений, средние значения полных потерь для образцов активных элементов Nd³⁺:YAG, с учетом погрешности [3], принимают допустимые значения.

Определение качества нанесенных покрытий также опиралось на работу [2]. Качество нанесенных покрытий на торцах активного элемента определяется коэффициентом отражения. Для этого была измерена мощность излучения иттербиевого лазера, которое падает на торец образца активного элемента, и мощность отраженного от торца активного элемента излучения. Эксперимент проводился с активными элементами Nd³⁺:YAG. Средние значения коэффициентов отражения на длине волны 1,07 мкм на границах для образца активного элемента Nd³⁺:YAG с учётом погрешности принимают допустимые значения.

Определение коэффициента пассивных потерь опиралось на работу [4]. Коэффициент пассивных потерь определяется на основе экспериментальных данных коэффициента пропускания образцов Nd³⁺:YAG, коэффициентов отражения излучения на границах сред. Для определения коэффициента пассивных потерь излучения был рассчитан коэффициент пропускания излучения на границе среды. В результате анализа полученных экспериментальных данных определены общие потери образцов активных элементов и коэффициент пассивных потерь. Образцы с концен-

трацией в 2% неодима имеют показатель общих потерь и коэффициент пассивных потерь более чем в три раза меньший, чем у образцов с содержанием неодима в 1%. И при этом коэффициент пропускания активного элемента с 2% неодима немного выше (на 0,1), чем у образцов с 1% неодима. Таким образом, образцы лазерной керамики Nd³⁺:YAG с большей концентрацией (2%) демонстрируют меньшие значения оптических потерь, что свидетельствует о лучшем качестве таких образцов.

1. В. В. Безогосный, В. В. Балашов, В. Д. Булаев, А. А. Каминский, А. Ю. Канаев, В. Б. Кравченко, А. В. Киселев, Ю. Л. Копылов, А. Л. Коромыслов, О. Н. Крохин, К. В. Лопухин, С. Л. Лысенко, М. А. Панков, К. А. Полезов, Ю. М. Попов, Е. А. Чешев, И. М. Тупицын, “Генерационные характеристики новых лазерных керамик отечественного производства”, Квантовая электроника, 48:9 (2018), 802–806 [Quantum Electron., 48:9 (2018), 802–806]
2. Solid State Laser, Edited by Amin H. Al-Khursan p. cm. ISBN 978-953-51-0086-7.
3. Лабораторные занятия по физике: Учебное пособие/Гольдин Л.Л., Игошин Ф.Ф., Козел С.М. и др. Под ред. Гольдина Л.Л. - М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1983. - 704 с.
4. Звелто О. Принципы лазеров / Пер. под науч. ред. Т. А. Шмаонова. 4-е изд. — СПб.: Издательство «Лань», 2008. — 720 с : ил. - (Учебные пособия для вузов. Специальная литература). ISBN 978-5-8114-0844-3

E.D. TARAKANOV¹, Y.V. ULYANOV^{1,2*}, A.V. RUDIY²

¹Federal state enterprise “State laser polygon Raduga”, Raduzhny, Russian Federation

²National research nuclear university “MEPhI”, Moscow, Russian Federation

*e-mail: anti-peace@yandex.ru

INVESTIGATION AND QUALITY DETERMINATION OF INITIAL SAMPLES OF ACTIVE ELEMENTS OF LASER CERAMIC YTTRIUM ALUMINUM GARNET DOPED WITH NEODIUM IONS (ND³⁺:YAG)

The paper presents the results of experimental studies of the quality of initial samples of active elements of laser ceramics of yttrium aluminum garnet doped with neodymium ions (Nd³⁺:YAG), manufactured at the FSE “SLP Raduga” [1]. The determination of total losses in samples of active elements was based on the work [2]. An LK-100-LP-OM-V fiber laser was used for the experiments. To determine the total losses in the active element, the radiation power of the ytterbium laser and the radiation power after it passed through the active element were

measured. The experiment was carried out with each of the Nd^{3+} :YAG active elements. First, the transmittance of the active element was calculated. Next, the total loss factor is calculated for both samples. As a result of the calculations, the average values of total losses for the images of Nd^{3+} :YAG active elements, taking into account the error [3], take on acceptable values.

Determining the quality of the deposited coatings was also based on the work [2]. The quality of the applied coatings on the ends of the active element is determined by the reflection coefficient. To do this, we measured the power of the ytterbium laser radiation, which falls on the end face of the sample of the active element, and the power of the radiation reflected from the end face of the active element. The experiment was carried out with Nd^{3+} :YAG active elements. The average values of the reflection coefficients at a wavelength of $1.07 \mu\text{m}$ at the boundaries for the Nd^{3+} :YAG active element sample, taking into account the error, take acceptable values.

The determination of the passive loss factor was based on the work [4]. The passive loss coefficient is determined on the basis of the experimental data on the transmittance of the Nd^{3+} :YAG samples, the coefficients of reflection of radiation at the boundaries of the media. To determine the coefficient of passive radiation loss, the transmission coefficient of radiation at the boundary of the medium was calculated. As a result of the analysis of the obtained experimental data, the total losses of samples of active elements and the passive loss coefficient were determined. Samples with a concentration of 2% neodymium have a total loss index and a passive loss factor more than three times lower than samples with a neodymium content of 1%. And at the same time, the transmittance of the active element with 2% neodymium is slightly higher (by 0.1) than that of samples with 1% neodymium. Thus, samples of Nd^{3+} :YAG laser ceramics with a higher concentration (2%) demonstrate lower optical losses, which indicates a better quality of such samples.

1. В. В. Безотосный, В. В. Балашов, В. Д. Булаев, А. А. Каминский, А. Ю. Канаев, В. Б. Кравченко, А. В. Киселев, Ю. Л. Копылов, А. Л. Коромыслов, О. Н. Крохин, К. В. Лопухин, С. Л. Лысенко, М. А. Панков, К. А. Полезов, Ю. М. Попов, Е. А. Чешев, И. М. Тупицын, “Генерационные характеристики новых лазерных керамик отечественного производства”, Квантовая электроника, 48:9 (2018), 802–806 [Quantum Electron., 48:9 (2018), 802–806]
2. Solid State Laser, Edited by Amin H. Al-Khursan p. cm. ISBN 978-953-51-0086-7.
3. Лабораторные занятия по физике: Учебное пособие/Гольдин Л.Л., Игошин Ф.Ф., Козел С.М. и др. Под ред. Гольдина Л.Л. - М.: Наука. Главная редакция физико-математической литературы, 1983. - 704 с.
4. Звелто О. Принципы лазеров / Пер. под науч. ред. Т. А. Шмаонова. 4-изд. — СПб.: Издательство «Лань», 2008. — 720 с : ил. - (Учебные пособия для вузов. Специальная литература). ISBN 978-5-8114-0844-3

Ю. С. ВЕРГУНОВА^{*}, С. Г. ВАДЧЕНКО, А.С. РОГАЧЕВ

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

**e-mail: Yulya-ser94@yandex.ru*

ПОЛУЧЕНИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ТУГОПЛАВКИХ ЭЛЕМЕНТОВ (Ti, V, Nb, Ta, Mo, W)

Высокоэнтروпийные сплавы (ВЭС) привлекают внимание, как новый класс материалов с особыми свойствами. По сравнению с обычными жаропрочными сплавами ВЭС на основе тугоплавких металлов обладают более высокой температурой плавления, хорошими механическими свойствами при высоких температурах и стойкостью к износу, окислению и коррозии.

Механическое сплавление (МС) или механическая активация (МА) порошков металлов позволяет синтезировать многокомпонентные сплавы с равномерным распределением всех элементов, что является преимуществом данного метода по сравнению с методами литья [1-3].

В данной работе высокоэнтропийные сплавы на основе тугоплавких металлов (Ti, V, Nb, Ta, Mo, W) были получены в результате механического сплавления смеси порошков в планетарной шаровой мельнице «Активатор 2S».

Для получения объемных ВЭС проводили консолидацию порошков сплавов методом искрового плазменного спекания (ИПС) в вакууме при температуре 1300 °С и традиционным спеканием в аргоне.

Исследования шлифов полученных порошков методом РЭМ показали, что однофазный твердый раствор с ОЦК структурой с равномерным распределением всех элементов в системах Ti-V-Nb-Mo-Ta, Ti-V-Nb-Ta-W образуется после 180 минут механической активации.

Полученные при спекании практически беспористые материалы сохраняли ОЦК структуру твердых растворов.

Средние значения микротвердости сплавов TiVNbMoTa и TiVNbTaW, спеченных после 180 минут МА, составили соответственно 6 и 8,5 ГПа.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 20-13-00277).

1. Wang, G., et al. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, (2019), 104988.
2. Liu, Q., et al. Journal of Materials Science & Technology, (2019) doi:10.1016/j.jmst.2019.07.013
3. Guo, W., et al. Journal of Alloys and Compounds, (2018). doi:10.1016/j.jallcom.2018.10.230.

YU. S. VERGUNOVA*, S. G. VADCHENKO, A. S. ROGACHEV
*Merzhanov Institute of Structural Macrokineics and Materials Science,
Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, 142432 Russia,
e-mail: Yulya-ser94@yandex.ru

OBTAINANCE OF HIGH-ENTROPY ALLOYS BASED ON REFRACTORY ELEMENTS (Ti, V, Nb, Ta, Mo, W)

High entropy alloys (HEAs) are attracting attention as a new class of raw materials with useful properties. Compared with conventional high temperature alloys, refractory metal HEAs have a higher melting point, good mechanical properties at high temperatures, and resistance to wear, oxidation, and attack.

Mechanical alloying (MA) or mechanical activation (MA) of powder metals makes it possible to synthesize multicomponent alloys with a uniform combination of all elements, which is an advantage of this method compared to the casting method [1–3].

In this work, high-entropy alloys based on refractory metals (Ti, V, Nb, Ta, Mo, W) were found as a result of mechanical alloying of a mixture of powders in an Activator 2S planetary ball box.

To obtain bulk HEAs, the concentration of powders is carried out by the method of spark plasma sintering (SPS) in vacuum at a temperature of 1300 °C and sintering in argon is observed.

The study of thin sections of powders by SEM measures that a solid solution with a single-phase BCC structure with a uniform consumption of all body elements in Ti-V-Nb-Mo-Ta, Ti-V-Nb-Ta-W affects after a 180-minute activation reaction.

Practically pore-free materials obtained during baking preserve the BCC bones of solid solutions.

The average microhardness values of the TiVNbMoTa and TiVNbTaW alloys sintered after 180 minutes of MA were 6 and 8.5 GPa, respectively.

The study was supported by the Russian Science Foundation (project no. 20-13-00277).

1. Wang, G., et al. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, (2019), 104988.
2. Liu, Q., et al. Journal of Materials Science & Technology, (2019) doi:10.1016/j.jmst.2019.07.013
3. Guo, W., et al. Journal of Alloys and Compounds, (2018). doi:10.1016/j.jallcom.2018.10.230.

В.А. ВОРКЕЛЬ^{1*}, Р.И. БОГДАНОВ¹

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

*e-mail: vvorkel@mail.ru

КОРРОЗИОННОЕ И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА CoCrFeNiMo В КИСЛЫХ И НЕЙТРАЛЬНЫХ ХЛОРИДСОДЕРЖАЩИХ СРЕДАХ

В настоящее время активно продолжаются исследование и разработка высокоэнтропийных материалов, в том числе сплавов системы CoCrFeNi. Для дальнейшей разработки высокоэнтропийных сплавов (ВЭС) с точки зрения практического использования необходимо глубокое понимание их свойств, а также возможность прогнозирования поведения этих материалов в долгосрочной перспективе. Тем не менее, на данный момент основной упор в исследованиях сделан на ускоренные испытания, а систематизированные данные о влиянии отдельных компонентов среды на коррозионную стойкость высокоэнтропийных сплавов отсутствуют [1–9]. Целью данной работы является определение коррозионной стойкости ВЭС CoCrFeNiMo по результатам длительных испытаний в кислых и нейтральных хлоридсодержащих средах в отсутствие и присутствии окислителя, а также оценка возможности прогнозирования коррозионной стойкости по результатам ускоренных испытаний.

В настоящей работе коррозионная стойкость ВЭС CoCrFeNiMo, полученного методом вакуумно-дуговой плавки и отожженного при 900 °С в течение 1 часа [4], исследована с помощью гравиметрических испытаний, электрохимических измерений, а также методами рентгеновской дифрактометрии и электронной микроскопии.

По результатам гравиметрических испытаний показано, что сплав CoCrFeNiMo обладает высокой коррозионной стойкостью в нейтральном и кислом растворах NaCl (скорость коррозии не выше 1 мкм/год). Сопротивление коррозии снижается при добавлении 0,01 М H₂O₂ в кислый раствор NaCl (скорость коррозии – около 21 мкм/год). Коррозионная стойкость значительно падает в растворе сильного окислителя FeCl₃ (скорость коррозии около 0,26 мм/год). По результатам исследования поверхностей образцов после испытаний показано, что фазы, в основном подверженные коррозии, обеднены хромом и молибденом. Фазы, обогащенные хромом и молибденом, становятся коррозионно поврежденными в присутствии FeCl₃ или при сильной анодной поляризации в кислом растворе NaCl, содержащем 0,01 М H₂O₂.

По результатам электрохимических измерений показано, что сплав CoCrFeNiMo обладает более высокой коррозионной стойкостью в нейтральных средах. Существенных изменений в электрохимическом по-

ведении сплава при добавлении 0,01 М H₂O₂ в кислый растворе NaCl не наблюдается.

Так, согласно результатам ускоренных испытаний, более значительное влияние на коррозионную стойкость сплава CoCrFeNiMo оказывает pH раствора. Тем не менее, с течением времени наличие сильного окислителя в среде становится более существенным фактором.

1. C.B. Nascimento, U.D. Donatus, C.T. Ríos, M.C. Lopes de Oliveira, R.A. Antunes, A review on Corrosion of High Entropy Alloys: Exploring the Interplay Between Corrosion Properties, Alloy Composition, Passive Film Stability and Materials Selection, *Mater. Res.* (2022) 16, <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2021-0442>.
2. N. Kumar, M. Fusco, M. Komarasamy, R.S. Mishra, M. Bourham, K.L. Murty, Understanding effect of 3.5 wt.% NaCl on the corrosion of Al_{0.1}CoCrFeNi high-entropy alloy, *J. Nucl. Mater.* 495 (2017) 154–163, <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.08.015>.
3. X. Shang, Z. Wang, Q. Wu, J. Wang, J. Li, J. Yu, Effect of Mo addition on corrosion behavior of high-entropy alloys CoCrFeNiMo_x in aqueous environments, *Acta Metall. Sin.* 32 (2019) 41–51, <https://doi.org/10.1007/s40195-018-0812-7>.
4. Z. Niu, Y. Wang, C. Geng, J. Xu, Y. Wang, Microstructural evolution, mechanical and corrosion behaviors of as-annealed CoCrFeNiMo_x (x = 0, 0.2, 0.5, 0.8, 1) high entropy alloys, *J. Alloys Compd.* 820 (2020) 153273, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153273>.
5. C. Dai, T. Zhaod, C. Dua, Z. Liua, D. Zhanga, Effect of molybdenum content on the microstructure and corrosion behavior of FeCoCrNiMo_x high-entropy alloys, *J. Mater. Sci. Technol.* 46 (2020) 64–73, <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.10.020>.
6. C.-H. Tsau, M.-C. Tsai, W.-L. Wang, Microstructures of FeCoNiMo and CrFeCoNiMo Alloys, and the Corrosion Properties in 1 M Nitric Acid and 1 M Sodium Chloride Solutions, *Materials* 15 (2022) 888, <https://doi.org/10.3390/ma15030888>.
7. Z. Wang, G.-H. Zhang, X.-H. Fan, J. Jina, L. Zhanga, Y.-X. Du, Corrosion behavior and surface characterization of an equiatomic CoCrFeMoNi high-entropy alloy under various pH conditions, *J. Alloys Compd.* 900 (2022) 163432, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.163432>.
8. W. Wang, J. Wang, Z. Sun, J. Li, L. Li, X. Song, X. Wen, L. Xie, X. Yang, Effect of Mo and aging temperature on corrosion behavior of (CoCrFeNi)_{100-x}Mo_x high-entropy alloys, *J. Alloys Compd.* 812 (2020) 152139, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152139>.
9. C. Dai, H. Luo, J. Li, C. Du, Z. Liu, J. Yao, X-ray photoelectron spectroscopy and electrochemical investigation of the passive behavior of high-entropy FeCoCrNiMo_x alloys in sulfuric acid, *Appl. Surf. Sci.* 499 (2020) 143903, <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.143903>.

И.Г. ПУЗАНОВА^{1*}, Д.А. ЧАРЕЕВ^{1,2}

¹ *Университет науки и технологий МИСиС, Москва, Россия*

² *Институт экспериментальной минералогии РАН, Черноголовка, Россия*

*e-mail: air4a@yandex.ru

СИНТЕЗ ЖЕЛЕЗОСОДЕРЖАЩИХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ СОСТАВА $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$

Для семейства высокотемпературных сверхпроводников на основе железа в области вблизи сверхпроводящего перехода были обнаружены некоторые аномалии, которые пока не имеют последовательного теоретического объяснения, в связи с чем актуальным является исследование наиболее простых по строению железных сверхпроводников. Также важным аспектом является возможность исследования причин возникновения и особенностей сверхпроводящего состояния в классе сверхпроводников на основе железа, которые имеют перспективы для промышленного применения.

FeSe – очень удобная система для экспериментального изучения электронных свойств сверхпроводников на основе железа. FeSe имеет самую простую кристаллическую структуру среди всех железных сверхпроводников и обладает достаточной устойчивостью.

Считается, что значительное увеличение температуры сверхпроводящего перехода при замещении селена более крупным теллуром может быть связано с искажением структуры «химическим сжатием» Fe-Se тетраэдров, сходным с физическим сжатием. Физическое сжатие структуры FeSe с помощью гидростатического давления приводит к почти рекордному увеличению температуры перехода в сверхпроводящее состояние [1].

Кристаллы $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$ были получены методом синтеза в солевом расплаве, а также при помощи газового транспорта в замкнутых цилиндрических реакционных сосудах из кварцевого стекла в горизонтальном температурном градиенте. В качестве транспортного реагента использовался AlCl_3 , AlBr_3 при применении метода газового транспорта был впервые удачно использован в качестве транспортного реагента PCl_5 для монокристаллов состава $\text{FeSe}_{1-x}\text{Te}_x$.

Для полученного образца $\text{FeSe}_{0.6}\text{Te}_{0.4}$ были проведены подробные измерения гальванометрических свойств и температурной зависимости коэффициента эласторезистивного эффекта [2].

1. Abdel-Hafiez M. et al. Temperature dependence of lower critical field H_c1 (T) shows nodeless superconductivity in FeSe // Physical Review B. 2013. Т. 88. №. 17. С. 174512.

2. Ovchenkov Y. A. et al. Multiband effect in elastoresistance of Fe (Se, Te) // EPL (Europhysics Letters). – 2020. – Т. 131. – №. 5. – С. 57001.

Г.М. ТАРАСЮК, В.А. СТЕПАНОВ, В.В. СОЛОВЬЕВ,
А.М. ПАНКРАТОВА, Д.М. ПИНЕГИН, Г.С. АКИНИН,
М.Е. ПОПОВ, В.В. БАТУРИН, М.Г. ИСАЕНКОВА,
О.А. КРЫМСКАЯ, В.А. ФЕСЕНКО, А.А. ПИСАРЕВ
НИЯУ МИФИ, г. Москва, Российская Федерация
e-mail: aapisarev@mail.ru, tarasyuk.g.m@gmail.com

ОКИСЛЕНИЕ ВНУТРЕННЕЙ ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЕВОЙ ТРУБКИ В АНОМАЛЬНОМ ТЛЕЮЩЕМ РАЗРЯДЕ С ЦЕНТРАЛЬНЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

Защита внешних и внутренних поверхностей тепловыделяющих элементов ядерных реакторов от коррозии остается актуальной задачей как для существующих, так и для проектируемых реакторов. Если нанесение защиты на внешние поверхности можно проводить разнообразными способами, то защита внутренней поверхности трубки ограничена инструментальными возможностями. Одним из способов защиты является нанесение барьерного диффузионного слоя, например оксида алюминия. Одним из вариантов создания такого слоя является нанесение тонкого слоя алюминия и его последующее окисление в кислородной плазме.

В данной работе выполнены эксперименты по плазменному окислению внутренней поверхности алюминиевой трубки, изготовленной из тонкой алюминиевой фольги. На рисунке приведена схема установки. В ней располагалась алюминиевая трубка, которая служила анодом, и центральный электрод на её оси, который служил катодом.

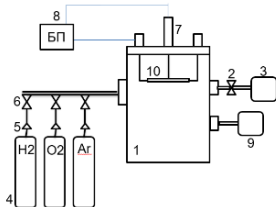


Рис. 1 – Схема основных узлов установки: 1-вакуумная камера; 2- клапан; 3- форвакуумный насос; 4-баллоны с газами; 5- редукторы; 6- натекатели; 7- тоководы; 8-блок питания; 9-датчики давления; 10-трубка-анод и центральный катод.

Камера откачивалась до 7×10^{-3} мбар. Затем в ней зажигался тлеющий разряд в кислороде при давлении 1.25 мбар. После окончания обработки образец остывал под вакуумом давления 7×10^{-3} мбар в течение 3 часов.

В процессе обработки в плазме напряжение на разряде возрастало, как

показано на рисунке 2. Блок питания работал в режиме постоянной мощности, и увеличение напряжения соответствовало уменьшению тока. Это могло свидетельствовать об постепенном окислении поверхности, скорость которого уменьшалась во времени из-за увеличения толщины оксидной пленки, но не прекращалось совсем.

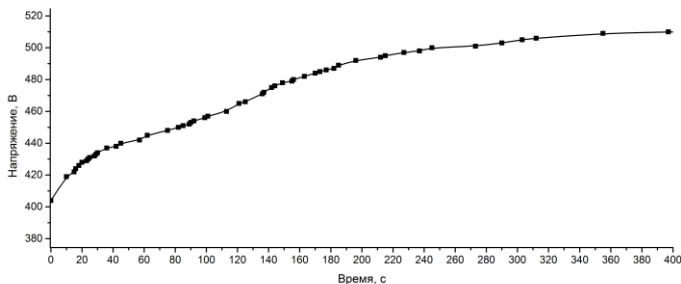


Рис. 2 – Зависимость напряжения на разряде от времени

Измерения методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии свидетельствуют о формировании стехиометрического оксида Al_2O_3 . Измерения методом энергодисперсионного анализа, показанные на рисунке 3, свидетельствуют об увеличении содержания кислорода примерно в 14 раз. Если весь кислород связан в оксиды, то можно считать, что толщина оксидного слоя выросла в 14 раз. Если даже естественный слой оксида алюминия толщиной 2-5 нм представляет собой эффективный барьер для диффузии кислорода и алюминия, то можно считать, что слой, созданный плазменным окислением, является весьма эффективным барьером для диффузии, и такая технология может представлять интерес для защиты внутренней поверхности трубок ТВЭЛ.

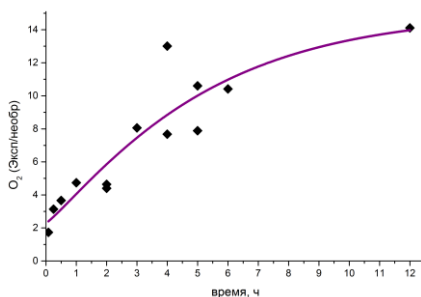


Рис. 3 – График зависимости отношения содержания кислорода в обработанном образце к исходному содержанию от времени

G.M. TARASYUK, V.A. STEPANOV, V.V. SOLOVYEV,
A.M. PANKRATOVA, D.M. PINEGIN, G.S. AKININ, M.E. POPOV,
V.V. BATURIN, M.G. ISAENKOVA, O.A. KRYMSKAYA,
V.A. FESENKO, and A.A. PISAREV
NRNU MEPhI, Moscow, the Russian Federation
e-mail: aapisarev@mail.ru, tarasyuk.g.m@gmail.com

OXIDATION OF THE INNER SURFACE OF AN ALUMINUM TUBE IN AN ABNORMAL GLOW DISCHARGE WITH A CENTRAL ELECTRODE

Protection of external and internal surfaces of fuel elements of nuclear reactors against corrosion remains an urgent task for both existing and projected reactors. If the application of protecting layers to external surfaces can be carried out in a variety of ways, then the protection of the inner surface of the tube is limited in instrumental capabilities. One of the methods of protection is deposition of a diffusion barrier layer, for example, aluminum oxide. One of the options for creating such a layer is the deposition of a thin layer of aluminum and its subsequent oxidation in oxygen plasma.

In this paper, experiments on plasma oxidation of the inner surface of an aluminum tube made of thin aluminum foil have been performed. Figure 1 shows the installation scheme. An aluminum tube, which served as an anode, and a central electrode on its axis, which served as a cathode are installed in a vacuum chamber of the installation.

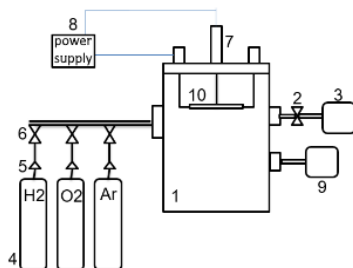


Fig. 1 – The installation for plasma oxidation: 1- vacuum chamber; 2- valve; 3- vacuum pump; 4- gas tanks; 5- reducers; 6- leak valves; 7- current leads; 8- power supply unit; 9- pressure gauges; 10- tube-anode and central cathode.

The chamber was pumped out to 7×10^{-3} mbar. Then oxygen was injected into it to a working pressure of 1.25 mbar, and a glow discharge was ignited.

After finishing the treatment, the chamber was pumped out to a pressure of 7×10^{-3} mbar, and the sample cooled under vacuum for 3 hours.

During plasma treatment, the discharge voltage increased, as it is shown in Figure 2. The power supply operated in power stabilization mode, and the increase in voltage corresponded to a decrease in current. This could indicate a gradual oxidation of the surface, the rate of which decreased over time due to an increase in the thickness of the oxide film, but did not stop altogether.

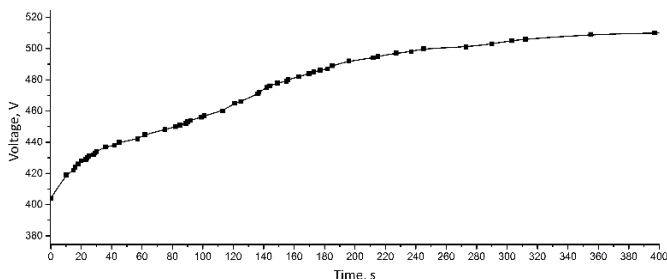


Fig. 2 – Dependence of the discharge voltage on time

Measurements by X-Ray photoelectron spectroscopy indicated the formation of stoichiometric oxide Al_2O_3 . Measurements by energy dispersion spectroscopy, the results of which are shown in Figure 3, indicate an increase in oxygen content by about 14 times. If all oxygen is bound into oxides, then we can assume that the thickness of the oxide layer increased by 14 times. Even if a natural layer of aluminum oxide with a thickness of 2-5 nm is an effective barrier for the diffusion of oxygen and aluminum through it, then it can be considered that the layer created by plasma oxidation is a very effective barrier for diffusion, and such a technology may be of interest for protecting the inner surfaces of fuel rods.

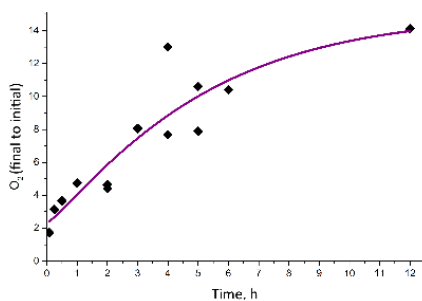


Fig. 3 – The time dependence of the ratio of oxygen content in the sample to the initial content

Д.А. АШИХМИН^{1*}, Е.Б. КАШКАРОВ¹, К.С. ГУСЕВ¹,
Д.В. СИДЕЛЁВ¹

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

*e-mail: daa39@tpu.ru

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЕ ОКИСЛЕНИЕ И МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ ЛАЗЕРНЫХ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИЗ СПЛАВА Э110 С ХРОМОВЫМ ПОКРЫТИЕМ

Циркониевые сплавы используются в качестве основного конструкционного материала тепловыделяющих сборок водо-водяных энергетических реакторов благодаря соответствию их механических свойств, радиационной стойкости, стойкости к окислению при нормальных условиях эксплуатации (360 °С, 18,6 МПа) материалам активной зоны. Однако в условиях аварии на ядерном реакторе возможен нагрев его активной зоны, приводящий к окислению и последующему разрушению ответственных элементов, выполненных из Zr сплавов. Особое внимание следует уделить сварным соединениям, т.к. процесс их окисления происходит с большей скоростью [1,2]. Настоящая работа направлена на изучение стойкости лазерных сварных соединений циркониевого сплава Э110 с хромовым покрытием к высокотемпературному окислению и их механических свойств.

Выполнено осаждение Cr покрытий на поверхность лазерных швов методом магнетронного распыления, произведено их окисление на воздухе при температуре 1100 °С в течение 2, 10, 30, 45, 60 и 90 мин. На основе измеренных значений массы до и после окисления был рассчитан коррозионный привес образцов (рис. 1).

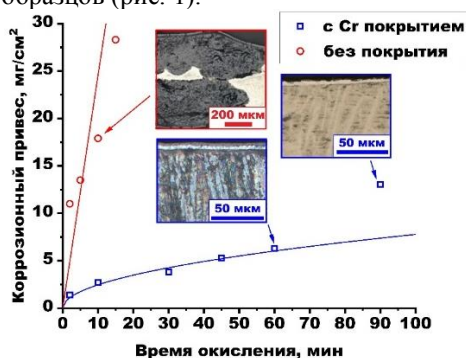


Рисунок 1. Зависимость коррозионного привеса лазерных швов от времени окисления. Приведены оптические изображения микроструктуры поперечного сечения образцов.

С помощью оптической микроскопии выполнен анализ микрострукту-

ры поперечного сечения лазерных швов. Установлено, что Cr покрытие повышает стойкость лазерных швов к высокотемпературному окислению в течение не менее 90 минут. Значения коррозионного привеса образцов без покрытия при длительности окисления 2 и 10 мин значительно превышают значения для образцов с Cr покрытием. Измерена твёрдость в различных зонах (зоне объёмного сплава, зоне термического воздействия (ЗТВ) и зоне сварного шва). На основании полученных данных построен график зависимости твёрдости образцов от времени их окисления (рис. 2, а). Выполнены испытания швов на трёхточечный изгиб, и построены кривые зависимости «нагрузка-перемещение» (рис. 2, б). Образец без покрытия после окисления в течение 2 мин треснул при нагрузке ~0,8 кгс, образцы с Cr покрытиями имели поведение, типичное для пластичных материалов. Продемонстрировано упрочнение сварных соединений из Cr сплава с Cr покрытием после их окисления.

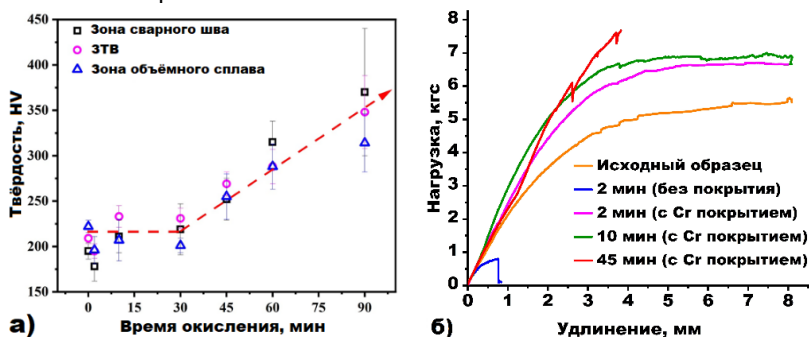


Рисунок 2. Твёрдость лазерных швов в различных зонах в зависимости от времени окисления (а) и данные «нагрузка-перемещение» (б) при трёхточечном изгибе швов.

Показано, что Cr покрытие повышает стойкость к окислению лазерных швов из циркониевого сплава Э110. Изменение микроструктуры швов в поперечном сечении, обусловленное формированием α -Zr(O), приводит к упрочнению сварного соединения.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда, проект №19-79-10116.

- Sidelev D.V., Kashkarov E.B., Grudin V.A., Krinitcyn M.G. // High-temperature oxidation of Cr-coated laser beam welds made from E110 zirconium alloy, Corrosion Science, 195, (2022) 110018, <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.110018>
- Tao, W.; Cai, C.; Li, L.; Chen, Y.; Ling Wang, Y. // Pulsed laser spot welding of intersection points for Zircalov-4 spacer grid assembly, Mater. Des. 2013, 52, 487-494. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.05.037>

П.М. КОРУСЕНКО^{1,2*}, А.А. ВЕРЕЩАГИН¹, К.П. КАТИН³,
О.В. ЛЕВИН¹, Д.В. СИВКОВ¹, О.В. ПЕТРОВА¹, А.С. ВИНОГРАДОВ¹
¹Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

²Омский государственный технический университет, Омск, Россия

³Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

*e-mail: korusenko_petr@mail.ru

ЭЛЕКТРОННОЕ СТРОЕНИЕ КОМПЛЕКСОВ [M(SALEN)]: ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТОДАМИ РЕНТГЕНОВСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ С СИНХРОТРОННЫМ ИЗЛУЧЕНИЕМ

Функциональные полимерные материалы, полученные электрохимической полимеризацией комплексов переходных металлов с лигандами саленового типа [M(Salen)] (M=Ni, Co, Cu), активно изучаются в связи с перспективами их применения в качестве основы электродов новых источников хранения и преобразования энергии [1].

В данной работе было проведено комплексное исследование локальной атомной и электронной структуры мономерных комплексов [Ni(Salen)], [Co(Salen)], [Cu(Salen)] и свободного салена H₂Salen с применением комбинации рентгеноспектральных методов анализа – Ultraviolet, Valence band и core-level photoemission spectroscopy (UV PES, VB PES и XPS); X-ray Absorption Spectroscopy (NEXAFS), дополненных расчетами в рамках теории функционала плотности (Density Functional Theory – DFT). Основные измерения были выполнены с использованием измерительной станции НАНОФЭС канала К6.5. Курчатовского Центра СИ.

В результате проведенных исследований было установлено, что верхние заполненные молекулярные орбитали (МО) молекулы H₂(Salen) образуются в результате сильного перемешивания валентных атомных орбиталей (АО) атомов лиганда (C, N, O), а в случае [Ni(Salen)], [Cu(Salen)] и [Co(Salen)] – в результате сильной гибридизации валентных АО атомов металла и атомов лиганда. Прямое сравнение VB PE спектров и полной плотности занятых состояний (DOS) на основе DFT расчетов показывает, что их спектральные профили подобны друг другу по количеству структур и их энергетическим позициям. В целом расчеты заполненных электронных состояний в валентной зоне для всех комплексов [M(Salen)] достаточно хорошо описывают их экспериментальные VB PE спектры. Таким образом, показано, что M 3d-электроны играют важную роль в формировании электронной структуры молекулярных комплексов [M(Salen)]. XPS спектры позволили охарактеризовать химические состояния атомов в комплексах. В свою очередь, NEXAFS спектры использованы для получения информации о свойствах незанятых электронных состояниях в исследованных системах.

Исследование выполнено за счет гранта РФФ №21-72-10029.

1. Li M., Jiao H., Zhang H., Jiao S. // International Journal of Electrochemical Science, 10 (2015) 8797–8806.

P.M. KORUSENKO^{1,2*}, A.A. VERESHCHAGIN¹, K.P. KATIN³,
O.V. LEVIN¹, D.V. SIVKOV¹, O.V. PETROVA¹,
A.S. VINOGRADOV¹

¹St. Petersburg State University, St. Petersburg, Russia

²Omsk State Technical University, Omsk, Russia

³National Research Nuclear University "MEPhI", Moscow, Russia

E-mail: korusenko_petr@mail.ru

ELECTRONIC STRUCTURE OF [M(SALEN)] COMPLEXES: INVESTIGATION BY X-RAY SPECTROSCOPY WITH SYNCHROTRON RADIATION

Functional polymeric materials obtained by the electrochemical polymerization of transition metal complexes with salen-type ligands [M(Salen)] (M=Ni, Co, Cu) are actively studied due to the prospects of their application as new energy storage electrodes [1].

In this work, a comparative study of the local atomic and electronic structure of monomeric complexes [Ni(Salen)], [Co(Salen)], [Cu(Salen)] and free salen (H₂Salen) was carried out by a combination of X-ray spectral methods - Ultraviolet, Valence band and core-level photoemission spectroscopy (UV PES, VB PES and XPS); X-ray Absorption Spectroscopy (NEXAFS), supplemented by Density Functional Theory (DFT) calculations. The main measurements were performed using the NANOPES station, channel K6.5. Kurchatov Center for SI.

As a result of the studies, it was found that the upper occupied molecular orbitals (MO) of the H₂(Salen) are formed by strong mixing of the valence atomic orbitals (AO) of the ligand atoms (C, N, O), and in the case of [M(Salen)] (M=Ni, Co, Cu), by strong hybridization of valence AOs of metal and ligand atoms. A comparison of the VB PE spectra and the total DOS based on DFT calculations shows that their spectral profiles are similar to each other in terms of the number of structures and their energy positions. In general, DFT calculations of states in the VB for all [M(Salen)] complexes describe their experimental VB PE spectra quite well. Thus, it has been shown that M 3d electrons play an important role in the formation of the electronic structure of molecular complexes [M(Salen)]. The XPS spectra were used to determine the chemical states of atoms in complexes. In turn, NEXAFS spectra were used to obtain information about the properties of unoccupied electronic states in the studied systems.

The study was supported by the Russian Science Foundation grant No. 21-72-10029.

Reference

1. Li M., Jiao H., Zhang H., Jiao S. // International Journal of Electrochemical Science, 10 (2015) 8797–8806.

Э.Б. ЗАВОЙЧИНСКАЯ, И.Ю. ПАНАРИН

*Московский Государственный Университет имени М.В. Ломоносова,
Москва, Россия*

e-mail: elen@velesgroup.com, panarin_igor@bk.ru

К ОЦЕНКЕ ПРЕДЕЛЬНЫХ СОСТОЯНИЙ МАТЕРИАЛОВ НА РАЗНЫХ МАСШТАБНО-СТРУКТУРНЫХ УРОВНЯХ ПРИ БИГАРМОНИЧЕСКИХ РЕЖИМАХ НАГРУЖЕНИЯ

Задача моделирования развития процесса усталостного разрушения при бигармоническом многоцикловом нагружении является актуальной проблемой при оценке долговечности многих элементов инженерных систем. Такие нагружения являются эксплуатационными режимами элементов энергетического оборудования, лопаток и дисков турбонасосных агрегатов авиационных и ракетных двигателей, внутрикорпусных устройств энергетических реакторов, парогенераторов и др. При теоретическом описании используют эмпирические критериальные соотношения, классические теории прочности. Широкое распространение получили модели континуальных теорий поврежденности. При этом в результате анализа результатов экспериментально-теоретических исследований закономерностей развития обнаруживается, что усталостное разрушение является разномасштабным случайным процессом последовательного прохождения определенных структурных уровней и не является процессом накопления повреждений. Достижение предельных состояний определяется статистикой распределения неоднородностей во всем объеме тела, а не накоплением повреждений. В большинстве континуальных теорий поврежденности отсутствует соответствие между значениями функции поврежденности и соответствующим состоянием структуры материала. Одним из существенных недостатков моделей является то, что материальные функции определяются по полному разрушению. Анализ закономерностей развития процессов разрушения приводит к необходимости его описания в рамках феноменологических многоуровневых моделей.

В данной работе для описания развития хрупкого разрушения при симметричном периодическом бигармоническом процессе нагружения используется подход [1,2], согласно которому разрушение рассматривается как иерархический случайный процесс на микро-, мезо- и макроуровнях. Смена стадий развития усталостного разрушения характеризуется сменой физических механизмов. Образование дефектов каждого уровня происходит в результате последовательного зарождения, развития и слияния дефектов предыдущих уровней. Функция распределения вероятностей достижения предельных состояний каждого уровня задается в виде интегрального оператора Гильберта-Шмидта на процессе нагружения.

Строится система определяющих соотношений для функций распределения вероятностей разрушения на каждом масштабно-структурном уровне, в которые входят моменты времени достижения предельных состояний дефектами предыдущих уровней. Находятся кривые усталости по уровням дефектности [3]. При двухчастотном нагружении ядро оператора содержит две собственные функции и два собственных значения. Собственные значения оператора определяются по данным одночастотного нагружения с учетом результатов физических исследований по развитию хрупких трещин. Модель применяется для 0.23% углеродистой стали [3,4] при двухчастотном периодическом нагружении. Строятся кривые усталости по уровням дефектности для одночастотного нагружения стали, определяются собственные значения оператора. Устанавливается удовлетворительное соответствие опытным данным при заданном отношении частот и двух уровнях амплитуд по низкой частоте, а также для двух уровней амплитуд по высокой частоте. Теоретические зависимости между предельными амплитудами при заданном числе циклов соответствуют опытным данным.

Показывается, что если рассмотреть эквивалентное одночастотное нагружение с суммой амплитуд, то пределы усталости при соответствующих числах циклов оказываются ниже, чем при расчете для двухчастотного нагружения, т.е. такое рассмотрение идет в запас прочности.

1. Завойчинская Э.Б. Общие закономерности и критерии разрушения твердых тел на разных масштабно-структурных уровнях при длительном нагружении (обобщающая статья)// Заводская лаборатория. Диагностика материалов. Т. 8. № 7. 2022. с. 48-62. [DOI:10.26896/1028-6861-2022-88-7-48-62](https://doi.org/10.26896/1028-6861-2022-88-7-48-62)
2. Zavoychinskaya E. A Stochastic Theory of Scale-Structural Fatigue and Structure Durability at Operational Loading //Understanding complex systems. Springer Nature Switzerland AG. 2021. pp. 71-89. [DOI: 10.1007/978-3-030-50302-4](https://doi.org/10.1007/978-3-030-50302-4)
3. Панарин И.Ю. Моделирование хрупкого усталостного разрушения сталей при двухчастотном нагружении //Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «ЛОМОНОСОВ-2022» М.: МАКС Пресс. 2022. [138583_uid678970_report.pdf \(lomonosov-msu.ru\)](https://doi.org/10.138583/uid678970_report.pdf)
4. Yamada T., Kitagawa S. Investigation of Fatigue Strength of Metals under Actual Service Loads // Bulletin of JSME. V.10. N 38. 1967. – pp. 245-252

Г. В. СЕРГЕЕВ¹, А. В. НАЗАРОВ^{1,2}

¹*Национальный Исследовательский Ядерный Университет, МИФИ,
Москва, Россия*

²*Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт",
Москва, Россия*

e-mail: sergeevgv99@mail.ru

МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИФФУЗИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК В СИСТЕМЕ Ni-Cr В ЗАВИСИМОСТИ ОТ СОСТАВА

Зависимость диффузионных характеристик от состава изучается для системы Ni-Cr с помощью модифицированного метода молекулярной статики [1]. Важные особенности этой модели – расчётная ячейка (РЯ) окружена упругой областью, смещения атомов которой и координаты атомов основной РЯ находятся самосогласованным образом в ходе итерационной процедуры. На первом этапе работы определялись энергии образования вакансий и энергии миграции атомов Ni и Cr. При этом использовались потенциалы ЕАМ [2]. Затем были получены коэффициенты самодиффузии для Ni и Cr на основе диффузионных характеристик, найденных ранее. Далее были рассчитаны коэффициенты взаимной диффузии с использованием результатов альтернативной теории взаимной диффузии [3]. Проведено сравнение с экспериментальными данными и полученными ранее зависимостями для системы Fe-Ni и Fe-Cr.

1. A.V. Nazarov, I.V. Valikova Simulation of characteristics determining pressure effects on self-diffusion in BCC and FCC metals. Phys. Metals and Metallography. 109, p 220–226 2010.
2. G Bonny et al Interatomic potential for studying ageing under irradiation in stainless steels: the FeNiCr model alloy. Modelling Simul. Mater. Sci. Eng. 21 085004, pp 15 2013.
3. A.V. Nazarov, K.P. Gurov Kinetical theory of interdiffusion in binary-system. Vacancy concentration during interdiffusion. Phys. Metals and Metallography 37(3), p 41–47 1974.

G. V. SERGEEV¹, A. V. NAZAROV^{1,2}

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

²*National Research Center "Kurchatov Institute», Moscow, Russia*

e-mail: sergeevgv99@mail.ru

MODELING OF DIFFUSION CHARACTERISTICS IN Ni-Cr SYSTEM DEPENDING ON COMPOSITION

We study dependence of diffusion characteristics on composition for the Ni-Cr system using a modified molecular statics method [1]. Important features of this model are that the computational cell(CC) is embedded in an elastic continuum, and also that the atomic structure and displacement of atoms surrounding the CC to be found in a self-consistent way during the iterative procedure. At the first stage of the work, we determine the of the vacancies formation energy and the migration energy of Ni and Cr atoms. In this case, the EAM potentials [2] are using. The self-diffusion coefficients for Ni and Cr are obtain using the diffusion characteristics obtain from the simulation at the atomic level. Further, the coefficient of interdiffusion are calculate using the results of the alternative theory of interdiffusion [3]. The results are compare with experimental data and previously obtain dependences for the Fe-Ni and Fe-Cr systems.

1. A.V. Nazarov, I.V. Valikova Simulation of characteristics determining pressure effects on self-diffusion in BCC and FCC metals. *Phys. Metals and Metallography*. 109, p 220–226 2010.
2. G Bonny et al Interatomic potential for studying ageing under irradiation in stainless steels: the FeNiCr model alloy. *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 21 085004, pp 15 2013.
3. A.V. Nazarov, K.P. Gurov Kinetical theory of interdiffusion in binary-system. Vacancy concentration during interdiffusion. *Phys. Metals and Metallography* 37(3), p 41–47 1974.

Н.Д. КОМАРОВ*, В.А. БОРОДИН
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*
*e-mail: komarovnd@mail.ru

МОДЕЛИРОВАНИЕ КАСКАДОВ АТОМНЫХ СТОЛКНОВЕНИЙ В ОКСИДЕ ЖЕЛЕЗА Fe₃O₄

Использование поверхностных оксидных слоёв представляет собой перспективную технологию коррозионной защиты ферритно-мартенситных сталей в реакторах на быстрых нейтронах, поскольку подобное покрытие позволяет предотвратить прямой контакт стали с агрессивной окружающей средой (теплоносителем). Однако при эксплуатации в условиях активной зоны реактора защитные покрытия будут подвергаться воздействию нейтронного облучения, создающего радиационные повреждения, которые в свою очередь могут вызывать образование структурных дефектов и последующее изменение свойств покрытия. Поэтому важно иметь количественные оценки эффективности создания радиационных повреждений при облучении оксидов, используемых в качестве защитных покрытий стали. Для изучения механизмов формирования радиационных дефектов под воздействием нейтронного облучения применяется компьютерное моделирование, так как оценить такие дефекты экспериментальными методами затруднительно.

Целью настоящего исследования являлась количественная и качественная оценка радиационных повреждений, возникающих при образовании радиационно-индуцированных каскадов атомных смещений в представляющем практический интерес оксиде железа Fe₃O₄ (магнетит) с использованием метода молекулярной динамики. Проведено моделирование статистически значимого количества каскадов смещений, инициируемых в диапазоне энергий первично выбитых атомов (ПВА) от 1 до 4 кэВ. В качестве первично выбитых атомов рассмотрены как атомы кислорода, так и атомы железа, и продемонстрировано влияние химической природы ПВА на структуру каскадов, а также количество и тип создаваемых первичных радиационных повреждений. Показано, что уже при энергии ПВА 4 кэВ (для ПВА обоих типов) происходит явно выраженное разбиение каскадов на субкаскады. При этом каскады, создаваемые более легкими атомами кислорода, как правило более протяжённые и характеризуются меньшими размерами субкаскадов по сравнению с каскадами от более тяжелых атомов железа при сравнимой начальной энергии ПВА. Предсказанные зависимости количества создаваемых атомных смещений от типа и начальной кинетической энергии ПВА могут быть использованы в рамках комплексного многоуровневого подхода для оценки количества создаваемых радиационных повреждений в условиях работы покрытий в реакторных условиях с учетом особенностей конкретного нейтронного спектра.

N.D. KOMAROV*, V.A. BORODIN
National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia
*e-mail: komarovnd@mail.ru

SIMULATION OF ATOMIC COLLISION CASCADES IN IRON OXIDE Fe₃O₄

The use of surface oxide layers is a promising technology for the corrosion protection of ferritic-martensitic steels in fast neutron reactors, since such a coating prevents direct contact of the steel with an aggressive environment (coolant). However, when operating in a reactor core, protective coatings will be exposed to neutron irradiation, which creates radiation damage, which in turn can cause the formation of structural defects and subsequent changes in the properties of the coating. Therefore, it is important to have quantitative estimates of the effectiveness of creating radiation damage during irradiation of oxides used as protective coatings. To study the mechanisms of formation of radiation defects under the influence of neutron irradiation, computer simulation is used, since it is difficult to evaluate such defects by experimental methods.

The aim of this study was to quantitatively and qualitatively assess the radiation damage that occurs during the formation of radiation-induced cascades of atomic displacements in iron oxide Fe₃O₄ (magnetite), using the molecular dynamics method. A statistically significant number of displacement cascades initiated in the primary knocked-on atom (PKA) energy range from 1 to 4 keV has been simulated. Both oxygen and iron atoms are considered as primary knocked-on atoms, and the influence of the chemical nature of PKA on the structure of cascades, as well as the number and type of primary radiation damage created, is demonstrated. It is shown that even at a PKA energy of 4 keV (for PKA of both types), a pronounced division of the cascades into subcascades occurs. In this case, the cascades created by lighter oxygen atoms are more extended and are characterized by smaller subcascades in comparison with cascades from heavier iron atoms at a comparable initial PKA energy. The predicted dependences of the number of generated atomic displacements on the type and initial kinetic energy of the PVA can be used within the framework of an integrated multilevel approach to estimate the amount of radiation damage created under the conditions of operation of coatings in reactor conditions, taking into account the specific features of a particular neutron spectrum.

К.Г. ГАСПАРЯН¹, П.М. ТЮБАЕВА²

¹РЭУ им. Г.В. Плеханова, Москва, Россия

²ИБХФ имени Н.М. Эмануэля РАН, Москва, Москва, Россия

**e-mail: gasparyan20022@gmail.com*

СРАВНЕНИЕ СРОКОВ ДЕГРАДАЦИИ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НЕТКАНЫХ И ПЛЕНОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ ПОЛИГИДРОКСИБУТИРАТА

В данной работе было исследовано разложение в почве пленки и волокна из полигидроксибутирата. Для улучшения физико-механических и других желаемых свойств добавляют различные вещества [1]: полимеры, наночастицы, металлы, пластификаторы, прочие добавки.

Материал из ПГБ изготавливали прямым прессованием и электроформованием. После получения материалов мы провели исследование скорости разложения в подготовленной почве [2].

Пленка ПГБ находилась в почве 90 дней, далее мы опишем результаты опытов:

- Микроскопия: видны вкрапления частичек почвы в материал.
- Разрывная машина: пленка гораздо прочнее волокна.

Волокнистый материал ПГБ находился в почве 8 дней, далее мы опишем результаты опытов:

- Микроскопия: истончение волокон (исходный диаметр= 5,6 мкм, после почвы = 5 мкм), вкрапление частичек почвы в материал.
- Разрывная машина: максимальная сила и удлинение после почвы уменьшатся в 2 раза.

ИК спектроскопия у обоих материалах показала валентные колебания у С–О и С–С, ДСК показал уменьшение кристалличности.

Опыты показали, что волокнистый ПГБ разложился в 10 раз быстрее, чем пленка. ПГБ обладает высокой биосовместимостью, поэтому для повышения скорости деградации в раствор полимера можно внедрить подходящие наполнители. Производство и утилизация полигидроксибутирата безотходное [3], его можно захоронить в земле без ущерба экологии, так как его продукты разложения это CO₂, вода и биомасса.

1. Ю.Н.Филатов Электроформование волокнистых материалов (эфв-процесс). Учебное пособие, 2001. - 231 с.
2. ГОСТ Р 53381-2009 “Почвы и грунты Грунты питательные.Технические условия”. Дата введения 2010-07-01.
3. А.Х. Купцов Г.Н. Жижин Фурье-КР и Фурье-ИК спектры полимеров. м., Физматлит., - Москва: Техносфера, 2013. - 671 с.

K.G. GASPARYAN¹, P.M. TYUBAEVA²

¹*REU named after G.V. Plekhanov, Moscow, Russia*

²*IBHF named after N.M. Emanuel RAS, Moscow, Moscow, Russia*

*e-mail: gasparyan20022@gmail.com

COMPARISON OF DEGRADATION TERMS AND PHYSICO-MECHANICAL PROPERTIES OF NONWOVEN FIBROUS AND FILM MATERIALS MADE OF POLYHYDROXYBUTYRATE

In this work we investigated the decomposition of polyhydroxybutyrate films and nonwoven fibers in the soil. To improve the physico-mechanical and other desired properties, various substances are added [1]: polymers, nanoparticles, metals, plasticizers, and other additives.

The material from PHB was made by direct pressing and electrospinning. After receiving the materials, we conducted a study of the decomposition rate in the prepared soil [2].

The PHB film was in the soil for 90 days, then we will describe the results of the experiments:

- Microscopy: inclusions of soil particles in the material are visible.
- Tensile breaking machine: The film is much stronger than the fiber.

The fibrous material of PHB was in the soil for 8 days, then we will describe the results of the experiments:

- Microscopy: thinning of the fibers (initial diameter = 5.6 microns, after the soil = 5 microns), interspersing of soil particles into the material.
- Tensile breaking machine: the maximum force and elongation after the soil is reduced by 2 times.

IR spectroscopy of both materials showed valence fluctuations in C-O and C-C, DSC showed a decrease in crystallinity.

Experiments have shown that fibrous PHB decomposed 10 times faster than the film. PHB has a high biocompatibility, therefore, suitable fillers can be introduced into the polymer to increase the degradation rate. The production and disposal of polyhydroxybutyrate is waste-free [3], it can be buried in the ground without damaging the environment, since its decomposition products are CO₂, water and biomass.

1. Yu.N.Filatov Electrospinning of fibrous materials (efv process). Textbook, 2001. - 231 p.
2. GOST R 53381-2009 "Soils and soils are nutritious soils. Technical conditions". Date of introduction 2010-07-01.
3. A.H. Kuptsov G.N. Zhizhin Fourier-KR and Fourier-IR spectra of polymers. M., Fizmatlit., - Moscow: Technosphere, 2013. - 671 p.

М.М. ЗАРИПОВА^{а,*}, М.Г. ИСАЕНКОВА^а, В.А. ФЕСЕНКО^а,
Е.П. РЫКЛИНА^б, К.А. ПОЛЯКОВА^б, С.Р. МУРЫГИН^б

^а*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва, Россия*

^б*Национальный исследовательский технологический университет МИСиС, Москва, Россия*

*e-mail: mmzaripova@mephi.ru

ВЛИЯНИЕ ТЕКСТУРЫ НА МАРТЕНСИТНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЗАНИКЕЛЕНОМ НИКЕЛИДЕ ТИТАНА

Никелид титана остается наиболее привлекательным среди сплавов с памятью формы благодаря уникальному набору характеристик восстановления формы и механических свойств. Для термомеханической обработки Ti-Ni сплавов применяют различные виды механической обработки металлов: волочение, прокатку, ротационную ковку и др. Различные виды обработки создают присущую ей кристаллографическую текстуру.

Исследовано влияние текстуры на мартенситные превращения и механические свойства проволоки и лент с одинаковой степенью накопленной деформации ($\epsilon = 0,6$) из сплава Ti-50,8 ат.% Ni в исходном состоянии (закалка после деформации), а также после различных режимов отжига: 430°C, 10 ч; 600°C, 1 ч; 800°C, 1 ч.

Установлено, что при волочении проволоки формируется аксиальная текстура $\langle 111 \rangle$, устойчивая при последующем отжиге в температурном интервале 430-800°C. Текстура деформированных лент характеризуется преобладанием текстурной компоненты $\{001\}\langle 110 \rangle$. В результате отжига лент при температуре 430°C в течение 10 ч наблюдается формирование текстуры рекристаллизации $\{111\}\langle 112 \rangle$ наряду с сохраняющейся текстурной компонентой $\{001\}\langle 110 \rangle$. Повышение температуры отжига лент до 800°C приводит к сохранению обеих текстурных компонент, а также к некоторому их рассеянию.

Особенности формирования текстуры при различных видах обработки давлением объясняют различие фазовых пределов текучести лент и проволоки. Так при растяжении лент вдоль направления прокатки и проволоки вдоль оси волочения фазовый предел текучести в лентах оказывается ниже, чем для проволоки. Установленная закономерность сохраняется при увеличении температуры отжига образцов от 430 до 800°C. Это объясняется тем, что в лентах, характеризующихся двухкомпонентной текстурой, наблюдается несовместность деформации зерен разной ориентации, обуславливающая развитие мартенситных превращений при более низких напряжениях, чем в образцах с однокомпонентной текстурой, как в случае проволоки.

M.M. ZARIPOVA^{a,*}, M.G. ISAENKOVA^a, V.A. FESENKO^a,
E.P. RYKLINA^b, K.A. POLYAKOVA^b, S.R. MURYGIN^b

^a*National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia*

^b*National University of Science and Technology "MISIS", Moscow, Russia*

*e-mail: mmzaripova@mephi.ru

INFLUENCE OF TEXTURE ON MARTENSITIC TRANSFORMATIONS AND MECHANICAL PROPERTIES IN Ni-RICH TITANIUM NICKELIDE

Titanium nickelide remains mostly attractive among shape memory alloys due to unique set of shape recovery characteristics and mechanical properties. For thermomechanical processing of NiTi alloys various types of metal forming are used drawing, rolling, rotary forging etc. Different types of forming create its inherent crystallographic texture.

The influence of texture on martensitic transformations and mechanical properties of wires and strips with the same degree of accumulated deformation ($e = 0.6$) from the Ti-50.8 at.% Ni alloy in the initial state (quenching after deformation) has been studied, as well as after various annealing modes: 430°C, 10 h; 600°C, 1 h; 800°C, 1 h.

It has been established that the $\langle 111 \rangle$ axial texture is formed during wire drawing, which is stable during subsequent annealing in the temperature range 430–800°C. The texture of the deformed tapes is characterized by the predominance of the texture component $\{001\}\langle 110 \rangle$. As a result of annealing the tapes at a temperature of 430°C for 10 h, the formation of the $\{111\}\langle 112 \rangle$ recrystallization texture is observed along with the preserved $\{001\}\langle 110 \rangle$ texture component. An increase in the annealing temperature of the tapes to 800°C leads to the preservation of both texture components, as well as to some of their scattering.

Features of texture formation during various types of metal forming explain the difference in the phase yield strengths of tapes and wires. So, when stretching tapes along the rolling direction and wires along the drawing axis, the phase yield strength in tapes turns out to be lower than for wires. The established pattern is retained with an increase in the annealing temperature of the samples from 430 to 800°C. This is explained by the fact that in ribbons characterized by a two-component texture, there is an incompatibility of deformation of grains of different orientations, which causes the development of martensitic transformations at lower stresses than in samples with a one-component texture, as in the case of wires.

М.В. ЖЕЛЕЗНЫЙ^{1,2,3}, К.О. БАЗАЛЕЕВА^{3,4}

¹ИИМЕТ РАН им. А.А. Байкова, Москва, Россия

²НИТУ «МИСус», Москва, Россия

³Российский университет дружбы народов, Москва Россия

⁴Московский политехнический университет, Москва, Россия

e-mail: markiron@mail.ru

ВЛИЯНИЕ ЗАЩИТНОЙ АТМОСФЕРЫ НА СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 316L ПРИ СЕЛЕКТИВНОМ ЛАЗЕРНОМ ПЛАВЛЕНИИ

Образцы стали 316 L (Fe - 12 % Ni - 17 % Cr - 2 % Mo - 0,02 % C) были синтезированы методом СЛП при следующих параметрах процесса: мощность лазера составляла 110 Вт, скорость сканирования лазера – 750 мм/с, расстояние между треками – 50 мкм, использовалась шахматная стратегия плавления, в качестве защитной атмосферы для части образцов использовался аргон, для другой части – азот.

Особенности структуры стали после СЛП, а также после дополнительных отжигов, которые проводились при температурах от 100 до 1200 градусов Цельсия в течение 1 ч, исследовались методами металлографического и рентгеноструктурного анализов, а также с помощью растровой и просвечивающей электронной микроскопии. Также на образцах проводился термический анализ и измерение значений микротвердости.

В результате структурных исследований было показано, что независимо от защитной атмосферы микроструктура сплава обладает следующими особенностями: (1) она иерархична – ванны расплава разбиты на фрагменты, которые разделены на столбчатые ячейки кристаллизации одинаковой ориентации; (2) границы ячеек кристаллизации представляют собой объемные сплетения дислокаций, подобные тем, что формируются при сильной пластической деформации; (3) границы ячеек закреплены сегрегациями примесных атомов; (4) в структуре сохраняются высокие макронапряжения, соизмеримые с пределом текучести материала; (5) структуры обладают кристаллографической текстурой. Следует отметить, что ячеистая структура сохраняется в аустенитной стали до температуры отжига 800 градусов Цельсия.

Важным результатом явилось то, что защитная среда, не повлияв на размерные характеристики ячеистой структуры, на параметр кристаллической решетки аустенита и на макронапряжения в ней, которые оценивались по ширине дифракционных максимумов на дифрактограмме, не изменив значение микротвердости, принципиально изменила кристаллографическую текстуру в экспериментальных образцах. В образцах, выращенных в среде аргона, плоскость сканирования лазера совпадает преимущественно с кристаллографической плоскостью типа {110}, а у образцов, выращенных в среде азота – с плоскостью типа {100}.

M.V. ZHELEZNYI^{1,2,3}, K.O. Bazaleeva^{3,4}

¹Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Moscow, Russia

²National University of Science and Technology MISIS, Moscow, Russia

³RUDN University, Moscow, Russia

⁴Moscow Polytechnic University, Moscow, Russia

e-mail: markiron@mail.ru

EFFECT OF PROTECTIVE GAS ATMOSPHERE ON THE STRUCTURE OF 316L STAINLESS STEEL PRODUCED BY LASER-POWDER BED FUSION

Samples of steel 316 L (Fe - 12 % Ni - 17 % Cr - 2 % Mo - 0.02 % C) were manufactured by L-PBF using the following technological parameters: laser power 110 W, scanning speed 750 mm/s, hatch spacing 50 μm , chessboard melting strategy, some samples were made using argon protective atmosphere and nitrogen was used for the other part of samples.

The steel structure was studied in initial state after L-PBF, as well as after annealing. The samples were subjected to annealing at temperatures 100 – 1200 °C for 1 hour. The methods used for structure studying were metallographic analyzes, X-ray diffraction, scanning and transmission electron microscopy. Thermal analysis and measurement of microhardness were also carried out.

As a result of structural studies, it was shown that, regardless of the gas protective atmosphere, the steel microstructure has the following features: (1) the structure is hierarchical - melt pools are divided into fragments, which are divided into columnar crystallization cells with close orientation; (2) the boundaries of crystallization cells are volumetric entanglements of dislocations, similar to those that form under severe plastic deformation; (3) cell boundaries are fixed by segregations of impurity atoms; (4) high macrostresses commensurate with the yield strength of the steel are retained after L-PBF; (5) crystallographic texture. It should be noted that the cellular structure is stable in austenitic steel up to the annealing temperature of 800 °C.

An important result was that the protective gas has no effect on the cellular size, microhardness, the austenite crystal lattice parameter and its microstresses, which were estimated from the width of the diffraction peaks using XRD, but fundamentally changed the crystallographic texture of samples. The laser scanning plane coincides predominantly with the crystallographic plane {110} in samples manufactured in Ar, while in the samples manufactured in nitrogen, it coincides with the {100} plane.

Э.К. АЛЕКСАНДРОВСКИЙ^{1*}, И.П. МИШИН², Е.В. НАЙДЕНКИН²

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

²*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск,
Россия*

*e-mail: aleksandrovskij.eduard63@gmail.com

ВЛИЯНИЕ КОМБИНИРОВАННОЙ ПРОКАТКИ И СТАРЕНИЯ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА ВТ35

β -титановые сплавы, благодаря более высоким механическим свойствам по сравнению с α и $\alpha+\beta$ сплавам, представляют значительный научный и практический интерес. В США одним из самых перспективных β -сплавов титана является сплав Ti 15333, который очень близок по химическому составу сплаву ВТ35 (Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr-1Mo-1Zr), и обладает наилучшим комплексом свойств. Кроме того, в закалённом состоянии они обладают высокой пластичностью при комнатной температуре, что позволяет подвергать их методам холодной обработки давлением. Все титановые β -сплавы могут быть упрочнены термической обработкой, состоящей из закалки и старения. Всё это важно при производстве высокопрочной титановой проволоки и некоторых изделий из неё, таких как прутки, заклёпки, болты и т.д.

В работе проведены исследования влияния сочетания комбинированной прокатки (КП), состоящей из горячей радиально-сдвиговой и ручьевой прокатки, и старения на структуру и механические свойства, термическую стабильность фазы и разрушение проволоки. Анализ структурного состояния проводили методами рентгеноструктурных исследований, просвечивающей и растровой (EBSD) микроскопии. Механические свойства определяли испытаниями на растяжение с последующим анализом фрактограмм и измерениями микротвёрдости. КП позволяет получать β -титановую проволоку с пределом прочности 1320 МПа и пластичностью 6 % [1]. Дальнейшее её старение по подобранному режиму приводит к образованию пластин $\alpha(\alpha'')$ -фазы со средней толщиной около 50 нм за счёт $\beta \rightarrow \alpha$ превращения. В результате получены образцы с пределом прочности 2000 МПа и пределом пластичности 1950 МПа. Однако, проволока после старения демонстрирует значительное снижение пластичности до 2 %.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда (проект №19-19-00033).

1. I.P. Mishin, et al. // Materials Letters, 303 (2021) 130476
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130476>

E.K. ALEKSANDROVSKIY^{1*}, I.P. MISHIN², E.V. NAYDENKIN²

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

²*Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, Russia*

*e-mail: aleksandrovskij.eduard63@gmail.com

EFFECT OF COMBINED ROLLING AND AGING ON THE STRUCTURAL-PHASE STATE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE VT35 ALLOY

β -titanium alloys, due to their higher mechanical properties compared to α and $\alpha+\beta$ alloys, are of considerable scientific and practical interest. In the USA, one of the most promising β -titanium alloys is the Ti 15333 alloy, which is very similar in chemical composition to the VT35 alloy (Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr-1Mo-1Zr) and has the best set of properties. In addition, when hardened, they have high ductility at room temperature, which allows them to be subjected to cold working methods. All titanium β -alloys can be strengthened by heat treatment consisting of quenching and aging. All this is important in the production of high-strength titanium wire and some products from it, such as rods, rivets, bolts, etc.

In this work, we studied the effect of a combination of combined rolling (CR), consisting of hot radial shear and strand rolling, and aging on the structure and mechanical properties, thermal stability of the phase, and destruction of the wire. The analysis of the structural state was carried out by X-ray diffraction studies, transmission and scanning (EBSD) microscopy. Mechanical properties were determined by tensile tests followed by fractogram analysis and microhardness measurements. CR makes it possible to obtain β -titanium wire with a tensile strength of 1320 MPa and a plasticity of 6 % [1]. Its further aging according to the selected mode leads to the formation of $\alpha(\alpha')$ -phase plates with an average thickness of about 50 nm due to $\beta \rightarrow \alpha$ transformation. As a result, specimens with a tensile strength of 2000 MPa and a plasticity limit of 1950 MPa were obtained. However, the wire after aging shows a significant reduction in ductility up to 2 %.

The study was supported by the Russian Science Foundation (project no. 19-19-00033).

1. I.P. Mishin, et al. // Materials Letters, 303 (2021) 130476
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130476>

В.А. ГЛУШЕНКОВ^{1*}, Р. ДЕ АЛВАРЕНГА¹, И.А. БЕЛЯЕВА^{1,2}

¹*Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия*

²*Самарский федеральный исследовательский центр Российской академии наук, Самара, Россия*

*e-mail: vg1@ssau.ru

ВИЗУАЛИЗАЦИЯ ПРОЦЕССА УПЛОТНЕНИЯ Порошковой композиции в металлической оболочке под действием гибридной нагрузки

В работе рассматривается процесс уплотнения порошковой композиции (ПК) в металлической оболочке, подвергаемая сначала обжатия в волоке, а затем, без остановки процесса, волочению (без разгрузки) с магнитно-импульсным обжатием. Для управления процессом такого уплотнения ПК, с целью достижения наибольшей плотности порошка, необходимо понять механизм поэтапного уплотнения: взаимосвязь деформируемой оболочки с изменением формы и размера частиц порошка в результате их упругопластического деформирования.

Представлена методика компьютерного моделирования такого статико-динамического процесса, рассмотрены её особенности и возможности.

Гибридный процесс уплотнения ПК можно представить в следующей последовательности: засыпка порошка в металлическую оболочку - предварительная осевая статическая подпрессовка - проталкивание (волочение) трубы с порошком через матрицу (волоку) с диаметром меньшим диаметра трубы — на последнем этапе, на выходе трубы из волоки производят радиальный обжим трубы импульсным магнитным полем. Таким образом, при гибридной технологии уплотнения ПК частицы порошка деформируются под действием осевой и радиальной статической и динамической нагрузок со стороны деформируемой металлической оболочки.

Компьютерное моделирование исследуемого процесса уплотнения ПК в деформируемой оболочке проводилось методом конечных элементов с использованием программного продукта LS-Dуна.

Используемые расчётные модели потребовали, с учётом некоторых особенностей процесса, их доработки: организации и разделения к-файлов, создание вертикальных расчётных плоскостей внутри оболочки, специальной настройки шкал времени моделирования.

Разработанная методика позволила создать визуализационные картины процесса уплотнения на всех этапах, изучить механизм уплотнения и оценить плотность упаковки.

Установлено, что наибольшее влияние на достижение максимальной плотности порошка влияет динамический этап, т.е. варьируемая величина энергии магнитно-импульсного обжима.

V.A. GLUSHENKOV^{1*}, R. DE ALVARENGA¹, I.A. BELYAEVA^{1,2}

¹*Samara National Research University, Samara, Russia*

²*Samara Federal Research Center of the Russian Academy of Sciences, Samara, Russia*

*e-mail: vgl@ssau.ru

VISUALIZATION OF THE PROCESS OF COMPACTION OF A POWDER COMPOSITION IN A METAL SHELL UNDER THE ACTION OF A HYBRID LOAD

The paper considers the process of compaction of a powder composition (PC) in a metal shell, which is first subjected to compression in a die, and then, without stopping the drawing process (without unloading), magnetic-pulse compression.

To control the process of such compaction of PC in order to achieve the densest powder density, it is necessary to understand the mechanism of gradual compaction: the relationship between the deformable shell and the change in the shape and size of powder particles as a result of their elastic-plastic deformation.

A technique for computer simulation of such a static-dynamic process is presented, its features and capabilities are considered.

The hybrid PC compaction process can be represented in the following sequence: filling the powder into a metal shell - preliminary axial static prepressing - pushing (dragging) the pipe with powder through a die (drawing die) with a diameter smaller than the pipe diameter - at the last stage, at the exit of the pipe from the drawing die, a radial crimping the pipe with a pulsed magnetic field.

Thus, with the hybrid technology of PC compaction, powder particles are deformed under the action of axial and radial static and dynamic loads from the deformable metal shell.

Computer simulation of the investigated PC compaction process in a deformable shell was carried out by the finite element method using the LS-Dyna software product.

The calculation models used, taking into account some features of the process, required their refinement: organization and separation of k-files, creation of vertical calculation planes inside the shell, special settings for modeling time scales.

The developed technique made it possible to create visualization pictures of the compaction process at all stages, study the compaction mechanism and evaluate the packing density.

It has been established that the greatest influence on achieving the maximum density of the powder is affected by the dynamic stage - the energy of magnetic-pulse crimping..

О.Б. СКВОРЦОВ*, В.И. СТАШЕНКО

Институт машиноведения им.ю А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия

*e-mail: oleg.b.skvorcov@gmail.com

МЕХАНИЗМ УДАРНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА СТРУКТУРУ МЕТАЛЛА ПРИ ЭЛЕКТРОПЛАСТИЧЕСКОМ И ВИБРОПЛАСТИЧЕСКОМ ЭФФЕКТАХ

При обработке металлов давлением с дополнительным электроимпульсным или воздействием наблюдается снижение или повышение пластичности материала. Эти явления получили наименование электропластического (ЭПЭ) и вибропластического (ВПЭ) эффектов. При ЭПЭ наблюдается формирование значительного вибрационного отклика на воздействие электрического импульса [1]. Сходство результатов действия ЭПЭ и ВПЭ позволяет предположить похожесть механизмов влияния на свойства материалов от ВПЭ и вибрационного отклика при ЭПЭ. При этом необходимо представить описание механизма формирования вибрационного отклика на электроимпульсное воздействие при ЭПЭ. В [1] на основе результатов измерения характеристик вибрационного отклика показано, что такой отклик соответствует ударному механическому воздействию в моменты, соответствующие началу переднего и заднего фронтов электрического импульса. Направление такого отклика зависит от направления внешнего электрического импульса. Размах амплитудного отклика при этом пропорционален амплитуде электроимпульсного воздействия.

Особенности экспериментальных данных не позволяют признать прямое действие динамического нагрева, пинч-эффекта, скин-эффекта, действии «электронного ветра» на дефекты и дислокации удовлетворительным объяснением физики процесса генерации механического удара. Длительность действия динамических сил при этом ограничена малой длительностью, существенно меньшей, чем время нарастания тока и магнитного поля для проводника.

С учетом изложенного можно предложить следующую последовательность физических процессов в проводнике при воздействии на него внешнего электрического импульса. В момент начала воздействия внешнего электрического поля в поверхностном слое проводника формируется начальный ток. Толщина поверхностного слоя при этом соответствует скин-слою проводника. Начальный ток проводника формирует в поверхностном слое и вокруг проводника скачек магнитного поля. Это магнитное поле взаимодействует с начальным током через проводник. При этом на свободные носители заряда в материале проводника с силой Лоренца. Эта сила вызывает проявление пинч-эффекта для носителей заряда для свободных носителей в поверхностном слое. Радиальная сила Лоренца при этом распределена по боковой поверхности проводника и ее величина

сравнительно невелика. Радиальное растяжение и сжатие проводника поэтому незначительно и не фиксируется при экспериментальном определении радиальных динамических перемещений и сил. Для проводника в данном случае в радиальном направлении характерна изгибная форма деформации, которая является следствием продольной деформации.

Действие радиальной силы Лоренца на подвижные электрические заряды кратковременно, поскольку создаваемый радиальный ток вызывает поляризацию поверхностного слоя проводника, препятствующую дальнейшему протеканию тока. При этом знак поляризации не зависит от направления внешнего электрического импульса. Радиальный ток в каждом из сечений проводника формирует продольное магнитное поле в проводнике. Кроме этого, радиальный ток в поверхностном слое взаимодействует с кольцевым магнитным полем начального тока через проводник. Результатом такого взаимодействия является появление силы Ампера, действующей на каднок из сечений проводника. Существенно, что действие этой силы суммируется по всей длине проводника, что вызывает заметную продольную деформацию. И отклик в виде механического удара в радиальном направлении. Направление аксиальной механической силы при этом определяется направлением кольцевого магнитного поля и, следовательно, зависит от направления внешнего электрического воздействия.

Направление силы Ампера меняется на противоположное для заднего фронта внешнего электрического импульса, поскольку его действие может быть представлено как действие ступенки внешней электродвижущей силы, аналогичной переднему фронту, но противоположной полярности.

Действие силы Ампера направлено встречно действию внешней электродвижущей силы в момент прихода фронта. Таким образом сила Ампера ограничивает величину начального тока и проявляется как действие отрицательной обратной связи. Это оказывает линеаризирующее действие на зависимость амплитуды ударного механического отклика от амплитуды внешнего электрического воздействия.

Процесс механического ударного воздействия затем переходит в процесс затухающих продольных и связанных с ними поперечных колебаний, действие которых вызывает проявление вибропластического эффекта. Относительно медленные последующие изменения тока через проводник, ограниченные снижением влияния скин-эффекта и самоиндукцией проводников незначительно сказываются на процесс механических колебаний проводника.

1. Скворцов О.Б., Сташенко В.И., Троицкий О.А. Электропластический эффект и взаимодействие электрического импульса с проводником // Письма о материалах, т.11, № 4, 2021. – С. 473–478.

O.B.. SKVORTSOV*, V.I. STASHENKO

Mechanical Engineering Research Institute of the R AS, Moscow, Russia

*e-mail: oleg.b.skvorcov@gmail.com

THE MECHANISM OF IMPACT INFLUENCE ON THE STRUCTURE OF A METAL UNDER ELECTROPLASTIC AND VIBROPLASTIC EFFECTS

In the processing of metals by pressure with additional electropulse action, a decrease in the increase in plasticity and material is observed. These phenomena are called electroplastic (EPE) and vibroplastic (VPE) effects. During EPE, the formation of a significant vibrational response to the action of an electric pulse is observed [1]. The similarity of the results of the action of EPE and EPE allows us to assume the similarity of the mechanisms of influence on the properties of materials from EPE and the vibration response during EPE. At the same time, it is necessary to provide a description of the mechanism for the formation of a vibration response to an electrical impulse effect during EPE. In [1], based on the results of measuring the characteristics of the vibration response, it was shown that such a response corresponds to a mechanical impact at the moments corresponding to the beginning of the leading and trailing fronts of the electric pulse. The direction of such a response depends on the direction of the external electrical impulse. The range of the amplitude response in this case is proportional to the amplitude of the electrical impulse action.

The features of the experimental data do not allow us to recognize the direct effect of dynamic heating, the pinch effect, the skin effect, the action of the "electronic wind" on defects and location as a satisfactory explanation of the physics of the mechanical shock generation process. The duration of the action of dynamic forces in this case is limited by a short duration, significantly less than the time of current and magnetic field rise for the conductor.

C Considering the foregoing, we can propose the following sequence of physical processes in a conductor when it is exposed to an external electrical impulse. At the moment of the beginning of the action of an external electric field, an initial current is formed in the surface layer of the conductor. The thickness of the surface layer in this case corresponds to the skin layer of the conductor. The initial current of the conductor generates magnetic field surges in the surface layer and around the conductor. This magnetic field interacts with the initial current through the conductor. At the same time, on free charge carriers in the material of the conductor with the Lorentz force. This force causes the manifestation of the pinch effect for effect carriers for free carriers in the surface layer. In this case, the radial Lorentz force is distributed along the lateral surface of the conductor and its value is relatively small. The radial tension and compression of the conductor is therefore insignificant and is not fixed in

the experimental determination of radial dynamic displacements and forces. In this case, the conductor in the radial direction is characterized by a bending form of deformation, which is a consequence of longitudinal deformation.

The action of the radial Lorentz force on moving electric charges is short-lived, since the created radial current causes polarization of the surface layer of the conductor, which prevents further current flow. In this case, the polarization sign does not depend on the direction of the external electric pulse. The radial current in each section of the conductor forms a longitudinal magnetic field in the conductor. In addition, the radial current in the surface layer interacts with the ring magnetic field of the initial current through the conductor. The result of this interaction is the appearance of the Ampère force acting on the conductor from the sections of the conductor. Significantly, the action of this force is summed over the entire length of the conductor, which causes a noticeable longitudinal deformation. And the response is in the form of a mechanical shock in the radial direction. The direction of the axial mechanical force in this case is determined by the direction of the annular magnetic field and, therefore, depends on the direction of the external electrical action.

The direction of the Ampère force is reversed for the trailing edge of the external electrical impulse, since its action can be represented as the action of a step of the external electromotive force, similar to the leading front, but of opposite polarity..

The action of the Ampère force is directed counter to the action of the external electromotive force at the moment of the arrival of the front. Thus, the Ampere force limits the magnitude of the initial current and manifests itself as the action of a negative reverse sanctity. This has a linearizing effect on the dependence of the amplitude of the shock mechanical response on the amplitude of the external electrical action.

The process of mechanical impact then turns into a process of damped longitudinal and associated transverse oscillations, the action of which causes the manifestation of a vibroplastic effect. Relatively slow subsequent changes in the current through the conductor, limited by a decrease in the influence of the skin effect and self-induction of conductors, have little effect on the process of mechanical oscillations of the conductor.

1. Skvortsov O.B., Stashenko V.I., Troitsky O.A. Electroplastic effect and interaction of an electrical impulse with a conductor // Letters on materials, v.11, № 4, 2021. – P. 473–478.

В.И. СТАШЕНКО*, **О.Б. СКВОРЦОВ**

Институт машиноведения им.ю А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия

**e-mail: vis20-11@rambler.ru*

ДИНАМИЧЕСКОЕ МЕХАНИЧЕСКОЕ ДЕЙСТВИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ТОКА В ПРОВОДЯЩИХ ЭЛЕМЕНТАХ МОЩНОГО ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Электропроводящие шины находят широкое применение в современном электротехническом и электромеханическом силовом оборудовании в качестве конструкционных и соединительных элементов. В качестве основного материала для изготовления таких шин используется электротехническая медь, обеспечивающая малые электрические потери на омическом сопротивлении. Механическая прочность меди сравнительно мала и обеспечение усталостной прочности конструкции является актуальной задачей с учетом частого ограничения на вес элементов. Увеличение поперечного сечения медных электропроводящих шин для повышения прочности ограничено влиянием скин-эффекта. Из-за скин-эффекта внутренние ние области шины не участвуют в прохождении переменных токов, но увеличивают вес и стоимость проводника. Современные технические решения, в таких областях как электроавтомобилестроение или солнечная энергетика, связаны с источниками постоянного тока. Однако и в этих случаях постоянный ток приходится преобразовывать в переменный с использованием импульсных конверторов мощности. Это показывает актуальность задачи обеспечения надежности и прочности электротехнических элементов в условиях воздействия электрических импульсов большой мощности на всех этапах создания и эксплуатации электромеханического оборудования [1]. На этапе изготовления электропроводящих шин при различных видах обработки металлов эффективно использование электропластического эффекта. На этапе сборки и пуско-наладочных работ использование виброционного отклика при электроимпульсном воздействии обеспечивает решение задач диагностирования. Вибрация электропроводящих шин в процессе эксплуатации существенно с учетом необходимости обеспечения усталостной прочности [2]. При этом могут проявляться различные механизмы появления и развития дефектов, например, трещинообразование или фреттинг-коррозия в материале шины.

В условиях воздействия электрических импульсов на электропроводящие шины в случае нескольких параллельно расположенных шин в поперечные динамические силы вносит эффект близости. Механические вибрации в этом случае определяются взаимодействием магнитных полей от протекающих по шинам токов. Частота механических вибраций при этом соответствует удвоенной частоте электрических импульсов. Для параллельно расположенных шин в этом случае характерно проявление поперечных изгибных вибраций.

Для одиночных, удаленно расположенных шин при воздействии на них электрических импульсов характерно возникновение мвоздействие в виде механических ударов в осевом направлении и и последующие загущающие иколебания на частотах близких к собственной частоте шины.

Амплитуда вибрационного отклика одиночной шины при электрическиъ воздействиях создающих плотности тока в сотни и тысячи ампер на квадратный миллиметр часто превышает десятки и сотни *g*. Поскольку такие вибрационные перегрузки наблюдаются на высокой частоте деформация матекриала сравнительно невелика, но большие динамические локальные перегрузки могут приводить к зарождению и развитию механических дефектов в вуиде трещин и фреттинг-коррозии. Такие высокочастотные вибрации могут вносить заметный вклад в многоцикловую и сверхмногоцикловую усталость материала шин.

Анализ экспериментальных данных показывает, что осевые ускорения консального проводника, также как и непосредственно измеренные действующие в осевом направлении динамических силы, являются доминирующими в определении формы колебаний такого проводника.

Рассмотренные процессы вибрационного отклика при эксплуатации могут также быть использованы в процессе демонтажа электромеханического оборудования для извлечения элементов проводящих шин из пазов магнитных сердечников на этапе выведения оборудования из эксплуатации. При утилизации элементов электроимпульсного обрудования применение электроимпульсного воздействия также может быть использовано для дезинтеграции электропроводящих элементов конструкции [3]. Учет виброакустических эффектов в электропроводящих шинах мощного энергетического оборудования таким образом является необходимым условием их длительной надежной эксплуатации.

1. Троицкий О. А., Скворцов О. Б., Сташенко В. И. Электропаластический эффект и этапы жизненного цикла энергетического оборудования // Системы управления полным жизненным циклом высокотехнологичной продукции в машиностроении: новые источники роста: V Всероссийская научно-практическая конференция М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2022. – С.256–259.
2. Троицкий О.А., Скворцов О.Б., Сташенко В.И. Мониторинг динамических механических процессов в проводниках при воздействии импульсных токов // Электромагнитное поле и материалы (фундаментальные физические исследования). XXIX Международная конференция: Материалы. – М.: Издательство МЭИ, 2021. – с.86-91.
3. Троицкий О.А., Сташенко В.И., Скворцов О.Б., Савенко В.С., Самуйлов С.Д., Терещук В.С., Зайцев С.В., Иванов А.М. Интенсивная пластическая деформация металла при токовых и СВЧ - воздействиях. Новые данные и закономерности // Изд-во КИМ Л.А., М.: 2020. - 342 с.

V.I. STASHENKO*, O.B.. SKVORTSOV

Mechanical Engineering Research Institute of the RAS, Moscow, Russia

*e-mail: vis20-11@rambler.ru

DYNAMIC MECHANICAL ACTION OF ELECTRIC CURRENT IN CONDUCTING ELEMENTS OF POWERFUL POWER EQUIPMENT

Electrically conductive tires are widely used in modern electrical and electromechanical power equipment as structural and connecting elements. As the main material for the manufacture of such tires, electrical copper is used, which provides low electrical losses on ohmic resistance. The mechanical strength of copper is relatively low, and ensuring the fatigue strength of the structure is an urgent task, taking into account the frequent restrictions on the weight of the elements. The increase in the cross section of copper electrically conductive bars to increase strength is limited by the influence of the skin effect. Due to the skin effect, the inner regions of the bus do not participate in the passage of alternating currents, but increase the weight and cost of the conductor. Modern technical solutions, in areas such as electric vehicles or solar energy, are associated with direct current sources. However, even in these cases, direct current has to be converted into alternating current using pulsed power converters. This shows the relevance of the problem of ensuring the reliability and strength of electrical components under the influence of high-power electrical impulses at all stages of the creation and operation of electromechanical equipment [1]. At the stage of manufacturing electrically conductive tires in various types of metal processing, it is effective to use the electroplastic effect. At the stage of assembly and commissioning, the use of vibration response under electrical impulse action provides a solution to diagnostic problems. Vibration of electrically conductive tires during operation is essential, taking into account the need to ensure fatigue strength [2]. When pressing, various mechanisms of the appearance and development of defects can manifest themselves, for example, cracking or fretting corrosion in the tire material.

Under the influence of electrical impulses on electrically conductive tires in the case of several closely spaced tires in parallel, the proximity effect introduces the transverse dynamic forces. Mechanical vibrations in this case are determined by the interaction of magnetic fields from the currents flowing through the tires. The frequency of mechanical vibrations in this case corresponds to twice the frequency of electrical impulses. For parallel tires in this case, the manifestation of transverse bending vibrations is typical.

For single, remotely located tires, when exposed to electrical impulses, the occurrence of m-impact in the form of mechanical shocks in the axial direction and subsequent damped and oscillations at frequencies close to the natural frequency of the tire is characteristic.

The amplitude of the vibration response of a single tire under electrical influences that create current densities of hundreds and thousands of amperes per square millimeter often exceeds tens and hundreds of g. Since such vibrational overloads are observed at a high frequency, the deformation of the material is relatively small, but large dynamic local overloads can lead to the initiation and development of mechanical defects in the form of cracks and fretting corrosion. Such high-frequency vibrations can make a significant contribution to the high-cycle and ultra-high-cycle fatigue of the tire material.

An analysis of the experimental data shows that the axial accelerations of a conical conductor, as well as directly measured dynamic forces acting in the axial direction, are dominant in determining the form of vibrations of such a conductor.

The considered processes of vibration response during operation can also be used in the process of dismantling electromechanical equipment to extract elements of conductive tires from the grooves of magnetic cores at the stage of decommissioning the equipment. When recycling elements of electrical impulse equipment, the use of electrical impulse action can also be used to disintegrate electrically conductive structural elements [3]. Accounting for vibroacoustic effects in electrically conductive tires of powerful power equipment is thus a necessary condition for their long-term reliable operation.

1. Troitsky O. A., Skvortsov O. B., Stashenko V. I. Electroplastic effect and stages of the life cycle of power equipment // Systems for managing the full life cycle of high-tech products in mechanical engineering: new sources of growth: V All-Russian scientific and practical conference M.: Publishing house of MSTU im. N. E. Bauman, 2022. - P. 256–259 (in Russian).
2. Troitsky O.A., Skvortsov O.B., Stashenko V.I. Monitoring of dynamic mechanical processes in conductors under the influence of impulse currents // Electromagnetic field and materials (fundamental physical research). XXIX International Conference: Materials. - M.: MPEI Publishing House, 2021. - P.86-91 (in Russian).
3. Troitsky O.A., Stashenko V.I., Skvortsov O.B., Savenko V.S., Samuilov S.D., Tereshchuk V.S., Zaitsev S.V., Ivanov A.M. Intensive plastic deformation of metal under current and microwave impacts. New data and patterns // Publishing House of KIM L.A., M.: 2020. - 342 p. (in Russian).

В. М. ХОЛОД¹⁾, В.В. УГЛОВ¹⁾, П. С. ГРИНЧУК²⁾,
М. В. КИЯШКО²⁾, И.А. ИВАНОВ^{3,4)}, А.Л. КОЗЛОВСКИЙ⁴⁾,
М.В. ЗДОРОВЕЦ^{3,4)}

¹⁾Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь (valentina-kholad@mail.ru)

²⁾Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова Национальной академии наук Беларуси, Минск, Беларусь

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

⁴⁾Институт ядерной физики, Нур-Султан, Казахстан

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ ГЕЛИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И ФАЗОВЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ КАРБИДА КРЕМНИЯ

Карбид кремния (SiC) представляет собой полупроводник с широкой запрещенной зоной, имеющий более 200 политипов с вариациями запрещенной зоны, отличной теплопроводностью и низким тепловым расширением, химической стабильностью, радиационной стойкостью. Он может быть использован для изготовления электронных устройств и структурных компонентов в системах термоядерной энергетики. Фундаментальное понимание накопления и восстановления радиационных повреждений в SiC необходимо для продвижения технологического применения [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 Р-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 гелия с энергией 40 кэВ проводились при флюенсах $1 \cdot 10^{14}$, $1 \cdot 10^{15}$, $1 \cdot 10^{15}$, $1 \cdot 10^{16}$, $5 \cdot 10^{16}$ и $2 \cdot 10^{17}$ см⁻².

Исследование структурно-фазового состояния исходных и облучённых образцов карбида кремния проводилось методом рентгеноструктурного анализа (РСА), сканирующей электронной микроскопии, атомно-силовой микроскопии. РСА проводился на дифрактометре Ultima IV Rigaku с использованием геометрии параллельного пучка в медном (Cu_{Kα}) излучении с длиной волны 0,154179 нм.

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 15 %, Si – менее 5 %.

При облучении происходит изменение параметров кристаллической решетки 6H-SiC. Эти изменения происходят в три этапа: увеличение параметров, а следовательно и напряжений (в направлении *a* сжимающих, в направлении *c* растягивающих), что связано с зарождением пузырьков гелия; сброс напряжений (спад деформации) в результате образования пузырьков; увеличение напряжений из-за роста гелиевых пузырей размера [3]. Следует также отметить увеличение параметра решетки *a* и уменьшение *c*. Такое поведение кристаллической решетки называется радиационным ростом. Этот эффект характерен в основном для ГПУ металлов, особенно для циркония.

Также облучение приводит к аморфизации приповерхностного слоя и увеличению шероховатости, что подтверждается литературными источниками [4].

1. W. Jiang, S. Thevuthasan, W.J. Weber, R. Grötzschel. Deuterium channeling analysis for He+-implanted 6H-SiC. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B., 2000, 161-163, pp. 501-504.
2. P.S. Grinchuk, M.V. Kiyashko, H.M. Abuhimd. Effect of technological parameters on densification of reaction bonded Si/SiC ceramics. Journal of the European Ceramic Society, 2018, Vol. 38 (15), pp. 4815-4823.
3. В. В. Углов. Эрозия поверхности многослойных пленок на основе нитридов циркония и кремния, облученных ионами гелия. Вест. Нац. акад. наук Беларуси. Сер. физ.-мат. наук, 2018, Т. 54, № 1, С. 110–118.
4. A. Ashraf Ali, J. Kumar, V. Ramakrishnan, K. Asokan. Raman Spectroscopic study of He Ion Implanted 4H and 6H – SiC. Materials Letters, 2017, 540, pp. 152312.

V.M. KHOLAD¹⁾, V.V. UGLOV¹⁾, P.S. GRINCHUK²⁾,
M.V. KIYASHKO²⁾, I.A. IVANOV^{3,4)}, A. L. KOZLOVSKIY⁴⁾,
M.V. ZDOROVETS^{3,4)}

¹⁾*Belarusian State University, Minsk, Belarus*((valentinakholad@mail.ru))

²⁾*Institute of Heat and Mass Transfer. Lykov NAS RB, Minsk, Belarus*

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

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

THE EFFECT OF IRRADIATION WITH HELIUM IONS ON THE MICROSTRUCTURE AND PHASE CHANGES OF SILICON CARBIDE

Silicon carbide (SiC) is a semiconductor with a wide band gap, having more than 200 polytypes with band gap variations, excellent thermal conductivity and low thermal expansion, chemical stability, radiation resistance. It can be used for the manufacture of electronic devices and structural components in thermonuclear energy systems. A fundamental understanding of the accumulation and recovery of radiation damage in SiC is necessary to advance technological applications [1].

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 helium ions with energy 40 keV was carried out with fluencies $1 \cdot 10^{14}$, $1 \cdot 10^{15}$, $1 \cdot 10^{15}$, $1 \cdot 10^{16}$, $5 \cdot 10^{16}$ и $2 \cdot 10^{17}$ cm^{-2} .

The structural and phase state of the initial and irradiated silicon carbide samples was studied by X-ray diffraction analysis (XRD), atomic force microscopy (AFM) and scanning electron microscopy (SEM). X-ray analysis was performed on an Ultima IV diffractometer (Rigaku) using the geometry of a parallel beam of copper (CuK_α) radiation with a wavelength of 0.154179 nm.

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 15%, Si is less than 5%.

During irradiation, the parameters of the 6H-SiC crystal lattice change. These changes occur in three stages: an increase in parameters, and consequently in stresses (in the compressive direction a , in the stretching direction c), which is associated with the nucleation of helium bubbles; stress relief (decrease in deformation) as a result of bubble formation; an increase in stresses due to the growth of helium bubbles in size [3]. An increase in the lattice parameter a and a decrease in c should also be noted. This behavior of the crystal lattice is called irradiation growth. This effect is characteristic mainly for HCP metals, especially for zirconium.

Also, irradiation leads to amorphization of the near-surface layer and an increase in roughness, which is confirmed by literary sources [4].

1. W. Jiang, S. Thevuthasan, W.J. Weber, R. Grötzschel. Deuterium channeling analysis for He⁺-implanted 6H-SiC. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B.*, 2000, 161-163, pp. 501-504.
2. P.S. Grinchuk, M.V. Kiyashko, H.M. Abuhimd. Effect of technological parameters on densification of reaction bonded Si/SiC ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 2018, Vol. 38 (15), pp. 4815-4823.
3. V. V. Uglov. Surface erosion of multilayer films based on zirconium and silicon nitrides irradiated with helium ions. *Vesti Natsyional'nai akademii navuk Belarusi. Seryia fizika-matematychnykh navuk = Proceedings of the National Academy of Sciences of Belarus. Physics and Mathematics series*, 2018, vol. 54, no. 1, pp. 110–118 (in Russian).
4. A. Ashraf Ali, J. Kumar, V. Ramakrishnan, K. Asokan. Raman Spectroscopic study of He Ion Implanted 4H and 6H – SiC. *Materials Letters*, 2017, 540, pp. 152312.

М.М. БЕЛОВ¹, В.В. УГЛОВ^{1*}, С.В. ЗЛОЦКИЙ¹, А.В. ХАБАРОВА²,
В.А. ЛАПИЦКАЯ², А.Е. РЫСКУЛОВ³, И.А. ИВАНОВ³

¹*Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь*

²*Институт тепло- и массообмена имени А.В. Лыкова, Минск, Беларусь*

³*Институт ядерной физики, Нур-Султан, Казахстан*

*e-mail: Uglov@bsu.by

МИКРОСТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ОДНОФАЗНЫХ КОНЦЕНТРИРОВАННЫХ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ НА ОСНОВЕ V-Nb-Ta-Ti ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ КРИПТОНА

Одним из перспективных направлений исследований в современном материаловедении является изучение свойств и методов получения высокоэнтропийных сплавов (ВЭС) на основе однофазных концентрированных твердых растворов. ВЭС состоят из четырех или более металлических элементов, смешанных в эквимолярном или близком к эквимолярному соотношении [1].

ВЭС на основе V-Nb-Ta-Ti были синтезированы с использованием металлов высокой чистоты (>99,9%) методом дуговой плавки с последующей гомогенизацией. Затем проводили отжиг в течение 24 и 72 часов при температуре 1150 °С с промежуточной холодной прокаткой до 85% сокращения толщины. Образцы облучали при комнатной температуре ионами Kr¹⁴⁺ с энергией 280 кэВ и флюенсом $5 \times 10^{15} \text{ см}^{-2}$.

Было установлено, что облучение не приводит к изменению микроструктуры поверхности, фазовым переходам и значительному изменению распределения элементов по объему и поверхности. Однако стимулируемая излучением диффузия более легких элементов была обнаружена в ВЭС на глубине пробега ионов Kr¹⁴⁺.

Исследование микро- и макронапряжений проводилось методами Холдера-Вагнера и $\sin^2\psi$. Значительное снижение сжимающих макронапряжений было обнаружено во всех образцах системы V-Nb-Ta-Ti и увеличение макронапряжений в более сложных системах. Пострадиационный отжиг приводит к релаксации растягивающих напряжений в сплаве V-Nb-Ta-Ti. Выявлена зависимость между значениями микро- и макронапряжений и значениями нанотвердости и модуля упругости. В работе мы подробно анализируем механизмы образования радиационных дефектов в концентрированном твердом растворе и влияние ионов криптона на остаточные напряжения.

1. D.B. Miracle, O.N. Senkov, Acta Materialia 2017;122:481-511.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>

M.M. BELOV¹, V.V. UGLOV^{1*}, S.V. ZLOTSKY¹, A.V.
KHABARAVA², V.A. LAPITSKAYA², A.E. RYSKULOV³, I.A.
IVANOV³

¹*Belarusian State University, Minsk, Belarus*

²*A.V. Luikov institute of Heat and Mass Transfer of the National Academy of
Science of Belarus, Minsk, Belarus*

³*Institute of Nuclear Physics, Nur-Sultan, Kazakhstan*

*e-mail: Uglov@bsu.by

MICROSTRUCTURAL INVESTIGATION OF SINGLE-PHASE CONCENTRATED SOLID SOLUTION ALLOYS BASED ON V- Nb-Ta-Ti UNDER KRYPTON ION IRRADIATION

One of the promising areas of research in modern material science is the study of properties and methods for producing single-phase solid solution alloys (SP-CSAs). SP-CSAs are composed of four or more metallic elements mixed in an equimolar or near equimolar ratio [1].

SP-CSAs based on V-Nb-Ta-Ti were synthesized using high-purity metals (>99.9%) by arc melting followed by homogenization. Then annealing was carried out for 24h and 72h at a temperature of 1150 °C with cold rolling up to 85 % reduction in thickness. The samples were irradiated at room temperature with Kr¹⁴⁺ ions with an energy of 280 keV and a fluence of $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$.

It was found that irradiation does not lead to a change in the microstructure of the surface, phase changes and a significant change in the distribution of elements in the volume and surface. However, radiation-stimulated diffusion of lighter elements was detected in SP-CSAs at the depth of the run of Kr¹⁴⁺ ions.

The study of micro- and macro-stresses was carried out by the Holder-Wagner and $\sin^2\psi$ methods. A significant decrease in compressive macrostresses was found in all samples of the V-Nb-Ta-Ti system and an increase in microstresses in more complex systems. Post-radiation annealing leads to relaxation of tensile stresses in the alloy V-Nb-Ta-Ti. The dependence between the values of micro- and macro-stresses and the values of nanohardness and modulus of elasticity was revealed. In the work, we analyze in detail mechanisms of radiation defect formation in concentrated solid solution and influence of the krypton ions on residual stresses.

1. D.B. Miracle, O.N. Senkov, *Acta Materialia* 2017;122:481-511.

<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>

A.V. KHABARAVA², V.A. LAPITSKAYA², A.E. RYSKULOV³,
I.A. IVANOV³

¹*Belarusian State University, Minsk, Belarus*

²*A.V. Luikov institute of Heat and Mass Transfer of the National Academy of
Science of Belarus, Minsk, Belarus*

³*Institute of Nuclear Physics, Nur-Sultan, Kazakhstan*

*e-mail: Uglov@bsu.by

MICROSTRUCTURAL INVESTIGATION OF SINGLE-PHASE CONCENTRATED SOLID SOLUTION ALLOYS BASED ON V- Nb-Ta-Ti UNDER KRYPTON ION IRRADIATION

One of the promising areas of research in modern material science is the study of properties and methods for producing single-phase solid solution alloys (SP-CSAs). SP-CSAs are composed of four or more metallic elements mixed in an equimolar or near equimolar ratio [1].

SP-CSAs based on V-Nb-Ta-Ti were synthesized using high-purity metals (>99.9%) by arc melting followed by homogenization. Then annealing was carried out for 24h and 72h at a temperature of 1150 °C with cold rolling up to 85 % reduction in thickness. The samples were irradiated at room temperature with Kr¹⁴⁺ ions with an energy of 280 keV and a fluence of $5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$.

It was found that irradiation does not lead to a change in the microstructure of the surface, phase changes and a significant change in the distribution of elements in the volume and surface. However, radiation-stimulated diffusion of lighter elements was detected in SP-CSAs at the depth of the run of Kr¹⁴⁺ ions.

The study of micro- and macro-stresses was carried out by the Holder-Wagner and $\sin^2\psi$ methods. A significant decrease in compressive macrostresses was found in all samples of the V-Nb-Ta-Ti system and an increase in microstresses in more complex systems. Post-radiation annealing leads to relaxation of tensile stresses in the alloy V-Nb-Ta-Ti. The dependence between the values of micro- and macro-stresses and the values of nanohardness and modulus of elasticity was revealed. In the work, we analyze in detail mechanisms of radiation defect formation in concentrated solid solution and influence of the krypton ions on residual stresses.

1. D.B. Miracle, O.N. Senkov, *Acta Materialia* 2017;122:481-511.

<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081>

Д.В. РЫКУНОВ¹, Л.А. КАРПЮК¹, В.В. НОВИКОВ¹,
В.И. КУЗНЕЦОВ¹, В.А. МАРКЕЛОВ¹, А.Г. МАЛЬГИН¹,
А.А. МАСЛОВ¹, А.О. ТИТОВ¹, П.В. ФЕДОТОВ¹,
А.Л. ИЖУТОВ², Е.А. ЗВИР², А.В. БУРУКИН²,
В.А. ОВЧИННИКОВ², В.А. ЖИТЕЛЕВ², А.И. ДОЛГОВ²

¹ АО «ВНИИНМ», Москва, Россия

² АО «ГНЦ НИИАР», Димитровград, Россия

*e-mail: DVRykunov@bochvar.ru

ОБОЛОЧКА ТВЭЛА ИЗ СПЛАВА Э110 О.Ч. С ХРОМОВЫМ ПОКРЫТИЕМ

Создание толерантного топлива для АЭС является одной из приоритетных задач для повышения стойкости твэлов в различных аварийных ситуациях. Для обеспечения указанного требования был разработан метод нанесения защитного покрытия на циркониевые оболочки твэлов Э110 о.ч.

Были изготовлены экспериментальные твэлы типоразмера ВВЭР с утоненной оболочкой и таблетками без центрального отверстия. В настоящее время твэлы с хромовым покрытием облучаются в исследовательском реакторе МИР при линейных нагрузках, характерных для реактора ВВЭР-1000.

На сегодняшний день получены результаты реакторных и послереакторных исследований твэлов толерантного типа после облучения до выгорания ~ 30 МВт·сут/кгU. Хромовое покрытие сохранило свою целостность и сплошность. Окисление наружной поверхности оболочки практически отсутствует. Реакторные испытания продолжаются.

D.V. RYKUNOV¹, L.A. KАРYUK¹, V.V. NOVIKOV¹,
V.I. KUZNETSOV¹, V.A. MARKELOV¹, A.G. MALGIN¹,
A.A. MASLOV¹, A.O. TITOV¹, P.V. FEDOTOV¹, A.L. IZHUTOV²,
E.A. ZVIR², A.V. BURUKIN², V.A. OVCHINNIKOV²,
V.A. ZHITELEV², A.I. DOLGOV²
¹ VNIINM JSC, Moscow, Russia
² JSC «SSC RIAR, Dimitrovgrad, Russia
*e-mail: DVRykunov@bochvar.ru

CHROME COATED FUEL ROD CLADDING OF E110HP ALLOY

The accident tolerant fuel development for nuclear power plants is one of the priority tasks for increasing the resistance of fuel elements in various emergency situations. Within the framework of this task, a method of applying a protective coating to the zirconium cladding of fuel elements made from E110hp alloy have been developed.

Experimental VVER fuel rods with a thin - wall claddings and pellets without a central hole were manufactured. At present, chromium - coated fuel rods are irradiated in the MIR research reactor under linear heat generation rate typical for VVER-1000 reactor.

To date, the results of reactor and post-reactor studies of tolerant type fuel rods irradiated up to 30 MW · day / kgU have been obtained. The chrome coating has retained its integrity and continuity. There is no oxidation of the outer surface of the claddings. Reactor tests are ongoing.

А.А. ЛАУШКИНА*, Д.В. СИДЕЛЁВ, Е.Н. БОЛЬБАСОВ
*Национальный исследовательский Томский политехнический
университет, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050*
*e-mail: aal76@tpu.ru

ПОЛИМЕРНЫЕ МЕМБРАНЫ С TiSiN ПОКРЫТИЯМИ ДЛЯ ПРИЛОЖЕНИЙ СЕРДЕЧНО-СОСУДИСТОЙ ХИРУРГИИ

По статистике сердечно-сосудистые заболевания являются одной из главных причин смертности во всем мире. Одним из наиболее эффективных способов восстановления сосуда является замещение его пораженного участка с тромбом на искусственную мембрану [1-5]. Выполнено плазменное модифицирование полимерных мембран из поливинилиденфторида (ПВДФ) и его сополимера винилиденфторида с тетрафторэтиленом (ВДФ-ТФЭ) с помощью дуального магнетронного распыления Ti и Si мишеней в атмосфере аргона и азота. Цель настоящей работы – исследование влияния длительности плазменной обработки полимерных мембран на их функциональные свойства.

Мембраны были получены из 6 масс.% раствора ВДФ–ТФЭ и ПВДФ с соотношением 4 к 1. В качестве растворителя использовалась смесь ацетона и диметилацетамида в соотношении 4 к 1. Модифицирование поверхности мембран осуществляли с помощью дуальной магнетронной распылительной системы с Ti (99,9%) и Si (99,99%) мишенями в атмосфере аргона и азота. Предварительно был выбран режим осаждения TiSiN покрытия с помощью определения гистерезиса разрядного напряжения в смеси аргона и азота. Морфологию полимерных мембран исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Полученные изображения обрабатывали с помощью программного обеспечения Image J. Элементный состав мембран исследовали методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Измерения краевого угла смачивания поверхности и расчет свободной поверхностной энергии (СПЭ) образцов модифицирования проводили с помощью метода лежащей капли на приборе DSA 25. Краевые углы смачивания воды и формамида, а также поверхностная энергия, были рассчитаны с использованием метода Оунса-Вендта-Рабея-Кьельбле (ОВРК). Испытания биосовместимости мембран выполнялось для клеточной структуры из человеческих мультипотентных мезенхимальных стволовых клеток (ММСК).

В работе было показано, что при увеличении длительности обработки мембран наблюдалось изменение их морфологии. При длительной обработке в плазме магнетрона происходило частичное оплавление мембран, приводящее к поперечным разрывам их волокон. При увеличении времени модификации от 3 до 40 мин происходило увеличение среднего диаметра волокон от 0,48 до 0,69 мкм, что обусловлено конденсацией покрытия на волокнах мембраны. Элементный состав поверхности изменялся по мере увеличения длительности плазменной модификации. Концентрации Ti, Si, N и O практически линейно возрастают, а концентрации C и F, наоборот, уменьшаются при увеличении длительности обработки от 3 до 40 мин. Не зависимо от длительности плазменной модификации поверхности исследуемых образцов не наблюдается значимого изменения угла смачивания водой поверхности образцов. Однако, краевой угол формамида уменьшается от 41 до 6° по мере увеличения длительности плазменной обработки от 3 до 40 мин, соответственно, а также наблюдается увеличение свободной поверхностной энергии до ~2500 мДж/м².

Анализ полученных результатов биологических испытаний с помощью флуоресцентной микроскопии с количественным и качественным анализом адгезировавшихся клеток, а также методом СЭМ, показал нелинейную зависимость приживаемости клеточной структуры от условий модификации мембран. Максимальная приживаемость клеточной структуры зафиксирована для образца, обработка которого в плазме выполнялась в течение 10 мин.

Полученные в работе результаты свидетельствуют о возможности изменения поверхностных свойств полимерных мембран в плазме магнетронной распылительной системы без изменения объёмных свойств полимера, для достижения оптимальных параметров функциональных свойств требуется оптимизация процесса плазменной модификации мембран по его длительности.

Исследование выполнено при поддержке Российского научного фонда (проект № 21-73-20262).

1. Moore M.J., et al. // Trends in Biotechnology, 40 (2021) 693-707. <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2021.11.003>
2. Manabe K., et al. // Tribology International, 156 (2021) 106843. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2020.106843>.
3. El-Ghazali S. et al. // Materials Today Communications, 26 (2021) 102113. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2021.102113>.
4. Zhang Y., et al. // Smart Materials in Medicine, 2 (2021) 74-86. <https://doi.org/10.1016/j.smain.2021.01.001>.
5. Hong-Feng G., et al. // Acta Biomaterialia, 54 (2017) 107-116. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2017.02.038>.

М.О. ЭТРЕКОВА, А.В. ЛИТВИНОВ, Н.Н. САМОТАЕВ,
К.Ю. ОБЛОВ, А.В. ИВАНОВА, П.С. ДЖУМАЕВ
*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ,
115409 Москва, Россия, Каширское ш., д. 31
e-mail: moetrekova@mephi.ru*

ОБРАЗОВАНИЕ ПАРОВ ВОДЫ ПРИ ДЕГАЗАЦИИ ВОДОРОДА С ПОВЕРХНОСТИ КАТАЛИТИЧЕСКИ АКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ ЕМКОСТНЫХ МДП-СЕНСОРОВ

Развитие энергетики (в т.ч. ядерной и водородной) обуславливает необходимость разработки и исследования новых материалов, как стойких к деградации свойств конструктивных элементов реакторов под действием водорода, так и способных накапливать водород с целью его хранения, транспортировки и распределения [1, 2]. Актуальны и важны также средства оперативного контроля концентрации (сигнализации утечки) взрывоопасного газа, особую роль в разработке которых играют каталитически активные металлы платиновой группы, как в чистом виде, так и в составе композитов [3]. В ходе экспериментов по исследованию чувствительности к водороду в воздухе емкостных МДП-сенсоров с электродами из палладия и платины был зарегистрирован эффект повышения влажности исследуемой газовой смеси после снятия воздействия водорода, т.е. в процессе дегазации. Известно, что этот эффект характерен для процесса десорбции водорода с поверхности платиноидов и влияет на механизм газовой чувствительности твердотельных газовых сенсоров. В рамках настоящей работы исследована зависимость интенсивности этого эффекта от концентрации водорода и рабочей температуры МДП-сенсоров в диапазонах от 100 ppm до 1 % об.д. и 50-150°C, соответственно, а также морфологии поверхности электродов, изготовленных методами осаждения тонких пленок в вакууме. Полученные результаты способствуют пониманию условий, необходимых для улучшения параметров стабильности характеристик газовых датчиков адсорбционного типа, в т.ч. на основе МДП-структур.

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

[1] Чернов И.И., Стальцов М.С., Калинин Б.А., Богачев И.А., Гусева Л.Ю., Коршунов С.Н. Влияние химического состава и структурно-фазового состояния материалов на удержание водорода. *Металлы*. 2017. № 4. С. 36-42.

[2] Tarasov V., Fursikov P., Volodin A., Bocharnikov M., Shimkus Y., Kashin A., et al. Metal hydride hydrogen storage and compression systems for energy storage technologies. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2021. V.46(25), P.13647-1365.

[3] Hübert T., Brett L., Black G., Banach U. Hydrogen sensors – A review. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2011. 157(2). 329-352.

M. ETREKOVA, A. LITVINOV, N. SAMOTAEV,
K. OBLOV, A. IVANOVA, P. DZHUMAEV
*National Research Nuclear University MEPHI (Moscow Engineering
Physics Institute), Russia, 115409 Moscow, Kashirskoe highway 31*
e-mail: moetrekova@mephi.ru

WATER VAPOR FORMATION DURING HYDROGEN DEGASSING FROM THE CATALYTICALLY ACTIVE ELECTRODES OF CAPACITIVE MIS SENSORS

The progress of the energy industry (including nuclear and hydrogen) necessitates the development and research of new materials, both resistant to properties degradation of the reactor's structural elements under the hydrogen influence, and capable of accumulating hydrogen for the purpose of its storage, transportation and distribution [1, 2]. The means of operational concentration control (leak alarm) of the explosive gas are also relevant and important. A special role in this development is played by catalytically active platinum group metals, both in pure form and as part of the composites [3]. In the experiments' course to study the hydrogen sensitivity (in the air environment) of capacitive MIS sensors with electrodes made of palladium and platinum, it was recorded, that the humidity of the investigated air-gas mixture is increasing after the end of hydrogen exposure (i.e., in the electrodes' degassing process). It is known that this effect is characteristic of the hydrogen desorption process from the platinoids' surface and affects the mechanism of the solid-state gas sensor sensitivity. In the framework of this work, we studied the dependence of the effect intensity described above on the hydrogen concentration (in the range from 100 ppm to 1% vol.) and MIS sensor operating temperature (in the range 50-150 °C), as well as electrodes surface morphology made by thin film deposition vacuum techniques. The results obtained contribute to the understanding of the conditions necessary to improve the stability parameters of the adsorption type gas sensors' characteristics, incl. based on MIS structures.

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

[1] Chernov I., Staltsov M., Kalin B., Bogachev I., Guseva L., Korshunov S. Influence of the chemical composition and structural-phase state of materials on the retention of hydrogen. *Metals*. 2017. No. 4. P. 36-42 (in Russian).

[2] Tarasov B., Fursikov P., Volodin A., Bocharnikov M., Shimkus Y., Kashin A., et al. Metal hydride hydrogen storage and compression systems for energy storage technologies. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2021. V.46(25), P.13647-1365.

[3] Hübert T., Brett L., Black G., Banach U. Hydrogen sensors – A review. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2011. 157(2). 329-352.

А.А. БУРЦЕВ, В.В. ИОНИН, А.В. КИСЕЛЕВ, Н.Н. ЕЛИСЕЕВ,
В.А. МИХАЛЕВСКИЙ, А.А. НЕВЗОРОВ, А.А. ЛОТИН

Институт проблем лазерных и информационных технологий РАН – филиал ФНИЦ «Кристаллография и фотоника» РАН, Шатура, Россия

**e-mail: murrkiss2009@yandex.ru*

ИЗМЕНЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТОНКИХ ПЛЕНОК ХАЛЬКОГЕНИДНЫХ ФАЗОИЗМЕНЯЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Обратимое переключение материала между аморфным и кристаллическим состояниями и его применение для хранения данных восходит к 1960-м годам, к химическим и металлургическим исследованиям порогового переключения в неупорядоченных структурах. Овшинский был пионером в области создания устройств на основе халькогенидных фазоизменяемых материалов (ФИМ) в 1960-х годах [1]. Одним из наиболее известных и первым нашедший применение фазоизменяемых материалов является полупроводник-сегнетоэлектрик теллурид германия (GeTe). Поз-же широкое применение нашло тройное соединение $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$ (GST) благодаря более низкой температуре фазового перехода, что делает устройства на его основе менее энергоемкими по сравнению с GeTe [2]. Интересной задачей являлось найти материал с наиболее высоким коэффициентом оптического качества ($\Delta n/\Delta k$), Святой Грааль оптики. GST, легированный селеном (GSST), обладает беспрецедентной широкополосной оптической прозрачностью и исключительно большим коэффициентом оптического качества почти во всем инфракрасном спектре [3]. Таким образом, этот материал представляет собой новый класс ФИМ, в котором фазовый переход вызывает только модуляцию показателя преломления без сопутствующих потерь, связанных с изменением коэффициента экстинкции.

Полное понимание механизма переключения, обязательное как для фундаментальных знаний, так и для технологических приложений, еще не достигнуто. Важно отметить, что происхождение оптического и электрофизического контраста в ФИМ отличается от контраста в ковалентных полупроводниках (например, Si и GaAs), в которых локальное расположение атомов остается неизменным, а контраст возникает в первую очередь из-за размытия электронных состояний и образования «хвостовых» состояний в запрещенной зоне [4]. В ФИМ контраст обусловлен изменением локального расположения атомов, при котором координация Ge переключается между октаэдрическими (в кристаллической фазе) и тетраэдрическими (в аморфной фазе) состояниями, что связывают с большой плотностью собственных вакансий и резонансные химические связи [5]. Другими важными свойствами, обеспечивающими контраст в ФИМ, являются атомные связи р-типа и количество валентных электронов (4 и более) [6].

В работе представлены результаты комплексного исследования темпе-

ратурной динамики удельного электрического сопротивления и коэффициента оптического пропускания, энтальпии фазовых переходов, структуры и спектров КРС образцов GeTe, GST и GSST, полученных методом вакуумного термического напыления. Удельное электрическое сопротивление тонких пленок измерялось в двухзондовой схеме с помощью универсального автоматизированного двухканального вольтметра со встроенным импульсным источником питания. Для исследования температурной зависимости коэффициента пропускания при процессе кристаллизации цифровым осциллографом регистрировался уровень выходного сигнала, соответствующий интенсивности проходящего через образец непрерывного излучения. Исследования термокинетических свойств образцов проводили методом синхронного термического анализа – термогравиметрии (ТГ) – дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Исследование изменения структуры образцов тонких пленок, осуществлялось методом рентгеновской дифракции (XRD) на рентгеновском порошковом дифрактометре (CuK α - излучение). Для этого перед каждым измерением образцы выдерживали в течение 30 секунд при заданной температуре в специально оборудованной камере с терморегулятором и проточной атмосферой аргона [5].

Фазовый переход из аморфного состояния в кристаллическое образцов GSST проходил с интенсивной перекристаллизацией ввиду высокой термической стабильности аморфной фазы. Показано, что скачкообразное изменение удельного электросопротивления для тонкопленочного GST составило 5 порядков, а для GSST эта величина достигала 6 порядков, изменение относительного оптического пропускания достигало почти 100%. Температурные области с максимальными значениями производных удельного сопротивления и оптического пропускания хорошо согласуются с температурами кристаллизации (фазовых переходов), определяемыми методом ДСК.

1. Ovshinsky S. R. // *Physical review letters*, 21 (1968) 1450
<https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.21.1450>
2. Guo P., et al. // *Applied sciences*, 9 (2019) 530
<https://doi.org/10.3390/app9030530>
3. Zhang Y. et al. // *Nature communications*, 10 (2019) 1-9
<https://doi.org/10.1038/s41467-019-12196-4>
4. Abdollahramezani S. et al. // *Nanophotonics*, 9 (2020) 1189-1241
<https://doi.org/10.1515/nanoph-2020-0039>
5. Burtsev A. A. et al. // *Materials Science in Semiconductor Processing*, 150 (2022) 106907 <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2022.106907>
6. Meinders E.R., et al. *Optical data storage: Phase-change media and recording*. Springer Science & Business Media, Berlin, 2006. 184 p.

В.А. ГЛУЩЕНКОВ, А.И. Хаймович, Т.С. САРГАЕВА*
Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия
*e-mail: sargaeva1999@mail.ru

ВОЗМОЖНОСТИ ИМП В ПОВЫШЕНИИ КАЧЕСТВА ИЗДЕЛИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ С ПОМОЩЬЮ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Одной из задач при изготовлении изделий машиностроения из порошковой композиции является задача повышения качества материала: улучшение структуры и механических свойств.

В научных работах [1,2] для решения используется импульсное магнитное поле (ИМП), причем энергия ИМП применяется в основном на этапе изготовления полуфабрикатов или изделий.

В данной работе сделана попытка повышения качества повышения качества изделий путем воздействия ИМП на образцы, полученные с помощью аддитивных технологий (АТ).

В экспериментах применялись плоские образцы, изготовленные с помощью АТ алюминиевого порошка $AlSi10Mg$ с размерами порошинок 5-60 мкм. При воздействии на образцы ИМП, в них наводятся вихревые токи величиной в несколько десятков килоампер. В результате термического воздействия, выявлено изменение микроструктуры по границам частиц - изменение величины столбчатых кристаллов. И как следствие установлено повышение микротвердости материала обработанных ИМП образцов на 30-40%. Исследование, осуществляемое методом электролитического травления, уровня остаточных напряжений показало их изменение по толщине - возникновение сжимающих напряжений на поверхности после обработки ИМП. Предложена физическая модель процесса, происходящего в изделиях под воздействием ИМП.

Таким образом, результаты поискового исследования по воздействию ИМП на изделия, полученные с помощью аддитивных технологий, показали, что предложенной способ обработки порошковых композиций является перспективным направлением в решении поставленной задачи.

В заключении определены направления дальнейших системных исследований.

1. Пат. 2651094 Российская Федерация МПК В22F 3/20 (2006.01), В22F 3/087 (2006.01). Способ прессования порошковой композиции в деформируемой электропроводящей оболочке (варианты): № 2017102114: 23.01.2017: опубл. 18.04.2018 / Глушечков Владимир Александрович, Беляева Ирина Александровна, Бурмистров Андрей Евгеньевич, Миронов Виктор Александрович. - 10 с.

2. Глушечков В.А., Беляева И.А., Гречников Ф.В. и др. *Методы уплотнения порошковой композиции Al-B-W в металлической оболочке* // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. — 2019. — № 2. — С. 35-42.

V.A. GLUSHCHENKOV, A.I. Khaimovich, T.S. SARGAEVA*
*Samara National Research University named after Academician S.P. Korolev,
Samara, Russia*

*e-mail: sargaeva1999@mail.ru

THE POSSIBILITIES OF IMP IN IMPROVING THE QUALITY OF PRODUCTS OBTAINED USING ADDITIVE TECHNOLOGIES

One of the tasks in the manufacture of mechanical engineering products from a powder composition is the task of improving the quality of the material: improving the structure and mechanical properties.

In scientific works [1,2], a pulsed magnetic field (IMP) is used for the solution, and the energy of the IMP is used mainly at the stage of manufacturing semi-finished products or products. In this paper, an attempt is made to improve the quality of improving the quality of products by exposing IMP to samples obtained using additive technologies (AT).

In the experiments, flat samples made using AlSi10Mg aluminum powder with powder sizes of 5-60 microns were used.

When exposed to IMP samples, eddy currents of several tens of kiloamps are induced in them. As a result of thermal exposure, a change in the microstructure along the boundaries of the particles was revealed - a change in the magnitude of columnar crystals. And as a consequence, an increase in the microhardness of the material of the IMP-treated samples by 30-40% was found.

The study carried out by the method of electrolytic etching of the level of residual stresses showed their change in thickness - the occurrence of compressive stresses on the surface after treatment with IMP.

A physical model of the process occurring in products under the influence of IMP is proposed.

Thus, the results of a search study on the effects of UTI on products obtained using additive technologies have shown that the proposed method of processing powder compositions is a promising direction in solving the task.

In conclusion, the directions of further systemic research are determined.

1. Pat.2651094 Russian Federation IPC B22F 3/20 (2006.01), B22F 3/087 (2006.01). Method of pressing a powder composition in a deformable electrically conductive shell (options): №. 2017102114: 23.01.2017: publ. 18.04.2018 / Glushchenkov Vladimir Alexandrovich, Belyaeva Irina Alexandrovna, Burmistrov Andrey Evgenievich, Mironov Viktor Alexandrovich.- 10 p.

2. Glushchenkov V.A., Belyaeva I.A., Grechnikov F.V. et al. Methods of compaction of the Al-B-W powder composition in a metal shell // *Izvestiya of higher educational institutions. Non-ferrous metallurgy.* — 2019. — №. 2. — pp. 35-42

Д.С. ГОРБУНОВ^{1*}, А.Н. СУЧКОВ¹, Е.А. БАЗДНИКИНА¹,
О.Н. СЕВРЮКОВ¹, П.С. ДЖУМАЕВ¹, В.Н. КАЗАКОВА¹,
И.В. КОЗЛОВ¹, А.В. САМОХИН²

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

²ИМЕТ РАН, Москва, Россия

*e-mail: dima07gorbunov@gmail.com

ПОИСК ОПТИМАЛЬНЫХ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ ОБЪЕМНЫХ АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ ИЗ ПОРОШКА СОСТАВА $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ МЕТОДОМ ИПС

Объемные аморфные металлические сплавы (ОАМС) на основе циркония представляют большой интерес благодаря своим уникальным характеристикам: высокой твердости, высокой прочности, хорошей износостойкости и коррозионной стойкости. По этой причине они являются перспективными материалами для использования в медицине, аэрокосмической отрасли, автомобилестроении, электронике и энергетике, в производстве спортивных товаров и часовых механизмов, а также – в качестве износостойких и коррозионностойких покрытий [1].

Актуальность работы обусловлена необходимостью получать из ОАМС изделия желаемых форм и размеров с сохранением аморфной или аморфно-кристаллической структуры, что невозможно осуществить традиционными методами (литьем). Большой потенциал отмечается у метода искрового плазменного спекания (ИПС), позволяющего изготавливать ОАМС при температурах ниже температуры их кристаллизации [2].

Цель работы заключалась в выборе оптимальных режимов ИПС-консолидации сфероидизированного аморфного порошка фракции 63–100 мкм состава $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27,5}Cu_{7,5}$ для получения наиболее плотных аморфно-кристаллических компактов с высокой степенью аморфности и с наилучшим сочетанием механических свойств.

Для этого методами электронной микроскопии, рентгеновской дифрактометрии и измерения механических характеристик исследовано влияние параметров ИПС на формирование аморфно-кристаллической структуры полученных компактов и их свойств. Образцы для исследования получали спеканием в интервале температур 320–400 °С, давлений 50–125 МПа и времени спекания 7–20 минут.

Установлено, что образцы, полученные при искровом плазменном спекании в интервале температур 320–340 °С, рентгеноаморфы (степень аморфности более 80 %). Однако при консолидации в интервале 320–325 °С получаемые компакты имеют высокую внутреннюю пористость, которая не устраняется путём повышения давления. Наибольшее уплотнение при постоянном давлении в 50 МПа достигается при температуре 340 °С. Необходимая и достаточная величина времени спекания при

этом составила 15 минут. С увеличением давления растет плотность компактов, полученных ИПС-консолидацией при 340 °С в течение 15 минут.

В ходе механических испытаний образцов, спеченных при давлениях 60 и 70 МПа, получены их пределы прочности на сжатие: 480–640 МПа и 760–800 МПа, соответственно. Данные значения в 1,5–2 раза ниже прочности образцов, вырезанных из кристаллического слитка сплава $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$.

Кроме того, отмечено, что разрушение происходит по границам частиц спеченного порошка. Сопоставление результатов спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (EELS) и рентгенофазового анализа (РФА) приводит к выводу о наличии на границах между частицами порошка после консолидации хрупкого оксида бериллия (BeO), который может быть основной причиной ухудшения механических характеристик. Из результатов синхротронных исследований получено, что BeO присутствует в порошке и до спекания. Анализ содержания кислорода в материале на различных этапах создания ОАМС показывает, что его значительный рост происходит во время плазменной сфероидизации осколочного порошка.

Сделан вывод о необходимости снижения накаливания в ходе производства порошка для улучшения качества границ между частицами получаемых компактов. Также необходимы дальнейшие исследования свойств образцов, полученных ИПС-консолидацией при 340 °С в течение 15 минут при давлениях 100 МПа и выше.

1. Greer, A.L., Ma, E. Bulk Metallic Glasses: At the Cutting Edge of Metals Research. *MRS Bulletin* 32, 611–619 (2007). <https://doi.org/10.1557/mrs2007.121>
2. Е. А. Базданикина [et al.] 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. New materials: advanced technologies for obtaining and processing materials: Collection of abstracts of the 19th International School-Conference for Young Scientists and Specialists, 145–146 (2021). EDN: [TNATNB](#).

D.S. GORBUNOV^{1*}, A.N. SUCHKOV¹, E.A. BAZDNIKINA¹,
O.N. SEVRUKOV¹, P.S. DZHUMAEV¹, V.N. KAZAKOVA¹,
I.V. KOZLOV¹, A.V. SAMOHIN²

¹National research nuclear university «MEPhI», Moscow, Russia

²Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Moscow, Russia

*e-mail: dima07gorbunov@gmail.com

SEARCHING FOR OPTIMAL MODES OF PRODUCING BULK AMORPHOUS-CRYSTALLINE ALLOYS FROM $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ POWDER BY SPS METHOD

Bulk metal glasses (BMGs) based on zirconium are of great interest due to their unique characteristics: high hardness, high strength, good wear resistance and corrosion resistance. For this reason, they are promising materials for using in medicine, aerospace and automotive industries, electronics, power engineering, in the production of sports goods and watch mechanisms, as well as wear-resistant and corrosion-resistant coatings [1].

The relevance of the work is due to the need to obtain products of desired shapes and sizes from BMGs with preservation of amorphous or amorphous-crystalline structure, what can not be done by traditional methods (casting). A great potential is noted for the spark plasma sintering (SPS) method, which makes it possible to fabricate BMGs at temperatures below their crystallization temperature [2].

The aim of this work was to select the optimal modes of SPS consolidation of a spheroidized amorphous powder of the 63–100 μm fraction of the $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ alloy composition in order to obtain the densest amorphous-crystalline compacts with a high degree of amorphism and with the best combination of mechanical properties.

For this purpose, electron microscopy, X-ray diffractometry, and measurement of mechanical characteristics were used to study the influence of SPS parameters on the formation of the amorphous-crystalline structure of the resulting compacts and their properties. Samples for research were obtained by sintering in the temperature range of 320–400 °C, pressures of 50–125 MPa, and sintering time of 7–20 minutes.

It was established that samples obtained by spark plasma sintering in the temperature range 320 – 340 °C are X-ray amorphous (amorphous phase amount is more than 80%). However, during consolidation in the range of 320–325 °C, the resulting compacts have a high internal porosity, which can not be eliminated by increasing the pressure. The greatest compaction at a constant pressure of 50 MPa is achieved at a temperature of 340 °C. The necessary and sufficient value of the sintering time was 15 minutes. With increasing pressure, the density of compacts obtained by SPS consolidation at 340 °C for 15 minutes increases.

In the course of mechanical testing of samples sintered at pressures of 60 and 70 MPa, their ultimate compressive strength were obtained: 480–640 MPa and 760–800 MPa, respectively. These values are 1.5–2 times lower than the strength of samples cut from a crystalline ingot of the $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ alloy.

In addition, it was noted that the destruction occurs along the boundaries of the particles of the sintered powder. Comparison of the results of electron energy loss spectroscopy (EELS) and X-ray diffraction analysis (XRD) leads to the conclusion about the presence of brittle beryllium oxide (BeO) at the boundaries between powder particles after consolidation, which can be the main reason for the deterioration of mechanical characteristics. From the results of synchrotron research, it was found that BeO is present in the powder even before sintering. An analysis of the oxygen content in the material at various stages of the creation of BMGs shows that its significant increase occurs during the plasma spheroidization of the shard powder.

It is concluded that it is necessary to reduce oxygenation during powder production in order to improve the quality of the boundaries between the particles of the resulting compacts. It is also necessary to further study the properties of samples obtained by SPS-consolidation at 340 °C for 15 minutes at pressures of 100 MPa and higher.

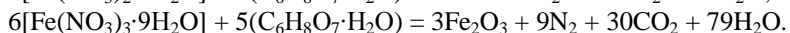
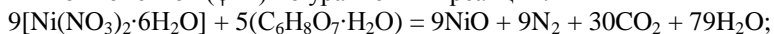
1. Greer, A.L., Ma, E. Bulk Metallic Glasses: At the Cutting Edge of Metals Research. *MRS Bulletin* **32**, 611–619 (2007). <https://doi.org/10.1557/mrs2007.121>
2. E. A. Bazdnikina [et al.] Obtaining parameters for the production of bulk amorphous and amorphous-crystalline alloys of the composition $Zr_{35}Ti_{30}Be_{27.5}Cu_{7.5}$ by spark plasma sintering of powders. New materials: advanced technologies for obtaining and processing materials: Collection of abstracts of the 19th International School-Conference for Young Scientists and Specialists, 145–146 (2021). EDN: TNATNB.

Н.В. ФИЛАТОВА, Н.Ф. КОСЕНКО, А.С. АРТЮШИН
Ивановский государственный химико-технологический университет,
г. Иваново, Россия
e-mail: zyanata@mail.ru

РЕАКЦИОННАЯ СПОСОБНОСТЬ ОКСИДОВ НИКЕЛЯ (II) И ЖЕЛЕЗА (III), ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГОРЕНИЯ В РАСТВОРАХ

Синтез горения в растворах (solution combustion synthesis, SCS), а точнее – в полученных из них ксерогелях, является разновидностью самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) [1]. Этот метод является объектом пристального внимания в последние десятилетия, т.к. он позволяет получить продукт простого или смешанного состава с небольшими трудозатратами в виде тонкодисперсного порошка (вплоть до нанопорошков). Высокая степень дисперсности способствует увеличению реакционной способности (РС) твердой фазы. В доступной литературе нами не было обнаружено публикаций, посвященных РС порошков оксидов, полученных горением.

Нами были синтезированы NiO и Fe₂O₃ (гематит) с использованием нитратов никеля (II) и железа (III) как окислителей и лимонной кислоты C₆H₈O₇·H₂O в качестве топлива в условиях стехиометрического соотношения компонентов (φ=1) по уравнениям реакций:



Температуры начала горения, °С, составили: 370 и 395, а максимальные – около 1000 и 1150 °С для NiO и Fe₂O₃ соответственно. По окончании процесса горения образовались слабо спеченные продукты, состоящие из зерен неправильной, преимущественно близкой к изометрической, формы. Выделение больших объемов газообразных продуктов противодействовало спеканию частиц. Цвет NiO от темно-серого до черного; поликристаллиты Fe₂O₃ характеризовались цветовым градиентом от темно-серого до темно-коричневого с металлическим отливом. После растирания порошков в ступке они приобретали за счет усреднения черный и коричневый цвет, характерные для оксидов NiO и Fe₂O₃.

Продукты горения без отжига содержали заметное количество адсорбированной воды (колебания на ИК-спектрах в областях 3417–3449 см⁻¹ и ~1635 см⁻¹). Содержание остаточных нитрат-групп (по интенсивности полосы связи N-O ~1390 см⁻¹) невелико. Дифрактограммы продуктов горения (рис. 1) свидетельствовали, что оксиды сравнительно хорошо закристаллизованы и без отжига. Обработка при 800 °С повышает упорядоченность их кристаллических решеток.

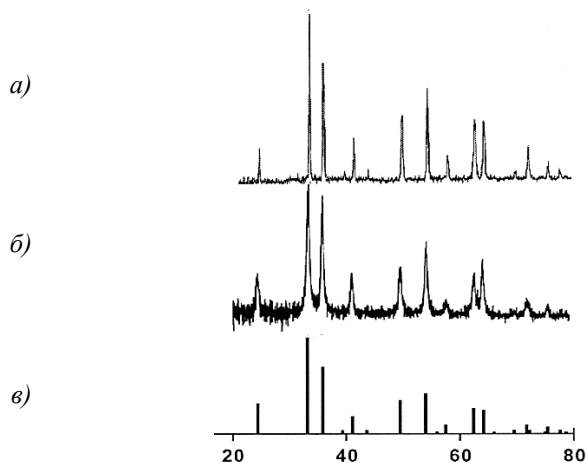


Рис. 1. Диффрактограммы продукта горения нитрата железа и лимонной кислоты ($\varphi=1$) после отжига при 800 °С (а), без отжига (б). Для сравнения представлена штрих-диаграмма (в) для гематита (JCPDS 33-0664)

Реакционная способность NiO была оценена в реакции образования шпинели NiAl₂O₄. Эта реакция была выбрана в связи с тем, что ранее для нее была изучена PC различных прекурсоров в зависимости от их состава и предыстории [2]. В таблице представлены эффективные константы скорости по Гингслингу-Броунштейну для NiO, взятого в виде промышленного реактива, продукта горения без отжига и после отжига.

Таблица. Эффективные константы скорости ($k_{эф}$) для образования NiAl₂O₄

Вид NiO, участвующего в реакции	$k_{эф}, c^{-1}$
Реактив	$1,8 \pm 0,3$
Продукт горения без отжига	$2,9 \pm 0,4$
Продукт горения после отжига	$2,4 \pm 0,3$

Увеличение PC NiO связано с ростом удельной поверхности порошка, а также с накоплением значительного количества различных дефектов.

PC NiO и Fe₂O₃ также была сопоставлена в процессе твердения вяжущих композиций на их основе с использованием цинкфосфатной связки (ЦФС).

1. Рогачев А.С., Мукасян А.С. Горение для синтеза материалов: введение в структурную макрокинетику. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2013. – 400 с.
2. Filatova N.V., *et al.* //Russian J. Physical Chemistry A, 2022. Vol. 96. No 6. Pp. 1147–1154.

N.V. FILATOVA, N.F. KOSENKO, A.S. ARTYUSHIN

Ivanovo State University of Chemistry and Technology,

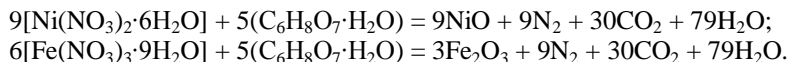
Ivanovo, Russia

e-mail: zyanata@mail.ru

REACTIVITY OF NICKEL (II) AND IRON (III) OXIDES OBTAINED BY COMBUSTION IN SOLUTIONS

Solution combustion synthesis (SCS), or rather in xerogels obtained from them, is a type of self-propagating high-temperature synthesis (SHS) [1]. This method has been the subject of close attention in recent decades, as it allows to obtain a product of a simple or mixed composition with little labor in the form of a finely dispersed powder (up to nanopowders). A high degree of dispersion contributes to an increase in the reactivity of the solid phase. In the available literature, we have not found publications on the reactivity of oxides powders obtained by combustion.

We synthesized NiO and Fe₂O₃ (hematite) using nitrates of nickel (II) and iron (III) as oxidizing agents and citric acid C₆H₈O₇·H₂O as fuel under conditions of stoichiometric ratio of components ($\varphi = 1$) according to the reaction equations:



The initial combustion temperatures, °C, were: 370 and 395, and the maximum temperatures were about 1000 and 1150 °C for NiO and Fe₂O₃, respectively. At the end of the combustion process, weakly sintered products were formed consisting of grains of irregular, mainly close to isometric, shape. The release of large volumes of gaseous products counteracted the sintering of particles. The color of NiO was from dark gray to black; polycrystallites Fe₂O₃ were characterized by a color gradient from dark gray to dark brown with a metallic tint. After rubbing the powders in a mortar, they acquired by averaging the black and brown colors characteristic of NiO and Fe₂O₃ oxides.

Combustion products with no annealing contained a noticeable amount of adsorbed water (oscillations on the IR spectra in the regions 3417–3449 cm⁻¹ and ~1635 cm⁻¹). The content of residual nitrate groups (in terms of the intensity of the N-O communication band ~ 1390 cm⁻¹) is small. Diffractograms of combustion products (Fig. 1) showed that the oxides were relatively well crystallized even with no annealing. Processing at 800 °C increases the orderliness of their crystal lattices.

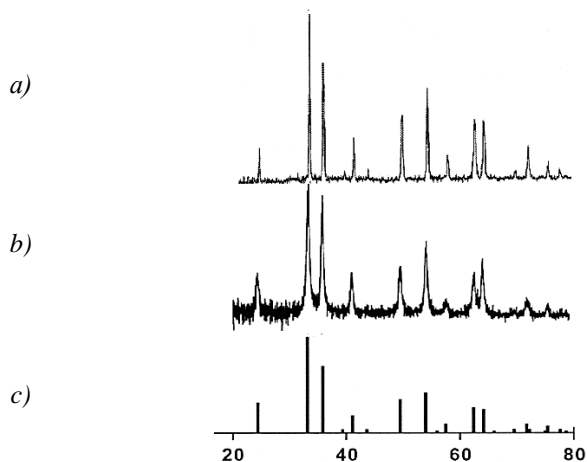


Fig. 1. Diffractograms of the combustion product of iron nitrate and citric acid ($\varphi = 1$) after annealing at 800 °C (a), with no annealing (b). For comparison, a bar diagram (c) for hematite is presented (JCPDS 33-0664)

The reactivity of NiO was estimated in the NiAl_2O_4 spinel formation. This reaction was chosen since the reactivity of various precursors had previously been studied for it depending on their composition and prehistory [2]. The table shows the effective Ginstling-Brownstein rate constants for NiO taken as an industrial reagent, a combustion product with no annealing and after annealing.

Table. Effective velocity constants (k_{ef}) for the NiAl_2O_4 formation

Type of NiO involved in the reaction	$k_{\text{ef}}, \text{sec}^{-1}$
Reagent	$1,8 \pm 0,3$
Combustion product with no annealing	$2,9 \pm 0,4$
Combustion product after annealing	$2,4 \pm 0,3$

The growth in the NiO reactivity is associated with an increase in the specific surface of the powder, as well as with the accumulation of a significant number of various defects.

NiO and Fe_2O_3 reactivity was also compared during the hardening of binding compositions based on them using a zinc phosphate bond.

1. Рогачев А.С., Мукасян А.С. Горение для синтеза материалов: введение в структурную макрокинетику. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2013. – 400 с.
2. Filatova N.V., *et al.* //Russian J. Physical Chemistry A, 2022. Vol. 96. No 6. Pp. 1147–1154.

ЛЕБЕДЕВ В.Е.* БАШЛЫКОВ С.С. ШОРНИКОВ Д.П.
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*
*e-mail: velebedev95@mail.ru

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ МЕДИ МЕТОДОМ ВЫСОКОВОЛЬТНОЙ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЙ КОНСОЛИДАЦИИ

Композитные материалы на основе меди рассматриваются как возможная замена материала для разрывных контактов вместо используемого в настоящее время серебра. Для упрочнения меди был выбран метод высоковольтного электроимпульсного компактирования, в качестве материала для упрочнения меди был выбран оксид алюминия. Электропроводность композита должна быть выше 80% электропроводности чистой меди, а твердость композита должна находиться в диапазоне 110-130 НВ.

В данной работе было проведено получение такого композитного материала методами порошковой металлургии. Для образцов композита, полученных при разных условиях компактирования были измерены плотность гидростатическим и пикнометрическим способом, твердость по методу Бринеля и удельная электропроводность. Выяснено, что оптимальный режим спекания для порошков перемешанных в спирте: напряжение 5,9 кВ и нагрузка 14 кН, а для перемешанных в тетрахлорэтилене: напряжение от 4,5 до 5 кВ и нагрузка от 10,5 до 14 кН.

LEBEDEV V.E.* BASHLYKOV S.S. SHORNIKOV D.P.
National research nuclear university «MEPhI», Moscow, Russia
*e-mail: velebedev95@mail.ru

PREPARATION OF A COPPER-BASED COMPOSITE BY THE METHOD OF HIGH-VOLTAGE ELECTRIC PULSE CONSOLIDATION

Copper-based composites are being considered as a possible replacement for interrupting electrical contact material in place of the currently used silver. The method of high-voltage electropulse compacting was chosen to harden copper, aluminum oxide was chosen as the material for hardening copper. The electrical conductivity of the composite must be above 80% of the electrical conductivity of pure copper, and the hardness of the composite must be in the range of 110-130 НВ.

In this work, such a composite material was obtained by powder metallurgy methods. For composite samples obtained under different compaction conditions, the density was measured by hydrostatic and pycnometric methods, hardness by the Brinell method, and electrical conductivity. It was found that the optimal sintering mode for powders mixed in alcohol: voltage 5.9 kV and load 14 kN, and for powders mixed in tetrachlorethylene: voltage from 4.5 to 5 kV and load from 10.5 to 14 kN.

ВЛИЯНИЕ ДОБАВОК ГРАФЕНА НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И ЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОРУНДА

Композит корунд-графен получают путем ультразвукового перемешивания в жидкости порошка графена и нанопорошка оксида алюминия с последующим их спарк-плазменным спеканием (СПС). В процессе спекания частицы графена оказываются вмурованы в зерна корунда или располагаются на их границах, оказывая армирующее воздействие, которое проявляется в увеличении его микротвердости [1].



Микроструктура дорожки износа при содержании графена 2%.

Испытания на истирание композита при круговом движении сапфирового шарика по его поверхности при комнатной температуре показывают увеличение сопротивления к истиранию на два порядка. Коэффициент трения при этом снижается на 20-40 %. Механизм снижения износа зависит от содержания графена. При 1 вес. % графена определяющим является тот же армирующий эффект. Зерна корунда почти не выбиваются с трущейся поверхности. При 2% графена поверхность износа почти полностью покрыта вязкой массой, работающей в качестве прослойки между трущимися поверхностями и выполняющей роль смазки.

Предполагается, что вязкая масса состоит из наночастиц корунда, образующихся на начальной стадии износа, и частиц графена, вымываемых из композита при трении. Контакт плоскостей графена со свежее-

разованными ювенильными поверхностями наночастиц корунда приводит к образованию между ними ковалентных или химических связей. Скользящая нагрузка при трении или шлифовке разрушает наименее прочные системы связей, сдвигая фрагмент в заданном направлении по поверхности образца. При этом образуются новые связи, обеспечивающие новое положение фрагмента. Графен выполняет роль связующего, обеспечивающего адгезию между образованными наночастицами корунда и поверхностью образца.

Другим важным свойством, которое придает композиту добавка графена является относительно высокая электропроводность. Установлено, что проводящая структура образуется при спекании только при низком давлении пуансонов. Предполагается, что проводящая структура формируется в результате химической реакции между графеном и оксидом алюминия на начальной стадии спекания, когда происходит образование соединений типа Al_4O_4C . Для прохождения реакции необходимо выведение из зоны реакции оксида углерода. При давлении 50 МПа открытая пористость отсутствует, оксид углерода не удаляется, реакция блокируется. При низком давлении спекания присутствует открытая пористость, что обеспечивает удаление из зоны реакции оксида углерода и протекание реакции между углеродом графена и оксидом алюминия [2].

Комплекс проведенных исследований показал перспективность применения добавок графена для создания композитов корунд-графен с высокой твердостью и износостойкостью. Эти качества могут использоваться для изготовления резцов для обработки металлов и для проходческого инструмента. Снижение износа при трении на два порядка дает надежды о создании пар трения для эксплуатации при высоких температурах. Создание прочной износостойкой проводящей керамики может быть востребовано в качестве подвижных электрических контактов. Положительные результаты, по созданию композитов корунд-графен в перспективе могут быть использованы для создания соответствующих композитов на базе других видов керамики.

1. Zholnin A.G., Hafizov R. S. // Journal of Physics: Conference Series 1396 (2019) 012047 IOP Publishing doi:10.1088/1742-6596/1396/1/012047. Research Trends and Challenges in Physical Science Vol. 2, 112-116. DOI: 10.9734/bpi/rtcps/v2/1885C. Study on Current State of the Technology of Obtaining and Research of Properties of the Corundum-Graphene Composite
2. Zholnin A.G., Hafizov R. S. // Journal of Physics: Conference Series **2144** (2021) 012035 IOP Publishing doi:10.1088/1742-6596/2144/1/012035. Nature of electrical conductivity of the corundum-graphene Composite.

ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОЕ ФОРМИРОВАНИЕ КЕРАМИЧЕСКИХ МИШЕНЕЙ SiC-AlN И ИХ СВОЙСТВА

Цель работы заключалась в установлении закономерностей формирования керамических мишеней SiC-AlN электроимпульсным методом и влияния концентрационного состава исходных микропорошков на упругие свойства полученных образцов. Актуальность работы обусловлена зависимостью физико-механических свойств от технологических параметров получения и последующего поведения материалов в процессе их эксплуатации.

В качестве исходных сырьевых материалов в работе использовали порошки карбида кремния и нитрида алюминия в различных пропорциях и тщательно смешивались. Были подготовлены SiC-AlN-составы порошков с содержанием AlN 10, 40, 60 и 90 вес. %.

Формование и спекание смеси порошков путем пропускания через заготовку электрического тока осуществлялось в цилиндрических пресс-формах внутренним диаметром 15 мм. Используя известные технологические приемы электроимпульсного спекания [1,2], были получены опытные образцы керамики 4-х составов.

На полученных образцах методом гидростатического взвешивания были измерены плотности и рассчитаны значения истинной пористости. Представленные в таблице 1 значения дают представление об изменении плотности формируемых образцов в зависимости от состава композита.

Таблица 1. Исходные параметры, плотность и пористость керамики SiC-AlN.

№ обр.	Состав % масс. AlN	Диаметр D, мм	Высота h, мм	Масса, m, г	Кажущаяся плотность, $\rho \cdot 10^3$, кг/м ³	Пористость, П, %
1	10	12,765	1,639	0,5293	2,528	18,68
2	40	12,760	1,650	0,6203	2,932	5,59
3	60	12,759	1,661	0,6540	3,081	1,80
4	90	12,740	1,660	0,6682	3,156	1,80

С увеличением концентрации AlN плотность увеличивается, что согласуется с данными для керамики, полученной при более высоких температурах другими методами спекания. [3]. Увеличение плотности кера-

мики с добавлением нитрида алюминия, говорит об уменьшении концентрации пор в объеме материала, которая в свою очередь влияет на упругие параметры.

После того, как была определена плотность, исследуемые образцы изучались на упругие свойства при комнатной температуре.

Полученные данные по упругим параметрам (модуль Юнга (E), объемный модуль упругости (B), коэффициент Пуассона (μ)) исследуемых мишеней представлены в таблице 2.

Таблица 2. Упругие параметры керамического материала SiC-AlN.

Коэффициенты	Керамика SiC-AlN, % масс.			
	AlN(10%)	AlN (40%)	AlN (60%)	AlN (90%)
μ	0,1794	0,157	0,2025	0,2367
E , ГПа	188,46	270,5	291,3	298,04
B , ГПа	97,97	131,5	163,1	188,6

В нашем случае, мы наблюдаем, что с добавлением нитрида алюминия в керамике SiC-AlN упругие параметры увеличиваются. Возможно это объясняется тем, что нитрид алюминия при спекании заметно улучшает плотность спеченных образцов. Это является признаком усиления сил связи между структурными частицами с повышением концентрации нитрида алюминия в матрице.

Таким образом, как и подавляющее большинство керамических материалов, полученный материал характеризуется высоким модулем Юнга ~ 300 ГПа.

Такие параметры как твердость, модули упругости, скорость звука, во многом определяются технологическими условиями синтеза керамических материалов. Оценка в рамках единого подхода упругих параметров исследуемой керамики представляется важной, как для анализа их изменения в зависимости от состава, так и для прогноза механических свойств многокомпонентных материалов.

1. Grasso S, Sakka Y, Maizza G. Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906-2008. *Sci Technol Adv Mater.* 2009;10(5):053001. Published 2009 Nov 20.
2. Tokita M. Spark plasma sintering (SPS) method, systems and applications. In: *Handbook of Advanced Ceramics. Chapter 11.2.3.* 2013, p. 1149–1177.
3. G D Kardashova and Sh Sh Shabanov. /2019 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 525 012020.

FORMATION OF SiC-ALN CERAMIC TARGETS BY SPARK PLASMA SINTERING METHOD AND THEIR PROPERTIES.

The purpose of the work was to establish the patterns of formation of ceramic SiC - AlN targets by the SPS method and the influence of the concentration composition of the initial micropowders on the elastic properties of the obtained samples. The relevance of the work is due to the dependence of physical and mechanical properties on the technological parameters of production and subsequent behavior of materials during their operation.

Silicon carbide and aluminum nitride powders in various proportions were used as starting raw materials in the work and were thoroughly mixed. SiC-AlN powder compositions were prepared with AlN content of 10, 40, 60 and 90 wt%.

Formation and sintering of the mixture of powders by passing electric current through the workpiece was carried out in cylindrical molds with an inner diameter of 15 mm. Using the well-known technological methods of SPS [1, 2], prototypes of ceramics of 4 compositions were obtained.

Densities were measured on the samples obtained by hydrostatic weighing and the values of true porosity were calculated. The values presented in Table 1 give an idea of the change in the density of the formed samples depending on the composition of the composite.

Table 1. Initial parameters, density and porosity of SiC - AlN ceramics .

№ arr.	Compound % wt. AlN	Diameter D, mm	Height h, mm	Weight, m, g	Density, $\rho \cdot 10^3$, kg/m ³	Porosity, P, %
1	10	12.765	1.639	0.5293	2.528	18.68
2	40	12,760	1,650	0.6203	2.932	5.59
3	60	12.759	1.661	0.6540	3.081	1.80
4	90	12,740	1.660	0.6682	3.156	1.80

As the concentration of AlN increases, the density increases, which is consistent with the data for ceramics obtained at higher temperatures by other sintering methods. [3]. An increase in the density of ceramics with the addition of aluminum nitride indicates a decrease in the concentration of pores in the bulk of the material, which in turn affects the elastic parameters.

After the density was determined, the test samples were studied for elastic properties at room temperature.

The obtained data on the elastic parameters (Young's modulus (E), bulk modulus of elasticity (B), Poisson's ratio (μ)) of the studied targets are presented in Table 2 .

Table 2. Elastic parameters of ceramic material SiC - AlN .

	Ceramics SiC- AlN , % wt.			
	AlN (10 %)	AlN (40 %)	AlN (60 %)	AlN (90 %)
μ	0.1794	0.157	0.2025	0.2367
E, GPa	188.46	270.5	291.3	298.04
B, GPa	97.97	131.5	163.1	188.6

In our case, we observe that with the addition of aluminum nitride in SiC - AlN ceramics, the elastic parameters increase. Perhaps this is due to the fact that aluminum nitride noticeably improves the density of sintered samples during sintering. This is a sign of strengthening of the bonding forces between structural particles with an increase in the concentration of aluminum nitride in the matrix.

Thus, like the vast majority of ceramic materials, the resulting material is characterized by a high Young's modulus ~300 GPa.

Parameters such as hardness, elastic moduli, sound velocity are largely determined by the technological conditions for the synthesis of ceramic materials. Evaluation of the elastic parameters of the studied ceramics within the framework of a unified approach seems important both for analyzing their changes depending on the composition and for predicting the mechanical properties of multicomponent materials.

1. Grasso S, Sakka Y, Maizza G. Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906-2008. *sci Technol Ad Mater.* 2009;10(5):053001. Published 2009 Nov 20.
2. Tokita M. Spark plasma sintering (SPS) method, systems and applications. In: *Handbook of Advanced Ceramics.* Chapter 11.2.3. 2013, r. 1149–1177.
3. GD Kardashova and Sh Sh Shabanov . /2019 IOP Conf. Ser.: Mater. sci. Eng. 525 012020.

А.Н. КУБАНОВА^{1,2*}, В.Н. САНИН¹, Д.М. ИКОРНИКОВ¹,
Д.А. МАРТЫНОВ³

¹ФГБУН «ИСМАН им. А.Г. Мерджанова» РАН, Черногловка, Россия

²ФГБОУ ВО «ТГПУ им. Л.Н. Толстого», Тула, Россия

³ООО «Центр исследований, дизайна и технологий», Тула, Россия

*e-mail: kubanovaa@tspu.ru

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИЦИОННОЙ ЛИГАТУРЫ ИЗ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ МЕТОДАМИ ЦЕНТРОБЕЖНОЙ СВС-МЕТАЛЛУРГИИ

Композитные материалы получили широкое распространение в различных отраслях промышленности. Совокупность исключительных характеристик, не совместимых на первый взгляд материалов, позволяет решать сложные задачи при конструировании и производстве различных сплавов [1]. Применение композитных лигатур при производстве специальных сплавов позволяет достичь стабильные результаты по химическому составу целевого материала. Однако, получение композиционных лигатур из тугоплавких металлов классическими металлургическими методами подразумевает ряд сложностей, ввиду особенностей их производства, включающих сложные многостадийные технологические процессы, основанные на вакуумно-дуговом или электронно-лучевом переплаве сплава.

На основании вышеизложенного была сформулирована поисковая задача по определению технологического процесса получения лигатуры молибден-хром методами центробежной СВС-металлургии в виду широкого применения данной композиционной лигатуры в количестве десятков тонн в год на металлургических предприятиях при производстве специальных марок сталей и сплавов.

При анализе допустимых пределов по примесям в целевой лигатуре было принято решение в качестве элемента-восстановителя использовать металлический алюминий. В роли основных восстановительных соединений применялись оксид молибдена (VI) и оксид хрома (III).

Внешний вид полученного слитка позволил подтвердить успешное фазоразделение смеси после завершения синтеза. В качестве продуктов горения были образованы слиток целевой композиционной лигатуры Mo-Cr и шлаковая фаза.

Полученный плотный слиток лигатуры был проанализирован по утвержденной методике входного аттестационного контроля на металлургическом предприятии, являющемся потенциальным потребителем лигатуры Mo-Cr. Результат проведенного химического анализа полученного

слитка подтвердил достижение требований по примесям, что доказывает применимость метода центробежной СВС-металлургии для получения лигатуры Мо-Сг.

Анализ химического состава позволяет сделать заключение о перспективности метода центробежной СВС-металлургии для получения литых композиционных лигатур молибден-хром с минимальным содержанием примесей при использовании алюминия в качестве восстановителя. Получение литой лигатуры молибден-хром в режиме фронтального горения может существенно расширить базу для создания энерго- и ресурсосберегающей технологии получения в том числе и для сплавов с высокой концентрацией Сг путем введения дополнительных оксидных соединений в состав исходной смеси [2].

1. Кубанова А.Н., Икорников Д.М., Санин В.Н., Мартынов Д.А. Производство композитных материалов методами центробежной СВС-металлургии // Материалы XIII Международной научно-инновационной молодежной конференции, Тамбов, 2021 г. с. 109-111.
2. Кубанова А.Н., Икорников Д.М. Получение высокочистого хрома методами СВС-металлургии // Материалы МНК студентов, аспирантов и молодых ученых «ломоносов-2021», секция «Химия». – М.: Издательство «Перо», 2021. С. 461.

A.N. KUBANOVA^{1,2*}, V.N. SANIN¹, D.M. IKORNIKOV¹,
D.A. MARTINOV³

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

²*Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education «Tula State Lev Tolstoy Pedagogical University», Tula, Russia*

³*LLC «Research, Design and Technology center», Tula, Russia*

*e-mail: kubanovaan@tsput.ru

PRODUCTION COMPOSITION ALLOY FROM REFRACTORY METALS BY METHODS OF CENTRIFUGAL SHS METALLURGY

Composite materials are widely used in various industries. The combination of exceptional characteristics of seemingly incompatible materials makes it possible to solve complex problems in the design and production of various alloys [1]. The use of composite alloys in the production of special alloys makes it possible to achieve stable results in terms of the chemical composition of the target material. However, obtaining composite alloys from refractory metals by

classical metallurgical methods implies a number of difficulties, due to the peculiarities of their production, including complex multi-stage technological processes based on vacuum-arc or electron-beam remelting of the alloy.

Based on the foregoing, a search task was formed to determine the technological process for obtaining molybdenum-chromium ligature by centrifugal SHS metallurgy in view of the widespread use of this composite ligature in the amount of tens of tons per year at metallurgical enterprises in the production of special grades of steels and alloys.

Analyzing the allowable limits for impurities in the target ligature, it was decided to use metallic aluminum as a reducing element. Molybdenum (VI) oxide and chromium (III) oxide were used as the main reducing compounds.

The appearance of the resulting ingot made it possible to confirm the successful phase separation of the mixture after completion of the synthesis. An ingot of the target composite alloy Mo-Cr and a slag phase were formed as combustion products.

The resulting dense alloy ingot was analyzed according to the approved method of incoming attestation control at a metallurgical enterprise, which is a potential consumer of Mo-Cr alloy. The result of the chemical analysis of the obtained ingot confirmed the achievement of the requirements for impurities, which proves the applicability of the method of centrifugal SHS metallurgy for the production of Mo-Cr ligature.

An analysis of the chemical composition allows us to conclude that the method of centrifugal SHS metallurgy is promising for obtaining cast composite alloys of molybdenum-chromium with a minimum content of impurities using aluminum as a reducing agent. The production of a cast molybdenum-chromium alloy in the frontal combustion mode can significantly expand the base for creating an energy- and resource-saving production technology, including for alloys with a high Cr concentration, by introducing additional oxide compounds into the composition of the initial mixture [2].

1. Kubanova A.N., Ikornikov D.M., Sanin V.N., Martinov D.A. Production of composite materials by centrifugal SHS metallurgy, Proc. XIII International Scientific and Innovative Youth Conference, Tambov, 2021. p. 109-111.
2. Kubanova A.N. and Ikornikov D.M. Obtaining high-purity chromium by SHS metallurgy methods, Proc. (Abstr.) International Scientific Conference of Students, Postgraduates and Young Scientists "Lomonosov-2021", Moscow, 2021. P. 461.

Е.В.ПУГАЧЕВА*, В.Н.БОРЩ, С.Я.ЖУК, Д.Е.АНДРЕЕВ,
Д.М.ИКОРНИКОВ, О.Д.БОЯРЧЕНКО, О.А.ГОЛОСОВА
*Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения
им. А.Г.Мержанова РАН, Черногловка, Россия*
*e-mail: help@ism.ac.ru

СИНТЕЗ ФЕРРОМАГНИТНЫХ КОБАЛЬТСОДЕРЖАЩИХ СВС-КАТАЛИЗАТОРОВ ГЛУБОКОГО ОКИСЛЕНИЯ И ГИДРИРОВАНИЯ CO₂ В МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ

Жидкофазным методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) получены Co–Al и Co–V–Al интерметаллиды как прекурсоры катализаторов глубокого окисления CO, углеводородов и гидрирования CO₂. При выщелачивании раствором NaOH и стабилизации раствором H₂O₂ в постоянном (0.24 Т) и переменном (0.13 Т, 50 Гц) магнитных полях (МП) получены гранулированные (100 - 300 мкм) образцы Co- и Co-V (95Co–5V, 90Co–10V) катализаторов с разветвленной наноструктурированной поверхностью и величиной удельной поверхности в интервале 2.4-17.5 м²/г. Катализаторы были исследованы методами РФА, СЭМ, ЭРС и БЭТ.

Показано, что тип МП влияет на фазовый состав и морфологию поверхности катализаторов, а также на их активность в процессе глубокого окисления CO и углеводородов, важной составляющей процессов нейтрализации газовых выбросов, и активность в процессе гидрирования CO₂, переработка которого уменьшила бы загрязнение атмосферы этим парниковым газом. Образцы катализаторов, полученные в переменном МП, в целом обладают более высокой активностью в процессе глубокого окисления.

1. Pugacheva, E.; Borshch, V.; Zhuk, S.; Andreev, D.; Ikornikov, D.; Boyarchenko, O.; Golosova, O. Influence of Magnetic Fields Assisted for Preparation of Ferromagnetic Mono- and Bi-Metallic Co and Co–V SHS Catalysts on Their Activity in Deep Oxidation and Hydrogenation of CO₂. *Metals* 2022, 12, 166. <https://doi.org/10.3390/met12010166>
2. Borshch, V.N.; Pugacheva, E.V.; Zhuk, S.Ya.; Smirnova, E.M.; Demikhova, N.R.; Vinokurov, V.A. Hydrogenation of CO₂ on the polymetallic catalysts prepared by self-propagating high-temperature synthesis. *Russ. Chem. Bull. Int. Ed.* 2020, 69, 1697—1702, doi:10.1007/s11172-020-2950-0.

E.V. PUGACHEVA*, V.N. BORSHCH, S.Ya. ZHUK,
D.E. ANDREEV, D.M. IKORNIKOV, O.D. BOYARCHENKO, O.A.
GOLOSOVA

Merzhanov Institute of Structural Macrokinetics and Materials Science, Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, Russia

*e-mail: help@ism.ac.ru

SYNTHESIS OF FERROMAGNETIC COBALT-CONTAINING SHS CATALYSTS FOR DEEP OXIDATION AND HYDROGENATION OF CO₂ IN MAGNETIC FIELDS

Co–Al and Co–V–Al intermetallics produced by centrifugal self-propagating high-temperature synthesis (SHS) were used as precursors for preparation of catalysts for deep oxidation and hydrogenation of CO₂. Leaching in NaOH solution and stabilization with H₂O₂ solution of precursors were carried out in permanent magnetic field (MF) (0.24 T) and alternating magnetic field (0.13 T, 50 Hz). Prepared Co и Co–V (95Co–5V, 90Co–10V) granular catalysts with size of 100–300 μm were characterized by XRD, SEM, EDS, and BET method and revealed to have a scaly surface structure with a specific surface area in the range of 2.4–17.5 m²/g.

It was shown that the type of MF affects phase composition and surface morphology, as well as specific surface and activity in deep oxidation of CO and hydrocarbons as an important part of the neutralization of gas emissions, and hydrogenation of CO₂, the processing of which would reduce atmospheric pollution with this greenhouse gas. Catalysts obtained in alternating MF was found to possess higher activity in the process of deep oxidation.

1.Pugacheva, E.; Borshch, V.; Zhuk, S.; Andreev, D.; Ikonnikov, D.; Boyarchenko, O.; Golosova, O. Influence of Magnetic Fields Assisted for Preparation of Ferromagnetic Mono- and Bi-Metallic Co and Co–V SHS Catalysts on Their Activity in Deep Oxidation and Hydrogenation of CO₂. *Metals* 2022, 12, 166. <https://doi.org/10.3390/met12010166>

2.Borshch, V.N.; Pugacheva, E.V.; Zhuk, S.Ya.; Smirnova, E.M.; Demikhova, N.R.; Vinokurov, V.A. Hydrogenation of CO₂ on the polymetallic catalysts prepared by self-propagating high-temperature synthesis. *Russ. Chem. Bull. Int. Ed.* 2020, 69, 1697–1702, doi:10.1007/s11172-020-2950-0.

А.В. БОЛОЦКАЯ, М.В. МИХЕЕВ, П.М. БАЖИН,
А.М. СТОЛИН
*ФГБУН Институт структурной макрокинетики и проблем
материаловедения*
им. А.Г. Мержанова Российской академии наук
*e-mail: moon@ism.ac.ru

ПОЛУЧЕНИЕ МОДИФИЦИРОВАННЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ БОРИДОВ ТИТАНА МЕТОДОМ СВС-ЭКСТРУЗИИ

На сегодняшний день повышение физико-механических характеристик материалов является одним из актуальных направлений исследований в области материаловедения. Создание новых материалов - весьма сложный и трудоёмкий процесс, поэтому многие учёные обратили свое внимание на улучшение свойств уже известных материалов. Одним из способов, позволяющих повлиять на структуру и свойства материалов является модифицирование. Модифицирование материалов может осуществляться путем введения модификатора в объём материала, либо путем модифицирования поверхности за счет нанесения защитных покрытий и (или) воздействия высококонцентрированными потоками энергии [1,2].

Одними из материалов, обладающими уникальным сочетанием свойств, таких как: жаропрочность, тугоплавкость, сверхтвёрдость и износостойкость, являются материалы на основе боридов титана [3]. Благодаря этому, такие материалы могут использоваться в качестве конструкционных материалов, а также в качестве электродных керамических материалов для нанесения покрытий. Однако в чистом виде применение боридов титана в качестве электродов ограничено из-за хрупкости изделия, для нивелирования данной проблемы в состав материала вводится металлическая связка. В свою очередь, применение данных электродных материалов при нанесении защитных покрытий приводит к повышению рабочего ресурса и улучшению эксплуатационных характеристик деталей, работающих в агрессивных средах и подвергающихся интенсивному износу. Для получения таких покрытий отлично зарекомендовал себя метод электроискрового легирования (ЭИЛ) [4].

Одним из перспективных способов получения электродов из тугоплавких соединений является СВС-экструзия. Эффективность процесса СВС-экструзии обуславливается сочетанием процессов горения в режиме самораспространяющегося высокотемпературного синтеза со сдвиговым деформированием продуктов синтеза, для придания изделию определенной формы и размера за одну технологическую стадию, без значительных энергозатрат. Преимуществом данного метода можно считать возмож-

ность получать изделия за десятки секунд с минимальной последующей обработкой, что делает процесс СВС-экструзии технологически простым и энергоэффективным [5].

Данная работа направлена на установление особенностей процессов фазо-, структурообразования и формования металлокерамических (МКМ) СВС-материалов на основе боридов титана, полученных с использованием модифицирующих наноразмерных частиц нитрида кремния, в условиях процесса СВС-экструзии. В качестве модификаторов нашли применение наноразмерные частицы нитрида кремния, полученные по азидной технологии СВС в СамГТУ [6].

В результате проделанной работы, методом СВС-экструзии были получены металлокерамические электродные материалы на основе системы Ti-B, модифицированные 5(10) масс. % наноразмерных частиц Si₃N₄. Проведено исследование фазового состава, структуры и физико-механических свойств, полученных СВС-электродных материалов. Установлено, что модифицирование наноразмерными частицами нитрида кремния приводит к измельчению зёрненной структуры фаз TiB(cub), TiB(ort). Помимо этого, при взаимодействии добавки с металлической матрицей образуются новые высокотвердые фазы: BN, TiN. Совокупность этих факторов приводит к повышению микротвердости в 2,3 раза и твердости образцов по Виккерсу в 1,5 раза.

1. Ilinykh S. A. et al. // Key Engineering Materials. – Trans Tech Publications Ltd, 910 (2022) 507-513
<https://doi.org/10.4028/p-72hs56>
2. Pudov V. //Key Engineering Materials. – Trans Tech Publications Ltd, 910 (2022) 1014-1019
<https://doi.org/10.4028/p-47t971>
3. Lark A. et al. // J. Mater. Res., 33 (2018) 4296 – 4306
<https://doi.org/10.1557/jmr.2018.368>
4. Иванов В. И. и др. // Труды Кольского научного центра РАН, 9 (2018) 641-646
<https://www.elibrary.ru/item.asp?id=35594914>
5. Столин А.М. и др. // Российские нанотехнологии, 9 (2014) 6-18
<https://www.elibrary.ru/item.asp?id=22364443>
6. Titova Y. V. et al. // Eurasian chemico-technological Journal, 16 (2014) 41-48
<https://doi.org/10.18321/ectj167>

Р.А. МИНУШКИН*, М.Г. ИСАЕНКОВА, О.А. КРЫМСКАЯ,
Ю.А. РОМАНОВА

*Национальный исследовательский ядерный университет МИФИ, Москва,
Россия*

*e-mail: RAMinushkin@mephi.ru

ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАЗВИТИЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ ЛИСТОВ ИЗ СПЛАВА Fe₃SiAl ПРИ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКЕ И ТЕРМООБРАБОТКЕ

В современных электротехнических установках одной из главных задач является преобразование электрической энергии. Стремительное развитие энергетики предопределяет необходимость повышения коэффициентов полезного действия трансформаторов и роторов электродвигателей, основным конструкционным элементом которых является сердечник, состоящий, как правило, из параллельных тонких пластин. Одним из наиболее распространенных материалов сердечников трансформаторов является сплав Fe₃SiAl, представляющий собой твердый раствор замещения с ОЦК структурой. При производстве листового проката особое внимание уделяется не только структуре, но и кристаллографической текстуре – преимущественной ориентации зерен в материале. Использование текстурованных пластин для преобразования электрической энергии позволяет снизить уровень ее потерь на треть, что также способствует снижению массы трансформатора.

В работе исследована послойная неоднородность кристаллографической текстуры листов сплава толщиной 0,5 мм. Установлено, что текстура как горячей прокатки, так и нормализационного отжига характеризуется преобладанием компоненты {110}<001>, которая испытывает размытие по толщине листа. Холодная прокатка способствует развитию двухкомпонентной текстуры с индексами: {001-111}<110> и {111}<110-112>, а также повышению однородности её распределения по толщине листа. Последующий рекристаллизационный отжиг обуславливает рост зерен с ориентациями: {001-111}<210> и {111}<112>.

На основе анализа субструктурной неоднородности, показано, что зерна текстурных компонент {111}<110-112> обладают повышенным наклепом, что приводит к их более интенсивному росту в процессе рекристаллизации и неблагоприятно сказывается на магнитных свойствах данного сплава.

R.A. MINUSHKIN^{*}, M.G. ISAENKOVA, O.A. KRYMSKAYA,
Yu.A. ROMANOVA

National Research Nuclear University MEPHI, Moscow, Russia

**e-mail: RAMinushkin@mephi.ru*

REGULARITIES OF THE DEVELOPMENT OF THE CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE OF Fe₃Si1Al ALLOY SHEETS DURING COLD ROLLING AND HEAT TREATMENT

In modern electrical installations, one of the main tasks is the conversion of electrical energy. The rapid development of the energy industry predetermines the need to increase the efficiency of transformers and rotors of electric motors, the main structural element of which is the core, which usually consists of parallel thin plates. One of the most common materials for transformer cores is the Fe₃Si1Al alloy, which is a substitutional solid solution with a bcc structure; in addition, in the production of rolled sheets, special attention is paid not only to the structure, but also to the crystallographic texture - the predominant orientation of grains in the material. The use of textured plates for converting electrical energy makes it possible to reduce the level of its losses by a third, which also helps to reduce the weight of the transformer.

In this work, the layer-by-layer inhomogeneity of the crystallographic texture of alloy sheets with a thickness of 0.5 mm was studied. It has been established that the texture of both hot rolling and normalization annealing is characterized by the predominance of the {110}<001> component, which is smeared along the sheet thickness. Cold rolling promotes the development of a two-component texture with indices: {001-111}<110> and {111}<110-112>, as well as an increase in the uniformity of its distribution over the sheet thickness. Subsequent recrystallization annealing causes the growth of grains with orientations:

{001-111}<210> and {111}<112>.

Based on the analysis of substructural inhomogeneity, it is shown that the grains of the {111}<110-112> texture components have increased work hardening, which leads to their more intensive growth during recrystallization and adversely affects the magnetic properties of this alloy.

С.С. ФЕДОТОВ, Т.О. ЛИПАТЬЕВА, А.С. ЛИПАТЬЕВ,
Г.Ю. ШАХГИЛЬДЯН, С.В. ЛОТАРЕВ, В.И. САВИНКОВ,
В.Н. СИГАЕВ

Российский химико-технологический университет им. Д.И. Менделеева
e-mail: fedotov.s.s@muctr.ru

ЛАЗЕРНАЯ СВАРКА СТЕКЛА И СИТАЛЛА С РАЗЛИЧАЮЩИМИСЯ ЗНАЧЕНИЯМИ ТКЛР

Создание бесклеевых соединений материалов является актуальной задачей для различных областей науки и техники. Одним из перспективных решений является локальное плавление на границе между свариваемыми материалами с помощью сфокусированных лазерных импульсов фемтосекундной длительности. Использование фемтосекундных лазерных импульсов позволяет осуществлять соединение таких материалов, как стекло-стекло [1], стекло-металл [2]. Как правило, для лазерной сварки используют материалы с согласованными значениями ТКЛР.

В данной работе, лазерное фосфатное стекло с неодимом ($\alpha = 120 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$) и магневоалюмосиликатный ситалл ($\alpha = 62 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$) были выбраны в качестве свариваемых материалов. В качестве источника лазерных импульсов использовался регенеративный усилитель Pharos SP (Light Conversion Ltd.), излучающий импульсы фемтосекундной длительности на длине волны 1030 нм. Сварка проводилась при следующих параметрах лазерного излучения: частота следования импульсов 1 МГц, энергия 50-200 нДж, длительность импульсов 180 фс, скорость перемещения образца 0.6 – 1 мм/с. Перед сваркой образцы приводились в оптический контакт друг с другом с помощью прижимной оправки. Лазерное излучение фокусировалось на границе между образцами с помощью объектива Olympus LCPLN 20x IR (N.A. = 0.45), с коррекцией аберраций для стекла толщиной 1.5 мм.

Предварительное исследование сварных треков посредством оптической микроскопии позволило оптимизировать режимы лазерного воздействия. Спектроскопия КР была использована для картирования лазерных швов, записанных по оптимизированному режиму, и выявила наличие переходной области между свариваемыми материалами в лазерномодифицированной зоне. Для сварки образцов было сформировано 180 сварных швов с шагом 20 мкм между соседними швами. Появление цветных интерференционных полос вокруг области сварки свидетельствует о наличии плотного соединения внутри области сварки (Рис. 1). Полученные результаты могут быть использованы для создания микро-чип лазеров с пассивной модуляцией добротности.

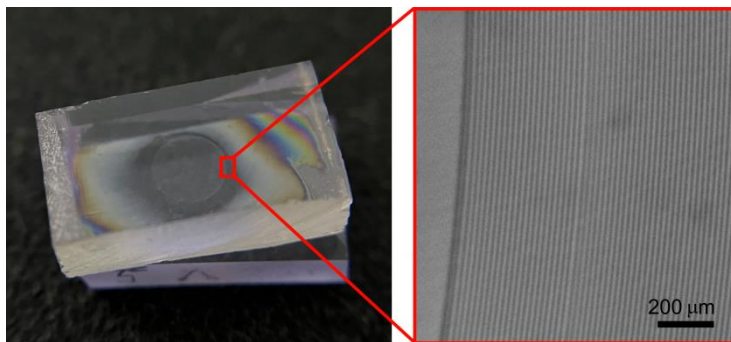


Рис. 1 – Фотография приваренных образцов лазерного фосфатного стекла (нижний образец) и магниевоалюмосиликатного ситалла (верхний образец). Сварка выполнена следующих параметрах записи: энергия импульсов 150 нДж, скорость перемещения 0.8 мм/с, расстояние между соседними швами 20 мкм.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант РНФ № 22-29-00838).

Список источников:

- [1] K. Svecsek, International Journal of Extreme Manufacturing (4), 024001 (2019).
- [2] Carter R.M. Applied Optics (53), 257 (2011).

А.Е. РОЗЕН^{1*}, А.В. ХОРИН¹, О.Н. ЛОГИНОВ¹, И.А. САФОНОВ²
А.В. ПРЫЩАК¹, В.М. БАТРАШОВ¹, А.А. РОЗЕН¹,
П.И. ЗАХАРОВА¹, Д.Е. БИЖАНОВ¹, Л.А. СЕЛИВАНОВА¹

¹ ФГБОУ ВО Пензенский государственный университет, Пенза, Россия

² Национальный исследовательский технологический университет

«МИСиС», Москва, Россия

*e-mail: aerozen@bk.ru

ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ КОРРОЗИОННОСТОЙКИХ СЛОИСТЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ С ВНУТРЕННИМ ПРОТЕКТОРОМ

Высокая коррозионная и радиационная активность жидких радиоактивных отходов (ЖРО), используемых при их переработке и кондиционировании, обуславливает быстрый выход из строя металлического оборудования, необходимость его замены. Это приводит к остановке производственных процессов, большим материальным затратам. Для увеличения сроков работы необходимо повышать коррозионную стойкость используемых конструкций (основного металла и сварных швов).

В рамках Единого отраслевого тематического плана ГК «Росатом» (ЕОТП-МТ-85) был создан композиционный материал, состоящий из последовательно расположенных тонколистовых слоёв железоуглеродистой стали с высокими и низкими электрохимическими потенциалами. Он получил название слоистых металлических материалов (СММ) с внутренним протектором (ВП) [1]. В рамках проекта «Создание и разработка нормативных требований к новым коррозионностойким многослойным металлическим материалам с внутренним протектором для объектов хранения РАО» для тестовых испытаний сваркой была произведена опытная партия СММ с одним и двумя ВП. Общая площадь листового составляла 210 м² при габаритных размерах до 6 метров в длину и до 2 метров в ширину со стопроцентной проверкой на сплошность по всему объёму заготовок.

В сравнении с высоколегированными нержавеющей стали аустенитного класса, например, 12Х18Н10Т и её аналогами, СММ с ВП обеспечивает уникальную коррозионную стойкость. Результаты испытаний, проведённые в специализированных лабораториях АО «НПО «ЦНИИТМАШ» (г. Москва), АО «Институт реакторных материалов» (г. Заречный, Свердловская область) свидетельствуют о повышении коррозионной стойкости в 6 раз при наличии одного ВП, и 23 раза – двух [2].

Механическими испытаниями было установлено, что прочность сцепления слоев на срез составила от 320 до 410 МПа, временное сопротивление на разрыв основного слоя - от 520 до 710 МПа, ударная вязкость - от 590 до 740 кДж/м², угол загиба при статическом нагружении - 140 градусов и выше.

Конечный бенефициар результатов проекта – Департамент по государственной политике в области радиоактивных отходов, отработавшего ядерного топлива и вывода из эксплуатации ядерно- и радиационноопасных объектов ГК «Росатом». Совместно с АО «НПО «ЦНИИТМАШ» разработаны Технические Условия 24.33.30-001-09494191-2021 «Многослойные металлические материалы повышенной коррозионной стойкости с внутренним протектором для оборудования по сбору, переработке, хранению и кондиционированию низко- и среднеактивных ЖРО». Вводятся впервые. Дата введения 2022-01-01. Созданы также 5 нормативных документов (технологический процесс., операционные технологические карты и др.). Решением ГК «Росатом» уровень технологической готовности составляет **TRL 6**.

Установлена возможность применения дуговых методов сварки для получения металлоконструкций из СММ с ВП при условии, чтобы коррозионные свойства и механические свойства сварного шва соответствовали основному материалу. Определены основные требования к составу и физическим свойствам электродного материала, условиям формирования сварочной ванны и зон сплавления, выбору режимов сварки, созданию наполнительных и облицовочных швов [3].

Определено, что СММ с ВП может быть широко востребован в химической и нефтегазодобывающей промышленности для создания емкостных аппаратов теплообменных устройств, реакторов, регенераторов трубопроводов при работе в высокоагрессивных средах.

Создан материал, который по ценовой категории находится в одном ряду с широко распространёнными коррозионностойкими нержавеющими сталями аустенитного класса, а по коррозионной стойкости сопоставим с палладием, никелем и хастеллоем.

1. Евразийский патент № 016878 ЕАПВ. Многослойный материал повышенной коррозионной стойкости (варианты) и способы его получения, С23F 13/06 В 32В 7/02 / Розен А.Е., Перельгин Ю.П., Первухин Л.Б., Кирий Г.В., Розен А.А. и др. – Выдан 30.06.2012; приоритет от 26.09.2008.
2. Grachev V. A. et al. Accelerated Corrosion Tests of a New Class of Multilayer Metallic Materials with an Internal Protector //Russian Metallurgy (Metally). – 2019. – Т. 2019. – №. 3. – С. 247-256.
3. Розен А.Е., Киреев С.Ю., Дуб А.В., Сафонов А.В., Макарова Е.А., Розен А.А., Исаков Е.Г., Корольков А.О. Особенности дуговой сварки слоистого коррозионностойкого материала // Сборник Тольяттинского государственного университета «Вектор науки Тольяттинского государственного университета» - № 4, 2021. - С. 57-68.

A.E. ROZEN^{1*}, A.V. Khorin¹, O.N. LOGINOV¹, I.A. SAFONOV²,
A.V. PRYSHCHAK¹, V.M. BATRASHOV¹, A.A. ROSEN¹,
P.I. ZAKHAROVA¹, D.E. BIZHANOV¹, L.A. SELIVANOV¹

¹ Penza State University, Penza, Russia

² National Research Technological University

MISiS, Moscow, Russia

*email: aerozen@bk.ru

PERFORMANCE CHARACTERISTICS CORROSION-RESISTANT LAYERED METAL MATERIALS WITH INTERNAL PROTECTOR

The high corrosive and radiation activity of liquid radioactive waste (LRW) used in their processing and conditioning causes a rapid failure of metal equipment and the need to replace it. This leads to a stop of production processes, high material costs. To increase the service life, it is necessary to increase the corrosion resistance of the structures used (base metal and welds).

As part of the Unified Industry Thematic Plan of the State Corporation Rosatom (UISTP-MT-85), a composite material was created, consisting of successively arranged thin layers of iron-carbon steel with high and low electrochemical potentials. It is called layered metal materials (LMM) with an internal protector (IP) [1]. Within the framework of the project "Creation and development of regulatory requirements for new corrosion-resistant multilayer metal materials with an internal protector for radioactive waste storage facilities", an experimental batch of LMM with one and two EPs was produced for test welding. The total sheet area was 210 m² with overall dimensions up to 6 meters in length and up to 2 meters in width with a 100% check for continuity throughout the entire volume of blanks.

Compared to high-alloyed austenitic stainless steels, such as 12Kh18N10T and its analogues, LMM with VP provides unique corrosion resistance. The results of tests carried out in specialized laboratories of JSC "NPO "CNIITMASH" (Moscow), JSC "Institute of Reactor Materials" (Zarechny, Sverdlovsk Region) indicate an increase in corrosion resistance in 6 times in the presence of one EP, and 23 times in the presence of two [2].

It was established by mechanical tests that the shear strength of the layers was from 320 to 410 MPa, the tensile strength of the main layer was from 520 to 710 MPa, the impact strength was from 590 to 740 kJ/m², the bending angle at static loading - 140 degrees and above.

The ultimate beneficiary of the project results is the Department for State Policy in the Field of Radioactive Waste, Spent Nuclear Fuel and Decommissioning of Nuclear and Radiation Hazardous Facilities of Rosatom State Corporation. Together with JSC "NPO "CNIITMASH" Technical Specifications

24.33.30-001-09494191-2021 "Multilayer metal materials of increased corrosion resistance with an internal protector for equipment for the collection, processing, storage and conditioning of low- and medium-active LRW" were developed. Entered for the first time. Date of introduction 2022-01-01. 5 regulatory documents have also been created (technological process, operational flow charts, etc.) by the decision of the State Corporation "Rosatom", the level of technological readiness is **TRL 6**.

The possibility of using arc welding methods to obtain metal structures from LMM with VP has been established, provided that the corrosion properties and mechanical properties of the weld correspond to the base material. The basic requirements for the composition and physical properties of the electrode material, the conditions for the formation of the weld pool and fusion zones, the choice of welding modes, the creation of filling and facing welds were determined [3].

It has been determined that LMM with VP can be widely used in the chemical and oil and gas industries to create capacitive devices for heat exchangers, reactors, pipeline regenerators when operating in highly aggressive environments.

A material has been created that, in terms of price category, is on a par with widely used corrosion-resistant austenitic stainless steels, and in terms of corrosion resistance it is comparable to palladium, nickel and hastelloy.

1. Eurasian patent No. 016878 EAPV. Multilayer material of increased corrosion resistance (options) and methods for its preparation, C23F 13/06 B 32B 7/02 / Rosen A.E., Perelygin Yu.P., Pervukhin L.B., Kiriy G.V., Rosen A.A. and others - Issued on 06/30/2012; priority from 26.09.2008.

2. Grachev V. A. et al. Accelerated Corrosion Tests of a New Class of Multilayer Metallic Materials with an Internal Protector //Russian Metallurgy (Metally). - 2019. - T. 2019. - No. 3. - S. 247-256.

3. Rozen A.E., Kireev S.Yu., Dub A.V., Safonov A.V., Makarova E.A., Rozen A.A., Isakov E.G., Korolkov A.O. Features of arc welding of layered corrosion-resistant material // Collection of Togliatti State University "Vector of Science of Togliatti State University" - No. 4, 2021. - P. 57-68.

Е.Р. ЧЕРНАВСКАЯ, А.А. ИВАННИКОВ, И.В. ФЕДОТОВ,
А.Н. СУЧКОВ, П.С. ДЖУМАЕВ, О.Н. СЕВРЮКОВ
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

*e-mail: ekat_rom_form@mail.ru

ИЗУЧЕНИЕ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ПАЯНЫХ СОЕДИНЕНИЙ SiC/SiC ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ

Карбид кремния и композиты на его основе являются перспективным материалом для изготовления оболочек тепловыделяющих элементов для ядерных реакторов нового поколения, устойчивых авариям с потерей теплоносителя (LOCA). Однако для изготовления такой оболочки является необходимым разработать способ соединения фрагментов трубки и заглушки между собой. В ранее проведенной работе показано, что с применением высокотемпературной пайки припоем $Zr_{35}Ti_{25}Cu_{17}Be_{28}$ (ат. %) возможно получить прочное и надежное (прочность на срез не менее 201 МПа, при режиме пайки: 810 °С – 10 мин.) паяное соединение SiC/SiC, состоящее преимущественно из интерметаллидов $(Zr,Ti)_2Cu$, $ZrBe_7$, $TiBe_7$ [1]. Но при потере теплоносителя температура на паяном соединении оболочки и заглушки тепловыделяющего элемента может повыситься до свыше 1200 °С [2]. В таких условиях материал паяного соединения может активно взаимодействовать с карбидом кремния, что приведет к изменению структурно-фазового состояния шва и изменению его механических свойств. Таким образом, изучение эволюции СФС паяного шва SiC/SiC полученных с использованием припоя $Zr_{35}Ti_{25}Cu_{17}Be_{28}$ является актуальной задачей.

С применением методов растровой электронной микроскопии, микро-рентгеноспектрального и ДОРЭ анализа в работе проведено изучение паяных соединений SiC/SiC (припой $Zr_{35}Ti_{25}Cu_{17}Be_{28}$, режим пайки: 810 °С – 10 мин.) после их нагрева в диапазоне температур 900–1450 °С с временем выдержки 10 мин. Показано, что микроструктура паяного соединения в процессе нагрева эволюционирует – происходит образование матрицы из силицида циркония ($ZrSi$) с включениями карбидов (ZrC , TiC) титана/циркония и карбосилицида (Ti_3SiC_7) титана. Расчёт энергии Гиббса образования силицидов и карбидов титана и циркония показал, что полученная микроструктура паяного соединения отвечает наиболее термодинамически выгодной реакции взаимодействия карбида кремния с титаном и цирконием.

1. Fedotov I.V., et al. // Journal of Materials Engineering and Performance, (2022) <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07413-z>

2. J.D. Stempien, et al. // Nucl. Technology. 183 (2013) <https://doi.org/10.13182/NT12-86>.

E.R. CHERNAVSKAYA, A.A. IVANNIKOV, I.V. FEDOTOV,
A.N. SUCHKOV, P.S. DZHUMAEV, O.N. SEVRYUKOV
National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia
**e-mail: ekat_rom_form@mail.ru*

STUDY OF THE SiC/SiC BRAZED JOINTS MICROSTRUCTURE EVOLUTION DURING HIGH- TEMPERATURE HEAT TREATMENT

Silicon carbide and its composites are a promising material for the manufacture of fuel element claddings for new generation nuclear reactors resistant to loss of coolant accidents (LOCA). However, for the manufacture of such a cladding, it is necessary to develop a method for connecting the fragments of the tube and the plug to each other. In the previous work, it was shown that using high-temperature brazing with $Zr_{35}Ti_{25}Cu_{12}Be_{28}$ (at.%) amorphous filler metal, it is possible to obtain a strong and reliable (shear strength of at least 201 MPa, with brazing mode: 810 °C - 10 min) brazing SiC / SiC joint, consisting mainly of intermetallic compounds ($Zr,Ti)_2Cu$, $ZrBe_2$, $TiBe_2$ [1]. But if the coolant is lost, the temperature at the brazed joint of the cladding and the plug of the fuel element can rise to over 1200 °C [2]. Under such conditions, the brazed joint material can actively interact with silicon carbide, which will lead to a change in the structural-phase state of the seam and a change in its mechanical properties. Thus, the study of the evolution of the SPS brazed joint SiC/SiC obtained using filler metal $Zr_{35}Ti_{25}Cu_{12}Be_{28}$ is an actual problem.

Using the methods of scanning electron microscopy, X-ray microscopic analysis and EBSD analysis, it was studied brazing joints SiC/SiC (filler metal $Zr_{35}Ti_{25}Cu_{12}Be_{28}$, brazing mode: 810 °C – 10 min.) after their heating in the temperature range of 900–1450 °C with a holding time of 10 min. It is shown that the microstructure of the brazed joint evolves during heating - a matrix of zirconium silicide (ZrSi) with inclusions of titanium/zirconium carbides (ZrC, TiC) and titanium carbosilide (Ti_3SiC_2) is formed. Calculation of the Gibbs energy for the formation of silicides and titanium and zirconium carbides showed that the resulting brazed joint microstructure corresponds to the most thermodynamically favorable reaction of interaction between silicon carbide and titanium and zirconium.

1. Fedotov I.V., et al. // Journal of Materials Engineering and Performance, (2022) <https://doi.org/10.1007/s11665-022-07413-z>
2. J.D. Stempien, et al. // Nucl. Technology. 183 (2013) <https://doi.org/10.13182/NT12-86>.

Д.А. МЕДВЕДЕВ^{1*}, А.С. КЛЯЦКИН¹, В.Н. ДЕНИСОВ¹,
Е.А. ДЕРГУНОВА², А. А. КСЕНОФОНТОВ¹, А. Д. КАЛИКИНА¹

¹АО «Композит», Королёв, Россия

²АО «ВНИИНМ», Москва, Россия

*e-mail: info@kampozit-mv.ru

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ДИФфуЗИОННОЙ СВАРКИ РАЗНОРОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ В УСЛОВИЯХ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ

Соединение разнородных металлических материалов осуществляют во многих случаях способами сварки в твердом состоянии [1]. Одним из самых прогрессивных способов, развиваемых сравнительно недавно, является диффузионная сварка (ДС) в условиях горячего изостатического прессования (ГИП). Отличительная особенность этого способа заключается в том, что сварочное усилие при ДС реализуется за счет высокого давления всестороннего сжатия, создаваемого инертным газом (до 200 МПа). Для передачи сварочного усилия, в процессе газостатирования, свариваемые заготовки предварительно герметизируют в стальном контейнере в среде высокого вакуума порядка $1 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. (0,133 Па). В работе продемонстрированы технологические преимущества и отличительные особенности ДС в условиях ГИП перед другими способами сварки в твердом состоянии на примере некоторых диффузионных соединений.

Целью настоящей работы являлась разработка технологии ДС в условиях ГИП различных пар разнородных металлических материалов, применительно для некоторых узлов двигательных ракетных установок и международного термоядерного экспериментального реактора (ИТЭР).

Для получения качественного биметаллического соединения титановый сплав ВТ6С (ВТ14) – сталь 12Х18Н10Т, обладающего устойчивостью к вибрациям, а также высоким уровнем и стабильностью прочностных свойств по всей площади соединения, были использованы промежуточные прослойки из ниобия со стороны титана [2] и из меди со стороны стали [1]. Установлено, что в отличие от сварки прокаткой в вакууме, способ ДС в условиях ГИП позволяет решить проблему нестабильности толщины промежуточных прослоек и образования локальных участков несплошности. Показано, что прочностные свойства соединения находятся в диапазоне 322-597 МПа в зависимости от толщины медной прослойки, а разрушение происходит исключительно по меди (Рис.1).

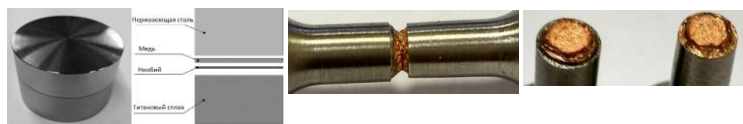


Рис.1 Биметаллическое соединение титановый сплав – нержавеющая сталь

Разработана технология изготовления макетов теплообменника первой стенки ИТЭР, которые представляют собой сложную конструкцию биметаллического соединения бронзы БрХЦр со сталью 316L с внутренними каналами охлаждения в бронзовой части. ДС осуществляли за один цикл ГИП. Показано, что прочность диффузионного соединения находится в диапазоне 398-457 МПа при комнатной температуре и 330-370 МПа при температуре 250 °С, разрушение происходит по бронзовой составляющей.

С целью изготовления креплений кассет дивертора ИТЭР опробована технология изготовления крупногабаритных заготовок (масса 760 кг), представляющие из себя сборочные единицы сложной формы из нержавеющей стали 316L и высокопрочной стали ХМ19, которые соединялись ДС в условиях ГИП (площадь соединения ~ 700 см²).

Разработана технология получения водоохлаждаемых молибденовых зеркал с плакировкой внутренних каналов хромоциркониевой бронзой с помощью ДС в условиях ГИП с целью защиты внутренних каналов водоохлаждаемых молибденовых зеркал, которые используются для спектроскопии водородных линий в ИТЭР. Удалось получить герметичное соединение с полным физическим контактом (Рис.2).

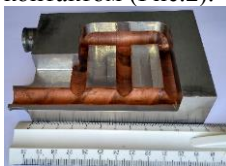


Рис.2 Молибденовое зеркало с внутренними каналами, плакированными хромоциркониевой бронзой

Опробована технология получения биметаллических соединений алюминиевый сплав – титан с зоной соединения стыкового типа и алюминиевый сплав – сталь цилиндрической формы с нахлесточной зоной соединения (Рис. 3). Благодаря сварке внахлест полученные переходные элементы имеют высокую конструкционную прочность и повышенные эксплуатационные характеристики.



Рис.3 Биметаллы цилиндрической формы с нахлесточной зоной соединения алюминиевый сплав – титаном и алюминиевый сплав – сталь

1. Специальные методы сварки давлением [Электронный ресурс]: учебное пособие / Г. В. Конюшков, Р. А. Мусин. 2-е изд. Электрон. дан. и прогр. (30 Мб). Саратов: Ай Пи Эр Медиа, 2019. 631 с.
2. Диффузионная сварка разнородных материалов: учеб. пособие для студ. высш. учеб. заведений / А. В. Люшинский. М.: Издательский центр «Академия», 2006. 208 с.

Н.С. ПОПОВ^{1*}, А.А. ИВАННИКОВ¹, А.Г. АНИСИМОВ²,
Д.В. ЛАЗУРЕНКО³

¹*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
г. Москва*

²*Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН, г. Новосибирск*
³*Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск*
*e-mail: NSPopov@mephi.ru

ПОЛУЧЕНИЕ КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ТИТАНА И АМОРФНОГО СПЛАВА МЕТОДОМ МАГНИТНО-ИМПУЛЬСНОЙ СВАРКИ

В работе исследованы особенности соединения кристаллического титана с аморфной лентой на основе титана, полученного методом магнитно-импульсной сварки (МИС). В настоящее время активно развиваются методы получения как объёмных аморфных сплавов (объёмные металлические стекла), так и способы создания композитов на основе материалов с аморфной структурой [1,2]. Особенности аморфного состояния накладывают жесткие ограничения на технологию формирования композита, в особенности на температуру нагрева при реализации технологического процесса.

Принцип МИС заключается в высокоскоростном соударении свариваемых заготовок, что позволяет предотвратить чрезмерный нагрев материалов [3]. Помимо этого, при использовании МИС возможно получение аморфной структуры даже при сварке кристаллических материалов.

В данной работе методом МИС были получены трёхслойные композиты, состоящие из двух пластин титана марки ВТ1-0 толщиной 150 ± 15 мкм и аморфной ленты марки STEMET® 1202 (далее – 1202) состава Ti-12Ni-22Cu-12Zr-1,5Be-0,8V мас.% толщиной 50 ± 5 мкм.

Микроструктура композита в поперечном сечении, исследованная методом дифракции обратно-рассеянных электронов (ДОРЭ), представлена на рисунке 1. Верхняя граница раздела титана и аморфной ленты содержала вихревые зоны. Тёмная область на рисунке 1 характеризуется отсутствием линий Кикучи, что свидетельствует об аморфности этого слоя в композите. Для надёжной идентификации аморфной фазы в образце также был использован метод дифракционного анализа.

Спектры, полученные методом дифракции рентгеновского синхротронного излучения при облучении области, соответствующей слою 1202, имели вид аморфного гало, что свидетельствует об отсутствии упорядоченной структуры. В вихревых зонах помимо аморфного гало были обна-

ружены пики кристаллических фаз, которые могли возникнуть вследствие перемешивания свариваемых материалов и локальной кристаллизации аморфной фазы. Снимки, полученные методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), показали, что вихревые зоны содержат наноразмерные частицы, диаметр которых не превышает 50 нм.

Метод МИС продемонстрировал возможность получения соединения кристаллического и аморфного материалов без кристаллизации последнего.

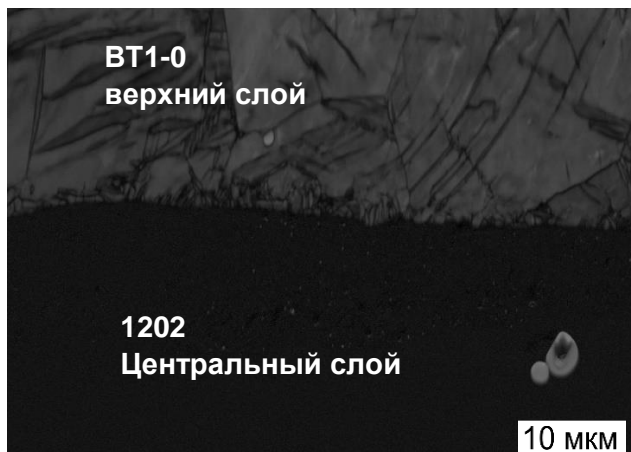


Рисунок 1 – Изображение структуры трехслойного композита «BT1-0–1202–BT1-0» в поперечном сечении (ОПФ карта + полосы контраста), полученное методом ДОРЭ

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-23-00953. Синхротронные исследования были проведены на линии P03 Немецкого электронного синхротрона (DESY).

1. Codrean C. et al. Composite materials fabricated of amorphous and nanocrystalline metallic powders // Mater. Plast. 2019. Vol. 56, № 4. P. 744–749.
2. Wang Z. et al. Microstructure and mechanical behavior of metallic glass fiber-reinforced Al alloy matrix composites // Sci. Rep. Nature Publishing Group, 2016. Vol. 6, № March. P. 1–11.
3. Wang D., Li N., Liu L. Magnetic pulse welding of a Zr-based bulk metallic glass with aluminum plate // Intermetallics. Elsevier, 2018. Vol. 93, № December 2017. P. 180–185.

Ю.А. ГУРОВА^{1*}, Д.М. БАЧУРИНА¹, О.Н. СЕВРЮКОВ¹,
Н.А. БАБИНОВ², И.А.ХОДУНОВ², Я.Г. ИБРАГИМОВА²

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
г. Москва

²Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе, г. Санкт-Петербург
*e-mail: Violinarus@inbox.ru

ПРИМЕНЕНИЕ АЛЮМИНИЕВОГО ПРИПОЯ СТЕМЕТ®1502 ДЛЯ ПАЙКИ ПАКЕТНЫХ ПЬЕЗОСИЛОВЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

В настоящее время актуальной проблемой является создание эффективных и надежных приводов движения, способных работать в экстремальных условиях эксплуатации – повышенные температуры, высокий вакуум и т.д. В связи с этим ведутся исследования и разработки исполнительных устройств нового типа, в том числе пьезоэлектрических.

Пьезосиловые элементы планируется использовать, в частности, для приведения в движение внутривакуумных компонентов диагностики томосоновского рассеяния (ДТР) международного термоядерного реактора ИТЭР. Условия работы ДТР характеризуются высокими радиационными нагрузками и температурой при прогреве, вибрацией и значительными перегрузками при возможных аварийных событиях [1]. В силу этого к эксплуатируемым в реакторе соединениям конструктивных элементов, в том числе и неразъемным, предъявляются весьма жесткие требования.

В данной работе исследовали возможность применения высокотемпературной пайки пьезосиловых элементов быстрозакаленным припоем на основе алюминия. Были спаяны столбики из пьезокерамических дисков ПКВ-460 и ТСВС-2 толщиной 1 мм, с медным покрытием 3, 6, 9 мкм и электрическими выводами из медной фольги толщиной 50 и 100 мкм. Пайку проводили аморфным ленточным припоем СТЕМЕТ®1502 толщиной 70 и 35 мкм (Al–29,5Ge–3,9Si мас.%), $T_s = 425\text{ }^\circ\text{C}$ $T_l = 520\text{ }^\circ\text{C}$ при температуре $600\text{ }^\circ\text{C}$ и выдержке 10 минут [2].

Положительными характеристиками быстрозакаленных припоев являются высокая химическая и фазовая однородность, достигаемые при закалке металлических расплавов со скоростями $10^4\text{--}10^6\text{ K/s}$ за счет фиксации в твердом состоянии жидкоподобной аморфной структуры в состоянии пересыщенного твердого раствора или формирования нанокристаллической структуры.

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.

Отработан режим поляризации для пьезостолбика из 5 дисков ПКВ-460, на столбиках из 5 и 10 дисков ТСВС-2 опробован режим, взятый из литературных источников.

Показана возможность получения механически прочного соединения из пьезокерамик ПКВ-460 и ТСВС-2 с омеднением и фольгой из меди припоем СТЕМЕТ®1502.

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 СТЕМЕТ® amorphous brazing filler metals. “Ore and Metals” Publishing house, 2015. Vol. 2015, № 1. P. 45–49

СТЕМЕТ®—зарегистрированный товарный знак компании МИФИ-АМЕТО

Y.A. GUROVA^{1*}, D.M. BACHURINA¹, O. N. SEVRYUKOV¹,
N. A. BABINOV², I.A. KHODUNOV², Ya.G. IBRAGIMOV²

¹National research nuclear university «MEPhI», Moscow, Russia

²Physical-Technical Institute. A.F. Ioffe, St. Petersburg

*e-mail: Violinarus@inbox.ru

BRAZING OF PACKED PIEZOPower ELEMENTS WITH AL-BASED BRAZING ALLOY СТЕМЕТ®1502

Currently, an urgent problem is the creation of efficient and reliable motion drives capable of operating under extreme operating conditions - elevated temperatures, high vacuum, etc. In this regard, research and development of a new type of actuators, including piezoelectric ones, is underway.

Piezoelectric elements are planned to be used, in particular, to drive the intravacuum components of the Thomson scattering diagnostics (TDR) of the international thermonuclear reactor ITER. The operating conditions of the DTR are characterized by high radiation loads and temperature during heating, vibration and significant overloads in case of possible emergency events [1]. Because of this, very stringent requirements are imposed on the joints of structural elements used in the reactor, including non-detachable ones.

In this work, we investigated the possibility of using high-temperature brazing of piezoelectric elements with a rapidly quenched aluminum-based brazing

alloy. Columns were brazed from piezoceramic disks PKV-460 and TSVS-2 1 mm thick, with a copper coating of 3, 6, 9 μm and electrical leads made of copper foil 50 and 100 μm thick. Brazing was carried out with a brazing alloy STEMET[®]1502 with a thickness of 70 and 35 μm (Al–29,5Ge–3,9Si mac.%), $T_s = 425\text{ }^\circ\text{C}$ $T_l = 520\text{ }^\circ\text{C}$ at a temperature of $600\text{ }^\circ\text{C}$ and an exposure of 10 minutes [2].

The positive characteristics of rapidly quenched brazing alloys are high chemical and phase homogeneity, achieved by quenching metal melts at rates of $10^4\text{--}10^6\text{ K/s}$ due to the fixation of a liquid-like amorphous structure in the solid state in the state of a supersaturated solid solution or the formation of a nanocrystalline structure.

By the method of EMF analysis on a scanning electron microscope Carl Zeiss EVO 50 XVP the microstructures of brazed joints were studied and maps of the distribution of chemical elements in the brazed seam were obtained.

The polarization mode for a piezo column of 5 disks has been worked out PKV-460, on columns of 5 and 10 disks TSVS-2, a mode taken from literary sources was tested.

The possibility of obtaining a mechanically strong joint from PKV-460 and TSVS-2 piezoceramics with copper plating and copper foil using STEMET[®]1502 brazing alloy is shown.

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

STEMET[®] is a registered trademark of MIFI-AMETO,

А.А. ИВАННИКОВ, А.В. АБРАМОВ *, А.Н. СУЧКОВ,
М.А. ПЕНЯЗЬ, Н.С. ПОПОВ, Д.М. БАЧУРИНА, О.Н. СЕВРЮКОВ
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*

*e-mail: xxxxx@mail.ru

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СОЕДИНЕНИЙ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ AISI 304 И ВЫСОКОПРОЧНОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА AA 6082, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ВАКУУМНОЙ ПАЙКИ С ПРИМЕНЕНИЕМ БЫСТРОЗАКАЛЕННЫХ ПРИПОВ СИСТЕМЫ Al-Ge-Si

Благодаря хорошим механическим характеристикам коррозионностойкой стали и низкому удельному весу алюминиевых сплавов, их соединение представляет интерес для применений в транспорте [1]. Образование хрупких интерметаллических фаз системы Fe-Al может серьезно снизить прочность соединения [1, 2]. По сравнению со сваркой, методы пайки позволяют получать соединения сложной формы. Кроме того, температура ликвидуса припоя всегда лежит ниже температуры солидуса основного материала, благодаря чему не происходит локального перегрева и оплавления соединяемых деталей. Подбор оптимального времени термического воздействия и понижение температуры соединения при пайке позволяют получать соединения с хорошими механическими свойствами [3]. Температуры ликвидуса широко используемых припоев системы Al-Si выше температур солидуса высокопрочных алюминиевых сплавов системы Al-Mg-Si (550-600 °C). Это накладывает ограничение на применение таких припоев без дополнительного легирования.

Легирование германием классической системы позволяет получить температуру плавления тройного сплава Al-Ge-Si ниже 500 °C, что достигается за счёт образования между алюминием и германием легкоплавкой эвтектики с температурой плавления 420 °C. Понижение температуры пайки алюминиевых сплавов с коррозионностойкой сталью и уменьшение времени выдержки позволяет контролировать рост интерметаллических слоёв Fe-Al, сохранять требуемую микроструктуру и механические свойства алюминиевых сплавов [4].

Технология быстрой закалки расплава позволяет получить припой системы Al-Ge-Si с любым содержанием германия в виде ленты [5]. Целью данной работы является установление закономерностей формирования соединений коррозионностойкой стали AISI 304 и высокопрочного алюминиевого сплава AA 6082, полученных методом вакуумной пайки с применением быстрозакаленных припоев системы Al-Ge-Si. Результаты рентгеновского фазового анализа лент сплавов системы Al-Ge-Si показали наличие трех различных фаз: твердых растворов (Al, Ge) и (Ge, Si), а также метастабильной фазы Al_6Ge_5 , которая сформировалась при быстрой закалке. Проведены исследования паяных швов однородных соединений AISI

304 и AA 6082 для установления механизмов их взаимодействия с припоями системы Al-Ge-Si. Однородное соединение AA 6082/AA 6082 содержит фазу твёрдого раствора (Al, Ge, Si) и интерметаллид AlFeSi. Однородное соединение AISI 304/AISI 304 формируется за счёт образования интерметаллической фазы AlFeCrSi. В центральной части паяного шва наблюдается формирование неоднородной структуры, содержащей эвтектику на основе твёрдого раствора (Al) и твёрдого раствора (Ge, Al, Si). Паяный шов разнородного соединения AA 6082/AISI 304 содержит 2 фазы: твёрдый раствор (Ge, Si) и интерметаллид AlFeCrSi. Определены значения микротвердости указанных фаз. Установлено влияние температуры и времени выдержки на толщину слоя интерметаллида AlFeCrSi при создании разнородного соединения AA 6082/AISI 304.

Результаты применения припоев различных составов позволяют сделать вывод о том, что германий не участвует в формировании паяного соединения, а его содержание влияет только на критические температуры фазовых превращений сплавов-припоев.

Показано, что при пайке германий активно диффундирует в объём алюминиевого сплава, образуя с алюминием легкоплавкие фазы по границам зёрен, что приводит к его охрупчиванию. Поэтому, необходимо нанесение защитных покрытий на алюминиевый сплав. В качестве материалов покрытия рассматриваются металлы Ni, Ti и Cu, проведены пилотные эксперименты по изучению взаимодействия указанных материалов с припоями системы Al-Ge-Si.

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

1. Fedorov V., Uhlig T., Wagner G. Influence of the thickness of the reaction zone in aluminum/stainless steel brazed joints on themechanical properties // Metals (Basel). – 2021. – Vol. 11, № 2. – P. 1–8.
2. Tanaka T., Morishige T., Hirata T. Comprehensive analysis of joint strength for dissimilar friction stir welds of mild steel to aluminum alloys // Scr. Mater. Acta Materialia Inc. – 2009. – Vol. 61, № 7. – P. 756–759.
3. Fedorov V., Uhlig T., Wagner G. Investigation of fatigue damage in aluminum/stainless steel brazed joints // Weld. World. Welding in the World. – 2018. – Vol. 62, № 3. – P. 609–616.
4. Martinsen K., Hu S.J., Carlson B.E. Joining of dissimilar materials // CIRP Ann. - Manuf. Technol. – 2015. – Vol. 64, № 2. – P. 679–699.
5. Ivannikov A. et al. Development of rapidly-quenched al-ge-si filler alloys for the joining of stainless steel aisi 304 and aluminum alloy aa6082 // Metals (Basel). – 2021. – Vol. 11, № 12.

А.А. БАЖЕНОВ, В.В. МИХАЛЬЧИК, А.В. ТЕНИШЕВ,
Д.П. ШОРНИКОВ

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

*e-mail: baa9mephi@yandex.ru

ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ РЕЖИМОВ НА СПЕКАНИЕ УРАН-ГАДОЛИНИЕВЫХ ОКСИДОВ

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

В данной работе рассматривались образцы из уран-гадолиниевых оксидов со стандартными содержаниями 0, 3,35, 5, 8 мас.% Gd_2O_3 , изготовленные из пресс-порошков, представленных ПАО «МСЗ». Перед спеканием образцы были спрессованы с помощью ручного пресса фирмы Carver таким образом, чтобы сырые таблетки имели одинаковые плотности. Спекание образцов проводилось в dilatометре DIL 402 C фирмы NETZSCH. Нагрев производили с постоянной скоростью равной 4, 6 и 8 °C/мин без выдержек до температуры 1580 °C при постоянном пропускании через систему смеси газов $Ar+8\%H_2$ с потоком равным 150 мл/мин. Также в ходе спекания образцов проводилось измерение кислородного потенциала среды с помощью твёрдотельной гальванической ячейки Zirconia M (Россия), которая была подключена к выходу газовой системы.

Проведённые исследования показали, что добавление оксида гадолиния снижает спекаемость образцов, также это приводит к значительному повышению температуры начала спекания на 200–300 °C. Наибольшая плотность наблюдалась у образцов, спеченных со скоростью нагрева 4 °C/мин. Анализ скоростей спекания показал, что чем выше скорость нагрева образца, тем выше скорость спекания, однако в случае с уран-гадолиниевыми образцами данная зависимость чётко наблюдается только при температурах выше 1400 °C, в случае же с диоксидом урана при температуре выше 1200 °C. Добавление оксида гадолиния в образцы повышает кислородный потенциал продувочного газа внутри печи на начальном этапе в интервале температур 50–200 °C и 450–550 °C, вследствие испарения влаги и отжига стеарата алюминия из прессовок.

А.С. БЫКАНОВ, В.В. МИХАЛЬЧИК, Д.П. ШОРНИКОВ,
А.В. ТЕНИШЕВ, М.Д. САВЕЛЬЕВ
*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Москва, Россия*
*e-mail: Artembikan@yandex.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ СЛИТКОВ ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА U_3Si_2

С 2011 стали рассматриваться альтернативы существующей топливной композиции $UO_2 - Zr$, применяемой в водо-водяных реакторах. Перспективный вариант – U_3Si_2 . Основное преимущество дисилицида триурана – более высокая теплопроводность (21 – 38 Вт/м*К у силицида и 2 – 6 Вт/м*К у диоксида), большая плотность (12,2 г/см³ – у U_3Si_2 , 10,96 г/см³ для диоксида). К недостаткам силицида можно отнести его низкую температуру плавления – 1625 °С (в то время как у диоксида урана температура плавления равна 2847 °С) и сложность получения. У дисилицида триурана узкая область гомогенности на диаграмме состояния, что затрудняет получение стехиометричных образцов.

В данной работе изучена возможность получения слитков U_3Si_2 на электродуговой печи МИФИ-9.

Выявлено, что дополнительный отжиг слитков не приводит к желаемой степени гомогенизации слитков.

Обнаружено, что наиболее гомогенные и близкие к стехиометричному составу слитки получаются путем многократного переплава слитка с разных сторон.

Проведен элементный анализ на РЭМ. Полной гомогенности достичь не удается – области, близкие к U_3Si_2 , как правило окружены областями богатыми кремнием. Присутствуют небольшие примеси алюминия (менее 1 мас.%).

При среднем составе шихты U - 7.5 мас.% Si полученные изделия имеют достехиометрический состав примерно U - 6.9 мас.% Si, реже - U - 7.4 мас.% Si, что можно считать хорошим результатом. Однако, наблюдается фаза, содержащая избыток кремния, принимающая вид квадратного углового узора в одном сечении и вид V-образного узора в другом.

Средняя плотность образцов, измеренная методом гидростатического взвешивания, близка к теоретической (12,2 г/см³) и, закономерно, снижается с увеличением содержания кремния.

А.Е. КАРПЕЕВА*, А.И. КУЗНЕЦОВ,
А.Е. СКОМОРОХА, И.С. ТИМОШИН

АО «Машиностроительный завод», г. Электросталь, Россия

*e-mail: karpeevaanastasiya@gmail.com

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ СПЕКАНИЯ НА СВОЙСТВА ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА С МАССОВОЙ ДОЛЕЙ ОКСИДА ГАДОЛИНИЯ 8,0 %

Тенденции развития ядерного топлива последних лет направлены на увеличение глубины выгорания, продолжительности кампании и достижения нулевого отказа [1-4]. Одним из путей достижения поставленных целей является введение в топливо выгорающего поглотителя [1]. В качестве выгорающего поглотителя чаще используется гадолиний, который обладает такими уникальными свойствами как высокое поперечное сечение захвата нейтронов, является неделяющимся материалом и не вызывает образования нежелательных продуктов деления.

Использование выгорающего поглотителя позволяет в широких пределах изменять нейтронно-физические характеристики ТВС и схему их размещения при перегрузках зоны. С помощью уран-гадолиниевого топлива можно эффективно регулировать пик мощности в течение цикла. Преимущества использования уран-гадолиниевого топлива состоит также в снижении стоимости вырабатываемой электрической энергии и эксплуатационных расходов.

В будущем повышение эффективности использования ядерного топлива требует увеличения концентрации выгорающего поглотителя. К такому топливу предъявляются высокие требования по таким показателям как плотность, микроструктура, «доспекаемость», рассматриваемые в качестве ключевых параметров в расчетных обоснованиях поведения твэгов (твэлы, содержащие уран-гадолиниевое топливо) в стационарном и переходных режимах, а также в проектных авариях. Поэтому большой интерес вызывает изучение механизмов и закономерностей изменения свойств уран-гадолиниевого топлива с высоким содержанием выгорающего поглотителя при его промышленном производстве. Несмотря на достаточное количество публикаций и литературных данных, вопрос о влиянии условий спекания на свойства ядерного топлива с оксидом гадолиния, в том числе и на его термическую стабильность («доспекаемость»), освещен мало.

В работе представлены результаты исследования свойств уран-гадолиниевых таблеток с содержанием 8,0 мас.% Gd_2O_3 , полученных при спекании в среде с различным уровнем увлажнения. Показано, что такие важные свойства таблеток $(U,Gd)O_2$ как плотность, «доспекаемость», микроструктура в значительной степени определяются формированием твердого раствора, который в свою очередь зависит от содержания кисло-

рода в атмосфере спекания. Повышение уровня влажности и соответственно повышение содержания кислорода в атмосфере спекания способствует получению стабильных положительных результатов по «доспекаемости». При спекании в газовой среде с недостатком кислорода образуется достехиометрический состав таблетки. Впоследствии под воздействием атмосферной влаги происходит окисление таблетки до стехиометрического состава, при этом происходит растрескивание таблеток и повышение содержания в них водорода.

1. Experiences and trends of manufacturing technology of advanced nuclear fuels. – Vienna : International Atomic Energy Agency, 2012. IAEA-TECDOC series, ISSN 1011-4289; no. 1686.
2. Петров И.В., Басов В.В. Поведение таблеток уран-эрбиевого оксидного топлива в процессе циклической термической обработки. Атомная энергия, т.107, вып. 4, октябрь 2009. С.221-224.
3. Соколова И.Д. Опыт разработок топлива для реакторов PWR и его эксплуатации на АЭС Франции. Атомная техника за рубежом, 2007, №10. С.3-11.
4. Соколова И.Д. Усовершенствования и исследования в области ядерного топлива. Ч.1. Усовершенствование топлива, таблеток и материалов оболочки твэлов. Атомная техника за рубежом, №2, 2011. С.3-13.

A. KARPEEVA*, A. KUZNETSOV, A. SKOMOROKHA,
I. TIMOSHIN

Machinery Manufacturing Plant JSC, Elektrostal, Russia

*e-mail: karpeevaanastasiya@gmail.com

SINTERING PARAMETER INFLUENCE ON 8.0% Gd₂O₃ NUCLEAR FUEL

Trends in nuclear fuel manufacturing technology in the recent years are focused on burnout depth increase, campaign duration and zero failure level [1-4]. One of the ways to achieve these goals is application of burnable absorber [1] in the fuel. Gd is more frequent to be used as burnable absorber due to its unique properties: neutron capture cross-section, non-fissile material, does not entail uncontrolled fissile materials.

Burnable absorber application allows wide changes in FA neutron-physical characteristics and FA layout for active zone reload. Cycle duration and power surge can be effectively controlled with UGd fuel. UGd fuel advantage is reduction of costs for produced electric power and operation.

In future nuclear fuel performance increase shall require increase in burnable absorber content. High standards are imposed to the parameters of this fuel such as density, microstructure, resintering which are key parameters for feasibility study of UGd FR performance in steady state, transition state and design basis accidents. Thus study of mechanisms and patterns of properties change of UGd fuel with high content of burnable absorber for commercial production are of high interest. Despite of adequate number of releases and reports, the topic of sintering parameter influence on UGd nuclear fuel including its resintering parameter is poorly covered.

This study includes examination results of properties of 8.0w% Gd₂O₃ UGd pellets sintered in atmosphere with different saturation levels. It demonstrates that (U,Gd)O₂ pellet key parameters such as density, resintering, microstructure are mostly determined by solid solution which is in its turn depends on sintering atmosphere oxygen content. Saturation increase and consequent increase in sintering atmosphere oxygen content contributes to sustainable and positive resintering values. While sintering in gas atmosphere with oxygen deficiency the pellets will have substoichiometric composition. Afterwards under atmospheric moisture effect pellets are oxidized to stoichiometric composition that induces pellet cracking and hydrogen increase.

1. Experiences and trends of manufacturing technology of advanced nuclear fuels. – Vienna: International Atomic Energy Agency, 2012. IAEA-TECDOC series, ISSN 1011-4289; no 1686
2. I.V. Petrov, V.V. Basov Uranium-erbium oxide pellet performance under cyclic heat treatment. Atomic energy, v.107, issue 4, October 2009, p.221-224.
3. I.D. Sokolova Experience in PWR fuel design and operation in French NPP. Nuclear Engineering Abroad, 2007, No.10 p.3-11.
4. I.D. Sokolova Improvements and research in nuclear fuels. P.1 Fuel, pellet and FR cladding material improvement. Nuclear Engineering Abroad, No.2, 2011, p.3-13.

С.Е. РУЧКИН*, Д.В. СИДЕЛЁВ

Томский политехнический университет, Томск, Россия

*e-mail: ruchkin.2010.2010@mail.ru

ЗАЩИТНЫЕ МНОГОСЛОЙНЫЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ ОТ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ОКИСЛЕНИЯ

Разработка циркониевых оболочек тепловыделяющих элементов, устойчивых при аварийных ситуациях – актуальная задача ядерного материаловедения. Предлагается использовать покрытия на основе Cr в качестве защиты циркониевой оболочки от окисления [1]. Однако, быстрая взаимная диффузия Cr и Zr при высоких температурах вынуждает продолжать поиск оптимальных состава и структуры защитного покрытия [2]. Предлагается использовать ZrO_2 в качестве барьерного слоя для предотвращения диффузии Cr–Zr. Однако керамические покрытия не могут быть защитными при быстрых скоростях нагрева. Поэтому в качестве барьерного слоя могут быть использованы многослойные покрытия, которые состоят из чередующихся металлических и керамических слоёв [3,4]. В связи с этим необходимо изучить поведение многослойного покрытия с барьерным слоем ZrO_2/Cr и защитным внешним слоем из Cr на циркониевом сплаве Э110.

Покрытия наносились на образцы из сплава Э110 с использованием ионно-плазменной установки, оснащенной системой мультикатодного магнетронного распыления и планетарным подложкодержателем. В качестве пробоподготовки изделий производили шлифовку и полировку образцов с использованием SiC бумаги (P600→P2500), далее обезжировали техническим мылом, промывали в дистиллированной воде, кипятили в спирте и сушили в его парах. После осаждения покрытий было получено четыре серии образцов с многослойным покрытием ZrO_2/Cr с шагом периодической структуры 100, 250, 750 и 1500 нм. Многослойные покрытия ZrO_2/Cr -100 представляли собой 30 последовательных слоёв ZrO_2 и Cr с толщиной каждого слоя 100 нм, а в качестве защитного верхнего слоя выступал слой хрома, толщиной 7 мкм. Напыление ZrO_2 выполнялось с помощью дуальной магнетронной распылительной системы с мощностью 2 кВт при соотношении потоков Ag/ O_2 как 30/45 см³/мин. Слой хрома напылялся с помощью одиночного магнетрона с мощностью 2 кВт. Осаждение многослойных покрытий с шагом периодической структуры 250, 750 и 1500 нм выполнялось аналогичным образом.

После осаждения покрытий были проведены испытания образцов. Для описания механизмов разрушения и дальнейшего окисления образцов были проведены *in situ* дифракционные измерения при линейном нагреве в

диапазоне температур 25-1250 °С с последующей изотермической выдержкой в течении 20 минут при 1250 °С в вакууме при давлении 10^{-3} Па на источнике синхротронного излучения в институт ядерной физики СО РАН. Каждые 50 °С регистрировались спектры, затем проводилась их расшифровка.

Для анализа поведения стойкости многослойных покрытий к тепловому удару, характерным для аварийной ситуации в активной зоне ядерного реактора были проведены термоциклические испытаний. Для анализа поведения покрытий (их состояния после термоциклирования) дополнительно были использованы методы оптической микроскопии и сканирующей электронной микроскопии. Показано, что покрытия с большим количеством слоев ZrO_2/Cr обладают более высокой трещиностойкостью, но такие типы образцов имеют меньшее сопротивление к скалыванию покрытия при термоударе.

Затем были проведены испытания по высокотемпературному окислению в потоке водяного пара, имитирующее аварию с потерей теплоносителя, при температурах в диапазоне 1250-1400 °С для анализа стойкости к окислению многослойного покрытия. Полученные данные показывают, что границы раздела мультислоев ZrO_2/Cr могут приводить к ускорению взаимной диффузии $Cr-Zr$ для сплава Э110 с хромовым покрытием.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Госкорпорации «Росатом» в рамках научного проекта 20-21-00037.

1. Tang C., et al. // Corrosion Reviews, 35 (2017) 141-165
<https://doi.org/10.1515/correv-2017-0010>
2. Yang J., et al. // Journal of Nuclear Materials, 547 (2021) 152806.
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.152806>
3. Wang X., et al. // Corrosion Science, 187 (2021) 109494.
<https://doi.org/10.1016/j.corsci.2021.109494>
4. Krejci J., et al. // Nuclear Engineering and Technology, 597 (2020) 597–609.
<https://doi.org/10.1016/j.net.2019.08.015>

В.В. УГЛОВ^{1*}, С.В. ЗЛОЦКИЙ¹, В.А. ГОРОШКО¹, А.Н. СУЧКОВ²

¹*Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь*

²*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,*

Москва, Россия

*e-mail: Uglov@bsu.by

ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ МОЩНЫМИ ИОННЫМИ ПУЧКАМИ НА МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ ВКЛЮЧЕНИЯ В АМОРФНЫХ СПЛАВАХ ЦИРКОНИЯ

Методом скоростной закалки из расплава были получены аморфные сплавы на основе циркония в виде лент толщиной 30–60 мкм. После изготовления образцы имели две разные стороны: внутреннюю сторону, прилегающую к барабану, и внешнюю сторону фольги. Внутренняя сторона визуально наблюдалась как зеркальная, а внешняя как матовая, что обусловлено условиями формирования фольг, в частности градиентом температур сверхбыстрой закалки.

Методом рентгеноспектрального микроанализа установлено, что образец циркониевого сплава 1406 имеет следующий состав: Zr – 51,9 ат.%, Ni – 15,2 ат.%, Ti – 17,1 ат.%, Cu – 14,5 ат.% и In – 1,3 ат.%), а образец ZrNiSi: Zr – 65,2 ат.%, Ni – 31,4 ат.%, Si – 3,4 ат.%.

Методом рентгено фазового анализа выявлено, что матовая сторона сплава 1406 характеризуется аморфной (рентгеноаморфной) структурой (широкие гало), а структура матовой стороны является аморфной с присутствием слабых дифракционных линий, соответствующих ГПУ фазам циркония и никеля. Для сплава ZrNiSi матовая сторона характеризуется наряду с аморфным гало интенсивными дифракционными линиями, соответствующими ГПУ циркония и малоинтенсивными, соответствующими ГПУ фазе никеля. При этом зеркальная часть обладает преимущественно аморфной структурой с присутствием слабых дифракционных линий, соответствующих ГПУ фазам циркония и никеля. Слабоинтенсивные дифракционные линии связаны с формированием небольших металлических включений в аморфной матрице, а интенсивные – с формированием кристаллического слоя сплава ZrNiSi.

Для исследования стабильности аморфной фазы, а также металлических включений образцы были облучены мощными ионными пучками. Обнаружено, что облучение мощными ионными пучками не приводит к кристаллизации аморфной структуры или к аморфизации кристаллической. Выявлено только увеличение ближнего порядка аморфной фазы на 2%, а свободного объема на 1% в сплаве 1406. В тоже время на рентгенограммах облученных сплавов не обнаружено присутствие дифракционных линий, соответствующих металлическим включениям. Это свидетельствует об их растворении при облучении мощными ионами пучками. При этом свободный объем аморфной фазы увеличился на 24%.

V.V. UGLOV^{1*}, S.V. ZLOTSKI¹, V.A. GOROSHKO¹,
A.N. SUCHKOV²

¹*Belarusian State University, Minsk, Belarus*

²*National Research Nuclear University, «MEPHI», Moscow, Russia*

*e-mail: Uglov@bsu.by

EFFECT OF IRRADIATION WITH POWERFUL ION BEAMS ON METALLIC INCLUSIONS IN AMORPHOUS ZIRCONIUM ALLOYS

Amorphous alloys based on zirconium in the form of tapes with a thickness of 30–60 μm were obtained from the melt by the method of high-speed quenching. After manufacturing, the samples had two different sides: the inner side adjoining the drum, and the outer side of the foil. The inner side was visually observed as a mirror, and the outer side as matte, which is due to the conditions of the foils formation, in particular, the temperature gradient of ultrafast quenching.

Using X-ray analysis, it was found that a sample of zirconium alloy 1406 has the following composition: Zr - 51.9 at.%, Ni - 15.2 at.%, Ti - 17.1 at.%, Cu - 14.5 at.% and In - 1.3 at.%), and the ZrNiSi sample: Zr - 65.2 at.%, Ni - 31.4 at.%, Si - 3.4 at.%.

X-ray phase analysis revealed that the matte side of the 1406 alloy is characterized by an amorphous (X-ray amorphous) structure (wide halos), and the structure of the matte side is amorphous with the presence of weak diffraction lines corresponding to the hcp phases of zirconium and nickel.

For the ZrNiSi alloy, the matte side is characterized, along with the amorphous halo, by intense diffraction lines corresponding to hcp zirconium and low-intensity lines corresponding to the hcp phase of nickel. In this case, the mirror part has a predominantly amorphous structure with the presence of weak diffraction lines corresponding to the hcp phases of zirconium and nickel. Weak diffraction lines are associated with the formation of small metallic inclusions in the amorphous matrix, and intense ones are associated with the formation of a crystalline layer of the ZrNiSi alloy.

To study the stability of the amorphous phase, as well as metallic inclusions, the samples were irradiated with powerful ion beams. It has been found that irradiation with powerful ion beams does not lead to crystallization of the amorphous structure or to amorphization of the crystalline one. Only an increase in the short-range order of the amorphous phase by 2%, and the free volume by 1% in alloy 1406 was revealed. This indicates their dissolution upon irradiation with powerful ion beams. In this case, the free volume of the amorphous phase increased by 24%.

СТРУК А.С., УСТИНОВА А.А., ЯКОВЛЕВА А.П.*

¹Московский государственный технический университет имени Н.Э Баумана, Москва, Россия

*e-mail: yakovleva525@mail.ru

ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ ГЛУБИНЫ УПРОЧНЕНИЯ ПРИ ОБРАБОТКЕ КОНЦЕНТРИРОВАННЫМИ ПОТОКАМИ ЭНЕРГИИ

Проведены анализ, оценка и систематизация эмпирического материала по теме исследования закономерностей развития взаимосвязи между физико–механическими свойствами поверхностного слоя, режимами обработки и глубиной упрочнения. Актуальность данной работы обусловлена разработкой технологических процессов электромеханической обработки (ЭМО) позволяющей с высокой эффективностью повышать долговечность соединений в процессе их упрочнения.

Цель работы заключалась в установлении закономерностей изменения параметров режимов обработки поверхностного слоя, механических свойств материалов и глубины упрочнения.

Глубину упрочнения при ЭМО :

$$h = \frac{0,04\eta\sqrt{N}}{TCVal} \quad (1)$$

где $N=IU$, C – комплексный коэффициент, зависящий от трения скольжения, качества взаимодействующих поверхностей, формы взаимодействующих поверхностей $C = 0,2475$ [1,2], η - коэффициент учитывает потери во вторичной цепи трансформатора, $\eta = 0,12 \dots 0,43$ [1, 2], I – сила тока, U – напряжение, V – скорость вращения детали, s – удельная теплоемкость металла, l – ширина ролика-электрода (ширина контакта), ρ – плотность материала заготовки, T – температура фазового превращения металла (точка A_{c3}). λ – теплопроводность материала детали.

Зависимость (1) позволяет в широких пределах управлять глубиной упрочнения.

Результаты данного исследования дают возможность определить такие режимы обработки ЭМО, при которых гарантируется упрочнение поверхностного слоя стали со структурными преобразованиями.

1. Yakovleva A.P. Improving the durability of machine parts using a combined method // Materials Science Forum. 2019. Т. 946. С. 37-41.
2. Fedorov S.K., Yakovleva A.P., Perepelkin Yu.K. Controlling the properties of the surface layers of parts by forming regular micro-reliefs // Materials Science Forum. 2020. Т. 989. С. 182-186.

THEORETICAL CALCULATION OF THE HARDENING DEPTH DURING TREATMENT WITH CONCENTRATED ENERGY FLOWS

The analysis, evaluation and systematization of empirical material on the topic of the study of the laws of the development of the relationship between the physical and mechanical properties of the surface layer, processing modes and the depth of hardening are carried out. The relevance of this work is due to the development of technological processes of electromechanical processing, which allows to increase the durability of joints in the process of their hardening with high efficiency.

The purpose of the work was to establish patterns of changes in the parameters of the surface layer processing modes, mechanical properties of materials and the depth of hardening.

The depth of hardening at electromechanical processing:

$$h = \frac{0,04\eta\sqrt{N}}{TCVal} \quad (1)$$

$N=IU$, C - complex coefficient depending on sliding friction, the quality of interacting surfaces, the shape of interacting surfaces $C = 0.2475$ [1,2], n - coefficient takes into account losses in the secondary circuit of the transformer, $n=0.12...0.43$ [1,2], I – current strength, U – voltage, V – speed rotation of the part, c - specific heat capacity of the metal, l - width of the roller-electrode (contact width), p - density of the workpiece material, T - temperature of the phase transformation of the metal (point Ac_3). λ - is the thermal conductivity of the part material.

Dependence (1) allows you to control the depth of hardening within a wide range.

The results of this study make it possible to determine such processing modes of electromechanical processing, in which the hardening of the surface layer of steel with structural transformations is guaranteed.

1. Yakovleva A.P. Improving the durability of machine parts using a combined method // *Materials Science Forum*. 2019. T. 946. C. 37-41.
2. Fedorov S.K., Yakovleva A.P., Perepelkin Yu.K. Controlling the properties of the surface layers of parts by forming regular micro-reliefs // *Materials Science Forum*. 2020. T. 989. C. 182-186.

А.С. ВИНОГРАДОВ¹, П.М. КОРУСЕНКО^{1,2}, Д.В. СИВКОВ¹

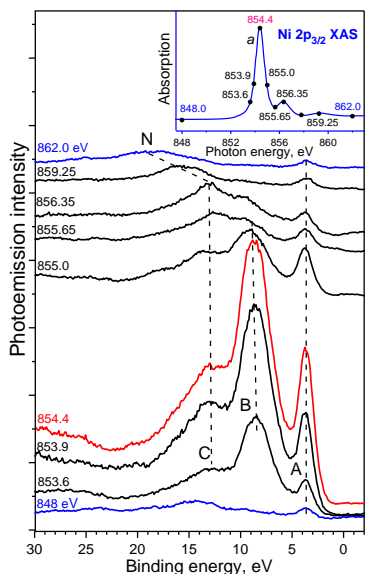
¹Санкт-Петербургский государственный университет, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетская набережная, д. 7–9

²Омский государственный технический университет, Россия, г. Омск, проспект Мира, д. 11

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.

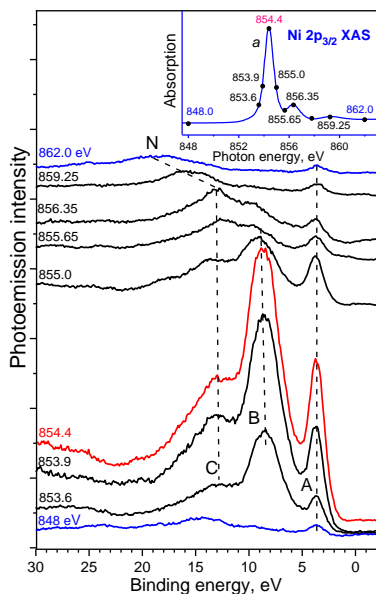
[1] G.I. Svirskiy, et al. Electronic structure of the [Ni(Salen)] complex studied by core-level spectroscopies. *Phys. Chem. Chem. Phys.* **23**, 11015 (2021).

[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, Russia, St. Petersburg, Universitetskaya embankment, 7-9
²Omsk State Technical University, Russia, Omsk, Prosp. Mira 11
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.

М.И. АЛЫМОВ^{1*}, В.А. ЗЕЛЕНСКИЙ², А.Б. АНКУДИНОВ²,
И.В. САЙКОВ¹, Ф.Ф. ГАЛИЕВ¹

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

²*Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова
Российской академии наук, Москва, Россия*

*e-mail: alymov@ism.ac.ru

МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ ГАЗА ВНУТРИ ЗАМКНУТЫХ ПОР

Давление газа внутри замкнутых пор оказывает значительное влияние на процесс спекания порошков и напряжение разрушения материалов [1]. До настоящего времени измерить это давление не представлялось возможным. Нами предложены методы определения давления газа внутри замкнутых пор.

Эффективный объёмный модуль упругости пористого материала K определяется выражением [2]:

$$K = K_M + \frac{(K_I - K_M) \cdot c}{1 + \frac{4}{K_M + \frac{4}{3} \mu_M}}$$

где: K_M и μ_M - объёмный модуль упругости и модуль сдвига беспористого материала (матрицы), c – пористость, $K_I = P$ давление газа в поре, которое необходимо измерить. Измерив упругие модули K , K_M и μ_M , а также пористость материала, можно рассчитать давление газа в порах P .

Оценить давления газа внутри замкнутых пор можно также по критическому размеру пор, который зависит от этого давления [3].

1. Е.М. Морозов, М.И. Алымов. Доклады Российской академии наук. Химия, науки о материалах, 2021, Т. 501, № 6, стр. 56-58. DOI: 10.31857/S2686953521060091
2. Р.М. Кристенсен. Введение в механику композитов. Москва «Мир» 1982. 334 с.
3. М.И. Алымов, С.И. Аверин. Физика и химия обработки материалов. 2019, № 4, с. 46-49. DOI: 10.30791/0015-3214-2019-4-46-49.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 22-19-00126).

M.I. ALYMOV^{1*}, V.A. ZELENSKY², A.B. ANKUDINOV²,
I.V. SAIKOV¹, F.F. GALIEV¹

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

²*Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science, Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia*

*e-mail: alymov@ism.ac.ru

METHODS FOR MEASURING GAS PRESSURE INSIDE CLOSED PORES

The gas pressure inside closed pores has a significant effect on the process of powder sintering and the fracture stress of materials [1]. Until now, it has not been possible to measure this pressure. We have proposed methods for determining the gas pressure inside closed pores.

The effective bulk modulus of elasticity of the porous material K is determined by the expression [2]:

$$K = K_M + \frac{(K_I - K_M) \cdot c}{1 + \frac{4}{K_M + \frac{4}{3}\mu_M}}$$

here: K_M and μ_M - bulk modulus of elasticity and shear modulus of non-porous material (matrix), respectively, c - porosity, $K_I = P$ gas pressure in the pore to be measured. By measuring the elastic moduli K , K_M and μ_M , as well as the porosity of the material, it is possible to calculate the gas pressure in the pores P .

The gas pressure inside closed pores can also be estimated from the critical pore size, which depends on this pressure [3].

1. E.M. Morozov, M.I. Alymov. Doklady Physical Chemistry, 2021, Vol. 501, Part 1, pp. 111-113. DOI: 10.1134/S0012501621110026
2. R.M. Christensen. Mechanics of composite materials. New York : Wiley, 1979.
3. Alymov, M.I., Averin, S.I. Inorg. Mater. Appl. Res. 11, 669-671 (2020). <https://doi.org/10.1134/S207511332003003X>.

This work was supported by the Russian Science Foundation under grant no. 22-19-00126.

**И.В. КОЗЛОВ^{1,2}, Д.С. ГОРБУНОВ³, А.А. ВЕЛИГЖАНИН⁴,
В.И. ОДИНЦОВ², С.А. ГУДОШНИКОВ^{1,2}, Г.Н. ЕЛМАНОВ³**

¹*Национальный исследовательский технологический университет
«МИСиС», г. Москва, Россия*

²*Институт земного магнетизма, ионосферы и распространения радиоволн им. Н.В. Пушкова (ИЗМИРАН), г. Троицк, Россия*

³*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
г. Москва, Россия*

⁴*НИИ «Курчатовский институт», г. Москва, Россия*

E-mail: ilya_mephist@mail.ru

ПРИМЕНЕНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ НАБЛЮДЕНИЯ В РЕАЛЬНОМ ВРЕМЕНИ ЭВОЛЮЦИИ ФАЗОВОГО СОСТАВА АМОРФНОГО СПЛАВА В ПРОЦЕССЕ НАГРЕВА

На примере аморфного ферромагнитного сплава системы Co-Si-B легированного Fe и Cr разработана методика проведения *in situ* измерений с помощью автоматизированной системы отжига с одновременным контролем структурно-фазового состояния на Курчатовском источнике синхротронного излучения «КИСИ-Курчатов». Термообработка исследуемых образцов в виде микропроводов проводилась по заданному режиму пропусканием через них постоянного тока, одновременно измерялось электросопротивление образцов. Запуск режима нагрева был синхронизирован с запуском рентгеноструктурного исследования на станции, съемка проводилась на протяжении всего режима нагрева с экспозицией 1 минута.

Полученные рентгенограммы обрабатывались с помощью программного обеспечения, определяющего долю кристаллической фазы в образце.

Принцип обработки данных основывался на итерационной аппроксимации спектров. Полученные таким образом временные зависимости степени кристаллизации и соответствующего электросопротивления $R(t)$, а также температуры $T(t)$ представлены на Рисунке 1.

Ранее, подход при контролируемой термообработке позволил обеспечить формирование заданных наноразмерных структур в виде кластеров и нанокристаллов в аморфной матрице.

При низкой скорости нагрева порядка 8 °C / мин образцы микропровода остаются рентгеноаморфными до 70 минуты, а кристаллизация начинается с поверхности. При дальнейшем нагреве, на 85 минуте (470 °C) в объеме вырастают нанокристаллы α -Co и Co_2Si . При этом начинает падать электросопротивление, так как электросопротивление кристаллической фазы меньше чем аморфной. На 103 минуте (500 °C) начинают появляться линии τ -фазы Co_{23}V_6 , имеющей электросопротивление выше чем у α -Co.

После 100 минуты (510 °С) электрическое сопротивление образца начинает увеличиваться из-за достаточного выделения τ -фазы.

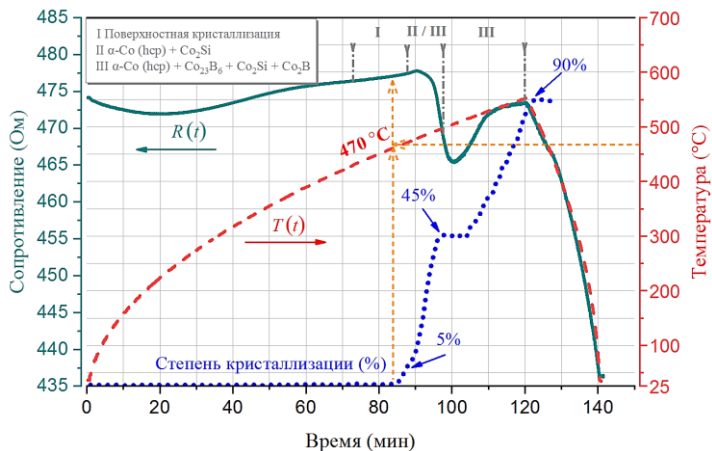


Рис. 1. Зависимости электрического сопротивления, температуры и степени кристаллизации от времени при нагреве образца микропровода состава $\text{Co}_{69}\text{Fe}_4\text{Cr}_4\text{Si}_{12}\text{B}_{11}$

Работа поддержана РНФ, проект № 20-19-00607.

Д.О. ФРОЛОВ*, Д.М. ЛЕВИН

*Кафедра физики, Кафедра физики металлов и материаловедения,
Тульский государственный университет, Тула, Россия*

*e-mail: fdolegovich@yandex.ru

К ТЕОРИИ ВНУТРЕННЕГО ТРЕНИЯ В МАТЕРИАЛАХ

В 2011 году Марченко и Мисбах предложили тензорную модель аморфного тела [1]. В настоящей заметке мы хотели бы показать, как пользуясь данной моделью, рассчитать, например, величину фона внутреннего трения в материале.

Допустим мы имеем поликристалл. Его можно считать условно изотропным, если в нем нет текстуры. В области высоких температур ($T \sim 0.4T_{пл}$) поликристаллическое твердое тело наряду с упругими обладает вязко пластичными свойствами. То есть, ведет себя как аморфное тело. Состояние такого тела можно описать, задавая Лагранжиан

$$L = K - F,$$

где K – кинетическая энергия (начиная с локальных областей), F – упругая энергия тела. Далее необходимо учесть наличие диссипативных сил.

Будем описывать упругое поведение тела свободной энергией F . Она является функцией симметричной части тензора дисторсии $\omega_{ik} = \partial_i u_k$, т.е. её можно разложить по тензору деформации тела $u_{ik} = \omega_{ik}^+$

$$F = \mu (\omega_{ik}^+)^2 + \frac{\lambda}{2} (\omega_{ll}^+)^2,$$

где μ , λ – коэффициенты Ламэ. Напишем диссипативную функцию Рэлея, которая отвечает за природу вязкого поведения [2]

$$R = \eta^S (\dot{u}_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} \dot{u}_{ll})^2 + \frac{\zeta}{2} \dot{u}_{ll}^2,$$

здесь \dot{u}_{ik} – тензор скорости деформации; η^S , ζ – коэффициенты вязкости тела (ζ – вторая вязкость).

Функция микропластичности Марченко-Мисбаха задается квадратичной формой

$$\Psi = 2\alpha^S \dot{u}_{ik} \dot{\omega}_{ik}^{pl+} + \eta (\dot{\omega}_{ik}^{pl+})^2 + \gamma^S (\dot{\omega}_{ik}^{pl-})^2,$$

где α^S , η , γ^S – вязкие множители при меняющихся величинах. При этом скорость изменения симметричной части тензора пластической деформации равна тензору плотности потока дислокаций, $\dot{\omega}_{ik}^{pl+} = -j_{ik}$.

Как известно, совокупность внутренних процессов в твердом теле, которые необратимым образом рассеивают механическую энергию и преобразуют её в тепло, называют внутренним трением и обозначают Q^{-1} . Рас-

сеяние механической энергии в теле (например, энергии колебаний) дается суммой

$$\dot{E}_{mec} = -\frac{\kappa}{T} \int (\nabla T)^2 d^3x - 2 \int (R + \Psi) d^3x,$$

где κ – коэффициент теплопроводности материала. Внутреннее трение в единице объема определяется отношением [3]

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W}{2\pi W_{max}},$$

где W_{max} – запасаемая упругая энергия, совпадающая с F . Рассеяние энергии за цикл колебаний

$$\Delta W = \int_0^{2\pi/\varpi} |\dot{E}_{mec}| dt,$$

где ϖ – частота нагружения. Получается, что определение зависимости $Q^{-1}(T)$ сводится к последовательному интегрированию функции: $R + \Psi$. Особый интерес представляет интеграл от функции микропластичности

$$\int \Psi dt,$$

где $u_{ik} = \tilde{u}_{ik} e^{-i\varpi t}$ в случае циклического движения; $\dot{\omega}_{ik}^{pl}$ – задается (или определяется) для конкретного механизма микропластической деформации.

Заключение

Предложен метод вычисления температурно-зависимой части фона внутреннего трения в материале.

Работа выполнена при финансовой поддержке Правительства Тульской области в рамках научного проекта № госрегистрации 121112200058-9 (грант в сфере науки и техники ДС/260).

Список литературы

1. V.I. Marchenko, Ch. Misbah. Model of plasticity of amorphous materials // Phys. Rev. E. 2011. 84. Pp. 021502 (1–7).
2. Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Теория упругости. М.: Наука, 1987. 247 с.
3. А. Новик, Б. Бэрри. Релаксационные явления в кристаллах. М.: Атомиздат, 1975. 472 с.

D.O. FROLOV*, D.M. LEVIN

*Department of Physics, Department of Metal Physics and Materials Science,
Tula State University, Tula, Russia*

*e-mail: fdolegovich@yandex.ru

TO THE THEORY OF INTERNAL FRICTION IN MATERIALS

In 2011, Marchenko and Misbach proposed a tensor model of an amorphous body [1]. In this note, we would like to show how, using this model, to calculate, for example, the value of the background of internal friction in a material. Let's say we have a polycrystal. It can be considered conditionally isotropic if it has no texture. At high temperatures ($T \sim 0.4T_m$), a polycrystalline solid, along with elastic properties, has viscous-plastic properties. That is, it behaves like an amorphous body. The state of such a body can be described by setting the Lagrangian

$$L = K - F,$$

where K is the kinetic energy (starting from local areas), F is the elastic energy of the body. Next, it is necessary to take into account the presence of dissipative forces.

We will describe the elastic behavior of the body by the free energy F . It is a function of the symmetric part of the distortion tensor $\omega_{ik} = \partial_i u_k$, i.e. it can be expanded in terms of the strain tensor of the body $u_{ik} = \omega_{ik}^+$

$$F = \mu (\omega_{ik}^+)^2 + \frac{\lambda}{2} (\omega_{ll}^+)^2,$$

where μ , λ are the Lamé coefficients. Let us write the dissipative Rayleigh function, which is responsible for the nature of the viscous behavior [2]

$$R = \eta^S (\dot{u}_{ik} - \frac{1}{3} \delta_{ik} \dot{u}_{ll})^2 + \frac{\zeta}{2} \dot{u}_{ll}^2,$$

here \dot{u}_{ik} is the strain rate tensor; η^S , ζ – body viscosity coefficients (ζ is the second viscosity). The Marchenko-Misbach microplasticity function is given by the quadratic form

$$\Psi = 2\alpha^S \dot{u}_{ik} \dot{\omega}_{ik}^{pl+} + \eta (\dot{\omega}_{ik}^{pl+})^2 + \gamma^S (\dot{\omega}_{ik}^{pl-})^2,$$

where α^S , η , γ^S are viscous factors with varying values. In this case, the rate of change of the symmetric part of the plastic strain tensor is equal to the dislocation flux density tensor, $\dot{\omega}_{ik}^{pl+} = -j_{ik}$.

As you know, the set of internal processes in a solid that irreversibly dissipate mechanical energy and convert it into heat is called internal friction and denoted Q^{-1} . The dissipation of mechanical energy in a body (for example, vibrational energy) is given by the sum

$$\dot{E}_{mec} = -\frac{\kappa}{T} \int (\nabla T)^2 d^3x - 2 \int (R + \Psi) d^3x,$$

where κ is the thermal conductivity of the material. The internal friction per unit volume is determined by the ratio [3]

$$Q^{-1} = \frac{\Delta W}{2\pi W_{\max}},$$

where W_{\max} is the stored elastic energy coinciding with F . Energy dissipation per oscillation cycle

$$\Delta W = \int_0^{2\pi/\varpi} |\dot{E}_{mec}| dt,$$

where ϖ is the loading frequency. It turns out that the definition of dependence $Q^{-1}(T)$ is reduced to the sequential integration of the function: $R + \Psi$. Of particular interest is the integral of the microplasticity function

$$\int \Psi dt,$$

where $u_{ik} = \tilde{u}_{ik} e^{-i\varpi t}$ in the case of cyclic motion; $\dot{\omega}_{ik}^{pl}$ – is set (or determined) for a specific mechanism of microplastic deformation.

Conclusion

A method for calculating the temperature-dependent part of the internal friction background in the material is proposed.

The work was financially supported by the Government of the Tula Region within the framework of the scientific project No. state registration 121112200058-9 (grant in the field of science and technology DS/260).

Bibliography

1. V.I. Marchenko, Ch. Misbah. Model of plasticity of amorphous materials // Phys. Rev. E. 2011. 84. Pp. 021502 (1–7).
2. L.D. Landau, E.M. Lifshits. Theory of elasticity. M.: Nauka, 1987. 247 p.
3. A.S. Novick, B.S. Berry. Anelastic Relaxation in Crystalline Solids, Academic Press New York and London, 1972.

И.С. ЯСНИКОВ^{1*}, Э.А. АГЛЕТДИНОВ¹, А.В. ДАНЮК¹,

¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение
высшего образования «Тольяттинский государственный университет»,
Тольятти, Россия*

*e-mail: yasnikov@phystech.edu

ОСОБЕННОСТИ ЭВОЛЮЦИИ ДИСЛОКАЦИОННОГО АНСАМБЛЯ В ПРОЦЕССЕ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО НИКЕЛЯ

Нами рассмотрены некоторые особенности описания эволюции дислокационного ансамбля в рамках феноменологии Кокса-Мекинга для крупнозернистых материалов или Мекинга-Эстрина для ультрамелкозернистых материалов. Аргументировано использование объединенной феноменологии Кокса-Мекинга-Эстрина в широком диапазоне изменения размеров зерна и на ее основе предложена оценка вкладов различных каналов рождения дислокаций (тело зерна и граница зерна) на примере экспериментальных данных по одноосной деформации образцов поликристаллического никеля с размером зерна в диапазоне от 0.7 до 100 мкм.

В работе мы использовали данные по деформации поликристаллического никеля, которые представлены в работе [1]. Там же достаточно подробно описана методика проведения экспериментов. Здесь отметим лишь, что заготовки образцов ультрамелкозернистого никеля получали методом равноканального углового прессования (РКУП) до четырех проходов через матрицу 90° при температуре 150°C. Заготовки после РКУП подвергали отжигу при различных температурах в вакууме в течение 1 ч для получения образцов с различным размером зерна в широком диапазоне.

Показано, что при увеличении размера зерна вклады различных каналов рождения дислокаций (тело зерна и граница зерна) могут не являться монотонными функциями, и существенным образом зависят от особенностей подготовки образцов, которая задает начальное упрочнение материала с точки зрения соотношения плотности дислокаций в теле зерна и на границе зерна.

Авторы (Ясников И.С. и Аглетдинов Э.А.) выражают благодарность Российскому Научному Фонду за финансовую поддержку в рамках проекта № 22-29-00143 «Универсальный, практико-ориентированный критерий потери устойчивости пластического течения в металлических материалах как прямое следствие коллективной динамики дислокационного ансамбля»

1. I.S. Yasnikov, Y. Kaneko, M. Uchida, A. Vinogradov The grain size effect on strain hardening and necking instability revisited from the dislocation density evolution approach // Materials Science & Engineering A, 831 (2022) 142330.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142330>

I.S. YASNIKOV^{1*}, E.A. AGLETDINOV¹, A.V. DANYUK¹,

¹*Federal State Budgetary Institution of Higher Education*

«Togliatti State University», Togliatti, Russia

*e-mail: yasnikov@phystech.edu

THE PECULIARITIES OF THE DISLOCATION ENSEMBLE EVOLUTION IN THE PROCESS OF DEFORMATION OF POLYCRYSTALLINE NICKEL

Some peculiarities of the description of the dislocation ensemble evolution in the framework of the Kocks-Mecking phenomenology for coarse-grained materials or Mecking-Estrin for ultrafine-grained materials are considered. The use of the combined Kocks-Mecking-Estrin phenomenology in a wide range of grain sizes is argued and, on its basis, an assessment of the contributions of various dislocation storage channels (grain body and grain boundary) is proposed using the example of experimental data on uniaxial deformation of polycrystalline nickel samples with a grain size ranging from 0.7 up to 100 microns.

In this work we used data on the deformation of polycrystalline nickel, which are presented in [1]. The procedure for experiments is also described in sufficient detail in [1]. Here we only note that the samples of ultrafine-grained nickel were obtained by the method of equal-channel angular pressing (ECAP) with up to four passes through a 90° at a temperature of 150°C. The workpieces after ECAP were annealed at different temperatures in vacuum for 1 h to obtain samples with different grain sizes in a wide range.

It is shown that, as the grain size increases, the contributions of various dislocation production channels (grain body and grain boundary) may not be monotonic functions, and significantly depend on the characteristics of sample preparation, which determines the initial hardness of the material in terms of the ratio of dislocation density in the grain body and on grain boundary.

The authors (Yasnikov I.S. and Agletdinov E.A.) express their gratitude to the Russian Science Foundation for financial support in the framework of project No. 22-29-00143 «The universal, practice-oriented criterion for the loss of stability of plastic flow of metallic materials as a direct consequence of the collective dynamics of a dislocation ensemble»

1. I.S. Yasnikov, Y. Kaneko, M. Uchida, A. Vinogradov The grain size effect on strain hardening and necking instability revisited from the dislocation density evolution approach // *Materials Science & Engineering A*, 831 (2022) 142330.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142330>

А.В. НОХРИН*, В.Н. ЧУВИЛЬДЕЕВ, В.И. КОПЫЛОВ,
М.К. ЧЕГУРОВ, М.Ю. ГРЯЗНОВ, Н.В. МЕЛЕХИН,
К.В. ЛИХНИЦКИЙ, Н.А. КОЗЛОВА, П.А. АНДРЕЕВ

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

*e-mail: nokhrin@nifti.unn.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ СВАРНЫХ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

В качестве объекта исследования выступали промышленные α - и псевдо- α титановые сплавы ПТ-3В и ПТ-7М. Ультрамелкозернистая (УМЗ) структура в сплавах формировалась методом равноканального углового прессования (РКУП). Электроимпульсная диффузионная сварка образцов проводилась на установке Dr. Sinter SPS-625. Скорость нагрева V_h варьировалась от 10 до 350 °С/мин, приложенное давление P - от 50 до 100 МПа, время обработки - от 0 до 90 мин. Сварка проводилась в α -области (600 °С), вблизи границы α - β -фазового перехода (700 °С), в начале двухфазной (α + β)-области (800 °С) и в β -области (1030, 1140 °С). Измерения твердости H_v проводили на твердомере Duramin Struers 5. Испытания на горячую солевую коррозию (ГСК) проводили в смеси кристаллических солей NaCl и KBr, при температуре 250 °С в течение 500 ч, в условиях доступа кислорода. Электрохимические исследования проводили с помощью потенциостата Р-8 в водном растворе 10% HNO_3 + 0.2% HF.

Исследования микроструктуры показали, что в исходном состоянии наблюдается сильно неоднородная крупнозернистая (КЗ) микроструктура. В сплавах ПТ-3В и ПТ-7М присутствуют выделения частиц β -фазы по границам зерен α - и α' -фазы. После РКУП в сплавах формируется мелкозернистая структура со средним размером фрагментов ~0.2-0.5 мкм.

Исследования макроструктуры показывают, что на краях КЗ образцов сваренных при низких давлениях, малых температурах или повышенных скоростях нагрева присутствуют стыковые непровары, размер которых составляет ~50-70 мкм. В вершине макродефектов располагаются крупные поры, объемная доля которых уменьшается при удалении от края образца (от области максимальных растягивающих напряжений). На остальной (большей) площади сварного соединения присутствуют микропоры, объемная доля которых зависит от режима сварки. Отметим, что малая объемная доля макро- и микропор наблюдается в случае диффузионной сварки КЗ образцов в интервале температур 700-800 °С и при низких напряжениях (50 МПа). В швах УМЗ сплавов стыковые макродефекты практически отсутствуют, объемная доля пор мала. Структура КЗ сплава вблизи сварного соединения характеризуется крупнозернистой α/α' -

структурой. Наиболее интенсивное выделение частиц β -фазы наблюдается по границам вытянутых зерен α' -фазы, причем объемная доля частиц β -фазы в металле сварного соединения оказывается больше, чем в исходном КЗ сплаве. Увеличение скорости нагрева, величины приложенного давления и времени выдержки приводит к снижению среднего размера частиц β -фазы. Увеличение температуры сварки от 600 до 800 °С приводит к увеличению среднего размера зерна УМЗ сплавах от 4.8 до 6.9 мкм. На границах зерен УМЗ сплавов после сварки присутствуют единичные частицы β -фазы размером ~ 2 -3 мкм. Увеличение температуры сварки и повышение времени изотермической выдержки приводит к увеличению размера частиц β -фазы и размера зерен. Увеличение скорости нагрева не оказывает заметного влияния на размер частиц β -фазы, но приводит к уменьшению среднего размера зерна в УМЗ сплаве.

Солевые отложения на поверхности образцов после испытаний на ГСК представляют собой смеси NaCl, оксидов титана (TiO_2 , TiO) и глинозема, а также фаз на основе ванадия ($\text{VO}_{1.15}$, $\text{V}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$) и Al_3V . Продукты коррозии на образцах, полученных сваркой при температурах выше 1000 °С, также состояли из NaCl, TiO_2 , TiO и оксида алюминия, но вместо фаз на основе ванадия ($\text{VO}_{1.15}$, $\text{V}_2\text{Ti}_3\text{O}_9$, Al_3V) были обнаружены алюминий-содержащие фазы (фаза TiAl_2Cl_8 , AlTi_3), а также следы VO_2 . Важно отметить, что в продуктах коррозии КЗ образцов были обнаружены пики оксида ванадия, который отсутствовал в продуктах коррозии УМЗ образцов.

Результаты исследований макроструктуры сварных соединений показывают, что механизмы коррозионного разрушения металла в зоне сварного соединения и вдали от него различны. В области сварного соединения КЗ сплавов имеет место комбинация язвенной и щелевой коррозии, причем глубина щелевой коррозии вдоль сварного соединения определяется пористостью шва. В случае высокопористых швов, полученных по неоптимальным режимам сварки, глубина коррозии может превышать 300 мкм. Вдали от сварных соединений КЗ сплавов наблюдается сочетание межкристаллитной коррозии (МКК) и язвенной коррозии. Самые крупные коррозионные язвы были равномерно распределены по всей площади образца. Наиболее интенсивное коррозионное разрушение наблюдается в области α' -фазы с увеличенной объемной долей частиц β -фазы. Это обуславливает неоднородный характер распределения коррозионных дефектов по поверхности металла. Отметим, что часто под крупными коррозионными язвами наблюдается МКК. Это позволяет предположить, что ГСК имеет двухстадийный характер - на первом этапе происходит МКК в мелкозернистых областях α' -фазы, а затем развивается язвенная или равномерная коррозия.

Величина приложенного давления и время изотермической выдержки под давлением, когда процессы пластической деформации интенсивно протекают в образцах, наиболее существенно влияют на глубину коррозионных дефектов в сварных соединениях КЗ образцов. Отметим также,

что размеры коррозионных дефектов в сваренных КЗ образцах оказались меньше, чем в сплаве ПТ-3В в исходном состоянии.

В случае диффузионной сварки УМЗ сплавов щелевая коррозия наблюдалась только в случае сварных соединений только с повышенной пористостью. Вдали от линии сварного соединения наблюдалась одновременная МКК и язвенная коррозия. Увеличение времени и температуры сварки привело к увеличению глубины коррозионных дефектов в УМЗ сплавах. В случае низких температур сварки, малых скоростей нагрева и низкого давления глубина коррозионных дефектов оказалась достаточно мала и не превышала глубины дефектов МКК в УМЗ сплаве после РКУП. Режим сварки в диапазоне «средних» температур нагрева (700 °С, вблизи границы ($\alpha + \beta$)-области) при малых нагрузках (50 МПа) и при скорости нагрева 10 °С/мин является наиболее оптимальным - средняя глубина коррозионных дефектов в 1.5-2 раза меньше, чем глубина коррозионных язв в КЗ образцах, а крупные дефекты швов и щелевая коррозия отсутствовали.

Исследования показали, что режимы диффузионной сварки не оказывают существенного влияния на твердость сварных соединений и основного металла КЗ сплава. Твердость КЗ сплава вдали от линии сварки находилась в диапазоне 2.4-2.6 ГПа. Повышенные значения твердости сварных соединений связаны с деформационным упрочнением, которое испытывают образцы в ходе диффузионной сварки под давлением.

Твердость металла сварных соединений в УМЗ образцах превышала микротвердость КЗ образцов на ~0.4-0.8 ГПа. Самые высокие значения твердости (3.0-3.2 ГПа) наблюдались в УМЗ образцах, полученных при низких температурах, высоких скоростях нагрева и малых временах выдержки. Обобщение результатов показывает увеличение скорости нагрева до 350 °С/мин позволяет сформировать УМЗ структуру с низкой пористостью и повышенной твердостью (2.9-3.1 ГПа) сварных швов.

Таким образом, наиболее предпочтительным является высокоскоростной нагрев (350 °С/мин) до температуры, близкой к температуре фазового перехода $\alpha \rightarrow \beta$ (700 °С), при давлении 50 МПа, без выдержки ($t = 0$ мин). Это позволяет сформировать мелкозернистую структуру с одновременно повышенной твердостью и коррозионной стойкостью.

Предложена модель влияния параметров микроструктуры на склонность УМЗ титановых сплавов к ГСК. Показано, что коррозионная стойкость УМЗ образцов зависит, главным образом, от концентрации ванадия на границах зерен. Увеличение концентрации ванадия на мигрирующих границах зерен с ростом температуры и времени диффузионной сварки отрицательно влияет на устойчивость к ГСК.

Работа выполнена при поддержке Программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030» (проект №Н-498-99_2021-2023).

А.В. НОХРИН*, М.Ю. ГРЯЗНОВ, В.Н. ЧУВИЛЬДЕЕВ,
В.И. КОПЫЛОВ, С.В. ШОТИН, К.В. ЛИХНИЦКИЙ,
Я.С. ШАДРИНА, М.К. ЧЕГУРОВ

Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

*e-mail: nokhrin@nifti.unn.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ Al-0.5Mg-Sc

В качестве объектов исследования выступали сплавы Al-0.5 вес.%Mg с различным содержанием скандия (0, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5 вес.%Sc). Образцы алюминиевых сплавов получали методом индукционного литья. После литья сплавы закалке и гомогенизации не подвергались. Ультрамелкозернистая (УМЗ) микроструктура в заготовках формировалась методом равноканального углового прессования (РКУП). Измерения микротвердости (Hv) проводились с помощью твердомера HVS1000. Механические испытания на растяжение плоских образцов в форме «двойной лопатки» проводились с помощью разрывной машины Tinius Olsen H25K-S.

Сплавы в состоянии после литья имеют однородную крупнозернистую структуру; средний размер зерна уменьшается от 1000-1200 мкм до 30-40 мкм при увеличении концентрации скандия от 0.2 до 0.5%. В структуре сплавов с содержанием скандия более 0.3% присутствуют единичные крупные светлые частицы Al_3Sc , средний размер которых составляет ~0.35-1.3 мкм, объемная доля которых увеличивается с повышением концентрации скандия. После РКУП формируется однородная УМЗ структура, средний размер зерна в сплавах варьируется от 0.8-1 мкм до 0.4-0.5 мкм и практически не зависит от концентрации скандия.

УМЗ сплав Al-0.5Mg обладает низкой термической стабильностью и в процессе предварительного нагрева до температуры сверхпластической деформации в них происходит интенсивный рост зерен до размеров, превышающих несколько сотен микрон. Это не позволяет обеспечить высокие сверхпластические характеристики сплава при повышенных температурах деформации. При сверхпластической деформации СМК сплав разрушается вязко, без интенсивного образования пор. Средний размер зерна в области разрушения при этом оказывается меньше, чем средний размер зерна в недеформированной области, что косвенно может указывать на факт протекания динамической рекристаллизации.

Показано, что УМЗ сплавы Al-0.5Mg-Sc обладают высокими сверхпластическими характеристиками - в УМЗ сплавах с 0.4 и 0.5%Sc при температуре деформации 500 °C и скорости деформации $1 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ достигаются

высокие значения относительного удлинения до разрушения (~1060%).

При сверхпластической деформации УМЗ сплавов Al-0.5Mg-Sc наблюдается деформационно-стимулированный рост зерен с показателем $k = \partial \lg(\dot{d}) / \partial \lg(\dot{\epsilon})$ изменяющимся от 0.8 до 1.3 в зависимости от концентрации скандия. Установлено, что в сплавах с малым содержанием скандия кинетика деформационно-стимулированного роста зерен контролируется подвижностью стыковых дисклинаций, а в сплавах с повышенным содержанием скандия – подвижностью дислокаций ориентационного несоответствия.

В процессе сверхпластической деформации УМЗ сплавов Al-0.5Mg-Sc наблюдается интенсивное образование пор на частицах Al_3Sc , которые выделились в процессе нагрева и/или в процессе кристаллизации. По нашему мнению, наиболее предпочтительным для образования микропор и ускоренного разрушения являются крупные частицы Al_3Sc располагающиеся по границам зерен. Это приводит к реализации кавитационного механизма разрушения – фрактографический анализ изломов свидетельствует о наличии большой объемной доли пор, которые являлись причиной разрушения УМЗ сплавов Al-0.5Mg-Sc.

Исследовано влияние предварительного выделения частиц Al_3Sc на характеристики сверхпластичности УМЗ алюминиевых сплавов Al-0.5Mg-Sc. Выделение частиц Al_3Sc путем длительных отжигов сплавов при температуре 300 °С. Показано, что процесс предварительного отжига оказывает слабое влияние на характеристики сверхпластичности УМЗ сплавов Al-0.5Mg-Sc (предельное удлинение до разрушения, напряжение течения при сверхпластичности, скорость деформационно-стимулированного роста зерен), но способствует более интенсивному порообразованию и уменьшает объемную долю рекристаллизованной структуры в деформированной и недеформированной частях образца. Показано, что деформационно-стимулированный рост зерен протекает неоднородно в объеме деформированного образца – максимальная объемная доля рекристаллизованной структуры наблюдается в областях локализации пластической деформации.

Работа выполнена при поддержке Программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030» (проект №Н-498-99_2021-2023).

А.В. НОХРИН*, В.Н. ЧУВИЛЬДЕЕВ, М.К. ЧЕГУРОВ,
М.С. БОЛДИН, М.Ю. ГРЯЗНОВ, П.В. АНДРЕЕВ, А.А. НАЗАРОВ
*Национальный исследовательский Нижегородский государственный уни-
верситет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия*
*e-mail: nokhrin@nifti.unn.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ ПОРОШКОВЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ Ti-Al-V, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНОГО («ИСКРОВОГО») ПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

В настоящее время титановые сплавы являются одним из основных материалов атомного машиностроения и морской техники. В атомной энергии наиболее часто используются α - и псевдо- α титановые сплавы (ПТЗВ, ПТ7М и др.), а в морской технике в последнее время все большее распространение получают новые двухфазные $\alpha+\beta$ сплавы. Экстремальные условия эксплуатации титановых сплавов (повышенные температуры, нагрузки, воздействие коррозионно-агрессивной среды, радиационного облучения) предъявляют высокие требования к механическим свойствам и коррозионной стойкости титановых сплавов.

Одним из перспективных методов управления структурным и фазовым состоянием металлических материалов является метод электроимпульсного («искрового») плазменного спекания (ЭИПС, в иностранной литературе «Spark Plasma Sintering»). Суть данного метода состоит в высокоскоростном нагреве (до 2500 °С/мин) материала за счет пропуска через пресс-форму с порошком миллисекундных импульсов постоянного тока большой мощности с одновременным приложением давления. Получаемые методом ЭИПС материалы характеризуются близкой к теоретической плотности и высокими механическими свойствами. В настоящее время технология ЭИПС находит свое применение в качестве метода высокоскоростной твердофазной диффузионной сварки титановых сплавов. Вместе с тем следует отметить, что в настоящее время коррозионная стойкость титановых сплавов, полученных методом ЭИПС практически не изучена. Особый интерес представляет изучение стойкости титановых сплавов против горячей солевой коррозии (ГСК), которая является одним из наиболее опасных видов повреждающих процессов.

В работе описаны результаты исследований структуры и коррозионной стойкости образцов титановых сплавов ВТ1-0 (α -сплав), ПТ-3В (псевдо- α сплав) и ВТ6 ($\alpha+\beta$ -сплав) полученных методом ЭИПС. Сплавы спекались из порошков, изготовленных ООО «Нормин» (г. Боровичи) методом плазменной атомизации в среде инертного газа. В соответствии с сертификатом поставщика порошки имели сферическую форму по ГОСТ

25849-83 и относились к классу ПНТ-8 (размер порошков от 10 до 45 мкм). Насыпная плотность порошков составляет 2.7 г/см^3 . ЭИПС титановых образцов диаметром 20 мм проводилось с использованием установки Dr. Sinter model SPS-625. Титановые порошки помещались в графитовую пресс-форму. Скорость нагрева составляла $50 \text{ }^\circ\text{C/мин}$. Спекание проводилось в вакууме, в условиях приложения постоянного одноосного давления 70 МПа. Температура спекания (T_s) сплавов составляла $850 \pm 10 \text{ }^\circ\text{C}$, соответствующей двухфазной ($\alpha+\beta$)-области. Измерения микротвердости проводили с использованием твердомера QnessA60+ при нагрузке 2 кгс. Электрохимические исследования коррозионной стойкости проводились с использованием потенциостата-гальваностата Р8 при комнатной температуре в водном растворе $0.2\% \text{ HF} + 10\% \text{ HNO}_3$ ($\text{pH}=1.1$) провоцирующем межкристаллитную коррозию в титановых сплавах. Автоклавные испытания на горячую солевую коррозию проводились в смеси солей NaCl и KBr, взятых в соотношении 300:1 при температуре $250 \text{ }^\circ\text{C}$, в условиях доступа кислорода. Время испытания составляло 500 ч. Степень коррозионного повреждения оценивалась в соответствии с ГОСТ 9.908-85. Анализ глубины и характера коррозионных дефектов проводился с использованием металлографического микроскопа Leica IMD RM.

Проведены исследования микроструктуры, фазового состава, микротвердости. Показано, что образцы сплавов имеют однородную высокоплотную микроструктуру и высокие значения микротвердости. Установлено, что титановые сплавы обладают высокой стойкостью против электрохимической коррозии при испытаниях в кислотном водном растворе, провоцирующем межкристаллитную коррозию, а также высокой стойкостью против горячей солевой коррозии. При длительных (500 ч) испытаниях на горячую солевую коррозию при температуре $250 \text{ }^\circ\text{C}$ образцы титана ВТ1-0 разрушаются по механизму общей (равномерной) коррозии, а образцы сплавов Ti-Al-V марки ПТ-3В и ВТ-6 – по механизму межкристаллитной коррозии. Глубина коррозионных дефектов в сплаве ПТ-3В полученном методом ЭИПС оказывается на порядок меньше, чем в образцах крупнозернистого сплава ПТ-3В в состоянии поставки. Высокая коррозионная стойкость спеченных титановых сплавов обусловлена малой объемной долей частиц β -фазы, малой концентрацией ванадия на границах зерен сплавов, а также положительным влиянием углерода. Высказано предположение, что высокая твердость сплавов, а также различия в коррозионной стойкости центральной и боковой поверхности образцов обусловлены диффузией углерода из графитовой пресс-формы в поверхность образца.

Работа выполнена при поддержке Программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030» (проект №Н-498-99_2021-2023).

Г.С. НАГИЧЕВА, А.В. НОХРИН, Н.В. МЕЛЕХИН,
Н.Н. БЕРЕНДЕЕВ, А.М. БРАГОВ, В.В. БАЛАНДИН
*Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет имени Н. И. Лобачевского,
Нижний Новгород, Россия
e-mail: nagicheva@nifti.unn.ru*

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ДИНАМИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ УГЛЕРОДИСТЫХ ПЕРЛИТНЫХ СТАЛЕЙ

Были проведены экспериментальные исследования и компьютерное моделирование в среде ANSYS процессов пластической деформации и разрушения пластинчатого перлита. Рассматривались стали (ст. 10, ст. 30, У8 и У10) в различных структурных состояниях и с разной концентрацией углерода после высокоскоростной деформации по схеме теста Тейлора.

Исследования микроструктуры показали, что в сталях У8 и У10 после высокоскоростной деформации появлялись линии локализации деформации. В случае менее углеродистых сталей 10 и 30 подобного эффекта не наблюдалось. В микроструктуре стали 30 в исходном состоянии наблюдались перлитные зерна с разной степенью дисперсности и ферритные зерна. В некоторых зернах перлита видно зарождение полос локализованной деформации. Полученный результат свидетельствует о том, что с увеличением содержания углерода и/или хрупких зерен перлита меняется механизм высокоскоростной деформации, стали и вклад локализованной деформации становится всё более существенным.

Установлено, что высокоскоростная деформация приводит к повышению твердости в области удара для всех сталей. Проведены исследования деформационного старения образцов сталей, подвергнутых различным видам динамического и квазистатического нагружения.

Определены константы уравнения Джонсона-Кука по результатам динамических испытаний по схеме теста Тейлора. За счет выбора констант модели Джонсона-Кука стремились обеспечить соответствие геометрических размеров деформированного образца его экспериментальным значениям, которые были измерены на продольном шлифе.

Константы для стали У8 позволили спрогнозировать поля напряжений и деформаций в стальной заготовке в условиях высокоскоростного нагружения, а также получить корректные картины распределения температурных полей, что имеет большое значение для моделирования эффектов саморазогрева массивных стальных образцов при взрывном нагружении.

Работа выполнена при поддержке Программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030» (проект №Н-498-99_2021-2023).

Я.С. ШАДРИНА*, А.В. НОХРИН, В.Н. ЧУВИЛЬДЕЕВ,
В.И. КОПЫЛОВ, А.А. БОБРОВ, К.В. ЛИХНИЦКИЙ
*Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия*
*e-mail: yashadrina@nifti.unn.ru

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ РАСПАДА ТВЕРДОГО РАСТВОРА В СПЛАВАХ Al-Mg-Sc-Zr

Проведены исследования закономерностей распада твердого раствора в литых и микрокристаллических сплавах Al-(2,5, 4, 6%)Mg-Sc-Zr с суммарным содержанием Sc и Zr 0.32%. Благодаря уникальному сочетанию высокой прочности, свариваемости и коррозионной стойкости Al-Mg-Sc сплавы применяются в специальном машиностроении и аэрокосмической технике. Высокие характеристики сплавов Al-Mg-Sc обеспечиваются, в первую очередь, за счет выделения наночастиц Al_3Sc , которые приводят к повышению прочности алюминия при повышенных температурах. Возможность применения сплавов Al-Mg-Sc в гражданском машиностроении сдерживается высокой ценой алюминий-скандиевой лигатуры. Замена дорогостоящего скандия на более дешевые легирующие элементы позволит существенно расширить рынок алюминиевых сплавов. Одним из наиболее перспективных «заменителей» скандия в сплавах Al-Mg-Sc является цирконий, обеспечивающий выделение частиц Al_3Zr .

Образцы получали методом индукционного литья. Микрокристаллическая структура формировалась методом равноканального углового прессования.

Анализ механизмов распада проводился с использованием уравнения Джносона-Мела-Авраами-Колмогорова. Проведенные исследования показали, что при отжиге микрокристаллических сплавов процесс распада твердого раствора имеет многостадийный характер, что обусловлено различными коэффициентами распределения скандия и циркония в алюминии и сильным измельчением зеренной структуры литого алюминия. В микрокристаллических сплавах, в области низких температур, выделение частиц происходит, преимущественно, на границах зерен, а при повышенных температурах – на ядрах решеточных дислокаций. Исследования микроструктуры отожженных микрокристаллических сплавов Al-Mg-Sc-Zr показывают, что температура начала рекристаллизации составляет 375-400°C.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №22-13-00149.

А.М. МУРАШКО^{1*}, Я.Ю. ФИЛИППОВ²

¹ *Факультет наук о материалах МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

² *НИИ Механики МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, Россия*

*e-mail: murashkoam@my.msu.ru

ПОЛУЧЕНИЕ МАКРОПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ НА ОСНОВЕ ПИРОФОСФАТА КАЛЬЦИЯ МЕТОДОМ СТЕРЕОЛИТОГРАФИЧЕСКОЙ ПЕЧАТИ

Наиболее перспективными материалами для остеопластики являются биорезорбируемые материалы, которые могут выполнять опорную функцию на начальных этапах использования, постепенно замещаясь природной костной тканью. Пирофосфат кальция относится к таким материалам, поскольку обладает хорошей биосовместимостью, биоактивностью и оптимальной скоростью биорезорбции. Также имплантат должен обладать системой макропор, способствующих прорастанию формирующейся кости. В рамках данного исследования для получения пористых материалов используется метод стереолитографической 3D печати, так как традиционные методы не позволяют контролировать конечную структуру материала.

В данной работе мы исследовали возможность использования спекающей добавки смешанного пирофосфата кальция/натрия с целью улучшения спекания пирофосфата кальция за счет образования низкоплавкой эвтектики.

Плотная керамика была изготовлена путем формования пасты, содержащей ацетон и порошковую смесь гидроксиапатита, монокальциевого фосфата моногидрата и дигидрофосфата натрия в различных соотношениях с последующей термообработкой при различных температурах. В результате было продемонстрировано, что присутствие спекающей добавки может значительно снизить температуру, необходимую для спекания формирующейся керамики. Для образцов керамики с 10% спекающей добавкой достигнута прочность при сжатии 140 ± 10 МПа и плотность до 98% путем термообработки при 700°C. При 1000°C была получена плотная пирофосфатная керамика с прочностью при сжатии 154 ± 17 МПа и модулем Юнга 8.5 ± 2.0 ГПа. Плотность керамики, относительно кристаллографической плотности $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$ составила до 99%, свидетельствует об эффективности процесса спекания при выбранной температуре.

РН водного раствора в контакте с изготовленной пирофосфатной керамикой находится в диапазоне 6 – 7.2, что является приемлемым для биомедицинского применения материала. Через 7 дней в растворе $5 \times \text{SBF}$ при 37°C на поверхности керамических образцов образовался слой нано-

кристаллического гидроксиапатита, что свидетельствует о высокой биоактивности материала. Для исследования роста и адгезии клеток на поверхности керамики мы использовали культуру первичных клеток человека, полученную из зачатка зуба третьего моляра. Все предложенные керамические материалы являются биосовместимыми и не оказывают токсического воздействия на клетки. Количество погибших клеток при культивировании на поверхности всех материалов составило менее 1 - 3%, что согласуется с данными контрольного образца. На поверхности керамики наблюдается адгезия и распластывание клеток, что также подтверждает биосовместимость материала.

Макропористая керамика была изготовлена методом стереолитографической печати с последующей термообработкой для удаления полимерной составляющей материала. Для этого порошковую смесь просеивали через сито для уменьшения размера частиц и смешивали с коммерчески доступной светоотверждаемой смесью акриловых мономеров и олигомеров и поверхностно-активным веществом в различных массовых соотношениях. Для исследования глубины полимеризации полученные суспензии облучали в течение различных периодов времени, а затем измеряли толщину напечатанных образцов. Для аппроксимации зависимости глубины полимеризации от дозы облучения для выбора режима печати использовали уравнение Джейкобса. В результате печати были получены структуры Кельвина и гироида с заданной пористостью. Процесс термообработки полученных 3D-структур был оптимизирован во избежание расслоения материала и образования видимых трещин.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФ 22-19-00219.

A.M. MURASHKO^{1*}, Ya.Yu. FILIPPOV¹

¹ *Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia*

*e-mail: murashkoam@my.msu.ru

FABRICATION OF MACROPOROUS CERAMICS BASED ON CALCIUM PYROPHOSPHATE BY STEREO LITHOGRAPHIC PRINTING

The most promising materials for osteoplasty are bioresorbable materials, which can perform a supporting function at the initial stages of use, gradually being replaced by natural bone tissue. Calcium pyrophosphate belongs to such materials, has good biocompatibility, bioactivity and optimal bioresorption rate. Also the implant must possess a system of macro- and micropores that promote diffusion of ions and ingrowth of the forming bone. Within the framework of this study, the method of stereolithographic 3D printing is used to obtain porous materials, as traditional methods do not allow to control the final structure of the material.

In this work we investigated the possibility of using a sintering additive of mixed calcium/sodium pyrophosphate with the aim to improve calcium pyrophosphate sintering, due to low-melting eutectics formation. Dense ceramics were made by molding a paste containing acetone and a powder mixture of hydroxyapatite, monocalcium phosphate and sodium dihydrophosphate in different ratios followed by heat treatment at different temperatures. As a result, it was demonstrated that the presence of a sintering additive can significantly reduce the temperature required for the sintering of the forming ceramics. For the samples of ceramics with 10% sintering additive achieved a compressive strength of 140 ± 10 MPa and a density of 98% by heat treatment at 700°C. Dense pyrophosphate ceramics at 1000°C with a compressive strength of 154 ± 17 MPa and a Young's modulus of 8.5 ± 2.0 GPa were obtained. The relative density of the ceramics, which is 99%, in the case of the crystallographic density of $\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$, indicates the efficiency of the sintering process at the selected temperature.

The pH of the aqueous solution in contact with the manufactured pyrophosphate ceramics is in the range of 6 – 7.2, which is acceptable for biomedical applications of the material. After 7 days in 5×SBF solution at 37°C, a layer of nanocrystalline hydroxyapatite formed on the surface of ceramic samples, which proves that the material exhibits good bioactivity. To investigate cell growth and adhesion on the ceramic surface, we used a culture of primary human cells, that was given from the rudiment of the third molar. All proposed ceramic materials are biocompatible and have no toxic effects on cells. The number of dead cells during culturing on the surface of all materials was less than 1 – 3%, which corresponds to the data of the control sample. There are adhesion and spreading on the surface of ceramics.

Macroporous ceramics were made by stereolithographic printing. For this purpose, a powder mixture was sieved through a sieve to reduce the particle size and was mixed with a commercially available light-hardening mixture of acrylic monomers and oligomers and surfactant in a different mass ratio. To investigate the depth of polymerization, the obtained suspensions were irradiated during different periods of time and then the thickness of the printed samples was measured. The Jacobs equation was used to approximate the dependence of polymerization depth on the irradiation dose to select the printing mode. As a result of printing, Kelvin and gyroid structures with a predetermined porosity were made. The heat treatment process of the obtained 3D structures was optimized to avoid delamination of the material and the formation of visible cracks.

This study was supported by the Russian Science Foundation (grant no.22-19-00219).

С.В. ЗАСЫПКИН^{1,2}, А.И. БРИЛЕВСКИЙ^{1*}, А.И. ИРТЕГОВ²,
Д.Л. МЕРСОН¹

¹Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия

²ООО «СОМЗ», Соликамск, Россия

*e-mail: zvs181@mail.ru

ПОВЫШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОЖАРОБЕЗОПАСНЫХ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ

В предыдущей работе [1] описывались сплавы с LPSO-фазой, в которых, благодаря добавлению Yb, значительно повышалась температура воспламенения, однако мех. свойства этих сплавов оставались на уровне 250МПа. Целью данной работы являлось повышения мех. свойств данной группы сплавов.

В качестве исследуемых сплавов были выбраны следующие композиции: 1) 5Y-1.8Zn-0.7Zr-4.4Gd-0.6Yb wt.%; 2) 6Y-1.8Zn-0.7Zr-4.4Gd-0.6Yb wt.%; 3) 5Y-1.8Zn-0.7Zr-5.4Gd-0.6Yb wt.%. Термообработку проводили по режиму T6, отжиг – 450-540°C, 24ч., старение – 200°C, 100ч. Для исследования мех. свойств проводились испытания на растяжение по ГОСТ 1498-84, структуру исследовали на РЭМ Zeiss Sigma.

Исследование структуры показало, что при температуре отжига 450°C формируется мелкая структура с большим содержанием LPSO-фазы по границам, при 525°C средний размер зёрен изменяется не сильно, но происходит растворение LPSO-фазы в матрице, при 540°C происходит значительный рост зёрен, который негативно сказывается на свойствах сплава.

По результатам работы был определён интервал химического состава для обеспечения необходимых механических свойств, а также разработан оптимальный режим ТО, при котором достигаются мех. свойства сплавов на уровне $\sigma_B=275-285\text{МПа}$, $\delta=22-24\%$.

Работа выполнена в рамках Госзадания № FEMR-2020-0003

1. С.В. Засыпкин, А.И. Брилевский, А.И. Иртегов, Д.Л. Мерсон Магние-вые сплавы с повышенной температурой воспламенения // Новые материалы: неравновесные состояния: Сборник тезисов докладов 18-й Международной школы-конференции для молодых ученых и специалистов. Москва, 14 – 17 декабря 2020 г. М.: НИЯУ МИФИ, 2020. – С. 146-149

SERGEY ZASYPKIN^{1,2}, ALEXANDER BRILEVSKY¹, ALEXEY
IRTEGOV², DMITRY MERSON¹

¹Togliatti State University, Togliatti, Russia

²LLC «SOMZ», Solikamsk, Russia

*e-mail: zvs181@mail.ru

IMPROVING THE MECHANICAL PROPERTIES OF FIREPROOF MAGNESIUM ALLOYS

In the previous work [1], alloys with LPSO phase were described. In these alloys, the ignition temperature has increased significantly due to the addition of Yb. However, the mechanical properties of these alloys remained at 250 MPa. The purpose of this work was to improve the mechanical properties of this group of alloys.

The following compositions were selected as the studied alloys: 1) 5Y-1.8Zn-0.7Zr-4.4Gd-0.6Yb wt.%; 2) 6Y-1.8Zn-0.7Zr-4.4Gd-0.6Yb wt.%; 3) 5Y-1.8Zn-0.7Zr-5.4Gd-0.6Yb wt.%. Heat treatment was carried out according to T6 mode, annealing – 450-540°C, 24h., aging – 200°C, 100h. To study the mechanical properties, tensile tests were carried out according to GOST 1498-84, the structure was studied on the Zeiss Sigma SEM.

The study of the structure showed that the annealing temperature of 450°C forms a fine structure with a high content of LPSO phase along the boundaries, at 525°C the average grain size does not change much, but the LPSO phase dissolves in the matrix, at 540°C there is a significant grain growth, which negatively affects the properties of the alloy.

Based on the results of the work, the chem interval was determined. composition to provide the necessary fur. properties, as well as the optimal mode of maintenance has been developed, at which the fur is achieved. the properties of alloys at the level of $\sigma_b = 275-285\text{MPa}$, $\delta = 22-24\%$.

The work has been performed within the framework of the State Assignment No. FEMR-2020-0003

1. Sergey Zasyupkin, Alexander Brilevsky, Alexey Irtegov, Dmitry Merson Flame-resistant magnesium alloys // Novye materialy: neravnovesnye sostoyaniya: Sbornik tezisov dokladov 18-j Mezhdunarodnoj shkoly-konferencii dlya molodyh uchenyh i specialistov. Moskva, 14 – 17 december 2020. M.: NIYAU MIFI, 2020. – p. 146-149

В.А. МОСКОВКИН

*Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
Высшего Образования "Московский Государственный
Технический Университет Имени Н.Э. Баумана
(Национальный Исследовательский Университет)", Москва, Россия
e-mail: mva17t114@student.bmstu.ru

ВЗАИМОСВЯЗЬ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ ЗАГОТОВКИ И ЕЁ ТОЧНОСТИ НА КАЧЕСТВО ПОВЕРХНОСТИ, ТОЧНОСТИ И СТРУКТУРЫ ДЕТАЛИ

При изготовлении высокоточных деталей особую роль играет качество, а если точнее метод получения заготовок и полуфабрикатов.

Существует 4 основных вида получения заготовок: литьё, обработка давлением, сортовой и профильный прокат, комбинированные.

Большой блок получения заготовок составляет обработка давлением. Преимущества данной обработки: малоотходной технология, за счёт малого припуска; обеспечение высокого качества продукции; надёжность работы изделия; высокая производительность;

Штамповка характеризуется большим разнообразием форм и размеров штамповочных поковок, а также сплавов, из которых штампуют. Данный вид заготовки перед деформацией предварительно нагревают, до структурных изменений. Нагревание нужно совершать осторожно, перегрев не допустим, так как изменяются свойства детали и поверхностный слой. Из-за перегрева также часть материала переходит в окалину.

Рассмотрим данный вид заготовки на конкретной детали «корпус пневмоклапана». Деталь работает без значительных нагрузок. Пневмоклапан работает с воздухом, а также с агрессивными газами. Материал детали сталь 14X17H2 обладает высокой пластичностью. Принимаем для нашей детали штампованную поковку по ГОСТ 7505-89. В качестве оборудования кривошипные горячештамповочные прессы (КГШП).

Технологический процесс получения заготовки состоит из отрезки, нагрева, деформации.

Наибольшее количество дефектов происходит на стадии нагрева и деформации. Анализ показал при производстве заготовок перегрев составляет 25% брака, в основном это связано с изменением структуры.

Поэтому данная работа посвящена выбору режима температуры для заготовок данного типа.

1. Технология конструкционных материалов Автор: Дальский А.М., 2003.
2. Справочник конструктора штампов: Листовая штамповка/ Под общ. ред. Л. И. Рудмана. — М.: Машиностроение, 1988.

НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Сборник тезисов докладов 20-й Международной школы-конференции
имени Б.А. Калина для молодых ученых и специалистов.
14 – 16 ноября 2022 г.

Подписано в печать 23.11.2022. Формат 60x84 1/16.
Печ. л. 16,25 Тираж 100 экз.
Изд № 002-3. Заказ № 69

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»
Типография НИЯУ МИФИ
115409, Москва, Каширское ш. 31