формируемую фазу. Также было установлено, что увеличение доли РГ влечет за собой увеличение параметра кристаллической решетки.

## Список литературы:

- K. Akimoto. Thin film deposition of Cu<sub>2</sub>O and application for solar cells // Solar Energy, v. 80, p. 715, (2006)
- 2. A Rizk, S.B. Youssef, S.K. Habib. Glow discharge characteristics when magnetron sputtering copper in different plasma atmospheres operated at low input power // Vacuum, v. 38, № 2, p. 93 (1988)
- 3. D. Depla, S. Heirwegh, S. Mahieu, J. Haemers, R. De Gryse. Understanding the discharge voltage behavior during reactive sputtering of oxides // Journal of applied physics, v. 101, № 013301 (2007)
- 4. D. Depla, S. Mahieu, R. De Gryse. Magnetron sputter deposition: Linking discharge voltage with target properties // Thin Solid Films, v. 517, p. 2825, (2009)
- 5. Берлин Е.В., Двинин С.А., Сейдман Л.А. Вакуумная технология и оборудование для нанесения и травления тонких пленок. М.: Техносфера, 2007. 176 с.

## Оценка физико-механических свойств, структурных составляющих сплава Ti-Nb

<u>Беляков А.В.<sup>1</sup>,</u> Парилов Е.А.<sup>1</sup>, Химич М.А.<sup>2</sup> infyufbnehybr@mail.ru

Научный руководитель: Ковалевская Ж.Г., к.т.н., доцент кафедры МТМ ИФВТ ТПУ <sup>1</sup>ГОУ ВПО НИ Томский политехнический университет, <sup>2</sup>Томский государственный Университет 634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30

Развитие технологий неизбежно приводит к уменьшению размеров различных электронных компонентов. Поэтому все больше растет актуальность наноматериалов, которые позволяют создавать более совершенные устройства. Для создания любого устройства необходимо изучить свойства материала. Эмпирически доказано, что при уменьшении какой-либо структуры до размеров, не превышающих 1000 нм, происходит изменение свойств материала. При размерах меньше 10 нм происходит радикальное изменение. Поэтому для дальнейшего развития различных научных областей необходимо изучение свойств наноструктур.

Одним из методов формирования материалов с наноструктурой является интенсивная пластическая деформация.(ИПД) Объемные заготовки. В роли заготовки могут быть использованы слитки сплава, способного к длительной пластической деформации без разрушения

Одним из таких сплавов является сплав Ti-Nb.

Целью данной работы являлось исследование физико-механических свойств (нанотвердости и модуля упругости структурных составляющих сплава Ті-Nb.Анализировались свойства слитков разного химического состава и образцов после интенсивной пластической деформации.)

Материалы и методика исследования. В работе исследовались слитки сплава Ті-Nb,полученные электродуговой плавкой с не расходуемым электродом в охлаждаемый медный тигель. Слитки были произведены в институте цветных металлов. г. Пекин. Полученный сплав содержал 10, 25, 40 массовых процентов ниобия.

Слитки имели небольшой размер диаметр-8 мм, высота-20 мм. Поэтому в процессе кристаллизации в сплаве формировались равновесные и неравновесные фазы. ИПД проводилось на образцах из сплавов 40% Nb и состояло из операции abc прессования и последующей прокатки.Данная часть работы была выполнена в Институте Материаловедения СО РАН. Из фрагментов слитков и заготовок полученных ИПД вырезались шлифы.Плоскость сечения шлифа заготовок ИПД совпадало с продольный и поперечным сечением профиля проката.Ренгено-структурный анализ проводился на дифрактометре ДРОН-7.Оптическая микроскопия проводилась на микроскопах Carl Zeiss Axio Observer. Травитель: в равных объемных долях вода, плавиковая и азотная кислота. Нанотвердость и модуль упругости определяли на приборе.

Результат эксперимента. В сплавах титана, в зависимости от режимов термической обработки и от химического состава, могут образовываться твердые растворы на основе  $\alpha$ - и  $\beta$ - модификаций титана как стабильные  $\alpha$ ,  $\beta$ , так и метастабильные  $\alpha'$ ,  $\alpha''$ ,  $\omega$ .

РСА отливки сплава Ti-10% Nb показывает, что основной фазой является αтитан.Возможно с небольшим содержанием количество α'- фазы.

Наличие α'-фазы подтверждается микроструктурным анализом. Игольчатая структура на снимке говорит о сформировавшейся неравновесной мартенситной α'фазе. α-фаза представлена первичными дендритами, расположенными равномерно по всем исследуемым участкам

Для  $\alpha$ -фазы, представленной темными участками на металлографических снимках, среднее значение твердости  $HV_{cp} = 1958$  МПа с интервалом значений 1677–2588 МПа; среднее значение модуля упругости  $E_{cp} = 106$  ГПа. Для  $\alpha$ '-фазы, представленной на снимке светлыми участками игольчатой формы,  $HV_{cp} = 1850$  МПа с интервалом значений 1700–1970 МПа, а  $E_{cp} = 92,4$  ГПа.

Основываясь на результатах рентгеноструктурного и микроструктурного анализов можно сказать, что в отливке сплава Ti-10% Nb присутствуют две структурные составляющие. Основной объем сплава занимают дендриты равновесной α-фазы с единичными включениями иголок α'-мартенсита. Твердость и модуль упругости неравновесной структурной составляющей немного ниже.

Анализ дифрактограммы отливки сплава Ti-25% Nb показал , что сплав представлен  $\alpha$ "- и  $\beta$ -фазой. Такой фазовый состав подтверждается результатами микроструктурного анализа (рис. 2б). Как можно заметить, сплав неоднородный по своей структуре. Присутствуют дендриты с мелко-игольчатой мартенситной структурой, расположенной равномерно по всему образцу. Мелко-игольчатая структура, занимающая большую часть объема является  $\alpha$ "-фазой. Помимо того, на образце при большом увеличении наблюдаются белые участки, они занимают небольшую площадь исследуемой поверхности и предположительно представляют  $\beta$ -фазу.

Измерения микротвердости показали, что в структурной области  $\alpha$ "-фазы  $HV_{cp}$  = 4100 МПа с интервалом значений 3930–4430 МПа, а  $E_{cp}$  = 140,8 ГПа; в структурной β-области  $HV_{cp}$  = 4060 МПа с интервалом значений 3670–4520 МПа, а  $E_{cp}$  = 140 ГПа. Структурная неоднородность связана с дендритной ликвацией.

В исходном литом состоянии отливки сплава Ti-40% Nb основной является β-фаза.

Металлографический анализ показал, что  $\beta$ -фаза формирует полиэдрические зёрна с хорошо сформировавшимися границами, имеющие линейный вид. По всему объему слитка фиксируются близкие значения микротвердости  $HV_{cp} = 3220$  МПа в интервале 3110–3340 МПа. Модуль упругости  $E_{cp} = 86,5$  ГПа.

Таким образом, определено, что в слитке сплава Ti-40% Nb однородная зернистая структура, состоящая из зерен β-фазы.

По результатам РСА, после ИПД в сплаве Ti-40% Nb фазовый состав не меняется. Изменение интенсивности интерференционных линий указывает на формирование текстуры. Металлографически текстура наблюдается в виде вытянутых в направлении деформации линий скольжения.

В поперечном сечении среднее значение твердости  $HV_{cp} = 3170$  МПа с интервалом значений 2585–3870 МПа; среднее значение модуля упругости  $E_{cp} = 79$  ГПа. В продольном сечении,  $HV_{cp} = 2796$  МПа с интервалом значений 1210–3250 МПа, а  $E_{cp} = 80$  ГПа.

Заключение: В процессе формирования слитков электродуговой плавкой в сплаве Ti-Nb формируются равновесные и неравновесные фазы, наличие и количество которых определяется составом сплава: при 10% Nb наблюдаются α-фаза и неравновесная α'-фаза; при 25% Nb – β-фаза и неравновесные α'- и α"-фазы; при 40% Nb – β-фаза.

В слитках сплава Ti-Nb не наблюдается ярко-выраженной структурной неоднородности, что позволяет их использовать для интенсивной пластической деформации

В Результате эксперимента. Одной из основных проблем машиностроения, как известно, является проблема изнашивания технических средств. Естественно, что борьба с ней является, по сути, одним из главных направлений в развитии машиностроения вообще [1]. В первой половине 90-х годов прошлого столетия сотрудником НИИ «Механбор» (г. С.-Петербург) Д.М. Телухом были опробованы смазочные композиции. Испытания таких композиций с добавлением тонкодисперсных порошковых железистых кварцитов на испытательном полигоне НПО «Микрогонмаш» в г. Омске в 1985г. дали положительные результаты. Были проведены новых композиций первые испытания смазочных (CK). Экспериментальное использование таких СК привело к увеличению прочности и долговечности тестируемых деталей. Сотрудниками НПО «Руспромремонт» было установлено, что для реализации ремонтно-восстанавливающей технологии наилучшими материалами являются минералы типа серпентинитов [2].

Нами была поставлена задача экспериментальным путем оценить характер взаимодействия СК с материалом детали из сплава на основе железа – стали при формировании защитного металло-керамического слоя – покрытия, повышающего прочность и износостойкость деталей.

Для изучения процесса взаимодействия СК с поверхностью стали использовался термогравиметрический (ТГ) и дифференциальный сканирующий калориметрический (ДСК) анализ. В настоящее время проводится рентгеноструктурный анализ (РСА) и оптическая металлография.

За основу эксперимента нами были взяты порошки серпентина и технически чистого железа. Первое, что мы сделали – разделили порошок железа на фракции. В эксперименте был использован порошок, размер крупинок которого составлял 40-125мкм.

Был проведен анализ следующих материалов: серпентина, порошка железа и механической смеси 50об.% серпентина и 50об.% железа. С помощью **прибора для** синхронного ТГ-ДСК анализа STA 409 PC Luxx проведена оценка потери веса и количества поглощаемого тепла навесок серпентина, технически чистого железа и механической смеси серпентина и железа. Оценивались процессы, происходящие в материале в интервале температур 25 – 1400°С.

Анализ кривой потери массы серпентина показал, что при нагреве происходит уменьшение массы вещества в интервале температур 520 – 720°С и составляет 10 мас.%. Как показывает ДСК кривая, нагрев серпентина до температуры 500°С идет без тепловых скачков. Затем начинается потеря тепла, что говорит о том, что в материале происходят эндотермические процессы (рис.1).



Рис. 1. Изменение тепловой энергии при нагревании серпентина (1), железа (2) и смеси серпентина и железа (3)

В случае нагрева порошка железа потери веса во всем интервале температур не происходит. ДСК кривая имеет плавный подъем до 700°С с выделением энергии с переходом к плавному спаду с эндотермическим эффектом при температуре 900°С. На кривой в виде перегибов и пиков регистрируются все характерные для технически чистого железа критические точки: температура рекристаллизации; точка Кюри; полиморфное превращение α-железа в γ-железо и т.д. Все перечисленные процессы происходят с незначительной потерей энергии.

ТГ анализ показал, что добавление в серпентин 50об.% железа затруднило процесс снижения масса вещества до значения 2%. Сравнительный анализ ДСК кривых показал, что до температуры 450°С динамика процесса нагрева смеси серпентина и железа повторяет процесс нагрева серпентина с той лишь разницей, что при нагреве смеси поглощается меньшее количество тепла, что обусловлено протеканием экзотермических процессов в железной составляющей смеси (рис. 1). В интервале температур 450 – 700°С влияние экзотермического выделения тепла в железной составляющей смеси почти полностью нивелирует потерю тепла, характерную для реакций, протекающих в серпентине в этом температурном интервале. При дальнейшем нагреве, несмотря на то, что в случае нагрева железа или серпентина в отдельности имеет место значительное поглощение тепла, при нагреве смеси порошков данного процесса не происходит. Следовательно в смеси серпентина с железом при нагреве выше 700°С происходят дополнительные реакции [3].

Для оценки фазовых превращений происходящих в исследуемой смеси при нагреве до определенных нами критических температур, были нагреты отдельно порошки железа и серпентина, а также их смесь в атмосфере аргона. Нагрев проводили в защитной атмосфере аргона до 550 и 850°С и охлаждали с печью. При нагреве серо-зеленый порошок серпентина изменил свой цвет – после нагрева до

550°С стал песочным, а после нагрева до 850°С – терракотовым, что говорит об изменении его фазового состава (рис.2).



Рис.2. Изменение цвета порошка серпентина при нагреве его в воздушной атмосфере до 600 и 900<sup>0</sup>С

При нагреве порошок железа также изменил цвет – стал значительно темнее. При нагреве смеси порошков железа и серпентина до вышеуказанных температур произошло спекание компонентов с образованием конгломерата.

Полученные нами смесь серпентина и железа, а также продукты нагрева были отправлены в НГТУ (г. Новосибирск) для РСА.

Следующим этапом работы, было исследование механического взаимодействия компонентов смеси. Для этого проводили механическое смешивание составляющих в шаровой мельнице. Всего порошки смешивались 336 часов (две недели). В результате, на шариках шаровой мельницы сформировалось рыхлое покрытие серозеленого цвета (рис.3).



Рис.3. Шарики шаровой мельницы с образовавшимся на них покрытием

Возможно, что на шарики налип серпентин, а железо оказалось слишком тяжелым, тогда надо было использовать более мелкую фракцию. Для точного определения состава сформировавшегося покрытия образцы были отправлены на PCA.

Несколько шариков с налипшим на них слоем были использованы для проведения оптической металлографии. Мы подготовили форму, поместили в нее шарики и залили эпоксидной смолой. Сделали шлиф и обнаружили, что покрытие не имеет адгезионной связи с шариком. Можно предположить, что в ходе механического перемешивания воздействия, которое оказывали падающие друг на друга стальные шарики, было не достаточно для образования связи между частицами серпентина и материалом шарика.

Выводы:

- 1. Для формирования металлокерамических покрытий процессы, протекающие в зоне взаимодействия, должны соответствовать условиям нагрева в интервале 520...700°С.
- 2. Для формирования покрытия получаемого из смеси порошков железа и серпентина в условиях перемешивания в шаровой мельнице, необходимо использовать более мелкую фракцию железа.
- 3. Для образования связи между частицами серпентина и железа необходимо не только механическое воздействие, оказываемое падающими друг на друга шариками, но и какое-либо другое возможно ультразвуковое и термическое. Список литературы:
- 1. Зуев В.В., Лазарев С.Ю. и др. Новые подходы к процессам трения и износа // сайт http://www.forsan.biz
- 2. Телух Д.М., Кузьмин В.Н., Усачев В.В. // Трение, износ, смазка (электронный ресурс). 2009. №3. 2с.
- 3. Ковалевская Ж.Г., Белявская О.А., Уваркин П.В. Исследование влияния температуры на взаимодействие геомодифицирующего материала и стальной детали // Изв. вузов. Физика. 2011. Т. 54. №. 11/3 С. 242-245.

## Исследование продуктов системы Fe-O, полученных плазмодинамическим методом

Бракк И.С., Ломакина А.А., Сивков А.А., Ивашутенко А.С. brakkivan@mail.ru

## Национальный Исследовательский Томский Политехнический Университет

Аннотация. В представленной работе показана возможность прямого плазмодинамического синтеза ультрадисперсных гетерофазных порошков оксидов железа принципиально новым высокоэффективным способом. Образование и сохранение значительного количества метастабильной (в обычных условиях орторомбической) модификации  $\varepsilon - Fe_2O_3$  оксида железа является уникальной особенностью порошков плазмодинамического синтеза.

Введение. Нанодисперсные магнитные материалы на основе оксида железа имеют достаточно широкий спектр применений, в таких областях, как медицина, спинтроника, магнитные записывающие устройства. Также материалы системы Fe-O могут применяться в качестве сорбента тяжелых металлов для очистки природных и сточных вод и даже от загрязнения их нефтью. В том числе магнитные фазы Fe-O находят свое применение и в магнитных жидкостях [1-3].

Экспериментальная часть. Ультрадисперсный порошок оксида железа получен универсальным плазмодинамическим методом В гиперскоростной струе электроразрядной плазмы. Струя в замкнутом объеме камеры-реактора (КР) генерируется импульсным, сильноточным, коаксиальным магнитоплазменным ускорителем (КМПУ) со стальными электродами. Электропитание КМПУ от емкостного осуществляется накопителя энергии (EHЭ) c емкостью конденсаторной батареи С = 14,4 мФ и зарядным напряжением Uзар= 4,0 кВ, показаны в работе [4]. Ствол ускорителя изготавливается из отрезка стальной трубы