

Д. В. Минько
К. Е. Белявин
В. К. Шелег

ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА ПОЛУЧЕНИЯ
ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ
МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМИ
ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

Минск
БНТУ
2020

УДК 621.9.044:621.763

Минько, Д. В. Теория и практика получения функционально-градиентных материалов импульсными электрофизическими методами / Д. В. Минько, К. Е. Белявин, В. К. Шелег. – Минск: БНТУ, 2020. – 450. – ISBN 978-985-583-551-7.

В монографии приведены результаты исследований по получению нового поколения композиционных материалов – функционально-градиентных материалов (ФГМ) в условиях импульсного воздействия электрического тока, лазерного излучения или плазменных потоков. Приведена классификация основных типов современных ФГМ, даны их характеристики, области применения и методы получения. Показаны перспективы использования импульсных электрофизических методов для создания новых технологий получения ФГМ.

Предназначена для научных, инженерно-технических работников, аспирантов и студентов, занимающихся вопросами создания высокоэнергетического оборудования, регистрации быстропотекающих процессов, материаловедения, биомедицины, инженерии поверхностей, повышения долговечности деталей машин и инструмента.

Табл. 33. Ил. 248. Библиогр. 496 назв.

Рекомендовано к изданию научно-техническим советом
Белорусского национального технического университета
(протокол № 1 от 24 января 2020 г.)

Рецензенты:

зав. лабораторией газотермических методов упрочнения деталей
машин ГНУ «Объединенный институт машиностроения НАН Беларуси»,
д-р техн. наук, доцент *М. А. Белоцерковский*;

зав. научно-исследовательской лабораторией пластичности
Филиала БНТУ «Научно-исследовательский политехнический институт»,
д-р техн. наук, профессор, академик НАН Беларуси *В. В. Клубович*

ISBN 978-985-583-551-7

© Минько Д. В., Белявин К. Е.,
Шелег В. К., 2020

© Белорусский национальный
технический университет, 2020

*Посвящается
100-летию БНТУ*

СОДЕРЖАНИЕ

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ	9
ВВЕДЕНИЕ	11
1. СОВРЕМЕННЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ПРОБЛЕМА ИХ ПОЛУЧЕНИЯ	14
1.1. Типы, характеристики и области применения функционально-градиентных материалов	14
1.2. Методы моделирования структуры и свойств функционально-градиентных материалов	23
1.3. Методы получения функционально-градиентных материалов	25
1.3.1. Методы формирования пространственных функционально-градиентных материалов	28
1.3.2. Методы формирования поверхностных функционально-градиентных материалов	37
1.3.3. Методы модифицирования структуры и свойств однородных материалов	43
1.4. Проблема получения функционально-градиентных материалов и перспективы применения импульсных электрофизических методов	48
1.5. Импульсные электрофизические методы получения функционально-градиентных материалов	52
1.5.1. Методы электроимпульсного воздействия	68
1.5.2. Методы импульсного лазерного воздействия	104
1.5.3. Методы импульсного плазменного воздействия ..	121
2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ	135
2.1. Теоретические закономерности теплообмена в частицах порошка и порошковом материале при электроимпульсном воздействии	135
2.1.1. Распределение тепловой энергии в слоях частиц ..	135

2.1.2. Распределение температуры в зоне контакта частиц порошка	142
2.1.3. Моделирование и расчет параметров электроимпульсного воздействия.....	145
2.1.4. Кинетика изменения температуры в спеченном порошковом материале при электроимпульсном воздействии.....	147
2.1.5. Моделирование формирования градиента прочности в однородном порошковом материале при электроимпульсном воздействии	152
2.2. Теоретические закономерности теплообмена в частицах порошка и порошковом материале при импульсном лазерном воздействии.....	156
2.2.1. Образование и устойчивость жидкометаллических контактов между частицами порошка.....	157
2.2.2. Распределение тепловой энергии в слоях порошка	164
2.2.3. Моделирование формирования градиента температуры в слоях порошка при импульсном лазерном воздействии.....	171
2.3. Теоретические закономерности распределения давления в порошке при электроимпульсном воздействии	178
2.3.1. Распределение давления, плотности и удельного электрического сопротивления в порошке при симметричном двустороннем уплотнении	178
2.3.2. Моделирование распределения давления в порошке при электроимпульсном воздействии.....	188
3. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ.....	194
3.1. Технологическое оборудование и методики исследований.....	194
3.1.1. Технологическое оборудование и методики исследования энергосиловых параметров и температуры спекания.....	194
3.1.2. Методики исследования свойств исходных материалов и экспериментальных образцов.....	218

3.2. Исследование закономерностей формирования структуры и свойств порошковых материалов электроимпульсным воздействием	222
3.2.1. Исследование кинетики образования и роста контактов между частицами порошка при электроимпульсном воздействии	222
3.2.2. Исследование анизотропии свойств порошковых материалов	236
3.2.3. Исследование прочности и структурных характеристик слоистых и полидисперсных порошковых материалов	241
3.2.4. Исследование закономерностей модифицирования структуры и свойств порошковых материалов дополнительным электроимпульсным воздействием.....	247
3.2.5. Структура и свойства порошковых материалов после вакуумной термообработки и после дополнительного электроимпульсного воздействия	253
4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМ ЛАЗЕРНЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ.....	261
4.1 Технологическое оборудование и методики исследований.....	261
4.1.1. Технологическое оборудование и методики контроля параметров и температуры спекания.....	261
4.1.2. Методики исследования свойств исходных материалов и экспериментальных образцов.....	276
4.2. Исследование закономерностей формирования структуры и свойств порошковых материалов импульсным лазерным воздействием	278
4.2.1. Исследование кинетики образования и роста контактов между частицами порошка при импульсном лазерном воздействии.....	279
4.2.2. Исследование влияния параметров импульсного лазерного воздействия на структуру и свойства порошковых материалов	287

4.2.3. Исследования микроструктуры порошковых материалов, полученных импульсным лазерным воздействием	301
5. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМ ПЛАЗМЕННЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ	307
5.1. Технологическое оборудование, методики контроля параметров импульсного плазменного воздействия и свойств экспериментальных образцов.....	307
5.2. Исследование особенностей генерации импульсной плазмы в воздухе при атмосферном давлении.....	314
5.3. Исследование закономерностей модифицирования поверхностных слоев углеродистой стали в воздухе при атмосферном давлении	319
5.4. Исследование влияния импульсного плазменного воздействия на свойства и морфологию поверхности углеродистой стали.....	323
5.5. Особенности импульсного плазменного воздействия на борированную поверхность углеродистой стали.....	333
6. РАЗРАБОТКА НОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ПЕРСПЕКТИВЫ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМИ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ	337
6.1. Рекомендации по практическому использованию результатов исследований.....	337
6.2. Разработка технологии получения изделий биомедицинского назначения на основе титана	339
6.2.1. Требования к градиентным имплантационным биоматериалам	339
6.2.2. Исследования физических и биомеханических свойств функционально-градиентных материалов из титана.....	344
6.2.3. Получение изделий биомедицинского назначения	351

6.3. Разработка технологии получения контактных узлов электрокоммутационных устройств.....	365
6.4. Разработка технологии получения порошковых электродов из тугоплавких металлов.....	372
6.5. Разработка технологии получения биметаллических втулок.....	378
6.6. Перспективные направления исследований получения функционально-градиентных материалов.....	380
6.6.1. Исследования получения твердосплавных и абразивных функционально-градиентных материалов.....	380
6.6.2. Исследование получения стеклокерамических и керамических функционально-градиентных материалов.....	388
6.6.3. Исследование получения функционально-градиентных материалов из порошков аморфизированных сплавов.....	393
6.6.4. Исследование получения волокново-сетчатых функционально-градиентных материалов из титана и жаростойкой стали.....	395
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	398
ЛИТЕРАТУРА.....	405

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ

AM – Additive Manufacturing;
EDC – Electric Discharge Compaction;
FAST – Field assisted sintering technique;
PAS – Plasma Assisted Sintering;
SLM – Selective Laser Melting;
SLS – Selective Laser Sintering;
SPS – Spark Plasma Sintering;
YAG:Nd³⁺ – алюмоиттриевый гранат, легированный трехвалентным неодимом;
YAG:Ce – алюмоиттриевый гранат, легированный церием;
АСМ – атомно-силовой микроскоп;
ИПМ – импульсное плазменное модифицирование;
КПД – коэффициент полезного действия;
СЛС – селективное лазерное спекание;
ТВЧ – ток высокой частоты;
УЗК – ультразвуковые колебания;
ФГМ – функционально-градиентный материал;
ЭИП – электроимпульсное прессование;
ЭИС – электроимпульсное спекание;
ЭРМ – электроразрядное модифицирование;
ЭРС – электроразрядное спекание;
П – относительная пористость дисперсной среды;
Ф – относительный просвет между частицами порошка;
С – электрическая емкость, Ф;
E – модуль Юнга, Па;
F – усилие сжатия, Н;
I – электрический ток, А;
L – индуктивность, Гн;
P – мощность, Вт;
S – площадь, м²;
R – активное электрическое сопротивление, Ом;
T – температура, К (°С);
U – электрическое напряжение, В;
V – скорость перемещения, м/с;
W – энергия, Дж;

b – удельная теплота плавления, Дж/кг;
 c – удельная теплоемкость, Дж/(кг·К);
 f – частота следования импульсов, Гц;
 k – постоянная Больцмана;
 p – давление прессования, Па;
 γ – плотность материала, кг/м³;
 λ – коэффициент теплопроводности, Вт/(м·К);
 ρ – удельное электрическое сопротивление, Ом·м;
 ν – коэффициент Пуассона;
 ξ – коэффициент бокового давления в пресс-форме;
 σ – предел прочности, МПа;
 ω – частота затухающих колебаний, рад/с

ВВЕДЕНИЕ

Развитие современного машиностроения, авиационно-космической техники, энергетики, электротехники, медицинской техники и многих других областей постоянно требует создания новых материалов с уникальными свойствами, обеспечивающих зачастую противоречивые требования, предъявляемые к функциональным свойствам изделий, например, прочность и легкость конструкций авиационной техники, твердость и пластичность металлорежущего инструмента, миниатюрность и высокую электроемкость электронных компонентов. Эту задачу успешно решают разработанные композиционные материалы, в том числе полученные методами порошковой металлургии. Основными достоинствами композиционных материалов, способствующими все более широкому их применению, являются повышенные по сравнению с однородными и легированными материалами физико-механические свойства и эксплуатационные характеристики. Особый интерес представляет также возможность проектирования и создания анизотропии свойств изделий в зависимости от особенностей выполняемых функций. Несмотря на все перечисленные достоинства композиционных материалов, существует проблема обеспечения ресурса их непрерывной работы в экстремальных условиях эксплуатации, например, в области высоких температур или интенсивных упругих деформаций. Наличие четких границ раздела между отдельными компонентами, имеющими разные коэффициенты температурного расширения или величины модуля упругости, приводит к расслоению или трещинообразованию, сопровождаемыми разрушением композиционного материала.

В последние годы появилось новое поколение композиционных материалов – функционально-градиентные материалы (ФГМ), для которых характерно отсутствие четких границ между компонентами и непрерывное пространственное изменение (градиент) физико-механических свойств. Концепция создания ФГМ заключается в определении совокупности свойств, необходимых для выполнения заданных функций, закономерностей их пространственного распределения и получении такого градиента структур, составов и свойств компонентов, который позволил бы снизить концентрацию внутрен-

них напряжений и увеличить ресурс работы материала в соответствии с предъявляемыми эксплуатационными требованиями.

Известны технологии получения ФГМ, связанные с применением электрофизических методов обработки (лазерных, электронно-лучевых, микроволновых, плазменных, электромагнитных и др.), позволяющие получать ФГМ с уникальным комплексом свойств. Однако высокая тепловая мощность непрерывных потоков энергии способствует высокому энергопотреблению и препятствует получению малогабаритных и тонкостенных изделий вследствие их температурных деформаций, а возникновение напряжений, вызванных перекристаллизацией, снижает стойкость к воздействию знакопеременных нагрузок. При этом в процессе получения порошковых ФГМ достаточно сложно обеспечить создание градиента, т.к. материалы порошков при длительном температурном воздействии могут изменять фазовый состав или реагировать между собой с образованием различных химических соединений в зависимости от их пространственного положения в объеме получаемого ФГМ.

Представляется, что применение импульсных электрофизических методов, отличительной особенностью которых является короткое ($10^{-4} - 10^{-1}$ с) время энергетического воздействия, возможность концентрации, дозирования и глубины проникновения энергии в материал, а также избирательного управления тепловыми и силовыми полями, позволит устранить отмеченные недостатки и получить непрерывное градиентное распределение свойств и устранение возникающих зон напряжений в порошковых ФГМ. Возможность изменения в широких пределах плотности энергии и длительности воздействия в сочетании с практически полным ее поглощением в объеме обрабатываемого материала, делают эти методы уникальным и высокоэффективным инструментом как для исследований физики формирования неравновесных структурно-фазовых состояний в твердом теле, так и для целенаправленного модифицирования структуры и свойств материалов с целью улучшения эксплуатационных характеристик изделий.

Необходимо отметить, что, несмотря на интенсивное в последнее время изучение градиентных структур, применение импульсных электрофизических методов в процессах прогнозирования, формирования и управления свойствами ФГМ описаны недостаточно, а соответствующее научное направление находится на стадии накопления

и анализа теоретического и экспериментального материала. Эти обстоятельства сдерживают внедрение новых эффективных технологий получения порошковых ФГМ, основанных на применении импульсных электрофизических методов воздействия. Поэтому создание научных и технологических основ получения порошковых ФГМ импульсными электрофизическими методами, позволяющих прогнозировать свойства и получать изделия различного функционального назначения на их основе (медицинские имплантаты, электрические контакты, электроды, твердосплавный и алмазный инструмент, фильтрующие и топливные элементы, компоненты теплоизоляции, теплообменных устройств и многие другие), определяют перспективность и является актуальным направлением научных исследований. Настоящая работа посвящена изучению теории и практики получения ФГМ с использованием электроимпульсных, импульсных лазерных и импульсных плазменных методов воздействия.

Авторы выражают глубокую признательность своим коллегам Л.Н. Дьячковой, О.О. Кузнечику, В.В. Мазюку, Н.И. Решетникову, В.В. Сергейчуку, Ю.А. Чивелю, А.Н. Чумакову, оказавшим неоценимую помощь в проведении представленных исследований.

1. СОВРЕМЕННЫЕ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ПРОБЛЕМА ИХ ПОЛУЧЕНИЯ

1.1. Типы, характеристики и области применения функционально-градиентных материалов

В современных условиях требования к свойствам конструкционных материалов становятся все более жесткими. Особенно это касается материалов авиакосмической техники, ядерной энергетики, двигателестроения и других отраслей, отличающихся крайне неблагоприятными, экстремальными условиями эксплуатации ответственных деталей, элементов конструкций и агрегатов. Предъявляемые требования однородности структурных характеристик материалов, еще недавно очевидные и обоснованные для большинства изделий независимо от условий эксплуатации и характера функциональных нагрузок, больше не являются приоритетными. Во многих случаях наличие градиентной структуры материала позволяет разрабатывать изделия с новыми, ранее неизвестными характеристиками.

Термин «градиентные структуры» возник во второй половине XX века, когда началось интенсивное создание и изучение таких структур [1]. Классифицировать и описать слоистые и градиентные структуры, выявить их отличия (рис. 1.1) стало возможным в связи с широким применением методов физического материаловедения для более детального исследования фазового состава и дефектной субструктуры металлов и сплавов, керамических и композиционных материалов.



Рис. 1.1. Структуры композиционных материалов:
а – слоистая; *б* – градиентная

Качественный и количественный анализ состояния микро- и наноразмерных слоев материала, находящихся на определенных, строго контролируемых расстояниях от поверхностей раздела, позволил выявлять и измерять характеристики, описывающие изменяющуюся структуру материала. Наличие закономерностей изменения химических и физико-механических свойств по мере удаления от границ раздела различного типа позволило обосновать необходимость введения термина «градиентные структуры» для более широкого определения состояния материала. Поэтому закономерен все возрастающий интерес к материалам не только с градиентной структурой, но и с градиентом химических и физико-механических свойств (рис. 1.2).



Рис. 1.2. Классификационные признаки градиентных структур

В последние годы в различные области техники все шире внедряются функционально-градиентные материалы (ФГМ), представляющие собой новое поколение современных композиционных материалов с непрерывно изменяющимися в заданном направлении составом, структурой и свойствами с целью выполнения набора заданных функций [2]. ФГМ состоят из двух или более компонентов и характеризуются композиционным градиентом от одного компонента к другому [3]. Свойства ФГМ не однородны, а определенным образом изменяются в его объеме [4, 5]. Постепенное изменение свойств компонентов позволяет получать новые материалы с более широким спектром применения по сравнению с традиционными композитами.

Концепция ФГМ впервые была предложена в 1984 г. в Японии при разработке теплоизоляционных покрытий для многоразовых космических аппаратов. Разработанные покрытия толщиной 10 мм

имели внешний огнеупорный керамический слой, плавно переходящий во внутренний теплоотводящий металлический слой, что позволило выдерживать без разрушений перепад температуры до 1000 К. В настоящее время разработаны ФГМ, имеющие градиент химических, механических, магнитных, тепловых, электрических и других свойств. В зависимости от плавности перехода различают как дискретные, так и непрерывные градиентные материалы [6–9]. Конечной целью создания новых ФГМ является устранение границ раздела между слоями и получение градиентных зон, в которых структура, механические, физические и химические свойства материала непрерывно изменяются и не имеют скачкообразных переходов. Таким образом, эти материалы должны обладать свойствами, превосходящими свойства как однородных, так и композиционных материалов.

Процесс создания ФГМ состоит в определении закономерности распределения свойств отдельных компонентов. Задать величину градиента и закономерность его распределения в объеме материала можно как аналитически, так и численно с помощью совокупности структурных элементов, получивших название «максел» [8]. Множество макселов, определяющих местоположение и объемную долю каждого компонента материала, позволяет получить дискретное описание изменения свойств в направлении градиента [9], которое можно аппроксимировать с помощью степенного ряда (рис. 1.3).

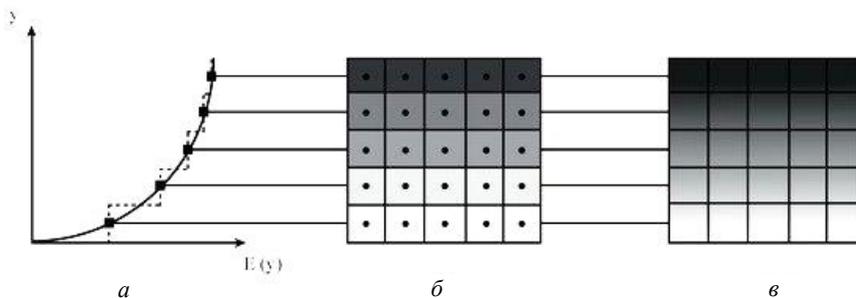


Рис. 1.3. Изменение свойств (модуля Юнга E) вдоль оси y при различном характере перехода структурных компонентов [9]:
 а – закономерность изменения; б – дискретный переход; в – непрерывный переход

Функциональный градиент может формироваться как в объеме (пространственные ФГМ), так и на поверхности (пленочные и поверхностно-модифицированные ФГМ). Пространственные ФГМ могут быть получены путем диффузионного и ударно-взрывного соединения разнородных материалов, самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, спеканием разнородных порошков, локальной деформацией однородных материалов, например, при ковке, прокатке, волочении, штамповке и т. п. Пленочные ФГМ получают при электрохимическом нанесении покрытий (хромирование, никелирование, омеднение и т. д.), осаждении, напылении и наплавке порошковых частиц. Поверхностно-модифицированные ФГМ могут образовываться при трении или окислении; в результате насыщения поверхности различными элементами внедрения (цементация, азотирование, борирование и т. д.); в результате поверхностного наклепа при обработке давлением; при ультразвуковой обработке поверхности; под действием ударных волн, мощных электронных и ионных пучков, интенсивного лазерного, плазменного, радиационного или микроволнового воздействия.

В пленочных и поверхностно-модифицированных ФГМ по мере удаления от поверхности, а в пространственных – по одному или нескольким направлениям, в зависимости от температурно-скоростных условий фазовых превращений и степени их завершенности, могут изменяться такие характеристики, как фазовый состав и морфология фаз, плотность дефектов и их организация (субструктура), размеры ячеек, фрагментов, субзерен и зерен, концентрация легирующих элементов и примесей. Это влечет за собой изменения эксплуатационных и технологических характеристик таких, как твердость и прочность, пластичность и коррозионная стойкость, внутренние напряжения и пр. Их изменение, в свою очередь, может подчиняться различным законам, связанным с выполнением заданных функций и улучшением эксплуатационных характеристик изделий.

В зависимости от характера изменения концентрации, размеров, пространственной ориентации и формы структурных элементов все ФГМ могут быть сгруппированы по типам [10], графическое представление которых показано на рис. 1.4.

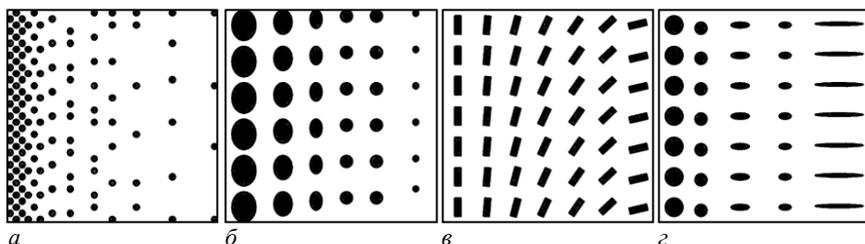


Рис. 1.4. Основные типы градиентных структур [10]:

a – градиент концентрации; *б* – градиент размера;

в – градиент ориентации; *г* – градиент формы

Материалы с градиентом концентрации. К этому типу ФГМ относятся материалы, в которых химический состав постепенно изменяется в зависимости от пространственного положения. Такие материалы могут быть одно- или многофазными. Однофазные ФГМ образуются в результате растворения химических элементов одной фазы в другой. Обычно это происходит во время процесса спекания [11]. Постепенное изменение распределения химических элементов в одной фазе происходит в пределах диапазона состава и зависит от условий смешивания. Более часто возникает необходимость в производстве и применении ФГМ с многофазным химическим составом [12]. Образование различных фаз зависит от соотношений количества химических веществ и условий получения, таких как скорость охлаждения и финишная термообработка.

Материалы с градиентом структуры. Другим типом ФГМ являются материалы, в которых размер и форма отдельных компонентов могут варьироваться с изменением пространственного положения в объеме в соответствии с требуемыми функциями изделий. Постепенное изменение распределения пор в ФГМ позволяет эффективнее поглощать энергию удара, обеспечивать теплоизоляцию, изменять скорость протекания процессов катализа, снижать электрические и термические напряжения. Этот тип ФГМ важен для биомедицинских применений, потому что должен заменить природный биологический материал, который, как правило, имеет функционально-градиентную структуру [13]. Градиентная пористость также помогает уменьшить общий вес изделий без заметного снижения прочностных и упругих свойств материала. Материалы с градиентом структуры

могут иметь изменяющуюся пористость при одинаковом или разном размере пор. При одинаковом размере пор градиент пористости возникает с ее изменением относительно пространственного положения в объеме материала. При разном размере пор градиент пористости создается путем пространственного изменения размеров или формы пор или того и другого. Градиент размеров компонентов может быть достигнут путем распределения по размерам частиц порошка, которые используются при создании порошковой композиции в процессе получения ФГМ. Градиент формы компонентов создается путем изменения параметров прикладываемого давления прессования или с использованием различных параметров спекания [14].

Материалы с градиентом свойств. К этому типу ФГМ относятся материалы с градиентом структуры, фазового или химического состава, который позволял бы получить свойства, закономерно изменяющиеся в каждой точке объема. Градиент свойств может быть достигнут, например, в процессе объемной термообработки при контролируемом наружном охлаждении материала с целью повышения твердости его поверхности. ФГМ с градиентом твердости находят свое применение в изделиях, которые должны иметь либо очень твердую поверхность, чтобы противостоять износу, либо жесткую сердцевину, чтобы противостоять сильным ударам, возникающим в процессе эксплуатации. Примером такого типа ФГМ являются кулачки, зубчатые колеса, подшипники или валы, а также лопадки турбин [15].

История развития человеческой цивилизации всегда была связана с уровнем техники и материалами, позволившими достичь этого уровня. Прочность материалов долгое время была определяющим критерием достигнутого уровня жизни. Материалы, используемые человеком в его деятельности, дали название целым эпохам развития человечества: каменный, бронзовый, железный век. Можно выделить четыре основных типа конструкционных материалов, созданных природой и используемых человеком – металлы, минералы, органические материалы и композиты. Металлы отличаются отличным сочетанием прочности и вязкости разрушения, однако имеют высокий удельный вес и требуют высоких энергетических затрат при получении. Для минералов характерны высокие значения прочности, жесткости, твердости, термостойкости, однако они имеют существенный недостаток – хрупкость. Получение изделий из природных

минералов – длительный процесс, в большинстве случаев характеризующийся высокими значениями температуры и механического давления. Достоинствами органических материалов являются низкий удельный вес и высокая технологичность получения изделий. Кроме того, у них наблюдается неплохое сочетание прочности и вязкости разрушения. Однако природные органические материалы имеют низкую термостойкость и высокую горючесть. Природные композиты состоят, как правило, из различных органических волокон, связанных органическими матричными компонентами. Для них характерны уникальные сочетания структурных характеристик и физико-механических свойств. Композиты уже оформлены в изделия и выполняют в природе определенные функции [16]. Их использование в ряде случаев требует применения сложных технических решений и значительных затрат времени и ресурсов на переработку в другие изделия.

В настоящее время уровень развития техники определяется искусственно созданными материалами, свойства которых оцениваются не столько по их прочности, составу и структуре, сколько по способности выполнять заданные функции. Большинство природных материалов обладает прекрасными физико-механическими свойствами (высокая прочность, низкий удельный вес и т. п.) и входит в состав природных конструкций, обладающих уникальными эксплуатационными характеристиками (длительная стойкость к переменным нагрузкам, умение подстраиваться к изменяющимся внешним условиям и т. п.). Известно, что эти материалы являются функционально-градиентными в гораздо большей степени, чем любые искусственные материалы, созданные человеком [17].

Растущий интерес к ФГМ предопределил развитие этого направления производства новых материалов. Потребности в функциональных материалах уже не могли ограничиваться использованием природных материалов или их композиций в различных сочетаниях. Появилась потребность в создании новых искусственных ФГМ, свойства которых должны соответствовать требованиям определенной области применения. Как известно [18], большая часть человеческого тела состоит из ФГМ, поэтому материалы имплантатов для биомедицинского применения должны как можно ближе имитировать материалы человеческих органов, которые подвергаются замене или восстановлению для того, чтобы они могли нормально функционировать, не вступая в конфликт с окружающими тканями. К ним

также должны применяться требования по возможности пожизненной эксплуатации. В других случаях происходит не только копирование свойств природных ФГМ, но и разработка новых, не встречающихся в природе.

В настоящее время области применения ФГМ (рис. 1.5) ограничены технологическими возможностями получения, однако их востребованность постоянно увеличивается.



Рис. 1.5. Области применения ФГМ

Авиационно-космическая техника. ФГМ с градиентом тепловых свойств могут выдерживать без механических повреждений перепад температур в несколько тысяч градусов, что делает их незаменимыми при использовании в элементах тепловой защиты корпуса космических аппаратов [19], компонентах реактивных двигателей, солнечных батареях [20] и т. п. По мере совершенствования технологий производства область применения ФГМ в аэрокосмической промышленности все более расширяется.

Автомобилестроение. В настоящее время использование ФГМ в автомобильной промышленности сдерживается их высокой стоимостью. ФГМ применяются там, где можно добиться ощутимого эффекта за счет увеличения экономичности, безопасности, уменьшения вредных выбросов, например, в свечах зажигания, камерах сгорания, зубчатых передачах и приводных валах, амортизаторах, маховиках, некоторых частях кузова, оконных стеклах и тормозах [21].

Инструментальное производство. Развитие современной техники связано с повышением производительности оборудования, его надежности и долговечности, что требует увеличения износостойкости обрабатываемого инструмента. При обработке материалов на стойкость обрабатываемого инструмента оказывают влияние различные условия работы, свойства обрабатываемого материала, среда обработки. Обеспечение стабильных эксплуатационных характеристик может быть достигнуто как путем создания объемных ФГМ, имеющих высокую прочность и пластичность, так и путем нанесения на инструмент защитных функциональных покрытий [22].

Биоматериалы. Биоматериалы должны быть спроектированы так, чтобы иметь переменные размеры пор и распределение пористости по сечению, что позволяет имплантировать их в организм человека, практически все органы и ткани которого имеют градиентно-пористую структуру. Такие биоматериалы используются, например, при восстановлении функций костного или связочного аппарата [13].

Бронезащита. Одной из важнейших характеристик ФГМ является способность ингибировать распространение трещины, что дает им преимущества при изготовлении элементов бронезащиты [23]. ФГМ используются в оборонной промышленности для защиты людей и техники при производстве пуленепробиваемых жилетов, шлемов, щитов, бронезащиты корпусов и топливных баков автомобилей и авиационной техники.

Энергетика. Различные отрасли энергетики постоянно нуждаются в ФГМ для повышения эффективности некоторых видов оборудования, обеспечения его безопасности и сроков службы. К ним относятся элементы корпусов и топливные элементы ядерных реакторов, панели и элементы солнечных батарей [20], трубы и сосуды высокого давления [24], электроды, изоляторы, пьезоэлектрические и термоэлектрические преобразователи, покрытия турбинных лопаток и теплозащитные покрытия.

Оптоэлектроника. Используя ФГМ, можно изготовить фотонные устройства, которые могут работать в широком спектральном диапазоне. В настоящее время градиентные материалы широко используются для просветляющих слоев, волокон, линз и других пассивных элементов из диэлектриков [25]. Например, модуляция показателя преломления может быть получена в таких компонентах за счет изменения состава материала. В полупроводниках градиентная функ-

ция может описывать энергетически запрещенную зону, показатель преломления, концентрацию и подвижность носителей, величину диффузии и другие свойства, которые влияют на параметры оптоэлектронных устройств.

Фильтрующие материалы. Фильтры и пористые мембраны широко используются во всех областях для очистки воды, жидких и газообразных химических продуктов. Наибольший интерес представляют неорганические мембраны с градиентами структуры и свойств, обладающие высокими показателями термической и химической стойкости, механической прочности, тонкости очистки [26].

Другие области применения. Применение ФГМ в микроэлектронике связано с использованием физических эффектов, возникающих в градиентных термоэлектрических, диэлектрических и пьезоэлектрических материалах и покрытиях, в производстве широкополосных ультразвуковых преобразователей, электродов твердотопливных элементов [27], диодов и светодиодов, термозащитных элементов с углеродными нанотрубками и т. д. [28]. В кораблестроении ФГМ применяются в элементах водолазных скафандров, сонарных куполах, композитных трубопроводах и корпусах батискафов. ФГМ используются в спортивном снаряжении для гольфа, тенниса и лыжного спорта, в оборудовании для огнетушения и противопожарной защиты, в бритвенных лезвиях и оправках для очков, в корпусах и печатных платах для ноутбуков, в музыкальных инструментах, в комплектующих для томографии рентгеноסקопии и многих других областях [29].

1.2. Методы моделирования структуры и свойств функционально-градиентных материалов

Создание концепции ФГМ положило начало новому направлению – инженерии микроструктуры материалов и совершило переворот как в материаловедении, так и в механике материалов, так как позволило впервые полностью объединить материальные и структурные составляющие в окончательную конструкцию структурных компонентов. Благодаря множеству переменных, которые оказывают влияние на проектирование функционально-градиентных микроструктур, полное использование потенциала ФГМ требует разработки соответствующих стратегий моделирования их реакции на комбинированные термомеханические нагрузки. Большинство

известных моделей ФГМ не связывают гетерогенную микроструктуру материала с глобальным структурным анализом. Чаще всего на основе выбранной микромеханической модели исследуются в заданной точке локальные гомогенные свойства ФГМ, которые затем объединяются в результате глобального термомеханического анализа.

Подробный обзор и описание новой теории более высокого порядка на основе декартовой системы координат для ФГМ разработан Университетом Вирджинии (США) совместно с Исследовательским центром НАСА [30]. Эта теория не использует проблематичный стандартный микромеханический подход, основанный на концепции случайного выбора элементарного объема, связывая локальные (микроструктурные) и глобальные (макроструктурные) реакции. Теория основана на объемном усреднении различных величин поля вместе с наложением граничных и межфазных условий в средних элементарных объемах, используемых для характеристики функционально-градиентной микроструктуры композита. Разработанная теория позволяет анализировать материалы, характеризующиеся пространственно-переменными микроструктурами во всех трех направлениях. Полученные результаты позволили связать влияние микроструктуры ФГМ на микроскопические и макроскопические величины и определить способы адаптации ФГМ к воздействию равномерной и градиентной термомеханической нагрузки.

Несмотря на разработанные теоретические модели, свойства ФГМ в отличие от однородных материалов плохо поддаются прогнозированию, моделированию и инженерному расчету. Расчетные симуляции являются важным инструментом анализа свойств вновь разрабатываемых материалов, позволяющим сократить дорогостоящие эксперименты. В инженерных приложениях существует множество типов доступных численных методов анализа, таких как метод конечных разностей (FDM), метод конечных объемов (FVM), метод конечных элементов (FEM), метод граничных элементов (BEM) и другие методы [31]. Однако в публикациях наиболее часто встречается метод конечных элементов, широко применяемый в различных областях техники для решения статических, динамических, линейных и нелинейных задач.

Основная задача применения метода конечных элементов при разработке ФГМ заключается в анализе пространственных изменений свойств материалов и описании их структуры, т. к. теоретиче-

ский подход является довольно громоздким и сложным для инженерных расчетов [32]. При анализе ФГМ методом конечных элементов требуется получить приемлемые результаты, используя ограниченный объем вычислительных ресурсов. Поэтому постановка задачи, выбор граничных условий и построение сетки конечных элементов с оптимизированным количеством узлов и размером ячеек является важнейшим и сложнейшим этапом моделирования структуры и свойств ФГМ. Проводя разделение исследуемой области структуры ФГМ на элементы с заданным размером, можно определить свойства материала и рассчитать локальные механические и термические напряжения в каждой точке итерации. Распределение вычисленных параметров кодируется различными цветами непосредственно на изображении объекта, позволяя получить визуальные данные о деформациях, напряжениях и изменении формы и т. п.

Несмотря на обилие пакетов прикладных программ для моделирования свойств композиций, составленных из разнородных материалов, при моделировании ФГМ все еще требуется большая работа в области определения алгоритмов генерации сетки, учета особенностей микроструктуры, описания свойств ФГМ [33, 34].

1.3. Методы получения функционально-градиентных материалов, их недостатки и преимущества

Все известные технологии получения ФГМ обычно можно разделить на два этапа [3]. На первом этапе, называемом *градиация*, создается пространственная или поверхностно неоднородная структура. На втором этапе, называемом *консолидация*, происходит фиксация этой структуры в ФГМ.

Градиация может быть осуществлена несколькими способами, к которым относятся конститутивные (присоединяющие), гомогенизирующие (объединяющие) и сегрегационные (разделяющие) процессы. Постепенное наращивание градиентной структуры из материалов-прекурсоров является конститутивным процессом. Гомогенизация – это процесс преобразования четких границ между несколькими материалами в плавные градиентные переходы при их взаимном перемещении. Сегрегация заключается в преобразовании однородного материала в градиентный материал путем материаль-

ного переноса, вызванного внешним полем, например, гравитационным или электрическим. Процессы гомогенизации и сегрегации позволяют получить непрерывные градиенты, но имеют ограничения в отношении их типов.

За этапом градации следует консолидация, обычно включающая в себя процессы высушивания, спекания и затвердевания. Процессы консолидации должны выбираться таким образом, чтобы градиент не был нарушен или изменен неконтролируемым образом.

Градиентные структуры могут быть двух типов – непрерывные и дискретные. В структуре непрерывного типа изменение состава или микроструктуры происходит плавно без скачкообразных переходов. В дискретных структурах, образованных, как правило, слоями порошков или листовых материалов, состав и/или микроструктура изменяются ступенчато, чередуются с границами, существующими между отдельными слоями.

Проблемой получения порошковых ФГМ при консолидации частиц в процессе свободного спекания является неравномерная усадка. Поскольку на кинетику спекания влияют пористость, размер и форма частиц, а также состав порошковой смеси, эта проблема должна решаться для каждой комбинации материалов и типа градиента индивидуально в соответствии с существующими знаниями о механизмах спекания [35, 36]. Например, введение градиента размера частиц порошка в дополнение к градиенту состава может уравнивать различные скорости спекания порошков [37]. Однако в целом такая оптимизация приводит к неоправданным ограничениям при проектировании и производстве ФГМ. Кроме того, изменения плотности упаковки частиц порошка могут привести к нарушению геометрической формы изделий. Для преодоления некоторых из этих ограничений возможно уравнивание внутренних движущих сил в процессе спекания с помощью приложения внешнего давления, например, методами горячего прессования [38] или горячего изостатического прессования [39]. Если температурные области, необходимые для спекания, различаются сильно, предложено применение градиента температуры во время микроволнового [40], жидкофазного [41], лазерного спекания [42] и спекания искровой плазмой [43]. Многие из этих способов известны уже несколько десятков лет, однако все еще существуют ограниче-

ния в их применении, касающиеся возможных комбинаций материалов, геометрии изделий и их стоимости.

Для получения ФГМ применяются различные методы, которые можно объединить в несколько больших групп (рис. 1.6). К ним относятся:



Рис. 1.6. Классификация методов получения ФГМ

1) методы формирования пространственных ФГМ, к которым относятся различные методы получения объемных изделий: литьё, формование и спекание дисперсных материалов (порошков, волокон и др.), сварка в твердой фазе (кузнечная, диффузионная и т. д.), послойный синтез (аддитивное производство);

2) методы формирования поверхностных ФГМ, к которым относятся различные методы нанесения функционально-градиентных слоев на поверхность изделий: напыление, наплавка, наварка, конденсация, осаждение;

3) методы модифицирования однородных материалов, включающие как объемное, так и поверхностное модифицирование, путем локального изменения их структуры, состава и свойств.

1.3.1. Методы формирования пространственных функционально-градиентных материалов

Методы *литья* относятся к наиболее известным и хорошо изученным методам получения ФГМ. К ним относятся методы, связанные с расплавлением одного или нескольких компонентов получаемого материала, и, так называемые «мокрые» методы литья, при которых используются смеси компонентов получаемого материала в виде суспензий.

Метод центрифугирования расплава основан на использовании центробежной силы для создания градиентной композиции в жидкой фазе. Если температура плавления одного из компонентов значительно выше, чем температура обработки, то его твердые частицы под действием центробежной силы перемещаются в расплаве к наружной поверхности. Если температура плавления компонентов ниже, чем температура обработки, центробежная сила приводит к частичному разделению компонентов в расплаве из-за разности плотности и образованию градиента при кристаллизации [44].

Метод направленной кристаллизации при литье заключается в зональном интенсивном охлаждении расплава, при котором достигается повышенная скорость кристаллизации с образованием градиента микроструктуры и распределения примесей вдоль направления теплоотвода. Широкое применение метод получил при изготовлении монокристаллов для лазерной техники, микроэлектроники и т. п., а также при изготовлении других функциональных материалов современной техники [45].

При *литье намораживанием* образование изделия происходит в результате последовательной кристаллизации расплава – его намораживание на внутренних или наружных стенках водоохлаждаемого кристаллизатора, погружаемого в расплав и выдерживаемого в нем в течение определенного времени. Условия кристаллизации обеспечивают равномерность структуры и свойств по высоте и периметру отливки, однако определяют различную скорость затвердевания и неоднородность структуры в поперечном сечении. По мере увеличения толщины затвердевшего слоя может формироваться зона столбчатых кристаллов, а затем создаются условия для роста глобулярных образований. Охлаждение отливки по опреде-

ленному режиму после извлечения из кристаллизатора позволяет получать различный фазовый состав металлической матрицы [46].

Гетерофазное литье является наиболее универсальным и доступным методом изготовления ФГМ, заключающимся в замешивании твердофазных дисперсных частиц непосредственно в расплав. Окончательная структура и эксплуатационные свойства ФГМ формируются в процессе изготовления деталей или заготовок под действием сил гравитации и определяются коэффициентом смачиваемости дисперсных частиц расплавом и параметрами технологии. Особый научный и практический интерес в настоящее время представляет получение ФГМ, упрочненных высокодисперсными, и в особенности наноразмерными армирующими частицами [47].

Многокомпонентное литье является наиболее распространенным в переработке большинства промышленных термопластов и позволяет объединить два или более компонента в одном изделии путем последовательного впрыска расплава различных полимеров на разных стадиях процесса [48].

Литье со вспениванием наиболее распространено для получения ФГМ из термопластов, в отлитых изделиях образуется твердый наружный слой (возможно – регулируемой толщины), в сердцевине – вспененная ячеистая или пористая структура [48].

Метод центрифугирования суспензии является одним из наиболее экономичных и популярных способов получения непрерывного изменения состава по радиусу образца. Этим методом чаще всего получают ФГМ из керамики [49], металлов [50] или из керамики с градиентной концентрацией металлических частиц [51].

Метод инфильтрации (пропитки) является достаточно эффективным методом получения псевдосплавов, состоящих из двух и более металлических фаз, не взаимодействующих или слабо взаимодействующих между собой. Основными операциями при получении ФГМ инфильтрацией являются получение пористого каркаса и его пропитка более легкоплавким материалом, находящимся в жидком состоянии. Процесс инфильтрации регулируется силами тяжести или силами капиллярного давления. Показано [52], что при получении антифрикционных материалов из углеродистой стали, инфильтрованной оловянной бронзой, возможно образование как непрерывного контакта между слоями, так и дискретного контакта.

Метод вакуумной инфльтрации основан на пропитке порошковой суспензией пористого полимерного каркаса под действием атмосферного давления. Для получения пористой порошковой структуры с градиентом размера пор пористый полимерный каркас с переменными по толщине размерами пор был сформирован путем последовательной насыпки различных по размеру полимерных гранул пенополистирола. Во время инфльтрации порошковые частицы циркония, стабилизированного оксидом иттрия, оседали внутри пор между полимерными гранулами. После высыхания полимерные гранулы выжигали, а оставшийся в виде перегородок порошок спекали. Таким образом, был получен градиентный пористый керамический материал, который является негативной репликой исходной пористой полимерной матрицы [53]. Похожий метод был использован для получения пористой керамики из оксида алюминия с градиентом пористости, сформированным каркасом из полиуретановой губки [54, 55]. Полученный ФГМ имел относительно небольшие размеры пор, но высокую степень проницаемости.

Метод фильтрации смеси частиц под давлением основан на соотношении количества смешиваемых частиц, которое постепенно изменяется во время процесса. Градиентную пористую гидроксипатитную керамику готовили смешиванием суспензии гидроксипатита и суспензии частиц углерода в процессе фильтрации [56]. После сушки и уплотнения осадок спекали в окислительной атмосфере, в результате чего получали спеченный гидроксипатит с градиентом пористости. Этот метод отличается от вышеупомянутого метода вакуумной инфльтрации тем, что отсутствует градиент размеров частиц углерода (порообразователя), но существует градиент их количества, что приводит к градиенту пористости, а не к градиенту размера пор.

Метод литья под давлением (шликерное литьё), традиционно применяемый в керамической промышленности, заключается в фильтрации под давлением порошковой суспензии через пористую гипсовую форму. Возникающие капиллярные силы удаляют жидкость из суспензии, и частицы порошка оседают на поверхности формы. Градиент формируется путем изменения состава материала или размера частиц суспензии в процессе литья под давлением. Материал, полученный из порошков вольфрама и оксида алюминия [57], показал

наличие микроскопического градиента состава за счет существенной разницы между плотностями частиц порошков.

Методом многократной дифференцированной пропитки был получен градиентнопористый гидроксиапатит (НА) [58]. По этому методу целлюлозную губку сначала полностью погружали в суспензию НА. После погружения губка была покрыта слоем частиц НА. Затем нижнюю часть ранее покрытой губки дополнительно погружали в суспензию НА, так что часть с двойным покрытием имела большую толщину слоя, чем верхняя часть с одним слоем. Такое погружение в суспензию НА можно повторять еще несколько раз для создания контролируемого градиентного слоя. После сушки губку удаляли путем выжигания.

Методом многократного литья и ламинирования лент получали ФГМ из карбидов титана и алюминия [59], гидроксиапатитовые материалы с градиентной пористой структурой [60]. По этой технологии суспензию гидроксиапатита смешивали с порообразователем и отливали в ленту. Полученные ленты с разным размером пор складывали в брикет и ламинировали вместе. Затем проводили обжиг, чтобы удалить порообразователи и агломерировать частицы гидроксиапатита, что приводило к получению пористого гидроксиапатита. Этот метод позволяет относительно просто создавать градиент размеров пор и пористости.

Методом центрифугирования суспензии и сушки вымораживанием был изготовлен материал с радиальным градиентом размера пор [61]. В этом процессе водную суспензию коллаген-гликозаминогликана (КГ) вращали в цилиндрическом контейнере. Изменение центробежной силы приводило к образованию градиентов содержания осажденных волокон КГ в воде, которые фиксировались замораживанием с использованием жидкого азота. Затем материал сушили вымораживанием для удаления воды, что приводило к образованию градиентных пористых каркасов КГ.

Метод получения градиентной химически или биологически разлагаемой фазы. В зависимости от химического состава и кристаллической структуры фосфаты кальция проявляют различные скорости растворения в кислых растворах, а также различные скорости биодegradации *in vivo*. При смешивании и спекании двух разных фосфатов кальция можно получить ФГМ, содержащий две фазы с различными

скоростями растворения. При предпочтительном кислотном травлении *in vitro* [62] или селективной биodeградации *in vivo* [63] может быть получена градиентная пористая структура фосфата кальция.

Метод электроосаждения в полимерную матрицу включает в себя применение электростатического поля для направленного пространственного осаждения керамических частиц на пористую полимерную матрицу. После выжигания полимера и спекания керамических частиц получается материал с градиентной пористостью. Например, градиентная пористая структура биоинертной керамики, была получена путем электроосаждения в матрицу с использованием суспензии диоксида циркония [64]. Путем изменения параметров обработки (например, времени осаждения, температуры спекания, структуры полимерной матрицы) можно контролировать пористость и размер пор получаемого ФГМ.

Недостатками получения ФГМ методами литья расплавов является достаточно высокая энерго- и трудоемкость, невозможно получить градиент состава компонентов, склонных к сплавообразованию, при литье химически активных металлов необходимо применение защитных сред или вакуума, достаточно сложно обеспечить непрерывный контроль получения ФГМ. «Мокрые» процессы формирования градиента включают в себя большое количество промежуточных операций, имеют низкую производительностью, не отличаются экологической чистотой, универсальностью и качеством.

Методы **уплотнения и консолидации** заключаются в формировании порошковых смесей с плавно или дискретно изменяющейся в объеме концентрацией, размерами, формой и ориентацией компонентов с последующим спеканием полученной формовки.

Самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС) позволяет получать ФГМ из двух и более из чередующихся слоев реакционной шихты и инертной шихты различного химического и фракционного состава. Методом СВС получали алмазосодержащие ФГМ с матрицей $TiB_2 + TiSi_2 + Si$, в которых концентрация алмазных зерен увеличивалась от нуля до 44 %, что приводило к постепенному увеличению твердости при сохранении высокой прочности композита [65].

Метод послойного спекания основан на формировании слоев порошков с разным размером частиц, которые при необходимости прессуют, что позволяет получить градиент пористости. Для прида-

ния механической прочности контактирующие области между частями соединяют путем спекания [66]. Например, с использованием частиц титана разных размеров и добавления кремния для спекания в жидкой фазе был получен пористый ФГМ с улучшенной геометрией контактов между частицами [67]. Несмотря на то, что этот метод предопределяет получение слоистых ФГМ, путем подбора исходных порошков по составу и размеру частиц можно получить почти непрерывный градиент структуры и свойств.

Метод спекания электрическим током основан на прессовании и спекании керамических или металлических частиц в графитовой форме с использованием графитовых пуансонов. Спекание порошка вызывается джоулевым теплом, выделяемым электрическим током, проходящим через поверхности контактирующих частиц, а также через графитовую форму и пуансоны. Используя спекание импульсным электрическим током, получали пористый материал с градиентом пористости, создавая градиент температуры по высоте матрицы путем плавного изменения толщины ее стенки [68].

Метод спекания при микроволновом нагреве заключается в спекании порошковых смесей с плавно меняющейся в объеме концентрацией частиц металла и диэлектрика. Композиционная селективность микроволнового нагрева частиц металла позволяет создавать градиенты температуры, способствующие уменьшению термических напряжений. Перспективность данного метода продемонстрирована для таких практически важных металлокерамических композиций, как Al_2O_3 –сталь, Al_2O_3 –Mo, ZrO_2 –Ni80Cr20 [69].

Комбинированные методы применяют при получении ФГМ, в которых требуется получить сочетание свойств, невозможное при применении одного из рассмотренных выше методов. Так метод СВС был использован для соединения слоев $MoSi_2/Al_2O_3$, полученных литьем лент [70]. Методом пропитки с последующей инфильтрацией сжатой губки была получена пористая биокерамическая структура с плотной стенкой и пористым сердечником [71]. С этой целью из пористого полиуретана с большим размером пор вырезали сплошной цилиндр, а из пористого полиуретана с меньшим размером пор – полый цилиндр. Оба цилиндра пропитывали суспензией частиц гидроксиапатита. Затем два цилиндра вставили друг в друга и подвергли двухстадийной термообработке с целью выжигания полимера и спекания сформованного керамического порошка. Конечным ре-

зультатом этого процесса был пористый материал с градиентной структурой пор. Показано, что комбинация или интеграция некоторых базовых методов может привести к появлению новых методов и получению новых градиентных структур.

Метод спекания импульсным электрическим током по сравнению с вышеупомянутым методом послойного спекания имеет ограничения по размерам и формам получаемых образцов. В то же время метод послойного спекания порошков может приводить к деформации получаемых образцов вследствие разницы размеров частиц, вызывающей различную усадку при спекании. При использовании метода спекания электрическим током градиент пористости образуется из-за градиента температуры, тогда как при использовании метода послойного спекания градиент пористости обусловлен градиентом размеров частиц.

В целом методы уплотнения и консолидации порошков являются весьма перспективными для получения ФГМ, т. к. позволяют создавать все виды градиентов (концентрации, структуры, свойств). Однако недостатком получения порошковых ФГМ при консолидации частиц разных размеров, формы и составов в процессе спекания слоев свободно насыпанного порошка является неравномерная усадка и нарушение созданного градиента. Это приводит к неоправданным ограничениям при проектировании и производстве порошковых ФГМ. Преодоление некоторых ограничений возможно путем подбора состава и размеров порошковых компонентов, уравнивания внутренних движущих сил в процессе спекания с помощью приложения внешнего давления, при больших различиях в температурах спекания возможно создание градиентов температур за счет высоких скоростей спекания. Более эффективно устранить перечисленные недостатки позволяет использование методов спекания электрическим током и микроволнового нагрева, при которых возникающий градиент температуры при использовании соответствующих технологических приемов может способствовать созданию градиентов структуры и свойств получаемых ФГМ.

Методы *сварки в твердой фазе* применяют для получения ФГМ, из компонентов, не смешивающихся, либо легко образующих сплавы и химические соединения при нагревании.

Сварка давлением обычно используется для соединения пластичных металлов – алюминия, меди, серебра, золота, свинца, олова и мо-

жет быть использована для создания переходных соединений между разными металлами из этого перечня. В процессе сварки давлением не выделяется достаточное для сплавообразования тепло, поэтому в зоне сварочного шва наблюдается только незначительное смешивание компонентов в результате диффузии. Показано, что легче свариваются металлы с объёмно-центрированными кристаллическими решетками, причем важную роль при сварке разнородных металлов играет соотношение твердости и чистота их поверхности [72].

Сварка трением осуществляется теплотой, возникающей от трения при перемещении соединяемых деталей относительно друг друга под действием сжимающей силы. При использовании специального вращающегося инструмента происходит сварка трением с перемешиванием, основным преимуществом которой является формирование шва, в структуре которого можно выделить несколько градиентных зон: «ядро» сварки, состоящее из термопластически деформированного материала, зону термопластической деформации и зону термического влияния. Деформация и перемешивание металла в твердой фазе в некоторых случаях создают микроструктуры более прочные, чем основной материал [73].

Сварка взрывом осуществляется детонационной волной, приводящей к ударному соединению листов металла, расположенных под углом друг к другу. При этом между листами возникает направленная сила (кумулятивный эффект), которая очищает поверхности с внутренних сторон от загрязнений и приводит к тесному сближению свариваемых поверхностей, сопровождающемуся пластической деформацией и образованием межатомных связей. В сваренных взрывом соединениях из сплавов различного химического состава наблюдается диффузия легирующих элементов на границах и плавный градиентный переход [74].

Ультразвуковая сварка происходит в результате совместных действий механических колебаний высокой частоты (свыше 20 кГц) и небольших сжимающих усилий, которые разрушают окисные пленки и удаляют загрязнения, нагревают свариваемые поверхности материалов и с помощью давления обеспечивают атомарную связь между ними [75]. Ультразвуковая сварка ФГМ из термопластичных компонентов основана на нагреве контактируемых поверхностей до температуры плавления [76].

Диффузионная сварка производится за счёт взаимной диффузии на атомарном уровне очищенных свариваемых поверхностей под воздействием давления и нагрева в защитной среде [77]. На примере получения неразъемных соединений стали 20Х3МВФ и бронзы БрОСН 10-2-3 показана возможность снижения внутренних напряжений в сварном соединении путем применения промежуточных прослоек из пористой фольги никеля и меди. Показано, что диффузионное перераспределение атомов материала фольги в процессе сварки приводит к формированию в зоне соединения стали и бронзы градиентного слоя с высокой микротвердостью [78].

Недостатки получения ФГМ методами сварки в твердой фазе заключаются в достаточно узкой области применения, в небольшой толщине градиентного слоя, ограниченной глубиной взаимной диффузии или расплавления поверхности компонентов, в необходимости приложения значительных давлений для обеспечения возникновения межатомных связей, в некоторых случаях сложностью, малой производительностью и узкой областью применения технологий.

Методы *послойного синтеза* относятся к группе сравнительно новых технологий. Они могут быть реализованы на основе лазерной стереолитографии (SLA), селективного лазерного спекания (SLS) или плавления (SLM), метода послойной наплавки (FDM), производства ламинированных объектов (LOM) и трехмерной печати (3DP). Все эти методы используют одни и те же основные пять шагов, а именно: 1) создание компьютерной модели в одном из CAD-форматов, 2) преобразование компьютерной модели в формат стереолитографии (STL-файл), 3) виртуальная нарезка STL-файла на тонкие слои, 4) послойное формование твердотельной модели из материалов в жидкой и твердой фазе под управлением компьютера, 5) очистка и финишная обработка модели. Изготовление твердотельной модели обеспечивает получение контролируемых размеров пор, их формы, ориентации и распределения, включая иерархические и функционально градуированные структуры пор. Например, для того чтобы изготовить ФГМ из порошка нержавеющей стали 316L со структурным градиентом пор, была применена технология SLM [79]. Исследована микроструктура лазерных треков (областей спеченных частиц стали 316L), влияние скоростей лазерного сканирования на степень их уплотнения, прочность на растяжение образцов, изготовленных с использованием SLM. Показана возможность получения

градиентной пористости материала путем изменения скорости лазерного сканирования (времени плавления) на каждом SLM-слое. Полученные пористые материалы демонстрировали постепенно увеличенную пористость и уменьшенный размер пор вдоль направления градиента изменения скорости сканирования.

Основным недостатком методов послойного синтеза, требующим дополнительного изучения и устранения, является сложность задания и поддержания величин температурного градиента, не приводящих к короблению и трещинообразованию при получении ФГМ.

1.3.2. Методы формирования поверхностных функционально-градиентных материалов

Методы *напыления и наплавки* заключаются в нанесении на поверхность подложки слоев разогретых до температуры плавления частиц порошка или расплавленного металла.

Газотермическое напыление – метод, заключающийся в нагреве, диспергировании и переносе конденсированных частиц распыляемых газовым или плазменным потоком материалов для формирования на подложке слоев компонентов ФГМ необходимой толщины и последовательности. Под общим названием газотермическое напыление объединяют газопламенное напыление, высокоскоростное газопламенное напыление, детонационное напыление, плазменное напыление, напыление с оплавлением, электродуговая металлизация и активированная электродуговая металлизация [80].

Метод *газотермического напыления* обеспечивает толщину покрытия от 20 мкм до нескольких миллиметров, в качестве материала в основном используются порошки самофлюсующихся сплавов никеля или кобальта, сплавов на основе железа, а также их смесей с соединениями тугоплавких металлов, нитридов, карбидов, оксидов, ультрадисперсных порошков и др., которые способствуют образованию упрочняющих фаз и улучшают структуру покрытия. Соединение напыляемого слоя с подложкой осуществляется преимущественно за счет механического сцепления напыляемых частиц с выступами и впадинами на поверхности основы, образованными предварительной обработкой. Наряду с очевидными достоинствами, данный процесс имеет и существенные недостатки. Так, например, достаточно высокая тепловая мощность газовой или плазменной

струи препятствует использованию при напылении на детали малого размера и тонкостенных элементов ввиду опасности их перегрева и коробления. В связи с тем, что покрытия имеют низкую адгезию к подложке, разность между коэффициентами теплового расширения материалов подложки и материалов напыляемых слоев не должна превышать 20 %, что достигается за счет применения порошков, схожих по составу с материалом подложки.

Методом *плазменной наплавки* получают многолезвийный металлорежущий инструмент (концевые фрез и т. п.), а также режущие кромки дисковых и плоских ножей различного назначения [81]. В качестве материалов для наплавки используют порошки быстрорежущих сталей, а также сплавов, содержащих ванадий. Процесс наплавки позволяет сравнительно легко регулировать энергетические, тепловые и газодинамические параметры струи плазмы в широких диапазонах, что в результате позволяет получить наплавленный слой с градиентом физико-химических и механических свойств.

Используя *метод детонационного напыления*, получали ФГМ в виде многослойных покрытий NiCrAlY/ZrO_2 с градиентом состава по толщине [82]. На границах полученных материалов наблюдалась тонкодисперсная смешанная микроструктура металлических и керамических фаз при отсутствии видимых переходов. Однако отмечено, что при температуре более 750 °С напряжения, вызванные перекристаллизацией, способствовали распространению трещин и разрушению ФГМ на границе раздела.

Метод *сверхзвукового холодного газодинамического напыления* основан на эффекте образования прочного металлического слоя при набегании двухфазного (твердое тело-газ) сверхзвукового (до 2–3 скоростей звука) потока на нормально расположенную поверхность подложки. При ударах нерасплавленных частиц порошка о подложку происходит их пластическая деформация, кинетическая энергия частиц преобразуется в тепло и, частично, в энергию связи с подложкой, обеспечивая формирование сплошного слоя [83], что обеспечивает получение покрытия с минимальными температурными напряжениями без сквозных пор и микротрещин и обуславливает высокие электропроводящие, антикоррозионные и прочностные свойства. Основной особенностью метода является отсутствие высоких температур в процессе формирования металлических покрытий [84]. Методом холодного газодинамического напыления могут быть полу-

чены покрытия из большинства металлов и сплавов (алюминий, медь, никель, кобальт, ванадий, железо, цинк и др.), а также из смесей металлических порошков с различными порошками твердых керамических материалов (нитридов, карбидов и др.) на различные подложки из металлов и диэлектриков [85]. Этот метод открывает возможности создания принципиально новых ФГМ, например, неравновесных материалов из сплавов с аморфной, микрокристаллической и нанокристаллической структурами, а также интерметаллидных и квазикристаллических композиций [86]. Отсутствие существенного нагрева частиц и связанных с ним процессов высокотемпературного окисления, фазовых переходов, позволят получать покрытия со свойствами, близкими к свойствам материала исходных частиц, а также композиционные покрытия из механической смеси порошков, значительно различающихся по физико-термическим свойствам. В то же время получаемые покрытия имеют низкую адгезию к подложке, слабое взаимодействие между частицами порошков покрытия и низкую стойкость к воздействию знакопеременных нагрузок.

Электронно-лучевая наплавка представляет собой метод получения ФГМ нанесением порошковых слоев и характеризуется высокими градиентами температуры во время затвердевания, что приводит к образованию очень тонкой микроструктуры, которая на несколько порядков меньше, чем в традиционном литом материале. Практическое использование метода показало перспективы регулирования структуры и фазового состава слоя из предварительно легированного и распыленного порошка суперсплава CMSX-4 на основе никеля [87]. Электронно-лучевая обработка поверхности аустенитной стали 20X23H18 позволила получить градиенты структуры и фазового состава, увеличившие усталостный ресурс в 2,1 раза [88].

Лазерная наплавка применяется для нанесения покрытий с использованием непрерывного или импульсного лазерного излучения. Позволяет осуществлять нанесение на подложку одного или нескольких слоев разнородных материалов и их соединение в процессе нагрева лазерным лучом. Градиентное распределение и прочность сцепления слоев сплава WC-NiSiB, нанесенных методом лазерной наплавки, оценены в исследованиях [89, 90]. Отмечено, что шероховатость поверхности и геометрические свойства получаемых функционально-градиентных слоев можно контролировать, регулируя

ввод тепла в процессе лазерной наплавки. Показано [91], что импульсно-периодический YAG: Nd лазер с длиной волны 1,06 мкм является наиболее предпочтительным источником для селективного лазерного плавления слоев толщиной не менее 70 мкм с заранее определенным составом порошковых компонентов без видимых нарушений непрерывности границ между ними. Мощный YAG: Nd лазер использовался также при лазерной наплавке слоев из сплава никеля и циркония. Полученный материал имел среднюю пористость 0,34 % с постепенным изменением состава между слоями без каких-либо серьезных дефектов в переходных зонах [92]. Для реализации метода лазерной наплавки в основном используются три процесса: лазерная наплавка (LC), лазерное напыление (LENS) и селективное лазерное плавление (SLM). Эти процессы характеризуются малой длительностью лазерного воздействия, особенно при изготовлении металлических изделий, и быстрым затвердеванием созданных слоев ФГМ. Метод лазерной наплавки считается одним из наиболее перспективных для получения функционально-градиентных покрытий, однако все еще существуют ограничения для его широкого применения, такие как высокая стоимость оборудования и материалов, высокий процент отходов в виде неиспользованных загрязненных смесей порошков.

Электродуговая и электроконтактная наплавка заключается в нагреве наплавляемого материала и поверхности основы импульсами электрического тока и их совместной пластической деформации, обеспечивающей образование прочной диффузионной связи. В зависимости от режимов нагрева, параметров технологического процесса и состава применяемых материалов электрический нагрев позволяет осуществлять наплавку или твердофазное припекание функциональных слоев [93]. Стабилизация свойств по длине упрочняемой поверхности достигается регулированием температурного режима в зоне наплавки, а однородность свойств по ширине обеспечивается техническими решениями, создающими благоприятные условия для формирования припекаемого слоя [94]. Достоинство метода – возможность нанесения покрытия большой толщины, высокая производительность, относительная простота конструкции оборудования, отсутствие ограничений на размеры деталей. Основными недостатками являются значительные градиенты температуры, приводящие к деформации изделий, а также к нежелательным, а в ряде случаев недопустимым структурным изменениям и, как следствие, к разупроч-

нению. Разнотолщинность наплавляемого слоя может составлять до нескольких миллиметров, а его поверхность имеет неравномерную твердость. Электродуговая наплавка сопровождается интенсивным световым излучением, загрязняет атмосферу вредными газами.

Индукционная наплавка заключается в поверхностном разогреве основы, на которую нанесен слой порошка, вихревыми токами, наведенными с помощью индуктора. Разработаны методы введения в состав исходной порошковой шихты высокотвердых керамических наночастиц тугоплавких соединений, обеспечивающих диспергирования структурных составляющих и их заданное распределение по объему [95]. Недостатки метода заключаются в необходимости изготовления индукторов, повторяющих форму обрабатываемой поверхности, и в наличии значительных градиентов температуры, приводящих к деформации изделий.

Осаждение из газовой фазы представляет собой процесс, при котором компоненты функциональных покрытий, находящиеся в газовой фазе, конденсируются с образованием твердого материала. Метод осаждения из газовой фазы подразделяется на два процесса: *химическое осаждение из газовой фазы (CVD)* и *физическое осаждение из газовой фазы (PVD)*. Для получения желаемого покрытия с использованием процесса CVD подложку подвергают воздействию веществ, обеспечивающих протекание химических реакций на поверхности подложки. При проведении PVD-процесса химические реакции между компонентами отсутствуют, протекают чисто физические процессы, такие как высокотемпературное испарение в вакууме или ионно-плазменная обработка. Достоинством метода является высокая чистота поверхности и хорошая адгезия, основным недостатком считается его высокая стоимость. С использованием PVD-процесса получали алмазоподобные углеродные покрытия на стали AISI M2 [96]. Исследования механической прочности, микроструктуры и трибологического поведения углеродных пленок показало повышение микротвердости и износостойкости, однако также наблюдалась тенденция к отслаиванию покрытия из-за высоких контактных напряжений и толщины осажденного слоя. Показано, что включение буферного слоя TiC способствует улучшению твердости, скорости износа и адгезионных свойств полученных материалов. Получение функциональных покрытий на базе углеродсодержащих веществ решали путем химического синтеза карбидов на поверхности графитовой под-

ложки [97]. Но хотя были успешно изготовлены такие ФГМ, как SiC/C, B₄C/Cu, SiC/Cu и B₄C/C, их характеристики оказались не удовлетворительными, т.к. в исследованных структурах были зафиксированы трещины, вызванные цикличностью нагрева и охлаждения.

Методы *осаждения из суспензий и электролитов* являются более дешевыми и производительными по сравнению с осаждением из газовой фазы и заключаются в том, что заряженные частицы порошка, диспергированные или суспендированные в жидкой среде, притягиваются и осаждаются на проводящую подложку с противоположным зарядом в электрическом поле постоянного тока.

С помощью *электрофоретического осаждения* можно получать функционально-градиентные слои на поверхностях, имеющих сложную геометрию, используя различные материалы и их комбинации, управлять толщиной и морфологией осажденных слоев, которые, тем не менее, нуждаются в дополнительной консолидации [98]. Для консолидации осажденного слоя Al₂O₃/SiC/ZrO₂ использовали предварительное спекание без приложения давления и горячее изостатическое прессование в течение 2-х часов при 1800 °С в атмосфере аргона [99]. Максимальная твердость материала во внешнем слое (90 об.% Al₂O₃ + 10 об.% SiC) и максимальная вязкость разрушения в слое сердцевины (75 об.% Al₂O₃ + 10 об.% SiC + 15 об.% ZrO₂) составляли (20,8 ± 0,3) ГПа и (8 ± 0,1) МПа соответственно.

Электрохимическое осаждение функционально-градиентных покрытий основано на том, что вместе с металлами из электролитов осаждаются дисперсные частицы различных размеров и видов. Включаясь в покрытия, дисперсные частицы существенно улучшают их эксплуатационные свойства (твердость, износостойкость, коррозионную устойчивость) и придают им новые качества (антифрикционные, магнитные, каталитические). Дисперсные частицы могут доставляться к катоду за счет перемешивания, броуновского движения, под действием гравитационных сил, а также вследствие адсорбции на их поверхности катионов осаждаемого металла [100]. Частицы, удерживаемые на катоде, инициируют зародышеобразование в местах контакта с его поверхностью, что стимулирует зарастивание данных частиц металлом. Варьируя условия электроосаждения, можно обеспечивать такой микрорельеф поверхности, когда на ней удерживаются дисперсные частицы определенного размера. Это, в свою

очередь, позволяет формировать градиентные покрытия с заданными свойствами по всей поверхности детали с одинаковой скоростью. Недостатком метода является невозможность получения покрытий толщиной свыше 0,6 мм.

Методы электрофоретического и электрохимического осаждения характеризуются относительно низкой производительностью и высокой энергоемкостью. В отдельных случаях их применение сопряжено с технологическими трудностями при получении покрытий на деталях сложной формы, необходимостью частого контроля и корректировки состава электролита и утилизации жидких отходов.

1.3.3. Методы модифицирования структуры и свойств однородных материалов

Методы *механической и термомеханической обработки* являются наиболее изученными и распространенными, они заключаются в обработке однородных материалов давлением, или в термическом воздействии, или в их сочетании с целью создания градиента структуры и свойств.

При *статическом деформировании* в поликристаллических материалах в результате интенсивной деформации зёрна и включения изменяют свою первоначальную форму, образуя градиент структуры по мере удаления от поверхности взаимодействия с формообразующим инструментом, в результате чего свойства деформированных слоев вдоль и поперек направления деформации могут резко различаться. Разработаны технологии целенаправленного управления формированием анизотропии свойств в процессах волочения, прокатки и штамповки, позволяющие путем изменения напряженно-деформированного состояния получать функциональный градиент свойств материалов [101, 102]. В последние годы разработаны методы интенсивной пластической деформации, приводящие к измельчению микроструктуры в отдельных зонах обрабатываемого материала и к значимому локальному улучшению его прочностных свойств при достаточном уровне пластических [103].

Вследствие инерционности при *ударном деформировании* однородный материал подвергается максимальной деформации в поверхностном слое, которая затем снижается до минимальных значений в глубинных слоях, что вызывает закономерные изменения в струк-

туре по мере удаления от поверхности вглубь материала. Метод позволяет получить наноструктурированные состояния в поверхностных слоях сталей ферритного, бейнитного, мартенситного и аустенитного классов и повысить уровень их механических свойств [104].

В результате *циклического деформирования* путем малоцикловых и многоцикловых нагружений в материале появляются изменения дефектной субструктуры и фазового состояния в зависимости от расстояния до поверхности [105]. Градиент структуры может наблюдаться на нескольких структурно-масштабных уровнях: уровне зерна, пакетов и кристаллов, дефектной субструктуры кристаллов.

При *ультразвуковом модифицировании* на поверхности изделия формируются слои с градиентной структурой. Такое строение поверхности обеспечивает улучшение прочностных свойств композиции «градиентный слой-основа» для всех типов сталей. Повышение дефектности кристаллического строения поверхностного слоя после ультразвуковой финишной обработки позволило предложить данный метод как способ предварительной подготовки поверхности перед химико-термической обработкой. Исследования показали, что предварительная ультразвуковая обработка изменяет глубину упрочненного слоя и соотношение фаз при азотировании [106].

Термическое оксидирование является одним из распространённых методов создания функциональных плёнок на поверхности полупроводников, позволяющим гибко управлять их составом, скоростью роста и структурой (вплоть до наноструктурирования). В пленках, полученных оксидированием на воздухе фосфида индия, с активными центрами, созданными электровзрывом ванадиевой проволоки или нанесением хемостимулятора из золя или геля, наблюдались сильные полосы поглощения во всем спектральном диапазоне и значительное размытие оптических свойств в интерфейсной области [107].

Методы механической и термомеханической обработки требуют для создания градиентных структур применения значительных деформирующих усилий, высоких температур и характеризуются длительностью воздействия. Они имеют хорошо изученную, достаточно узкую область применения – модифицирование структуры и свойств материалов, имеющих поликристаллическую структуру.

Методы *химико-термической обработки* позволяют формировать градиенты фазового состава, морфологии фаз и особенностей строения зон материала, прилегающих к поверхности, на которую

было оказано воздействие. При высокотемпературной цементации и азотировании стали существует опасность возникновения в структуре поверхностных слоев высоких напряжений, которые могут привести к образованию трещин [108, 109]. Упрочнение поверхности стали диффузионным борированием давно используется в промышленности, однако его широкому применению препятствует низкая пластичность борированного слоя, которая затрудняет его применение для упрочнения поверхности деталей, работающих в условиях знакопеременного нагружения, а также динамических и термических ударов [110].

Методы **радиационного модифицирования** – изменение структуры, свойств, состояния вещества или материала, вызываемые действием ионизирующего излучения. В наибольшей степени подвержены воздействию радиации полупроводниковые и оптические материалы, в меньшей степени – полимерные и керамические материалы, а наиболее высокую стойкость к воздействию радиации имеют металлы [111]. Радиационные дефекты в кристаллической решетке не являются устойчивыми образованиями, они перемещаются по решетке, рекомбинируя при встрече друг с другом. На дислокациях и на границах зерен происходит адсорбция радиационных дефектов и их объединение друг с другом с образованием сложных комплексов, что оказывает влияние на оптические, электрические и механические свойства вещества. Так воздействие ионизирующего излучения на оптические стекла вызывает их окрашивание и люминесценцию, что объясняется накоплением в их объеме центров окраски, образующихся в результате захвата атомов примесей структурными дефектами разных типов [112].

Методы **электрохимического и электрофизического воздействия** заключаются в избирательной обработке поверхностных слоев однородных материалов путем травления, оксидирования, разрушения, деформирования и термообработки потоками энергии, возникающими в результате пропускания электрического тока.

Ионная имплантация – метод легирования поверхностных слоев, заключающийся в обработке поверхности потоком высокоэнергетических ионов, ускоренных электрическим полем в вакууме, и внедрении их в объем материала без образования границы раздела [113]. Достоинства метода – универсальность, возможность легирования любыми химическими элементами, локальность обработки, высокая

химическая чистота поверхности, возможность полной автоматизации. К основным недостаткам процесса ионной имплантации можно отнести образование в поверхностных слоях высокой концентрации дефектов, для устранения которых проводят термическую обработку, в частности, кратковременный отжиг, относительно сложное технологическое оборудование и низкая производительность процесса обработки.

Электроискровое легирование состоит в переносе ионов анода на поверхность катода после взрывоподобного искрового разряда электрического тока. Надежное соединение перенесенного материала анода с основой катода происходит за счет диффузионного и адгезионного взаимодействия. Физико-механические свойства материала анода в перенесенном на катод слое в основном сохраняются, что дает возможность оценивать характеристики поверхностного слоя как градиентные. Исследования [114] показали, что в процессе обработки формируется плотное композиционное покрытие толщиной 80–100 мкм, без микро- и макротрещин, при этом происходит оплавление материала основы и перемешивание его с электродным материалом. Возникшая при этом переходная зона обладает градиентом состава и зеренной структуры.

Электрохимическое травление – это растворение поверхности изделия, осуществляемое при воздействии химических реагентов с приложением электрического тока, при этом само изделие является одним из электродов. Для получения периодической пористой структуры на поверхности кремниевых пластин использовались углубления в виде затравочных ямок, для формирования которых применяются стандартные операции фотолитографии и анизотропного травления. Было показано, что на одной и той же подложке можно получить двумерную решетку макропор с разным периодом, а также изготавливать периодические структуры в виде щелей, спиралей и других фигур [115].

Электрохимическое оксидирование – это образование оксидной плёнки на поверхности металлов, сплавов и полупроводников в результате электролиза под воздействием химических реагентов и температуры. В последние годы проводятся многочисленные исследования по изучению свойств пористых оксидных пленок, полученных на титане и его сплавах, что обусловлено широким их применением в качестве биологических материалов. Показано [116], что пленки

оксида титана, полученные путем анодного оксидирования металлического титана во фторсодержащих электролитах, состоят из нанотрубок, ориентированных перпендикулярно поверхности. Достоинствами данного типа структур являются открытая пористость и достаточно узкое распределение пор по размерам. Кроме того, при определенных условиях анодирования можно добиться формирования слоев с регулярной упаковкой нанотрубок достаточно большой толщины (до 5 мкм).

Электроэрозионная обработка заключается в изменении формы, размеров, шероховатости и других свойств поверхности электропроводной заготовки под действием импульсных электрических разрядов в результате электрической эрозии (разрушения). В связи с тем, что поверхностный слой материала обрабатываемой заготовки подвергается интенсивному термическому воздействию, на его поверхности формируются вторичные структуры. Проведенное экспериментальное исследование [117] процесса электроэрозионной обработки материалов с разными физико-механическими свойствами позволило установить, что в зависимости от режимов обработки происходит формирование измененного поверхностного слоя, который условно можно разделить на несколько зон, как правило, не имеющих четких границ, а в большинстве случаев перекрывающих друг друга. Вместе с тем, каждая из перечисленных зон имеет свои особенности, влияющие на эксплуатационные свойства обработанной детали.

Закалка токами высокой частоты заключается в поверхностном индукционном нагреве стали и интенсивном закалочном охлаждении. В результате на поверхности на глубину прокаливаемого слоя образуется мартенситная структура, а слои, нагретые выше точки Ас₃, но расположенные глубже, закаливаются на структуры троостита, сорбита и перлита вследствие быстрого теплоотвода [26]. Это позволяет добиться градиента твердости, плавно переходящей от повышенной твердости закаленного слоя на поверхности детали к менее твердой сердцевине, и, таким образом, создавать изделия с заданной функциональной прочностью.

Электроконтактное упрочнение заключается в одновременной деформации и разогреве импульсами электрического тока деталей, изготовленных из конструкционных низкоуглеродистых, низко- и среднелегированных сталей. Упрочнению подвергают поверх-

ности деталей, изготовленных вновь или восстановленных после эксплуатации. В результате обработки на поверхности детали образуется несколько слоев термообработки, триботехнические характеристики которых обеспечивают заданную интенсивность изнашивания. Электроконтактное упрочнение оказывает влияние на фрикционные свойства упрочненной поверхности, в частности на уровень остаточных напряжений и на коэффициент трения скольжения при качении со скольжением железнодорожных колес [118].

Методы электрохимического и электрофизического воздействия обладают значительными преимуществами промышленного применения, связанными с высокой производительностью, низкой трудоемкостью, доступностью источников электрической энергии и сравнительно простыми способами управления уровнем и градиентом энергетического воздействия при модифицировании свойств однородных материалов.

1.4. Проблема получения функционально-градиентных материалов и перспективы применения импульсных электрофизических методов

Проведенный анализ показал, что основная проблема получения ФГМ с создаваемым для каждого конкретного случая применения уникальным комплексом эксплуатационных характеристик и физико-механических свойств заключается в отсутствии современных эффективных технологий, обладающих универсальностью, высокой производительностью, экономичностью и экологичностью, позволяющих создавать новые градиентные структуры и в широких пределах модифицировать свойства однородных материалов. Анализ показывает, что чаще всего при получении ФГМ технического назначения применяют технологии, связанные с формованием, спеканием, напылением, наплавкой или осаждением дисперсных материалов (порошков). Порошковые ФГМ, сформированные из частиц, отличающихся по составу, концентрации, структуре и морфологии поверхности, обладают рядом преимуществ, среди которых сочетание прочности металлов и ударной вязкости твердых сплавов, твердости керамики и коррозионной стойкости полимеров. Технологии порошковой металлургии отличаются широкой номенклатурой химических составов, размеров

и свойств используемых порошков, возможностью получения широкого диапазона размеров градиентных зон (от десятков микрометров – при напылении, до десятков и сотен миллиметров – при формовании и спекании). Как правило, формирование градиента и его консолидация (закрепление) путем спекания при получении порошковых ФГМ идут раздельно. При этом в процессе спекания сформованных порошковых заготовок достаточно сложно обеспечить сохранение созданного градиента, т. к. материалы порошков при длительном температурном воздействии могут изменять фазовый состав или реагировать между собой с образованием различных химических соединений и зон внутренних напряжений. Технологии получения порошковых ФГМ зачастую достаточно энерго- и трудоемки, включают в себя много промежуточных операций, связаны с так называемыми «мокрыми» процессами формирования градиента (шликерное литьё, пропитка, осаждение из суспензий), не отличаются экологической чистотой, универсальностью и качеством. Компактные поверхностно- или объёмно-модифицированные материалы за счет структурной неоднородности и заданного распределения физико-механических свойств находят широкое применение в материалах, имеющих повышенные термомеханические характеристики. Известные методы получения таких материалов предполагают применение целенаправленного силового, термического, радиационного, электрохимического или электрофизического воздействия, приводящего к изменению структуры, химического и фазового состава материала. Для их практической реализации требуется, как правило, применение сложного энергонасыщенного оборудования, они характеризуются низкой производительностью, отсутствием возможности осуществлять дозирование и глубину проникновения энергии в материал, управлять концентрированными силовыми и термическими потоками энергии, что приводит к ее излишнему расходованию.

Становится очевидным, что необходимо разрабатывать и внедрять в производство новые прогрессивные технологии, позволяющие упростить процесс получения ФГМ, более точно дозировать потребляемую энергию, повысить производительность, снизить затраты, улучшить качество. При этом должны быть дополнительно исследованы технологические параметры и операции, необходимые для повышения физико-химических свойств, структурных и эксплуатационных характеристик получаемых ФГМ.

Наиболее эффективными с точки зрения затрат энергии являются импульсные методы воздействия, при которых энергия, передаваемая веществу, соизмерима с энергией межатомных связей в обрабатываемом материале. Импульсное воздействие позволяет за короткое время обеспечить существенный эффект локального изменения структуры и свойств материала. Импульсные методы создают взаимосвязанное силовое, тепловое и деформационное воздействие в обрабатываемом материале, сильно различающееся по технологии и масштабу энергопередачи. Самыми мощными являются взрывное и ударное нагружения (энергия воздействия порядка 100 кДж), затем следуют электро- и магнитно-импульсные методы (~10 кДж), затем – лучевые методы (~1 кДж) [119]. Наибольший технологический эффект достигается при взрывных и ударных нагрузках, создающих высокие локальные давления, температуры и скорости деформирования в обрабатываемых материалах. Однако эти методы воздействия не всегда позволяют обеспечить эффективность мероприятий по охране труда и по предотвращению нанесения ущерба окружающей среде. Поэтому в последнее время все более широко применяются методы электрофизического воздействия, которые основаны на использовании специфических физических эффектов, возникающих при протекании электрического тока. К ним относятся методы, использующие лазерное, электронное или микроволновое излучение, потоки плазмы, электромагнитные поля, ударные волны и т. п. Интенсивно развиваются перспективные аддитивные технологии получения порошковых ФГМ, связанные с использованием лазерных, плазменных или электронных пучков в качестве источника энергии. Основными преимуществами электрофизических методов является возможность концентрации энергетического воздействия и широкого варьирования глубины проникновения энергии в материал. Тем не менее, несмотря на все достоинства электрофизических методов воздействия, их применение для получения ФГМ не всегда эффективно. Это связано, прежде всего, со сложностью дозирования мощных потоков энергии в процессе электрофизического воздействия и избирательного управления тепловыми и силовыми полями, что необходимо для получения непрерывного градиентного распределения свойств и устранения возникающих зон напряжений.

Этих недостатков лишены *импульсные электрофизические методы*, при которых передаваемая энергия концентрируется до величин, соизмеримых с величиной энергии межатомных связей в обрабатываемом материале. Импульсное электрофизическое воздействие позволяет за сравнительно короткое время (10^{-4} – 10^{-1} с) обеспечить локальное изменение структуры и свойств обрабатываемого материала, создавая в нем направленные взаимосвязанные силовые и тепловые потоки, сильно различающиеся по плотности, скорости и глубине проникновения вводимой энергии. Возможность концентрации, дозирования и глубины проникновения энергии в материал, а также избирательное управление тепловыми и силовыми потоками, делают эти методы уникальным и высокоэффективным инструментом при разработке и получении ФГМ. Импульсные электрофизические методы воздействия позволяют объединить этапы создания градиента и консолидации порошковых структур ФГМ при их получении. Они могут быть использованы при получении как пространственных, так и поверхностных ФГМ, а также при модифицировании свойств однородных материалов. Универсальность импульсных электрофизических методов выгодно отличает их от большинства методов, традиционно используемых при получении ФГМ. В последнее время с разработкой и производством достаточно мощных и компактных источников электрической энергии импульсные электрофизические методы воздействия получили новое развитие и находят все более широкое применение.

При кратковременном воздействии на материал концентрированных потоков энергии реализуются сверхбыстрые нагрев, плавление, испарение и затвердевание материала, генерируются волны напряжений или ударные волны. В совокупности эти процессы позволяют формировать в поверхностных слоях материала аморфные и нанокристаллические структуры, создавать сплавы из несмешиваемых элементов, ускорять протекание химических реакций и т. д. Основное преимущество импульсных электрофизических методов воздействия состоит в возможности широкого варьирования глубины проникновения энергии в материал и управления распределением тепловых полей и параметров возникающих зон напряжений. Возможность изменения в широких пределах плотности энергии и длительности воздействия в сочетании с практически полным ее погло-

шением делают эти методы уникальным и высокоэффективным инструментом для исследований процессов формирования неравновесных структурно-фазовых состояний в твердом теле при модифицировании структуры и свойств материалов с целью улучшения эксплуатационных характеристик изделий.

Несмотря на интенсивное в последнее время изучение градиентных структур, применению импульсных электрофизических методов в процессах прогнозирования, формирования и управления свойствами ФГМ уделено недостаточно внимания. Это сдерживает разработку и внедрение новых эффективных технологий и высокопроизводительного оборудования для получения всех типов ФГМ из металлов и керамики, в том числе в таких новых и перспективных областях, как производство изделий медицинского, электротехнического, инструментального назначения. В связи с этим исследования, направленные на решение важной научно-технической проблемы – создания комплекса технологических процессов и оборудования для получения ФГМ и изделий из них импульсными электрофизическими методами, обладающими универсальностью, высокой производительностью, позволяющими дозировать величину энергетического воздействия и получать изделия различного функционального назначения с повышенными эксплуатационными характеристиками, являются перспективными и актуальными.

1.5. Импульсные электрофизические методы получения функционально-градиентных материалов

Импульсные электрофизические методы используют воздействие концентрированных потоков электрической энергии или других видов энергии, выделяемой в результате физических явлений, возникающих при прямом прохождении через материал электрического тока или преобразуемой в зоне обработки в технологически необходимую тепловую энергию (рис. 1.7).

Прямое воздействие электрического тока может проявляться в виде разогрева материала до температуры физических, химических или фазовых превращений во всем объеме или в тонком поверхностном слое.



Рис. 1.7. Классификация импульсных электрофизических методов

Косвенное воздействие заключается в использовании различных физических явлений, создаваемых электрическим током. Большинство разновидностей косвенного воздействия не обладает универсальностью, а имеет преимущественные области применения, однако их использование существенно дополняет и расширяет арсенал технологических возможностей. Различия заключаются в основном в форме подвода и вида энергии, преобразуемой в зоне обработки в технологически необходимую тепловую энергию.

Некоторые технологии предусматривают *совмещение* различных методов прямого и косвенного воздействия, причем их воздействие может быть разделено во времени. Основным преимуществом комбинированного нагрева является повышенная эффективность по сравнению с отдельно используемыми методами, составляющими данное сочетание. Наиболее часто совмещение производят, исходя из необходимости повысить производительность, которая, как правило, становится выше суммы производительностей каждого метода в отдельности. При сочетании различных методов воздействия обычно устраняются специфические недостатки, присущие каждому из них, а преимущества становятся более явными.

Методы *прямого воздействия электрического тока* имеют ряд особенностей, позволяющих с успехом использовать их для получения, в первую очередь, порошковых ФГМ. Общим для всех этих методов является то, что консолидация частиц происходит в закрытой матрице под давлением прессования, а разряды постоянного или импульсного электрического тока, генерирующие тепло, проходят через матрицу и/или порошок. В результате воздействия электрического тока на контактных участках между соседними частицами порошка происходит интенсивный массоперенос в твердой фазе. Кроме того, поверхность частиц порошка в зоне контакта может расплавляться, что сопровождается еще более интенсивным массопереносом и быстрой консолидацией частиц во всем объеме порошка. При этом для поликомпонентных порошковых систем характерно интенсивное сплавообразование, в некоторых случаях сопровождающееся возникновением новых фаз, не входящих в исходную композицию. В зависимости от давления прессования и диапазона электрических параметров (характера, амплитуды и длительности протекания электрического тока) структура и свойства получаемых порошковых ФГМ могут изменяться в широких

пределах. Методы консолидации с помощью электрического тока позволяют во многих случаях отказаться от использования защитных газовых сред или вакуума, а также совмещают в одной операции формование и спекание порошковых заготовок.

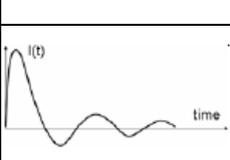
Широкий диапазон изменения электрофизических параметров обуславливает многочисленность этих методов, обозначаемых общим термином «спекание электрическим током» [120]. К ним относятся распространенные в нашей стране и в странах СНГ электро-разрядное спекание (ЭРС) [121], электроимпульсное спекание (ЭИС) [122, 123], электроимпульсное прессование (ЭИП) [124]. В зарубежных странах подобные методы носят названия Electroconsolidation (EC), Resistance sintering (RS), Electric Discharge Compaction (EDC) [125], Spark Plasma Sintering (SPS) [126], Field assisted sintering technique (FAST) [127], Plasma Assisted Sintering (PAS) [128] и т. п.

Первый патент, посвященный использованию постоянного электрического тока для нагревания порошка твердого сплава в процессе горячего прессования, был получен в 1933 году [129]. В 1944 году впервые предложено использование переменного тока промышленной частоты совместно с механическим давлением для спекания порошков меди, латуни, бронзы и алюминия [130]. В 1955 году описано применение оборудования для точечной конденсаторной сварки при спекании порошков, находящихся под внешним давлением [131].

При спекании электрическим током существенное значение имеют временные зависимости механического и электрического воздействия и их взаимосвязь (табл. 1.1). В зависимости от состояния межчастичных контактов приложении разности потенциалов может приводить к различным явлениям. При более высоком сопротивлении межчастичного контакта по сравнению с сопротивлением металла в глубине порошковой частицы происходит более интенсивное выделение тепла в районе этого контакта, чем в объеме частицы.

Таблица 1.1

Классификация методов электроимпульсного воздействия [120]

Наименование метода консолидации	Форма кривой тока	Частота Плотность тока Длительность	Исходные материалы
Постоянным током (ЕС, RS)		отсутствует 1-10 кА/см ² более 10 ³ с	Электропроводные и неэлектропроводные (металлы, керамика, композиты и полимеры)
Постоянным пульсирующим током (ЭРС, PAS, SPS, FAST)		10 ² -10 ⁸ Гц 1-100 кА/см ² более 10 ⁻³ с	Электропроводные и неэлектропроводные (металлы, керамика, композиты и полимеры)
Переменным током высоковольтного разряда (ЭИС, ЭИП, EDC)		10 ² -10 ⁵ Гц ~100 кА/см ² 10 ⁻⁵ -10 ⁻³ с	Электропроводные (металлы, электропроводная керамика, композиты с электропроводными составляющими)
Переменным пульсирующим током (ЭРС)		50-60 Гц 1-100 кА/см ² 10 ⁻¹ -10 ² с	Электропроводные и неэлектропроводные (металлы, керамика, композиты и полимеры)

Методы консолидации *постоянным током*, заключающиеся в разогреве заготовки джоулевым теплом, выделяющимся в результате пропускания тока через заготовку или пресс-форму, в настоящее время используются довольно редко в связи с их большой длительностью и малой эффективностью. Спекание порошковой шихты постоянным током эффективно только при высоком удельном сопротивлении на границах частиц, что вызывает появление высоких температурных градиентов. Это способствуют более полному уплотнению тонких порошков с большой удельной площадью поверхности под воздействием тока, температуры и давления, прикладываемого к электродам-пуансонам. Однако применение постоянного тока приводит к различию в размерах зерен на анодном и катодном концах изделий, к электропереносу легирующих компонентов, что в свою очередь ведет к образованию неравномерной структуры порошкового материала.

В последнее время, начиная с 1990-х гг., стремительно развиваются методы, связанные с использованием различных физических

эффектов, возникающих в результате протекания мощных *пульсирующих токовых импульсов* (рис. 1.8, а) – ЭРС, SPS, FAST, и *высоковольтных разрядов* (рис. 1.8, б) – ЭИС, ЭИП, EDC.

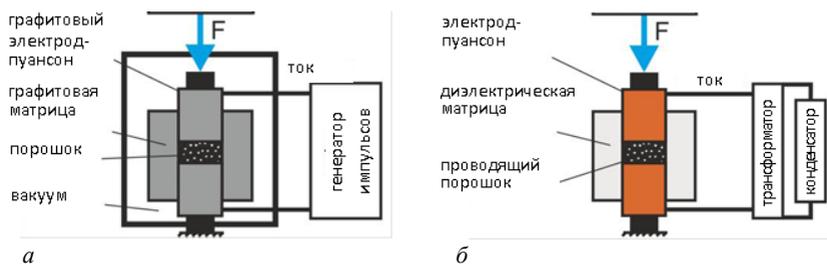


Рис. 1.8. Схемы получения порошковых материалов с использованием пульсирующих токовых импульсов (а) и высоковольтных разрядов (б)

Методы ЭРС, SPS, FAST – разработаны на основе известной технологии горячего прессования, но здесь непосредственно нагреваются и пресс-форма и заготовка. Это происходит либо путем пропускания электрического тока через пресс-форму, либо непосредственно через прессуемую заготовку. Подача электроэнергии происходит от специального генератора импульсов переменного или постоянного тока, который дает пользователю широкие возможности управления импульсами для адаптации к изменяющимся значениям электросопротивления материалов заготовки и пресс-формы. В связи с этим особенное значение приобретает конструкция генератора импульсов, т. к. решающую роль в достижении желаемого эффекта играют тип и форма электрических импульсов, а также их длительность и сила. Импульсы тока, проходя через заготовку, вызывают частичный нагрев межзеренных границ исходного порошка и создают электрическое поле с эффектом плазмы между частицами, за счет чего достигается очень быстрый нагрев и исключительно малая продолжительность рабочего цикла. Это позволяет подавить рост зерна и достичь равновесного состояния ранее недоступных композиций, что открывает возможности для создания новых композиционных материалов с уникальными или необычными свойствами, материалов с субмикронной или наноразмерной структурой, градиентных материалов или абсолютно однородных материалов при высокой плотности.

Метод ЭРС и специальное оборудование для его реализации разрабатывались в Институте проблем материаловедения НАН Украины под руководством профессора А.И. Райченко с 1973 года [121]. Метод SPS разработан японской компанией Sumitomo Coal Mining Co. Ltd. и представляет собой один из самых распространенных инновационных методов спекания. В начале 2000-х гг. метод SPS был усовершенствован немецкой компанией FCT Systeme GmbH, разработавшей более мощное оборудование с гибким управлением параметрами и предложив технологию, названную FAST. Теоретические основы методов SPS/FAST схожи, поэтому области применения их также очень близки. Значительный потенциал методов заключается в возможности получения очень плотных и тонких межзеренных границ при сохранении практически неизменной структуры исходного порошка в конечной заготовке. Причина заключается в высокой скорости нагрева, позволяющей за короткий промежуток времени поднимать температуру до 2 500 °С, и кратковременности цикла спекания.

Разработанные на основе методов пульсирующих постоянного и переменного токов технологии позволяют получать порошковые материалы как из проводящих, так и полностью непроводящих компонентов, что значительно расширяет область их применения. Известны работы по консолидации различных боридов и карбидов, оксидов, нитридов, сталей, титановых сплавов и их комбинаций для нужд электротехники, машиностроения, автомобилестроения и медицины [126–128].

Прямое пропускание *высоковольтного разряда* через порошок является наиболее простым и экономичным методом получения порошковых материалов. Мощные токовые импульсы, создаваемые при разряде высоковольтной батареи конденсаторов, впервые использованы для получения порошковых материалов в конце 1970-х начале 1980-х гг. [124, 125]. Примерно в это же время была создана исследовательская группа, преобразованная затем в лабораторию электрофизических процессов Института порошковой металлургии НАН Беларуси под руководством профессора К.Е. Белявина. Методы ЭИС, ЭИП, EDC принципиально отличаются от других методов консолидации прямым воздействием электрического тока более высокой скоростью нагрева, преимуществом которой является достижение очень высоких температур в контактах между частицами порошка при сохранении низких температур самих частиц.

При получении порошковых материалов прямым пропусканием высоковольтного разряда электропроводная шихта помещается в матрицу из диэлектрического материала между двумя электродами-пуансонами, к которым прикладывается внешнее усилие для создания первичного электрического контакта. В результате пропускания через шихту мощного кратковременного импульса тока оксидные пленки на поверхности частиц разрушаются, и шихта спрессовывается в заготовку с достаточной прочностью. При этом осевое уплотнение шихты осуществляется с помощью электродов-пуансонов, а радиальное – силами магнитного поля, возникающего при прохождении высоковольтного разряда. Консолидация частиц осуществляется в результате локального оплавления контактов между частицами с образованием межчастичных перешейков [132]. Степень уплотнения шихты зависит от ее свойств и энергосиловых параметров процесса. Практическим и экономическим преимуществом этого метода получения порошковых материалов является легкость извлечения полученных заготовок из матрицы, которая может быть изготовлена из дешевого материала и использоваться многократно. Экспериментально установлено, что с помощью высоковольтного электрического разряда можно консолидировать большинство порошков чистых металлов, в т. ч. тугоплавких, порошки сплавов металлов, порошки наноструктурных и аморфизированных проводящих материалов, волокна, фольгу, шихту с включением наноразмерных частиц, а также шихту из смеси проводящих и непроводящих компонентов [122, 125, 133, 134].

Анализ рассмотренных методов получения порошковых материалов с помощью прямого воздействия электрического тока позволяет выделить методы электроимпульсного воздействия как наиболее перспективные для получения ФГМ и показывает перспективность их широкого внедрения в промышленности ввиду экономичности, экологичности, возможности автоматизации, высокой производительности. Используя эти методы, можно изготавливать изделия, которые трудно получить традиционными способами. С помощью электроимпульсного воздействия удастся получать как высокоплотные, так и проницаемые высокопористые объекты на основе широкой номенклатуры порошков различного химического состава, формы и дисперсности, легко управлять структурными характеристиками и физико-механическими свойствами получаемых изделий.

Важные проблемы современной промышленности, связанные с модифицированием поверхностных слоев материалов с целью повышения прочности, износостойкости, коррозионной стойкости режущего инструмента, штампов, фильер, пресс-форм и другой технологической оснастки, позволяют решать электрофизические методы обработки, основанные на *косвенном воздействии* электрического тока. Создание градиента структуры и свойств поверхностных слоев материалов имеет особенно большое значение в отраслях промышленности, связанных с космическими и ядерными исследованиями, авиацией, медициной, когда получение ФГМ традиционными методами невозможно или крайне затруднительно.

В последние десятилетия разработаны и применяются мощные оптические квантовые генераторы и различные типы ускорителей электронов, ионов и плазмы. Создавая различные сочетания ударно-волнового воздействия, нагрева и деформации материалов, эти устройства позволяют реализовать для модифицирующей обработки методы косвенного воздействия электрического тока.

Светолучевые методы обработки основаны на использовании тепла, генерированного специально сформированным световым лучом, характеризующимся оптической когерентностью и высокой концентрацией переносимой энергии. *Лазерная* обработка материалов осуществляется обычно при плотности потока не менее 10^5 – 10^6 Вт/м². При взаимодействии с веществом подобный луч за короткое время (10^{-4} – 10^{-3} с) способен оказывать интенсивное тепловое воздействие, обуславливающее либо консолидацию составляющих его частиц, волокон, листов и других компонентов, либо поверхностное модифицирование слоя поверхности (упрочнение, испарение, оплавление, легирование), либо нанесение покрытий, что позволяет получать функционально-градиентные материалы с уникальными свойствами [135–137]. В настоящее время широко используются различные виды технологических систем на базе лазеров. В промышленности в основном применяют мощные (более 1 кВт) СО₂ лазеры непрерывного излучения для термического упрочнения или резки листовых материалов. Реже используется лазерная сварка однородных и разнородных материалов. Благодаря специфическим свойствам лазерного излучения, характеризующегося высокой концентрацией, энергия светового пучка может быть значительно локализована с помощью

фокусирующего объектива, что позволяет выполнять очень точную (прецизионную) обработку.

В настоящее время широкое распространение получило так называемое быстрое прототипирование (Rapid prototyping – RP) или аддитивное производство (Additive Manufacturing – AM) деталей различными методами обработки, позволяющее на основе САD-модели быстро изготовить экспериментальный образец изделия с высокой точностью, исследовать его и внести необходимые изменения в конструкцию. Аддитивные лазерные технологии [138] подразумевают послойное построение с соединением (спеканием, свариванием) слоев, в том числе получение материалов и готовых изделий из полимеров, керамики, металлов (включая титан, никелевые сплавы, кобальт-хром и другие). Все аддитивные технологии основаны на принципе послойного построения физической модели или послойного лазерного синтеза. На начальном этапе создания нового изделия производится его компьютерное проектирование, после чего виртуальная модель изделия, выдаваемая САD-системой, программно разрезается на отдельные слои одинаковой толщины, т. е. трехмерный объект заменяется совокупностью плоских слоев. Полученный массив информации обрабатывается в управляющем компьютере технологической установки, который рассчитывает траекторию сканирования каждого слоя лазерным лучом и выдает команды на перемещение исполнительных механизмов. При получении изделия процесс изготовления идет снизу вверх, слои располагаются один над другим и физически связываются между собой. Построение физического прототипа продолжается до тех пор, пока поступают данные о сечениях САD-модели. Путем послойного лазерного синтеза можно получать изделия сложной пространственной геометрии без применения традиционных дорогостоящих средств формования (пресс-форм, штампов, литейных форм и т. д.), а также различных видов обработки заготовок резанием, требующих значительного расхода материалов. Процессы послойного лазерного синтеза в значительной степени автоматизированы и позволяют получать качественные и сравнительно недорогие изделия единичного производства [139].

Одной из наименее разработанных разновидностей технологии послойного лазерного синтеза является селективное лазерное спекание (СЛС) порошков. Метод СЛС (в англоязычной литературе – Selective Laser Sintering – SLS) разработан в Университете Техаса

в 1987 г. [140]. К настоящему времени СЛС применяется как для быстрого создания трехмерных прототипов деталей, так и при изготовлении самих деталей для промышленного производства практически из любых материалов. В основе СЛС лежит избирательное плавление порошковой смеси лучом лазера (рис. 1.9). В результате происходит синтез материала, где металлические или керамические частицы связаны между собой посредством легкоплавкой металлической или органической матрицы. Гибкость технологии достигается благодаря компьютерному управлению процессом, причем, в отличие от традиционных методов изготовления деталей, где требуется механическая обработка, трехмерные детали изготавливаются непосредственно путем послойного спекания порошка.

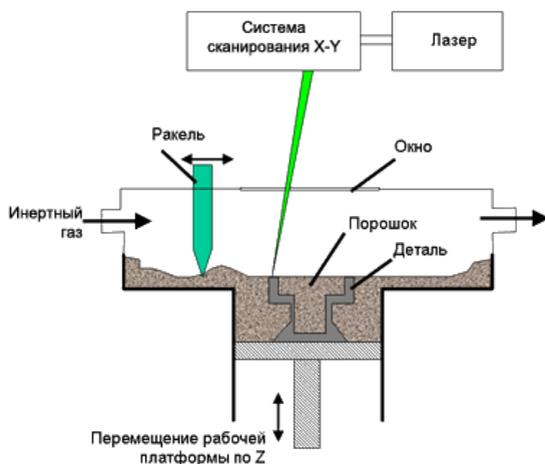


Рис. 1.9. Схема процесса СЛС

Неординарность данного метода, недостаточная изученность физических закономерностей, лежащих в основе типовых процессов, отсутствие отработанных технологий являются основными причинами, сдерживающими широкое применение СЛС. Высокая стоимость импортных установок СЛС ограничивает их использование в промышленности. Поэтому разработка отечественных образцов установок для осуществления СЛС является перспективным направлением промышленности.

Технологии СЛС обеспечивают получение приемлемой для многих задач точности размеров деталей и повторяемость производства, однако их применение ограничено низкими механическими и триботехническими свойствами получаемых материалов, так как общей чертой технологий СЛС является низкая скорость введения тепловой энергии. Понимание механизмов, управляющих процессами структурообразования при лазерной обработке, привело к идее модернизации технологии СЛС путем концентрации потоков энергии лазерного излучения в форме отдельных импульсов и распределения ее по глубине порошкового слоя [141].

При импульсно-периодическом СЛС энергия лазерного импульса обычно невелика и составляет от 1 до 100 Дж. Выделяется эта энергия в доли секунды и концентрируется в луче диаметром около 0,01 мм. Сфокусированное лазерное излучение, попадая на непрозрачные материалы (металлы и их сплавы), вызывает их локальный нагрев до 6 000–8 000 °С, плавление или интенсивное испарение, приводящие к возникновению градиентов температур, сопровождающихся интенсивными микродеформациями структуры получаемого материала. При СЛС пористых материалов и покрытий это проявляется в виде неравномерности порораспределения. При сканировании лазерного луча по поверхности насыпки попадание пятен лазерного излучения происходит как на поверхность, так и в просвет между частицами порошка. При высоких значениях энергии лазерных импульсов это приводит к локальному увеличению контактных шеек и расплавлению частиц, а при низких к отсутствию межслойных контактов [142].

В настоящее время лазерная обработка широко используется в промышленности в основном для упрочнения поверхностных слоев изделий путем их модифицирования [136, 143] и для нанесения функциональных покрытий методами наплавки и испарения-конденсации [136, 144]. Технологии получения ФГМ и изделий на их основе пока проработаны недостаточно [145] и касаются спекания порошков из сплавов металлов [146] или пленочных композиций «полимер-полимер» и «металл-полимер» [147]. Процесс широкого внедрения лазерных технологий в производство ФГМ сдерживается высокой стоимостью оборудования и низким коэффициентом использования электрической энергии.

Светолучевая ионизация возникает при обработке поверхности материалов ультрафиолетовым и инфракрасным излучением, создаваемым специальными лампами [148]. На базе метода созданы технологические процессы получения ФГМ из металлических листовых заготовок толщиной 0,1–1,0 мм, стеклокерамики и пластмасс.

Электронно-лучевая обработка основана на использовании тепловой энергии, выделяющейся при столкновении быстро движущихся электронов с обрабатываемым материалом. Плотность тепловой энергии при этом составляет до 10^6 – 10^7 Вт/см², а диаметры электронных пучков 0,5–500 мкм. Высокая плотность энергии сфокусированного электронного луча позволяет осуществлять обработку изделий путем расплавления и испарения материала с локального участка. Процесс обработки осуществляется в глубоком вакууме [149, 150].

Практическое применение электронно-лучевой обработки в получении ФГМ в основном связано с микросваркой компонентов и нанесением тонкопленочных покрытий. Однако широкое применение метода ограничено необходимостью создания высокого вакуума, высокой стоимостью, большими габаритами оборудования, низкой производительностью, необходимостью обеспечения защиты обслуживающего персонала от рентгеновского излучения.

Ионно-лучевая обработка [151] на сегодняшний день является наиболее изученной технологией, что обусловлено потребностью радиоэлектронной, авиакосмической промышленности и атомной энергетики. Метод основан на внедрении в поверхность твердого тела атомов химических элементов, которые вводятся путем бомбардировки поверхности пучками соответствующих ускоренных ионов или распылением мишеней. Преимуществом метода является возможность получения таких составов поверхностного слоя материала, которые невозможны в обычных условиях из-за ограничений растворимости или диффузии компонентов. При этом легирование поверхностного слоя не затрагивает размера зерна и других объемных свойств основного материала. Основным недостатком метода – невозможность обработки изделий со сложной геометрией поверхности. Возможна реализация технологии многокомпонентной упрочняющей обработки материалов комбинированными ионными пучками, для чего необходимо применение композиционных катодов.

Совмещение операций *ионно-плазменной и ионно-лучевой обработки* позволяет осуществлять модифицирование поверхности нанесением многослойных покрытий. Такой процесс температурной имплантации позволяет сочетать преимущества традиционной химико-термической обработки и ионно-лучевых технологий [152].

Микроволновая обработка – перспективный метод получения ФГМ с помощью сверхвысокочастотного (СВЧ) излучения (microwave radiation). Метод основан на сверхвысокочастотном нагреве спекаемого образца. Нагрев осуществляется излучением миллиметрового диапазона (диапазон частот от 24 до 84 ГГц). Объемное поглощение сверхвысокочастотной энергии обеспечивает равномерный одновременный нагрев всего образца, поскольку скорость нагрева не ограничена теплопроводностью, как в традиционных методах спекания. Это позволяет получать спеченную керамику с однородной микроструктурой. Использование микроволнового спекания позволяет также создавать прочное соединение разных керамических компонентов [153]. Принципиальным недостатком метода является ограниченная номенклатура материалов, нагреваемых за счет СВЧ излучения. Как показывает практика, материалы со средними значениями проводимости (полупроводники, оксиды со смешанными степенями окисления, некоторые порошкообразные металлы) нагреваются микроволновым полем более эффективно, чем хорошие проводники (металлы) и диэлектрики (оксиды и галогениды).

Плазменная обработка – метод, при котором для получения ФГМ используется струя плазмы, генерируемой дугowymi или индукционными плазматронами. Плазма представляет собой частично или полностью ионизированный газ, в котором плотности положительных и отрицательных зарядов практически одинаковы. При плазменной обработке изменяется форма, размеры, структура обрабатываемого материала или состояние его поверхности. Плазменная обработка получила широкое распространение вследствие высокой температуры плазмы ($\sim 10^4$ К), большого диапазона регулирования мощности и возможности сосредоточения потока плазмы на обрабатываемом изделии; при этом эффекты плазменной обработки достигаются как тепловым, так и механическим действием порошковых частиц, движущихся в плазменном потоке с очень высокой скоростью. Удельная мощность плазменной дуги достигает 10^5 – 10^6 Вт/см², в случае плазменной струи – 10^3 – 10^4 Вт/см² [154]. В то же время тепловой поток,

если это необходимо, может быть рассредоточен, обеспечивая «мягкий» равномерный нагрев поверхности, что используется при наплавке и нанесении покрытий. Плазменные технологии применяются в различных областях, где возникает необходимость соединить различные материалы или целенаправленно изменить их поверхностные свойства

Обработку плазмой *дугового разряда* осуществляют с помощью специальной горелки, в которой дуговой разряд возникает в узком электрически нейтральном канале между двумя электродами. Вдоль столба дуги пропускают газ, который в зоне разряда ионизируется, приобретает свойства плазмы и выходит из горелки в виде ярко светящейся струи, имеющей температуру около 15 000 °С. В качестве рабочего газа наиболее часто используют гелий, аргон, водород, азот или их смеси (например, 80 % N₂ и 20 % H₂) [155].

При использовании *индукционного разряда* нагрев газа и образование плазмы осуществляется за счет безэлектродного (высокочастотного или сверхвысокочастотного индукционного разряда) [156].

Плазменная обработка дает очень широкий спектр возможностей для модифицирования поверхностей. Различают плазменное модифицирование и плазменное напыление. По эффективности упрочняющей обработки металлической поверхности инструмента и деталей машин плазменные технологии не уступают лазерным. Они имеют более высокие коэффициенты использования электрической энергии – до 80 %, осуществляются на более дешевом (в десятки раз) оборудовании, а также потребляют меньше материально-энергетических ресурсов при эксплуатации.

Особый интерес представляет применение *импульсных плазменных* методов обработки, которые по своей эффективности не уступают, а зачастую превосходят лазерные, электронно-лучевые и другие методы. Модифицирование поверхности материалов с использованием высокоэнергетических импульсно-плазменных пучков позволяет значительно повысить физико-механические свойства тонкого (до 100 мкм) поверхностного слоя. С целью формирования мощных плазменных импульсов применяются технологии, основанные на электрическом взрыве фольги [157], сжатии плазменных потоков за счет взаимодействия тока импульсного электрического разряда с собственным азимутальным магнитным полем в вакууме (компрессионная плазма) [158], с помощью газоразрядного квазистационар-

ного горения специально подобранных газовых смесей в нестационарных детонационных режимах [159]. Технология и оборудование для импульсно-плазменного упрочнения обрабатываемого инструмента сегодня используется в производстве массовой металлургической продукции. Упрочняются только рабочие поверхности инструмента, что решает проблемы повышения его износостойкости без изменения структурного состояния материала всего изделия. Промышленное внедрение импульсно-плазменной технологии подтверждает ее эффективность. Работоспособность инструмента после такого упрочнения повышается в 2–4 раза [160].

Недостатком импульсных плазменных методов является низкая производительность и сложность их практической реализации, что связано с необходимостью функционирования в условиях либо пониженного давления окружающей среды, либо, наоборот, в условиях детонационного горения горючих смесей при давлениях, значительно превышающих атмосферное, что требует создания специальных камер – вакуумных или реакционных.

К *гальваническим методам* относятся технологии электрохимического осаждения металлов из электролита, содержащего соли этого металла, и анодное микродуговое оксидирование, применяемое для создания оксидокерамических покрытий на изделиях из вентильных металлов и их сплавов [161]. Оба процесса являются электрохимическими процессами обработки материалов заготовки. Такие свойства поверхности, как антикоррозионная защита, внешний вид, электрические свойства, износостойчивость, шероховатость, способность к пайке и другие, можно значительно усовершенствовать при помощи нанесения тонкого слоя металла или оксидной пленки. Толщина данного слоя может варьироваться от одного до нескольких сотен микрон. Можно наносить один слой или комбинацию нескольких слоев. Технологии обеспечивают хорошую адгезию формируемого покрытия к основе, однако их применение ограничено требованиями экологии.

Методы *ударно-силового* воздействия включают технологию ультразвуковой обработки [162], применяемую в основном для получения ФГМ путем шаржирования металлической основы абразивным порошком, а также технологию магнитно-импульсного прессования порошков [163].

На основе анализа существующих импульсных электрофизических методов в качестве наиболее эффективных и перспективных для промышленного применения при получении ФГМ выбраны электроимпульсные, импульсные лазерные и импульсные плазменные методы. Эти методы имеют сходный принцип генерирования электрических импульсов и позволяют обеспечить формирование пространственного и поверхностного градиента, как при получении порошковых материалов, так и при модифицировании свойств однородных компактных материалов.

1.5.1. Методы электроимпульсного воздействия

В последнее время становится все более очевидно, что высокая температура спекания порошков многих материалов, используемых в современной промышленности, приводит к высокой энергоемкости применяемого технологического оборудования. Используемые в настоящее время методы активации процесса спекания порошковых материалов, заключающиеся, как правило, либо в воздействии высоких давлений и температур в процессе получения или формования порошка, либо путем введения в порошок легкоплавких добавок, имеют низкую производительность и малую эффективность.

Перспективным методом активации процесса спекания является прямое пропускание через порошок электрического тока с помощью электродов-пуансонов. Комбинированное воздействие электрической энергии и механического давления позволяет осуществлять одновременное прессование и спекание порошка в отличие от традиционных технологических процессов порошковой металлургии с раздельным выполнением этих операций. Достоинство метода – получение за одну технологическую операцию полностью спеченного изделия необходимой формы с однородной плотностью. Малая длительность и высокая эффективность процесса позволяет успешно спекать на воздухе порошки активных и тугоплавких материалов, а также избежать фазовых превращений при спекании композиционных материалов. Поэтому прямое пропускание электрического тока через порошок является наиболее простым и экономичным методом спекания по сравнению с косвенным нагревом порошка за счет различных специфических явлений, создаваемых электрическим током.

Методы получения порошковых материалов с помощью прямого электроимпульсного воздействия уже получили признание как наиболее перспективные для получения материалов с уникальными свойствами и имеют хорошие перспективы широкого внедрения в промышленность ввиду экономичности, экологичности, возможности автоматизации, высокой производительности. Используя эти методы, можно получать как высокоплотные, так и проницаемые высокопористые объекты на основе широкой номенклатуры порошков различного химического состава, формы и дисперсности, легко управлять структурными характеристиками и физико-механическими свойствами получаемых изделий, что важно при получении ФГМ.

Одним из наиболее эффективных современных методов спекания порошков с помощью пульсирующих токовых импульсов является электроразрядное спекание (ЭРС) и такие его аналоги, как Rapid Hot Pressing (RHP), Field Assisted Sintering Technique (FAST) или Spark Plasma Sintering (SPS). Все они основаны на приложении к порошку, находящемуся в закрытой матрице, давления прессования с одновременным пропусканием серий низковольтных, сильноточных импульсов электрического тока, проходящего через электроды-пуансоны, матрицу и/или порошок (рис. 1.10).

Прямое пропускание электрического тока позволяет получать очень высокие скорости нагрева и охлаждения, создающие предпосылки для высокоскоростной консолидации порошка. При этом выделяемая в виде тепла мощность концентрируется не во всем объеме порошка, а только там, где требуется энергия для процесса спекания – в точках контакта частиц порошка, что препятствует росту зерна и подавляет нежелательные процессы синтеза в материале порошка. Для активных на воздухе материалов при спекании может быть использована защитная атмосфера (аргон) или вакуум. Решающую роль в достижении желаемого эффекта играют форма, длительность и интервал между импульсами, а также длина серии импульсов и межсерийный интервал. Длительность единичного импульса составляет несколько миллисекунд при длине серии импульсов от нескольких секунд до десятков минут (рис. 1.11). Считается, что такие параметры процесса способствуют образованию искровых микроразрядов между частицами порошка, тем самым ускоряя процесс спекания.

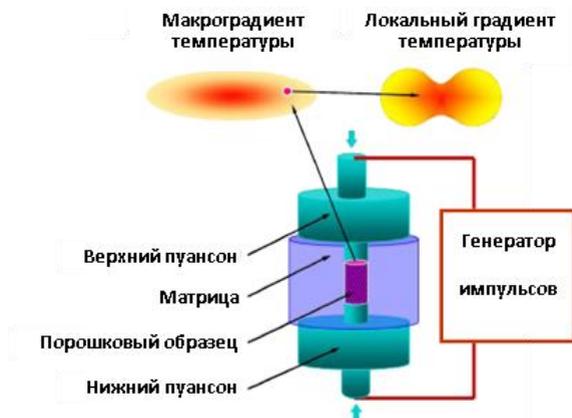


Рис. 1.10. Схема SPS и вызванные импульсным током градиенты температуры: макроскопические по радиусу образца и локальные между частицами [43].

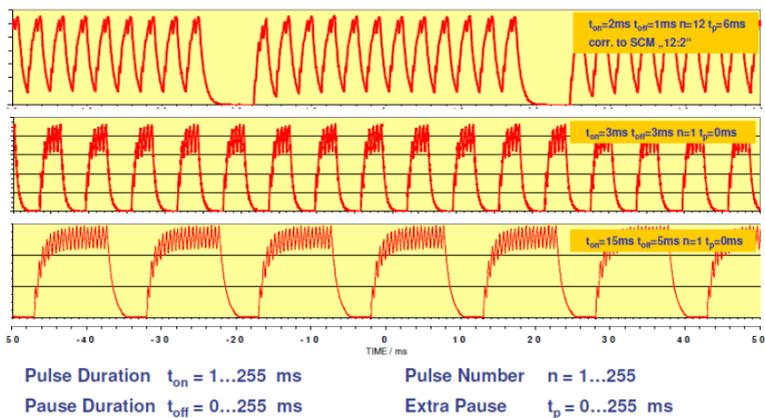


Рис. 1.11. Форма импульсов тока в процессе SPS [164]

В процессе SPS проявляются две группы физических явлений: тепловой и электрической природы – «полевой эффект» [43]. Тепловые явления включают:

- 1) высокие скорости нагрева, которые обеспечивают повышенную спекаемость порошковых систем;
- 2) высокие локальные температурные градиенты, обеспечивающие условия тепловой диффузии;

3) сильно неоднородные локальные температурные распределения, которые вызывают локальное плавление в областях межчастичных контактов;

4) сильно неоднородные макроскопические распределения температуры, которые создают тепловые напряжения, усиливающие ползучесть дислокаций.

Электрические явления включают:

1) электромиграцию и усиленную диффузию в ионных проводниках;

2) механизмы электропластичности;

3) пондеромоторные силы;

4) электромагнитный пинч-эффект;

5) диэлектрический пробой оксидных пленок и образование дефектов на границах зерен.

Большинство исследований метода SPS основаны на экспериментальных попытках получить различные системы порошковых материалов. Теоретические модели, способные обеспечить понимание возникновения и управление градиентом температур при SPS, из-за сложной природы различных явлений, участвующих в процессе, до настоящего времени отсутствовали, было предпринято лишь относительно небольшое количество попыток моделирования. Один из наиболее важных вопросов, какие факторы обеспечивают ускоренное уплотнение и во многих случаях ограниченный рост зерна при SPS, все еще остается без ответа.

Существует несколько теоретических моделей протекания процесса SPS. В модели SPS, предложенной авторами [165], рассматривается совокупность частиц металлического порошка с оксидным слоем на поверхности (рис. 1.12). Толщина оксидных пленок, давление прессования и размер частиц оказывают влияние на электрический ток на начальной стадии спекания. Вначале ток протекает через узкие области контакта между частицами порошка. Электрическое напряжение на контактах увеличивается, причем величина локального напряжения оценивается примерно в 10^3 – 10^4 раз больше по сравнению с номинальным напряжением генератора. Дополнительные эффекты, такие как неоднородное распределение межчастичных контактов, могут привести к уменьшению их числа и еще более высоким значениям локальных напряжений, достаточным для генерации искровых электрических разрядов.

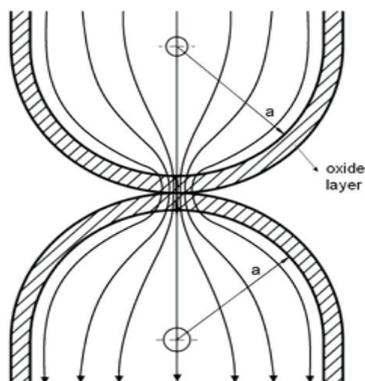


Рис. 1.12. Модель частиц металлического порошка с оксидным слоем [165]

Давление, прикладываемое к электродам-пуансонам, обычно составляет от 10 до 100 МПа. Благодаря небольшой площади контактов между частицами локальное давление может увеличиваться в сотни раз, теоретически достигая величин от 10^3 до 10^4 МПа, в результате чего оксидные слои на поверхности частиц разрушаются, образуя прямые контакты металл-металл. При этом сопротивление порошка резко падает, а ток в контактных зонах мгновенно увеличивается, приводя к их быстрому нагреву. Повышение температуры приводит к появлению все большего числа вакансий и дислокаций, диффузии, снижению предела текучести и т. д.

Внешнее давление сильно влияет на диффузионные процессы на ранних стадиях спекания. Для размеров частиц от 1 до 100 мкм скорость уплотнения может быть в 10^3 – 10^4 раз выше по сравнению со спеканием без давления. Как следствие, температуры, требуемые для полного уплотнения, могут быть на 100–300 К ниже. На поздних стадиях спекания, когда усадка практически заканчивается, остаточная пористость (менее 5 %) образуется порами, первоначально связанных с границами зерен (рис. 1.13, а). По мере роста зерен поры могут казаться изолированными внутри зерен (рис. 1.13, б).

Для полного устранения остаточной пористости – «залечивания» пор, также необходимо приложение внешнего давления, под действием которого материал достигает «квазивязкого» состояния из-за высокой плотности дислокаций и вакансий. Предполагается, что зале-

чиванию пор также способствует скольжение граней, поскольку этот процесс идет с большей скоростью, чем диффузия, контролируемая вакансиями.

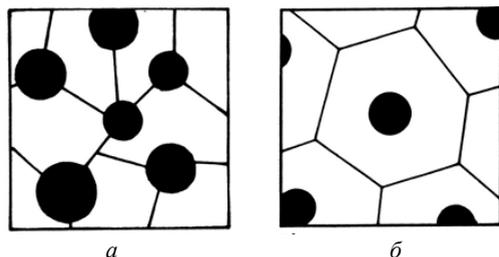


Рис. 1.13. Изолированные поры на поздней стадии спекания:
а – поры, связанные с границами зерен, *б* – поры внутри зерен [165]

Для полного устранения остаточной пористости – «залечивания» пор также необходимо приложение внешнего давления, под действием которого материал достигает «квазивязкого» состояния из-за высокой плотности дислокаций и вакансий. Предполагается, что залечиванию пор также способствует скольжение граней, поскольку этот процесс идет с большей скоростью, чем диффузия, контролируемая вакансиями.

Согласно другому представлению [166] искровой электрический разряд обладает рядом особенностей. В процессе искрового разряда одновременно с резким возрастанием разрядного тока напряжённость электрического поля в промежутке между частицами в течение микросекунд падает от нескольких десятков кВ/см в момент пробоя до сотен В/м, то есть ниже напряжения затухания разрядов, что приводит к их прекращению. Затем разность потенциалов между электродами вновь нарастает, достигает напряжения зажигания искрового разряда и процесс повторяется. Частота следования искровых разрядов задается параметрами генератора и электрической цепи. Образование стримеров (ионизированных каналов) и их расширение сопровождается возникновением ударных волн.

Импульсный ток при протекании через частицы порошка в пресс-форме приводит к двум принципиально разным тепловым эффектам:

а) при наличии омических контактов между частицами, ток между ними вызывает нагрев порошка за счет джоулева тепла;

б) при отсутствии омического контакта на границах раздела частиц порошка в них накапливается электрический заряд, при достижении критического значения которого между частицами возникает искровой разряд, являющийся источником разрядной плазмы, что, в итоге, вызывает интенсивное кратковременное нагревание разрядного промежутка до 7 000–10 000 К.

Таким образом, указанные процессы обеспечивают возникновение кратковременных (мерцающих) локальных температурных градиентов, являющихся источниками термодиффузии, стимулирующей интенсивное спекание порошка.

При возникновении искровых разрядов за счет создания разрядной плазмы в промежутке между частицами порошка температура повышается до нескольких десятков тысяч градусов Кельвина. Возникающие температурные градиенты, достигающие 10^6 – 10^8 К/см, вызывают мощные термодиффузионные потоки атомов в область контакта частиц и обеспечивают жидкофазное спекание частиц (рис. 1.14). Пунктирные стрелки показывают направление движения ионов из горячей части образца в холодную, сплошные стрелки – движение приповерхностных ионов в область с максимальной кривизной поверхности частиц, заштрихованная область указывает место скопления приповерхностных диффундирующих атомов.

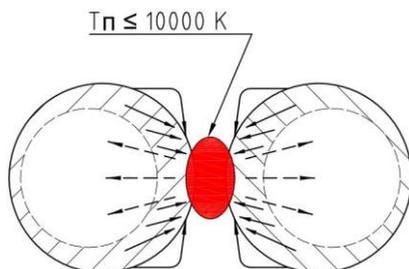


Рис. 1.14. Модель формирования жидкофазного контакта между двумя частицами порошка [166]

Проведенные авторами расчеты показывают, что при спекании порошка оксида циркония с размером частиц 1 мкм при величине температурного градиента между центром плазменного пучка и периферией частиц 10^7 К/см, длительности импульсов тока 0,25 мс

и частоте следования импульсов 141 Гц время образования пористого каркаса составит 20 минут.

Вторая стадия спекания приводит к минимизации пористости каркаса, возникшего в результате спекания частиц порошка и роста контактов между ними. На рис. 1.15 представлена модель части пористого каркаса, в центре которого расположена сферическая пора с размером $d_{\text{п}}$. Поскольку электрическая прочность газа гораздо меньше электрической прочности твердой фазы материала частиц, внутри пор развиваются искровые разряды, приводящие к интенсивному разогреву поверхности материала, прилегающей к поре. По оценкам авторов температура этих слоев может достигать нескольких тысяч градусов, стимулируя появление термодиффузионных потоков вещества в пору $J_{\text{п}}$ и в объем каркаса $J_{\text{к}}$.

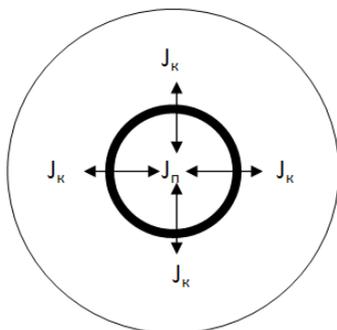


Рис. 1.15. Модель растворения поры в зерне под действием частичных разрядов [166]

Так как перенос тепла газом во много раз хуже, чем любым твердым телом, то применительно к рассматриваемой модели поток вещества в пору $J_{\text{п}}$ будет намного превосходить встречный поток $J_{\text{к}}$, обеспечивая интенсивное зарастание поры. Рассчитав число ионов, необходимое для заполнения объема поры, авторами установлено, что время, необходимое для ее залечивания, составит 10 минут. Таким образом, полученное суммарное время образования каркаса и залечивания пор составило около 30 минут, что удовлетворительно согласуется с экспериментальными данными.

Большинство существующих теоретических моделей не учитывает тепловых и электрических явлений, вызванных спецификой SPS. Разработанная модель процесса SPS с учетом явления тепловой диффузии [43] включает в себя три механизма массопереноса, способствующих уплотнению: 1) поверхностное натяжение и внешнее давление, обусловленное зернограничной диффузией; 2) поверхностное натяжение и внешнее давление, приводимое в действие дислокационной ползучестью; 3) температурная градиентная диффузия межзеренных границ.

Показано, что массоперенос, связанный с миграцией ионов под воздействием импульсов электрического тока, может являться значительным компонентом ускорения диффузии. Электромиграция, наряду с напряжениями, возникающими в контактных зонах под действием поверхностного натяжения, оказывает большое влияние на усадку при спекании. Высокие скорости нагрева повышают спекаемость порошковых компактов путем подавления механизмов поверхностной диффузии на ранних стадиях спекания, а также способствуют ограничению роста зерна. В SPS, в отличие от традиционных методов спекания порошка, высокие локальные температурные градиенты могут спровоцировать дополнительные движущие силы для консолидации.

Предложенная модель концентрируется на рассмотрении усиления роли в консолидации порошка высоких локальных температурных градиентов, обеспечивающих условия тепловой диффузии. Рассмотрена микромеханическая модель порошкового компакта, элементарная ячейка которого (рис. 1.16) состоит из простых упакованных прямоугольных зерен с полуосями a и c и эллиптических пор с полуосями a_p и c_p , расположенных на границах зерен. Градиенты температуры и напряжений отличны от нуля вдоль границ зерен. Полученные теоретические результаты показывают возможность описания ускорения уплотнения и замедления роста зерна при высоких скоростях нагрева, которые используются во время SPS. Качественно показано, что высокие скорости нагрева минимизируют влияние процессов поверхностной диффузии, не способствующей уплотнению, и ускоряют уплотнение во время спекания из-за ранней активации механизмов диффузии по границам зерен и из-за уменьшения низкотемпературной стадии спекания, когда доминирует по-

верхностная диффузия. Продемонстрировано, что увеличение скорости усадки при высоких скоростях нагрева предполагает диффузию вакансий независимо от любого внутреннего параметра, кроме температуры.

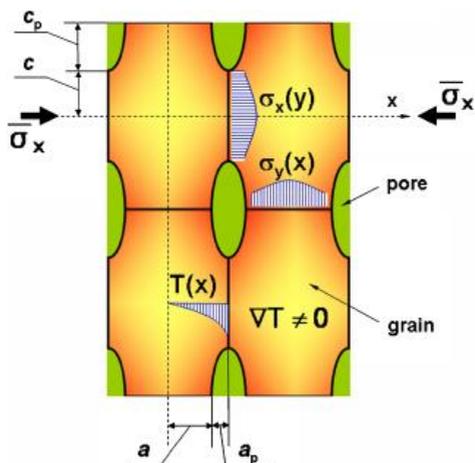


Рис. 1.16. Элементарная ячейка пористого компакта [43]

В отличие от скоростей нагрева, роль градиентов температуры в качестве независимых управляющих параметров, влияющих на поведение при спекании, может быть более значительной [167]. Это связано с эффектом термической диффузии, который вызывает градиенты концентрации в первоначально однородных двухкомпонентных системах при возникновении градиентов температуры. Результаты моделирования показывают, что эффект термической диффузии может быть значительным, особенно при малых размерах частиц. Его вклад значителен не только в случае свободного спекания, он конкурирует с вкладом дислокационной ползучести под воздействием внешнего давления прессования в определенных температурных диапазонах. Моделирование тепловой диффузии, включая предсказания модели для кинетики усадки, при сравнении с экспериментами по SPS демонстрируют хорошее качественное согласование. Имеющиеся некоторые количественные расхождения между моделью и экспериментальными данными могут быть объяснены отсут-

ствием учета ряда явлений, сопутствующих механизмам консолидации при SPS. Разработанная модель подходит не только для описания SPS, но применима для анализа любых быстропротекающих процессов спекания, таких как микроволновое спекание, динамическое горячее прессование, ЭИС и т. п. Однако для описания процесса SPS модель использует только один фактор тепловой природы – термическую диффузию, в то время как она является только одним из многих факторов, ответственных за усиление консолидации во время SPS. Таким образом, разработанная модель должна рассматриваться как часть более масштабных исследований по изучению различных явлений, возникающих в порошке при электроимпульсном воздействии.

Несмотря на обширные теоретические исследования в области ЭПС (SPS, FAST), имеется очень мало экспериментальных данных о том, что действительно происходит в процессе спекания. Авторы [43] ставят под сомнение роль предполагаемых электрических эффектов, таких как электрические микрозаряды, плазма, тепловая диффузия, электромиграция или электронный ветер, поскольку они не были доказаны экспериментально. Поэтому важным является измерение температуры в контактах между частицами порошка.

Попытки измерения температуры в контактах между частицами одним и тем же методом атомно-эмиссионной спектроскопии дали противоречивые результаты. В работе [168] получены спектры пространства между частицами при SPS ряда материалов, различающихся по электропроводности и физико-химическим свойствам. Линий характеристического излучения элементов спекаемых материалов, которые могли бы появиться при переходе вещества в плазменное состояние, не было обнаружено. На основании полученных результатов был сделан вывод, что определяющими факторами в формировании структуры спекаемых материалов являются термические эффекты, создаваемые импульсным электрическим током, и особенности взаимодействия отдельных частиц порошка (локальный разогрев межчастичных контактов). Данная работа была первой работой, в которой применялся метод атомно-эмиссионной спектроскопии для обнаружения возможного присутствия характеристического излучения элементов, входящих в состав спекаемого материала. В более поздней работе [169] применение данного метода позволило наблюдать характеристические линии спекаемого металла

и кислорода, из чего был сделан вывод о переходе вещества в плазменное состояние и удалении оксидов с поверхности частиц.

В свете этого анализа SPS, по-видимому, принципиально не отличается от традиционного горячего прессования, за исключением того, что прямое пропускание через материал электрического тока приводит к значительно более высокой скорости нагрева. При этом очевидны преимущества очень высоких скоростей нагрева, коротких по длительности циклов и низких температур спекания, которые достигаются с помощью SPS.

Наряду с классическими металлами и керамиками, растущее значение метод SPS приобретает как технология получения функциональной керамики, позволяющая добиться особых свойств материалов. Среди примеров можно назвать электрооптические, пьезоэлектрические, магнитные и другие функциональные материалы. Обширные исследования последних лет вылились в настоящую лавину публикаций в области SPS, что позволяет оценить потенциал данной технологии.

Одним из наиболее непосредственных применений SPS является спекание керамических материалов с высокой температурой плавления, например, таких как нитрид титана, оксид алюминия, карбид кремния. Получение изделий с относительной плотностью 95–98 % из порошка нитрида титана традиционными методами затруднено, т. к. для этого требуются давления порядка 1–10 ГПа и температура более 1 500 °С. Применение SPS позволило за 30 минут при давлении 30 МПа и температуре 1 850 °С получить относительную плотность изделий около 95 % [170]. Для полного уплотнения композиции $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ при горячем прессовании обычно требуются высокие температуры до 1 800 °С в течение нескольких часов. Из-за высоких температур и длительности спекания возможности ограничения роста зерна и управления микроструктурой материала ограничены. Авторами [171] методом SPS были получены образцы с относительной плотностью более 99,0 % для всех композитов $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-17 об.}\% \text{SiC}$ при температуре 1 550 °С. Неконтролируемый рост зерна является важной проблемой, определяющей механические характеристики прозрачной керамики из оксида алюминия или диоксида циркония. Преломление света является критическим фактором, приводящим к дисперсии, которая непосредственно связана с размером зерна керамики. По этой причине получение мелкозернистой прозрачной керамики Al_2O_3 в последнее время привлекает внимание благодаря своим

превосходным механическим и оптическим свойствам. Авторами [171] продемонстрировано, что можно получать прозрачные материалы из коммерческих порошков Al_2O_3 обычного качества путем SPS. Порошки, предварительно обработанные в плавиковой кислоте, спекали при 1 300–1 400 °С в течение 3 минут при приложенном давлении 80 МПа и скорости нагрева 100 °С/мин.

В связи с тем, что метод SPS позволяет производить уплотнение материалов при более низких температурах и более коротких временах, чем те, которые применяются, например, при горячем изостатическом прессовании, он идеально подходит для использования в функциональных материалах, требующихся в атомной энергетике. В работе [173] также сообщается об инкапсулировании диоксида плутония или двуокиси америция в кермет на основе вольфрама с использованием метода SPS.

Значительный потенциал метода SPS заключается в возможности получения очень плотных и тонких контактных зон в градиентных материалах при сохранении практически неизменной структуры материала исходных слоев в конечном изделии. Например, материалы с очень низким коэффициентом теплового расширения (КТР) представляют большой интерес для различных областей применения – от электротехники до авиастроения. Для получения такого рода материалов используют градиентные литиево-алюмосиликатные составы с положительным и отрицательным КТР фаз [174]. Однако спекание этих материалов для получения плотных керамических изделий довольно сложно [175] из-за узкого диапазона температур спекания и образования однородной стекловидной фазы. Решение этой проблемы было найдено с помощью метода SPS [176]. Обнаружено, что можно спекать композиты с близкой к теоретической плотностью, достигая более высоких значений прочности при более низких температурах, чем это требует обычное спекание. Спеченные градиентные композиты показали близкое к нулевому значению КТР в широком температурном диапазоне.

Подводя итог, можно сделать вывод, что ЭРС (SPS, FAST) является инновационной технологией, которая все шире применяется в получении наноструктурных, композиционных и градиентных материалов. Несмотря на достигнутые успехи, для ее широкого применения необходимо в ближайшее время решить такие проблемы, как обеспечение воспроизводимости процессов, увеличение прочности и

долговечности пресс-инструмента, работающего в экстремальных условиях, снижения издержек производства. Эта технология все еще находится на этапе разработки и требует дальнейших исследований для широкого внедрения в производство.

Близким к ЭРС по сути методом электроимпульсного воздействия является *метод ЭИС*, основанный на пропускании через электропроводный порошок мощного высоковольтного разряда с помощью генераторов импульсных токов. В настоящее время генераторы высоковольтных импульсов помимо прочего различают по применяемым в них накопителям энергии. Задачей накопителя энергии является обеспечение высокой импульсной мощности при сравнительно равномерной нагрузке сети электропитания. Накопитель характеризуется двумя функциональными параметрами: удельной запасаемой энергией и максимальной импульсной мощностью, т. е. способностью отдать запасенную энергию за короткий промежуток времени. Существуют три основные разновидности накопителей энергии: электромеханические, индуктивные и емкостные.

Электромеханические накопители запасают энергию с помощью вращающегося с большой скоростью массивного маховика, выполняющего функцию ротора в однофазном ударном генераторе. В нужный момент генератор преобразует механическую энергию маховика в электрический импульс. Несмотря на свою простоту, такие накопители не получили широкого распространения в технике из-за большой массы и габаритных размеров.

Индуктивные накопители [177] накапливают энергию магнитного поля индуктивного контура с током (рис. 1.17).

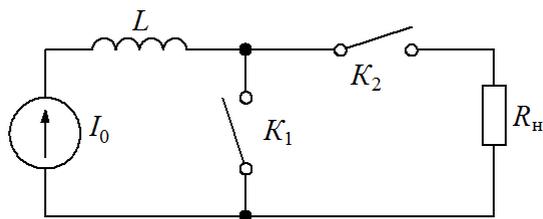


Рис. 1.17. Схема генератора импульсных токов на основе индуктивного накопителя энергии:

I_0 – низковольтный источник зарядного тока; L – катушка индуктивности; K_1 – разрядник; K_2 – прерыватель; R_n – активное сопротивление нагрузки

Индуктивные накопители заряжаются от низковольтных источников, запасаясь энергией за относительно длительное время и коротковременно разряжаясь на мощную нагрузку. При переключении индуктивного накопителя энергии на активную нагрузку ток должен оставаться постоянным независимо от изменения нагрузки внешней цепи, что обеспечивается его прерыванием за время, много меньшее времени вывода энергии в нагрузку. Индуктивные накопители позволяют запасать энергию в десятки мегаджоулей, имеют меньшие массу и габаритные размеры, однако для их использования и реализации их преимуществ помимо высокоточных разрядных устройств требуются мощные высокоскоростные прерыватели тока, выбор которых сильно ограничен. Протекание больших токов через катушки индуктивности вызывает их разогрев, требующий применения сложных систем охлаждения или использования сверхпроводящих элементов, а формирование сильных магнитных полей приводит к значительным механическим напряжениям в конструкции катушек.

Емкостные накопители запасают энергию электрического поля и относятся к числу наиболее доступных мощных источников импульсного тока. Классическим считается емкостной накопитель энергии, который при помощи высокоточного разрядного устройства передает накопленную энергию электрического поля в нагрузку. Главный элемент емкостного накопителя – конденсатор или конденсаторная батарея, которая характеризуется следующими параметрами: емкостью C , максимальным напряжением заряда U_{\max} , запасаемой энергией W , максимальным разрядным током I_{\max} , временем разряда t_p и собственной индуктивностью L . Запасаемая емкостным накопителем энергия является одним из наиболее важных параметров и может достигать сотен килоджоулей. Емкостные накопители энергии надежны в работе, обладают высокой эффективностью передачи накопленной энергии в нагрузку, допускают возможность изменения в широких пределах параметров импульса.

При ЭИС чаще всего используются генераторы с емкостными накопителями энергии (рисунок 1.8, *a*). Спекаемый электропроводный порошок 1 помещается в диэлектрическую матрицу 2 , ток подводится через электроды-пуансоны 3 , к которым прикладывается внешнее усилие для создания первичного электрического контакта между частицами порошка. Электрическая разрядная цепь представляет собой последовательный колебательный контур (рис. 1.18, *b*),

включающий емкость C , собственную индуктивность L и активное сопротивление R спекаемого порошка. При замыкании ключа K происходит разряд запасенной в емкости C энергии и ее выделение на реактивном L и активном сопротивлении R .

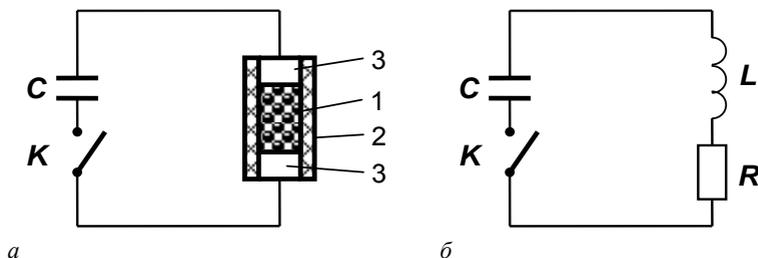


Рис. 1.18. Принципиальная схема (а) и эквивалентная разрядная цепь (б) ЭИС: 1 – порошок; 2 – диэлектрическая матрица; 3 – электроды-пуансоны; K – ключ; C – емкость; L – индуктивность; R – сопротивление

Генератор с емкостным накопителем характеризуется энергией W , передаваемой в разрядный контур

$$W = 0,5 CU^2, \quad (1.1)$$

где C – емкость, U – напряжение заряда накопителя.

Изменение амплитуды электрического тока имеет характер периодических затухающих во времени по экспоненциальному закону колебаний (рис. 1.19) с периодом

$$T = 2\pi\sqrt{LC}, \quad (1.2)$$

где L – индуктивность разрядного контура.

При ЭИС используется только непроводящая матрица из диэлектрического материала, т. к. кратковременные импульсы электрического тока, проходя через проводящий материал, не вызывают его разогрева, как в случае ЭРС. С одной стороны, это является преимуществом ЭИС, т. к. вся энергия электрического тока, идущая на спекание порошка, выделяется в виде тепла в контактных зонах между частицами, и не используется на разогрев матрицы. С другой сто-

роны, эта особенность не позволяет проводить спекание порошков диэлектрических материалов и затрудняет спекание порошков полупроводниковых материалов.

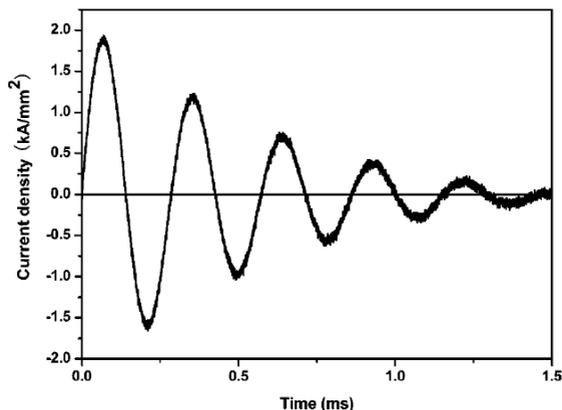


Рис. 1.19. Типичная форма кривой изменения тока в процессе ЭИС [133]

Длительность периода колебаний одного высоковольтного электрического импульса составляет 10^{-6} – 10^{-3} с, плотность тока 10^5 – 10^6 кА/м². Под действием импульса происходит разрушение оксидных пленок и локальное выделение энергии между частицами порошка в контактных зонах. Консолидация частиц осуществляется в результате возникновения в контактных зонах жидкой фазы, быстро затвердевающей с образованием межчастичных перешейков [123]. При этом осевое уплотнение порошка осуществляется с помощью электродов-пуансонов, а радиальное – силами магнитного поля, возникающего при прохождении импульсного электрического тока высоковольтного разряда (пинч-эффект) [178], которое обжимает спекаемый порошок в радиальном направлении (рис. 1.20).

Равномерность распределения плотности электрического тока по сечению, поперечному направлению его пропускания, определяется частотой собственного электромагнитного поля, при повышении которой наблюдается эффект вытеснения линий тока на поверхность образца, так называемый скин-эффект [179]. Прочность спеченной заготовки позволяет проводить последующие операции обработки давлением и резанием.

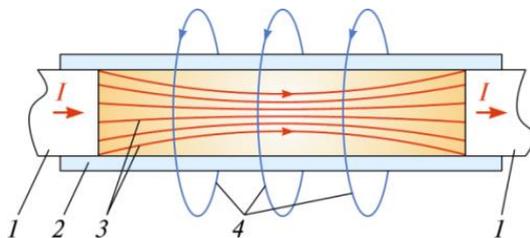


Рис. 1.20. Действие пинч-эффекта при ЭС:

1 – электроды-пуансоны; 2 – диэлектрическая матрица; 3 – линии электрического тока I в порошке; 4 – линии магнитного поля, порождаемого током I

Степень уплотнения порошка зависит от его свойств и энергосиловых параметров процесса ЭС. Существующие способы ЭС (рис. 1.21) отличаются друг от друга количеством пропускаемых через порошок импульсов электрического тока и от прикладываемого усилия прессования.



Рис. 1.21. Классификация способов ЭС

Для спекания порошка достаточно создать электрический контакт между частицами и пропустить через него один импульс тока, однако в этом случае полученное изделие характеризуется неоднородностью физико-механических и структурных свойств [123]. Второй и последующие импульсы одинаковой энергетики не оказывают существенного влияния на качество и размеры контактов между частицами, но приводят к разогреву и увеличению пластичности материала в объеме частиц порошка. При небольших усилиях прессования плотность получаемого изделия составляет 40–70 % от теоретической. Увеличить плотность можно за счет увеличения приложенного

к порошку статического нагружения. В условиях динамического нагружения, когда одновременно с импульсом тока прикладывают импульс давления, достигается плотность, близкая к теоретической.

ЭИС порошков представляет собой сложный физический процесс, связанный с неоднородным распределением тепловой энергии электрического тока по объему частиц порошка и формированием за счет выделившегося тепла межчастичных контактов. Анализ известных результатов исследований закономерностей процесса ЭИС порошков показывает, что значения параметров процесса, обеспечивающих требуемые свойства порошковых материалов, зависят от всего комплекса свойств исходного порошка. Для целенаправленного выбора режимов ЭИС, обеспечивающих получение изделий с требуемыми свойствами, необходимо установить связь между характеристиками исходных порошков, электрическими параметрами процесса и свойствами получаемых изделий. Поэтому при выборе режимов ЭИС для каждого нового вида порошка возникает необходимость проведения большого объема предварительных исследований с целью определения закономерностей его спекания. Для сокращения числа экспериментальных исследований были проанализированы известные и разработаны новые теоретические модели процесса ЭИС.

В ряде работ исследовались закономерности высоковольтного электрического разряда через порошковую заготовку [180–182] и определялись изменения тока, напряжения и активного сопротивления образца в процессе разряда. Получены соотношения для основных электрических параметров разрядной цепи, обеспечивающие различный характер зависимости тока и напряжения от времени [182]. В рамках подобной модели находит объяснение пинч-эффект, наблюдаемый при ЭИС металлических порошков и связанный с магнитными силами притяжения между параллельными линиями тока [180]. Общим недостатком известных моделей является то, что полученные уравнения являются неполными, так как они не описывают изменения активного сопротивления порошкового образца в процессе спекания. Для их дополнения вводятся приближенные феноменологические соотношения, описывающие изменение сопротивления во времени [183], что существенно ограничивает возможность использования модели для качественного описания процесса ЭИС. Кроме того, в рамках такого подхода невозможно корректно описать

процесс уплотнения порошкового материала при спекании, так как для этого используются уравнения уплотнения пористых тел, известные из задач холодного или горячего прессования порошков [182], при которых происходят иные физические явления.

В некоторых работах предприняты попытки теоретического описания процесса ЭИС на основе анализа закономерностей контактообразования. Так, в [183] предложена модель образования межчастичных контактов в процессе ЭИС. Установлено, что в зависимости от величины осевого усилия подпрессовки имеет место различный механизм контактообразования. При значениях нагрузки меньше или равной критической процесс протекает в три стадии: образование первичного мостика, расплавление металла вблизи от первичного контакта, рост шейки за счет смыкания отдельных расплавленных участков. Если же осевая нагрузка превышает критическое значение, то процесс протекает в одну стадию путем расплавления металла в зоне контакта и рост за его счет площади межчастичного контакта. Предложенная модель носит описательный характер и не позволяет установить количественные соотношения между параметрами электрического разряда и процессом контактообразования. Аналогичный характер процесса контактообразования при ЭИС порошков без приложения давления использован в работе [181]. Общим недостатком известных моделей является недостаточно полное описание кинетики процесса контактообразования при ЭИС.

При теоретических исследованиях закономерностей формирования межчастичных контактов особый интерес представляет оценка размеров области расплавления и скорости охлаждения расплава и определение возможности использования мощного электрического разряда для получения аморфной фазы в зоне контакта, необходимым условием чего, как известно, является охлаждение расплава со скоростью выше 10^6 К/с [182].

Для корректного количественного описания процесса контактообразования при высоковольтном электроимпульсном воздействии на порошок, находящийся в диэлектрической пресс-форме между двумя электродами-пуансонами и подпрессованный давлением P , разработана модель [121, 184–187], описывающая изменения параметров электроимпульсного воздействия, а также устанавливающая связь между характеристиками процесса контактообразования и значениями разрядного тока, напряжения и активного сопротивления

порошкового образца. Согласно этой модели в состоянии свободной насыпки порошок, частицы которого покрыты оксидной пленкой, является условно непроводящим, и спекание импульсом электрического тока невозможно, т.к. сила тока в порошковой насыпке будет очень мала и не может обеспечить расплавление металла и образование межчастичных контактов. Поэтому для эффективного осуществления спекания порошка его предварительно подпрессовывают давлением P , которое приводит к разрушению оксидной пленки, способствуя тем самым возникновению металлических контактов между частицами порошка и обеспечению требуемой электропроводности.

Вследствие того, что площадь поперечного сечения контактных участков значительно меньше площади диаметрального сечения частиц порошка, в соответствии с законом Джоуля-Ленца, основное количество тепла выделяется в областях межчастичных контактов, что приводит к частичному расплавлению материала порошка и формированию за счет капиллярных сил контактных мостиков в направлении пропускания тока (рис. 1.22).

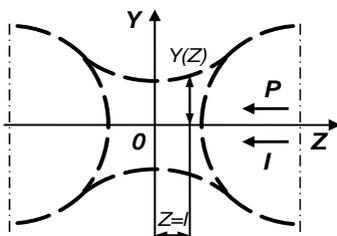


Рис. 1.22. Модель контакта между частицами порошка в направлении пропускания импульса электрического тока I и приложения давления P [123]

Следовательно, с течением времени в процессе высоковольтного электроимпульсного воздействия активное сопротивление порошковой заготовки $R(t)$ будет уменьшаться благодаря росту площади межчастичных контактов. Тогда общую электрическую схему процесса можно представить в виде разрядной цепи с переменным активным сопротивлением (рисунок 1.18, б), а изменение напряжения на порошковой заготовке описывается уравнением [188]:

$$\frac{d^2U}{dt^2} + \frac{R(t)}{L} \frac{dU}{dt} + \frac{U}{LC} = 0, \quad (1.3)$$

где $R(t)$ – активное сопротивление порошкового образца; C и L – соответственно емкость и индуктивность разрядной цепи; U – падение напряжения в цепи.

Начальные и граничные условия в данном случае можно записать в следующем виде:

$$U \Big|_{t=0} = U_0, \quad \frac{dU}{dt} \Big|_{t=0} = 0, \quad (1.4)$$

где U_0 – начальное напряжение.

Исследование закономерности распределения тепловой энергии, выделяющейся при прохождении импульса электрического тока в направлении оси z через перпендикулярный ей слой в общем случае анизотропного порошкового материала (рис. 1.23) показало, что выделенное количество теплоты dW_{1i} расходуется на нагрев и плавление материала порошка в зоне контакта dW_{2i} , нагрев всего объема частицы за счет рассеивания тепловой энергии dW_{3i} , нагрев оксидной пленки в контактной области dW_{4i} .

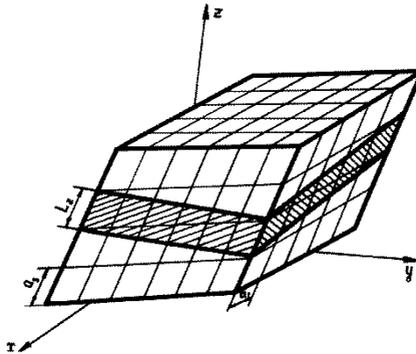


Рис. 1.23. Сечение порошкового материала, используемое для расчета электропроводности [123]

Уравнение баланса тепловой энергии для i -го межчастичного контакта записывается в следующем виде:

$$dW_{1i} = dW_{2i} + dW_{3i} + dW_{4i}. \quad (1.5)$$

Исходя из уравнений, полученных на основании расчетов по модели, величина падения напряжения в образце порошкового материала

$$U = \frac{h}{L_z} \Delta U_z, \quad (1.6)$$

а его электрическое сопротивление

$$R = \frac{h}{L_z} R_z, \quad (1.7)$$

где h – толщина образца порошкового материала; L_z – толщина элементарного слоя, выделенного перпендикулярно оси z ; ΔU_z – падение напряжения в выделенном слое, которое может быть выражено через падение напряжения на участках отдельных частиц порошка, R_z – электрическое сопротивление элементарного слоя.

Совместное решение уравнений (1.3), (1.6), (1.7) и уравнений, связывающих параметры модели с электрическими характеристиками исходных порошков, позволяет описать кинетику изменения падения напряжения в образце порошкового материала, его активного электрического сопротивления и размеров межчастичных контактов.

Так как формирование межчастичных контактов при электроимпульсном воздействии происходит за счет расплавления металла в контактной зоне и его последующего перемещения под действием механических, капиллярных и электромагнитных сил, сохранение устойчивой формы жидкометаллического контакта определяется уравнением Эйлера-Лагранжа, выведенном для рассматриваемого процесса в работе [189]. Решение этого уравнения позволило рассчитать форму межчастичного контакта и определить значения электрического сопротивления модельных проводников, что совместно с приведенными выше уравнениями позволило рассчиты-

вать закономерности контактообразования в процессе электроимпульсного воздействия [190].

По полученным уравнениям проведено моделирование процесса формирования межчастичных контактов и изменения свойств порошковых материалов в зависимости от параметров электроимпульсного воздействия. В качестве модельного материала был выбран порошок титана со средним размером частиц $D = 180$ мкм, высота насыпки составляла 15 мм, диаметр – 20 мм. Индуктивность электрической цепи была $L = 2 \cdot 10^{-7}$ Гн, емкость $C = 600$ мкФ. Рассчитанная зависимость падения напряжения на порошковом образце от времени в процессе разряда представляет собой затухающую периодическую функцию с периодом примерно 70 мкс, причем за первый полупериод амплитуда напряжения снижается в 2,4 раза, а в течение периода – в 3,4 раза [123].

Показано, что колебательный характер изменения падения напряжения обуславливает соответствующее изменение размеров межчастичных контактов в процессе пропускания импульса электрического тока (рис. 1.24, а). Когда напряжение велико, то наблюдается ускоренный рост размеров контактных шеек, когда же в процессе колебаний значение U приближается к нулю, существенно снижается скорость роста контактов. Вследствие неравномерного распределения напряжения и давления по различным направлениям в спекаемом материале имеет место различная скорость роста межчастичных контактов в направлениях трех осей неортогональной системы координат. Это обуславливает анизотропию свойств полученных изделий.

Результаты моделирования показали, что максимальную прочность спеченный материал имеет в направлении пропускания импульса тока (рис. 1.24, б). Причем характер увеличения величины временного сопротивления при растяжении в процессе спекания аналогичен характеру изменения размеров межчастичных контактов.

Анализ данных зависимостей показал, что при времени электроимпульсного воздействия свыше 35 мкс скорость изменения свойств порошкового материала существенно снижается, что говорит о завершении их формирования уже после одного полупериода колебаний амплитуды напряжения.

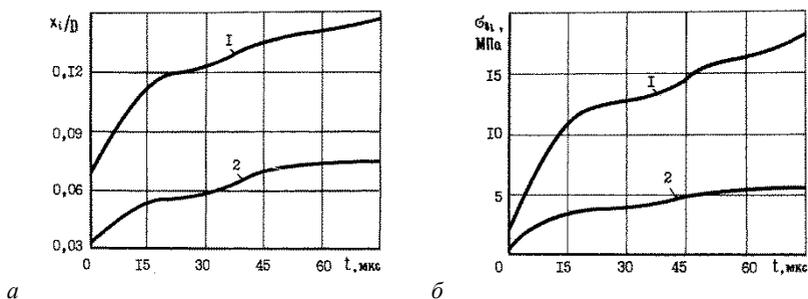


Рис. 1.24. Зависимость роста относительного размера (а) межчастичных контактов и прочности при растяжении (б) от времени для различных направлений пропускания импульса электрического тока [123]:
1 – в направлении пропускания; 2 – в поперечном направлении

Аналогичный вид имеют зависимости от времени тепловой энергии, выделяемой в процессе электроимпульсного воздействия, и относительной пористости получаемого порошкового материала (рис. 1.25). Установлено, что свойства полученных изделий зависят не только от продолжительности импульса, но и амплитуды изменения падения напряжения или связанной с ней величиной энергии импульса.

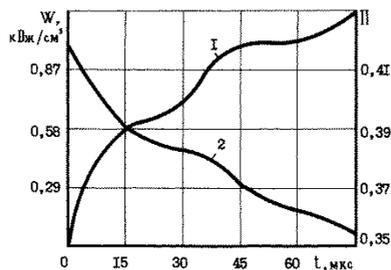


Рис. 1.25. Зависимость выделяемой в порошковом материале плотности тепловой энергии (1) и его относительной пористости (2) от времени пропускания импульса электрического тока [123]

В результате изучения закономерности влияния механического давления, капиллярных и электромагнитных сил на форму и устойчивость жидкометаллического контакта установлено [191, 192], что если силы внутреннего гидростатического давления жидкого металла превосходят удерживающие капиллярные и электромагнитные

силы, то происходит вытекание жидкого металла из контактной зоны на поверхность частицы порошка, вследствие чего уменьшается площадь межчастичного контакта и механическая прочность спеченного материала.

Результаты моделирования зависимости относительного размера контактов от давления прессования для сферического порошка титана (рис. 1.26, *а*) показали [123], что при заданной энергии разряда максимальное значение x/D достигается при $P = 9-10$ МПа. Аналогичные зависимости получены для пористости и временного сопротивления при растяжении в направлении пропускания импульсов тока (рис. 1.26, *б*). Таким образом, для получения порошкового материала с наибольшей механической прочностью при заданной энергии разряда в процессе электроимпульсного воздействия на модельный порошок титана целесообразно использовать давление прессования $P = 9-10$ МПа.

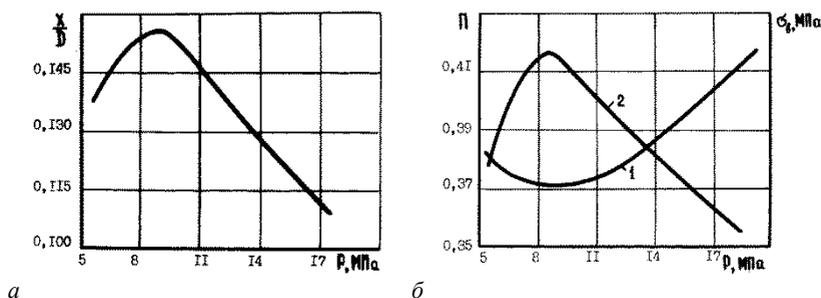


Рис. 1.26. Зависимость относительного размера межчастичных контактов (*а*), относительной пористости и предела прочности при растяжении (*б*) порошкового материала от давления прессования [123]:

1 – относительная пористость, 2 – предел прочности при растяжении

Теоретическая модель распределения электромагнитного поля при высоковольтном электроимпульсном воздействии [193] позволяет получить соотношения для расчёта технологических режимов, обеспечивающих заданную радиальную усадку находящегося в диэлектрической пресс-форме порошка с учётом влияния пинч- и скин-эффектов. Показано, что давление, действующее со стороны электромагнитного поля при ЭИС, существенно влияет на радиальную

усадку образцов порошкового материала, которая определяется соотношением между давлением прессования и электромагнитным давлением, а также энергией и длительностью импульса. Отрицательным результатом воздействия электромагнитного давления, возникающего в результате пинч-эффекта, является то, что наблюдаемая радиальная усадка порошка может приводить к искажению формы боковой поверхности спекаемого образца. Избежать влияния данного эффекта можно, выбрав осевое давление прессования P_{oc} таким, чтобы усредненное электромагнитное давление равнялось боковому давлению порошка на стенки жесткой пресс-формы:

$$P_{oc} = \frac{2}{\xi R^2} \int_0^R rP(r)dr \quad (1.8)$$

где ξ – коэффициент бокового давления для порошка титана; r – текущий радиус образца цилиндрической формы; $P(r)$ – распределение электромагнитного давления по радиусу образца.

Возникающий в условиях протекания через порошок сильноточного колебательного импульса высокой частоты скин-эффект оказывает влияние на равномерность распределения разрядного тока по площади спекаемого образца, приводя к возникновению градиента плотности по его радиусу. Величина градиента плотности зависит не только от частоты электрического импульса, но и от электропроводности материала, которая может в значительной мере изменяться в ходе электроимпульсного воздействия.

Установлено, что кроме основных электрических параметров ЭИС – электрического сопротивления порошка, энергии, длительности и количества импульсов электрического тока, на протекание процесса ЭИС большое влияние оказывает такой механический параметр, как давление прессования [194, 195]. При приложении давления прессования в контактах частиц возникают нормальная и тангенциальная нагрузки, приводящие к контактному сжатию и сдвигу материала на поверхности частиц. В результате происходит нарушение поверхностных адсорбционных слоев и оксидных пленок. В процессе приложения давления прессования изменяются количество, размеры и качество контактов, приводящие к изменению удельного электросопротивления порошка. Его значение в значительной степени определяет

кинетику последующего ЭИС, а также повторяемость условий спекания и стабильность свойств получаемых изделий.

Для целенаправленного выбора режимов электроимпульсного воздействия, обеспечивающих получение порошковых изделий с требуемыми свойствами, установлена связь между характеристиками исходных порошков, электрическими параметрами процесса и свойствами получаемых изделий [196, 197]. При этом особый интерес представляет оценка размеров области расплавления, определение скорости охлаждения расплава и требуемых технологических параметров процесса в зависимости от заданных размеров контакта между частицами спекаемого порошка. Показано, что в результате прохождения мощного импульса электрического тока через насыпку металлического порошка происходит локализованное тепловыделение в местах соприкосновения частиц, расплавление прилегающих зон и образование межчастичных контактов. При этом кратковременный (длительность импульса составляет 10^{-5} – 10^{-4} с) локализованный разогрев приконтактных зон сменяется интенсивным теплоотводом вглубь частицы порошка и быстрым охлаждением расплава.

При рассмотрении нагрева и охлаждения отдельной сферической частицы порошка за счет джоулевой энергии были сделаны следующие упрощающие предположения:

- размер зоны расплавления мал по сравнению с диаметром частицы, так что процессы теплообмена в отдельных контактных зонах можно считать независимыми;
- энерговыделение равномерно распределено между всеми имеющимися контактами частиц

$$q = \frac{Q_o}{N_o}, \quad (1.9)$$

где Q_o – энергия разряда, N_o – общее число контактов в насыпке;

– число контактов на одну частицу одинаково для всех частиц и вычисляется в зависимости от пористости насыпки по формуле Еремеева [198].

Таким образом, задача нагрева частицы за счет электрического разряда сводится к нагреву в течение времени разряда t_p зоны контакта поверхностным источником мощностью $P = q/t_p$.

Разработанная математическая модель теплообмена в частицах порошка при мощном электроимпульсном воздействии при наличии зон плавления и отвердевания была использована при моделировании процесса на компьютере. В результате компьютерного моделирования [123, 199, 200] получена физическая картина нагрева частицы порошка при высоковольтном электроимпульсном воздействии (рис. 1.27). Показано изменение температуры вглубь от контактной поверхности частицы через 10, 20 и 50 мкс после начала воздействия при удельной энергии разряда $7,5 \cdot 10^4$ Дж/кг. Как видно, температура нагрева контактной поверхности за короткое время достигает 3 000 °С. Температурное поле имеет резко выраженную неоднородность, на протяжении 50 мкм температура материала частицы падает практически до комнатной. При этом глубина зоны расплавления с температурой выше температуры плавления титана (1 670 °С) составляет до 7,5 мкм.

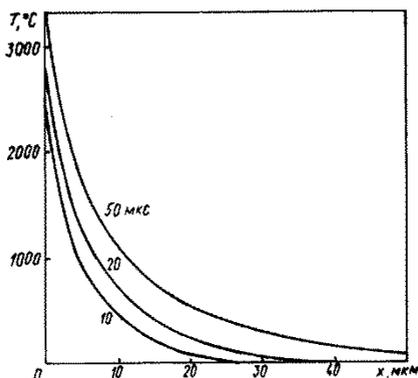


Рис. 1.27. Изменение температуры вглубь частицы через 10, 20 и 50 мкс после начала высоковольтного электроимпульсного воздействия [123]

Компьютерное моделирование позволяет определить технологические параметры электроимпульсного воздействия в зависимости от желаемых размеров контакта между частицами спекаемого порошка [123]. Установлено, что глубина зоны расплавления резко возрастает с увеличением энергии (рис. 1.28, а) и уменьшается с увеличением длительности (рис. 1.28, б) электроимпульсного воздействия.

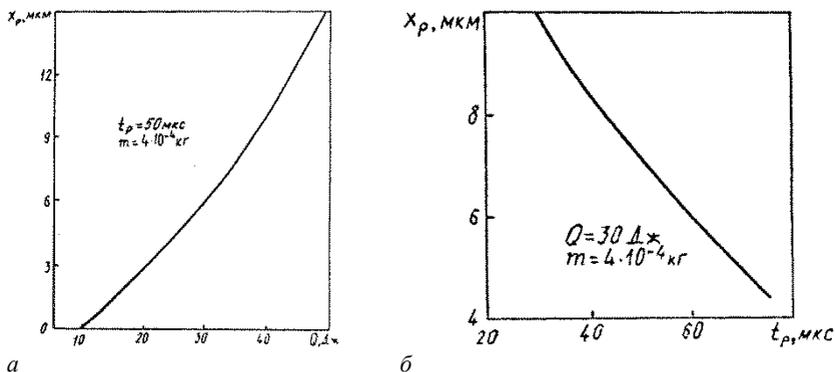


Рис. 1.28. Зависимость глубины зоны расплавления от энергии (а) и длительности (б) высоковольтного электроимпульсного воздействия [123]

Проведенное компьютерное моделирование процесса охлаждения частицы показало (рис. 1.29), что скорость охлаждения непосредственно после прекращения электроимпульсного воздействия достигает 10^8 К/с и на протяжении порядка 10 мкс превышает 10^6 К/с. Всего за 10 мкс весь объем расплава охлаждается до температуры кристаллизации. При такой скорости охлаждения весьма высока вероятность образования аморфной фазы в зоне контакта частиц металлического порошка [201].

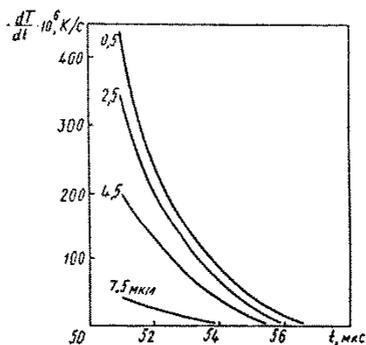


Рис. 1.29. Зависимость скорости охлаждения расплава от времени на расстоянии 0,5–7,5 мкм вглубь частицы после окончания высоковольтного электроимпульсного воздействия [123]

При высоковольтном электроимпульсном воздействии необходимым является наличие прочной границы между компактными и порошковыми слоями, что очень важно при получении ФГМ. В результате компьютерного моделирования [190, 202, 203] была получена физическая картина нагрева плоской зоны компактного слоя при образовании контакта диаметром d_k с частицей порошка диаметром D порошкового слоя (рис. 1.30).

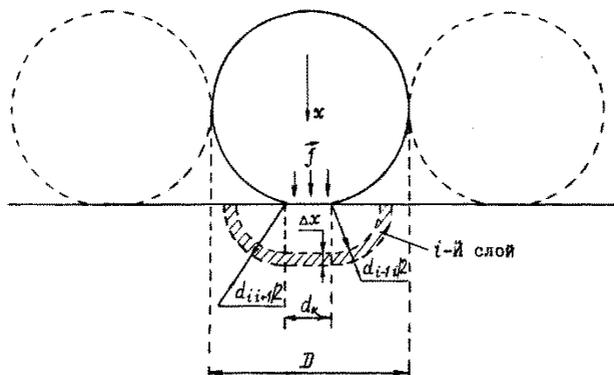


Рис. 1.30. Расчетная схема нагрева плоской зоны компактного слоя при образовании контакта с частицей порошка порошкового слоя [123]

Проведенный расчет изменения температуры вглубь от поверхности компактного слоя через 50 мкс после начала высоковольтного электроимпульсного воздействия при удельной энергии разряда $7,5 \cdot 10^4$ Дж/кг (в расчете на порошковый слой) и его длительности 50 мкс показал (рис. 1.31), что компактный слой разогревается значительно слабее порошковой частицы (прерывистая линия), что объясняется большей площадью теплоотвода. Соответственно, значительно меньше и глубина зоны расплавления (рис. 1.32) компактного слоя при одной и той же энергии высоковольтного электроимпульсного воздействия по сравнению с зоной расплавления порошковой частицы (прерывистая линия), что косвенно подтверждает недостаточное обеспечение прочности соединения порошкового слоя с компактным. Можно предположить, что высокая скорость нагрева и охлаждения расплава должна отрицательно сказываться на качестве контактов между частицами порошка, а также на качестве контактов

порошкового слоя с компактным слоем, поэтому поиск способов управления тепловыделением в межчастичных контактах при высоковольтном электроимпульсном воздействии является важной задачей.

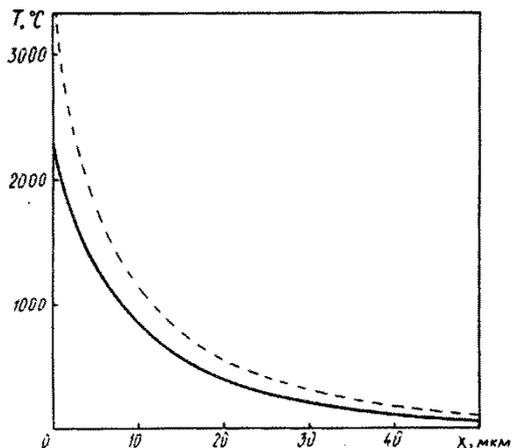


Рис. 1.31. Изменение температуры вглубь от поверхности компактного слоя через 50 мкс после начала высоковольтного электроимпульсного воздействия [123]

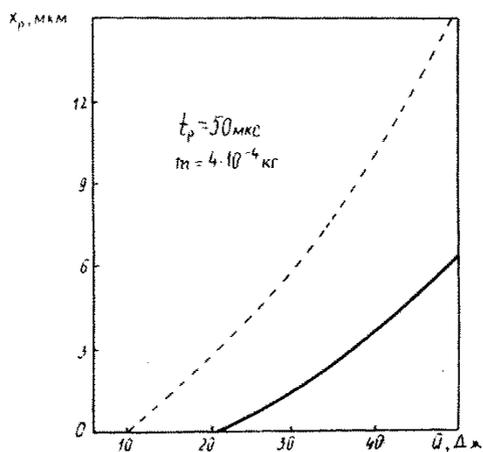


Рис. 1.32. Зависимость глубины зоны расплавления компактного слоя от энергии высоковольтного электроимпульсного воздействия [123]

Для проведения ЭИС разработаны и применяются различные исследовательские установки, отличающиеся величиной запасаемой энергии, частотой и амплитудой электрического импульса, величиной и направлением прикладываемого давления прессования, а также имеющейся комплектацией. Многие из них являются уникальными и используются только их разработчиками. Установка ЭИС [204], разработанная в Московском инженерно-физическом институте (рис. 1.33), содержит емкостной накопитель энергии, разрядное устройство, систему нагружения и систему измерения параметров электрических импульсов, температуры образца и кинетики уплотнения. Емкостной накопитель энергии содержит батарею конденсаторов, запасующих энергию до 75 кДж, и зарядное устройство. Батарея конденсаторов состоит из 30 конденсаторов емкостью 200 мкФ и напряжением заряда до 6 кВ. Вакуумный тригatronный разрядник позволяет использовать импульсы тока амплитудой до 10^6 А. Основными технологическими параметрами установки являются давление прессования до 400 МПа, создаваемое пневмоцилиндром, и разрядный электрический ток длительностью не более 600 мкс.

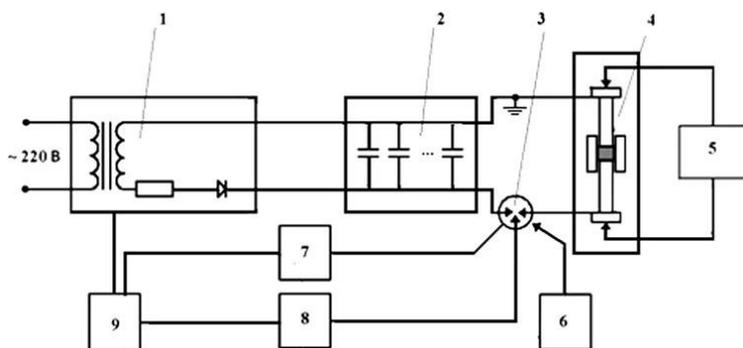


Рис. 1.33. Схема установки ЭИС [204]:

- 1 – зарядное устройство; 2 – батарея конденсаторов; 3 – тригatron;
- 4 – пресс-форма; 5 – система нагружения; 6 – система измерения;
- 7 – формвакуумный насос, 8 – устройство поджига; 9 – устройство управления

Порошок, находящийся в непроводящей керамической матрице диаметром 10 мм и высотой 10–15 мм прессуют двумя электродами-пуансонами из молибдена. Электрические импульсы пропускают через порошок в направлении усилия прессования.

Электроимпульсная консолидация порошка возможна также при направлении тока нормальном направлению приложения давления. Такая конструкция установки (рис. 1.34) применялась для получения порошковых образцов в форме пластин размером $2 \times 20 \times 30$ мм [205]. Для создания усилия прессования во время спекания использовали одноразовый электромагнитный индуктор, создающий давление до 500 МПа при токе индуктора 300 кА.

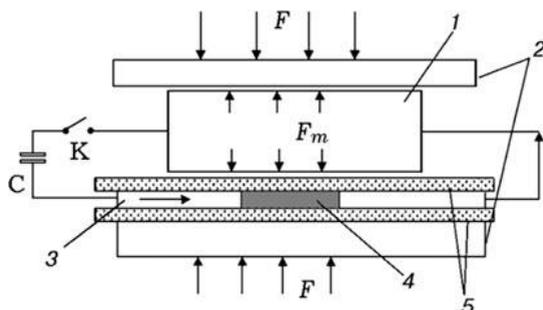


Рис. 1.34. Схема установки ЭИС пластин [205]:

1 – электромагнитный индуктор; 2 – пуансоны; 3 – электроды;
4 – порошковый образец; 5 – изоляторы; C – конденсатор; K – разрядник

Как уже было отмечено выше, при ЭИС обычно используют единственный импульс электрического тока, т. к. второй и последующие импульсы при одном и том же напряжении не оказывают существенного влияния на качество контактов спеченного материала. Это связано с тем, что длительность электрического импульса, составляющая 10^{-6} – 10^{-3} с, достаточна для образования первичных контактов между частицами, но слишком короткая для любого диффузионного процесса. С другой стороны, малая продолжительность электроимпульсного воздействия не предполагает какого-либо заметного роста зерна во время ЭИС [206].

В работе [207] изучалось влияние режима приложения напряжения и количества импульсов электрического тока на качество спеченных образцов. Так как пропускание серии импульсов при одной величине напряжения не оказывало существенного влияния на качество спеченного материала, спекание образцов проводили импульсами с возрастающей амплитудой напряжения. При постепенном

увеличении напряжения конечное электросопротивление материалов оказалось в два-три раза ниже, а прочность – выше, чем в случае одного импульса. Диаметр контактной шейки между частицами составлял 30–50 % от диаметра частицы.

На процесс ЭИС также оказывают влияние размеры частиц порошка и толщина оксидного слоя на их поверхности [181]. Большое число контактов, образующихся в порошках с меньшим размером частиц, и большая относительная толщина оксидного слоя требует увеличения затрат энергии при спекании. Поэтому для достижения равномерности выделения энергии в контактах между частицами более крупные фракции порошка целесообразно использовать для заполнения вершин и углов в полости матрицы, тем самым обеспечивая лучшую спекаемость и воспроизводимость формы, чем при использовании тонкого монодисперсного порошка. Тем не менее, когда толщина оксидного слоя достигает некоторых критических значений, становится очень сложно обеспечить равномерное распределение плотности электрического тока в объеме порошка, и равномерное спекание не может быть достигнуто даже за счет увеличения напряжения или емкости конденсаторной батареи.

Температура в порошковой металлургии является важным фактором, определяющим кинетику спекания, однако из-за малой длительности процесса ЭИС контроль и регулирование температуры являются серьезной труднорешаемой задачей. Существующие результаты теоретических исследований и математического моделирования [132] позволяют предположить, что частицы порошка нагреваются от источников тепла, которыми являются зонами контакта. При этом тепловыделение в зонах контакта всех частиц порошка происходит равномерно, а процессы теплообмена происходят независимо друг от друга. Выделенное в зонах контакта тепло распределяется между частицами одинаково и рассеивается внутри частиц с одинаковой скоростью. Из-за малой длительности электрического импульса теплообмен частиц с окружающей средой отсутствует, и поэтому можно предположить, что внутренние области частиц остаются относительно холодными.

Экспериментально установлено, что равномерное тепловыделение в зонах контакта всех частиц порошка наблюдается не всегда. Чаще всего количество выделенного тепла, а значит и температура, в контактах между частицами зависит от угла между плоскостью

контакта и направлением протекания электрического тока. В плоскостях контактов, нормальных к направлению протекания электрического тока, температура должна быть самой высокой, а в плоскостях контактов, расположенных вдоль направления протекания электрического тока, температура может практически не увеличиваться. Это подтверждается образованием продольных волокнистых структур в спеченных образцах, полученных при осевом пропускании импульса электрического тока через диэлектрическую матрицу [181] и анизотропией их свойств в продольном и поперечном направлениях [195].

Попытки измерения температуры во время процесса ЭИС с помощью термопары, спай которой располагали вблизи поверхности спекаемого образца внутри матрицы или пуансонов [208], не дают полной информации о проходящих внутри порошка процессах тепловыделения. Вследствие инерционности процесса измерения полученные значения температур определяются не временем, в течение которого энергия электрического тока передается порошку, а временем его остывания. Распределение температуры в матрице и пуансонах, полученное с помощью термопары, показывает, что чем меньше длительность импульса электрического тока, тем ниже температура, до которой они нагреваются. Малая длительность процесса ЭИС позволяет снизить остаточные температурные напряжения в технологической оснастке и избежать ее теплового разрушения.

Изучение кинетики процесса ЭИС позволило установить [209], что степень уплотнения порошка связана с образованием жидкой фазы, а относительная плотность образцов увеличивается с увеличением ее объема. В присутствии жидкой фазы изменение укладки частиц может служить основным механизмом уплотнения. Несмотря на наличие жидкой фазы, во время ЭИС могут образовываться дефекты кристаллической решетки, такие как дефекты упаковки. Дефектные кристаллические структуры образуются в результате мгновенного повышения температуры и быстрой генерации напряжений. Кристаллические структуры дефектов и наличие остаточных сдвиговых напряжений могут способствовать перемещению дислокаций в материале, что приводит к уменьшению твердости [133]. Сложное взаимодействие тепловых, электромагнитных и механических полей в процессе ЭИС сильно затрудняет установление роли диффузии, однако, считается, что диффузия и вязкое течение незначительны из-за чрезвычайно короткого времени теплового воздействия [209].

Технологии, использующие метод ЭИС, позволяют получать не только высокоплотные, но и пористые материалы и изделия, такие как фильтры, геттеры, поглотители акустических и электромагнитных колебаний, медицинские имплантаты и т. п. Пористость материала зависит от технологических параметров ЭИС и может варьироваться в широких пределах. При этом пористая поверхность образца не нарушается при извлечении из матрицы, чему способствует радиальное сжатие при ЭИС, обусловленное действием магнитного поля (пинч-эффектом). Для равномерного распределения пористости по диаметру образца необходимо обеспечить равномерное прохождение электрического тока по его сечению, определяемое величиной скин-слоя, толщина которого должна быть больше радиуса образца [193]. Регулируя толщину скин-слоя длительностью импульса электрического тока, можно получить градиент пористости спекаемого материала.

1.5.2. Методы импульсного лазерного воздействия

Применение лазерных устройств в качестве источников энергии, создающих кратковременные высококонцентрированные потоки с максимальными значениями плотности энергии, позволяющими проводить обработку всех известных материалов, началось со второй половины шестидесятых годов двадцатого столетия [149]. В течение первых двадцати лет область использования лазерных устройств в промышленности была ограничена традиционными технологиями – термообработкой и легированием поверхностей, сваркой, обработкой сверхтвердых и тугоплавких материалов. Такое положение ограничивало возможность разработки и внедрения в производство прогрессивных технологий, направленных на получение новых материалов и покрытий с улучшенным комплексом функциональных и специальных свойств.

В начале восьмидесятых годов двадцатого столетия возникло новое направление в лазерной технике – лазерная металлургия [210]. Ее становление и развитие обусловлено рядом причин, в числе которых совершенствование лазерной техники и создание мощных лазеров непрерывного действия и импульсных лазеров с достаточно высоким КПД. Использование лазерных установок подобного типа в порошковой металлургии позволило перейти от технологий обработки по-

верхностей к технологиям синтеза объемных изделий. С этого момента в промышленность начинают активно внедряться оборудование и технологии, которые в корне меняют современные представления о промышленном дизайне [211]. Их основные отличия заключаются в том, что на начальном этапе создания нового изделия производится его компьютерное проектирование, после чего виртуальная модель изделия разрезается на отдельные слои. Полученный массив информации переносится в компьютер технологической установки, где непосредственно изготавливается изделие. Форма каждого из элементов, подлежащих сборке, соответствует форме плоскостей, секущих изделие в заданном направлении. Благодаря этому становится возможным получать изделия сложной пространственной геометрии без применения традиционных дорогостоящих средств формования (пресс-форм, штампов, литейных форм и т. д.), а также различных видов обработки заготовок, требующих значительного расхода материалов.

Последние достижения в области аддитивного производства (Additive Manufacturing – АМ) позволили получить новые интересные возможности, связанные с проектированием и цифровой обработкой геометрически сложных и материально-неоднородных объектов с высоким пространственным разрешением [212]. АМ – обобщенное название технологий, предполагающих изготовление изделия по данным цифровой 3D-модели (или САД-модели) методом послойного добавления материала. При использовании АМ-технологий все стадии получения изделия от идеи до материализации находятся в единой технологической цепи, в которой каждая технологическая операция также выполняется в цифровой системе. Практически это означает возможность задавать параметры формирования каждого слоя и таким образом получать пространственно неоднородные структуры, т. е. ФГМ.

В настоящее время по способу подачи расходного материала в зону компактирования различают два основных вида АМ-технологий. Согласно американскому стандарту ASTM F2792.1549323-1 первый вид – «Bed Deposition», заключается в формировании слоев на рабочей платформе (постели) и выборочном (селективном) скреплении материала внутри слоя лучом лазера или иным способом. Положение плоскости построения каждого слоя остается неизменным. При этом часть строительного материала остается в созданном слое

нетронутой и отделяется после окончания процесса изготовления изделия. Второй вид АМ-технологий – «Direct Deposition», можно перевести, как «прямое нанесение», т. е. непосредственно в точку, куда подводится энергия и где происходит в данный момент построение фрагмента изделия.

В качестве источников энергии, необходимых для компактирования наращиваемого слоя изделия, в настоящее время наиболее широкое распространение получили источники лазерного, электронно-лучевого и инфракрасного излучения. Чаще всего применяются технологии, использующие лазерное излучение, при помощи которого можно с большой точностью за короткое время без внесения посторонних веществ осуществлять формирование изделий. Легко регулируемая мощность и длительность лазерного воздействия, относительная простота и экологическая чистота технологического оборудования привели к созданию широкого спектра самых разных АМ-технологий.

При изготовлении ФГМ чаще всего применяются такие инновационные методы лазерного воздействия, как 3D-печать, метод LENS и SLS. Лазерное излучение используется для получения функционально-градиентных покрытий путем непосредственного введения порошка в лазерный луч. Метод LENS используется для изготовления ФГМ непосредственно и, таким образом, еще больше сокращает время изготовления металлических изделий. Селективное лазерное спекание – Selective Laser Sintering (SLS) или селективное лазерное плавление – Selective Laser Melting (SLM) представляют собой многоуровневые методы построения трехмерных структур произвольной формы. Все эти методы могут быть широко использованы и уже используются для производства поверхностных и пространственных ФГМ за относительно короткий промежуток времени с возможностью полностью автоматизированного компьютерного контроля и управления технологическими процессами.

Реализация методов лазерного воздействия при получении ФГМ сопряжена с решением ряда проблем: конгломерирование порошка при дозированной подаче, перемещение частиц порошка под воздействием плазменного факела лазерного луча, возникновение внутренних напряжений и температурных деформаций на границах слоев при свободном послойном спекании. Применяемые технологии лазерного воздействия с использованием непрерывного лазерного из-

лучения связаны с риском существенного перегрева порошковых частиц, вплоть до полного их расплавления и испарения. Конкуренентоспособные технологии получения порошковых материалов с высокими эксплуатационными характеристиками при высокой производительности могут быть созданы на основе мощных импульсно-периодических лазеров с коротким временем воздействия (от нано- до фемтосекундных), широким диапазоном настройки и высокой стабильностью. В тоже время снижение необходимой мощности лазерного излучения и расширения области применения возможно путем разработки новых технологий импульсного лазерного воздействия и контроля процесса формирования изделия.

В основе работы импульсного твердотельного лазера (рис. 1.35) лежит принцип индуцированного лазерного излучения, получаемого путем оптической накачки активного элемента при помощи газоразрядной лампы. В качестве активного элемента чаще всего используется монокристалл $YAG:Nd^{3+}$, отличающийся низким пороговым значением мощности накачки и хорошей теплопроводностью, что позволяет работать с высокой частотой повторения импульсов. Излучение лампы фокусируется на монокристалле кварцевым отражателем. Часть излучения лампы накачки, попадающая в полосу поглощения трехвалентного неодима, переводит его ионы в возбужденное состояние. Электромагнитная волна, совпадающая по частоте с инвертированным переходом, усиливается при распространении в активной среде. Таким образом, монокристалл $YAG:Nd^{3+}$, возбуждаемый лампой накачки *1*, представляет собой оптический усилитель. Генерация лазерного излучения происходит внутри резонатора *2*, образованного активным элементом и расположенными на его торцевых поверхностях сферическим зеркалом полного отражения и выходным полупрозрачным зеркалом, через которое проходит лазерное излучение *4*. Лампа накачки *1* и лазерный резонатор *2* помещены в оптический отражатель – квантрон *3*, служащий также для отвода тепла, выделяемого лампой накачки, и связанный с системой охлаждения. Для зарядки емкостного накопителя *С*, контроля и управления параметрами зарядки, а также для формирования высоковольтного импульса для поджига электрической дуги в лампе накачки используется специальный блок питания. Коммутатор *К* служит для разрядки емкостного накопителя *С* через лампу накачки *1*.

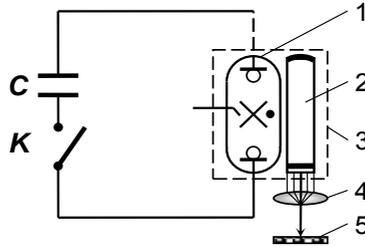


Рис. 1.35. Функциональная схема импульсного лазерного устройства:
 1 – импульсная лампа накачки; 2 – твердотельный лазерный резонатор;
 3 – квантрон; 4 – оптическая фокусирующая система; 5 – заготовка;
 К – коммутатор; С – емкостной накопитель энергии

При использовании метода SLS лазерный луч сканирует слой порошка толщиной h по заданной траектории со скоростью v , каждым импульсом расплавляя частицы порошка, создавая за собой тонкий след затвердевшего материала (трек) шириной t . Соседние треки имеют четко определенное перекрытие, создавая сплошной слой требуемой конфигурации. Поэтапное нанесение и спекание слоев порошка позволяет «выращивать» изделие в вертикальном направлении (рис. 1.36).

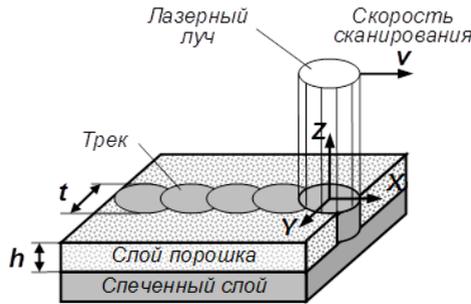


Рис. 1.36. Схема образования зоны лазерного воздействия

К основным технологическим параметрам импульсного лазерного воздействия можно отнести:

– длину волны лазера, которая выбирается в области наименьшего наибольшего поглощения порошкового слоя;

– мощность лазерного излучения, достаточная для плавления частиц порошка самого большого размера при максимальном диаметре фокального пятна;

– импульсный режим работы, оптимальный для энергетических и точностных характеристик лазерного устройства;

– минимальная длительность импульса лазерного излучения, достаточная для разогрева частиц порошка до температуры плавления, но не приводящая к значительным термическим напряжениям в материале;

– частота повторения импульсов лазерного излучения, обеспечивающая необходимую производительность, при этом необходимое перекрытие фокальных пятен достигается изменением скорости сканирования лазерного луча;

– равномерность распределения интенсивности лазерного излучения по площади фокального пятна.

Чтобы понять, каким образом происходит перенос энергии лазерного излучения к слою частиц порошка, необходимо учитывать как внутренние свойства материала, так и свойства порошка в виде слоя частиц. В работе [213] рассмотрены особенности энергетического обмена между лазерным излучением и обрабатываемым материалом, в т. ч. порошковым. Энергия лазерного луча, падающего на поверхность плотного непрозрачного материала, сначала поглощается в узком поверхностном слое, составляющем несколько нанометров путем возбуждения электронного газа. Дальнейшее проникновение энергии в материал обусловлено тепловым потоком, зависящим от теплопроводящих свойств материала. На скорость поглощения могут оказывать влияние структура и дефекты поверхности материала, а также загрязнения и оксидные пленки. Из-за высокой плотности мощности, используемой для лазерной обработки материалов, испарение и диссоциация поверхностных слоев могут привести к образованию плазмы, которая впоследствии экранирует поверхность от лазерного излучения, сильно поглощая падающее инфракрасное излучение.

Оптические свойства металлических порошков с размерами частиц в диапазоне видимых длин волн и выше имеют явные различия по сравнению с плотными материалами. Порошковый слой из-за своей морфологии (шероховатая поверхность частиц, пустоты между частицами) для воздействующего на него лазерного излучения можно считать серым телом. Так как порошковый слой не является

плотной структурой, в нем проявляется эффект множественных отражений (рис. 1.37). Рассчитанная глубина оптического проникновения, измеренная в сферических порошках титана с размером частиц 20–30 мкм, оказалась равна примерно 65 мкм.

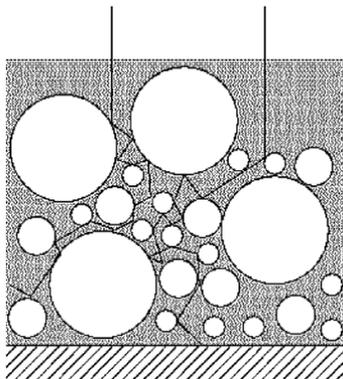


Рис. 1.37. Множественные эффекты отражения при оптическом проникновении лазерного излучения в порошок [213]

Если за время лазерного импульса величина проникновения теплового потока оказывается значительно меньше диаметра частицы, то ее поверхностный слой будет временно нагрет до температуры более высокой, чем остальная часть частицы и среднее значение температуры окружающего порошка. Это превышение температуры поверхности частицы по сравнению со средней температурой порошка имеет большое значение для протекания процесса консолидации частиц при импульсном лазерном воздействии.

Несмотря на то, что для каждой отдельной сферической частицы поглощение энергии лазерного излучения происходит в очень узком слое поверхности, определяемом значением глубины оптического проникновения излучения в материал, в глобальном масштабе поглощение порошков в несколько раз превышает поглощение плотных металлов из-за многократного отражения лазерного луча.

Проведенные расчеты говорят о том, что если рассматриваемый временной интервал таков, что глубина термического проникновения в различных плотных металлах составляет менее 10 мкм при длительности импульса менее 1 мкс, что намного меньше, чем радиус

частицы порошка. Таким образом, длительности лазерного импульса до 10 мкс тепловая диффузия ограничивается отдельными частицами. С другой стороны, во время промежутка между импульсами поглощенное тепло может отдаваться как вглубь частицы, так и в среду с меньшей теплопроводностью, окружающую частицу.

Поэтому описание процесса взаимодействия можно разделить на три временных области (рис. 1.38):

1) фаза нагрева, которая протекает очень быстро и во время которой происходит небольшая диффузия тепла;

2) фаза гомогенизации, при которой тепло распространяется почти исключительно внутри частиц;

3) фаза охлаждения, при которой тепло распространяется в окружающую среду с меньшей теплопроводностью.

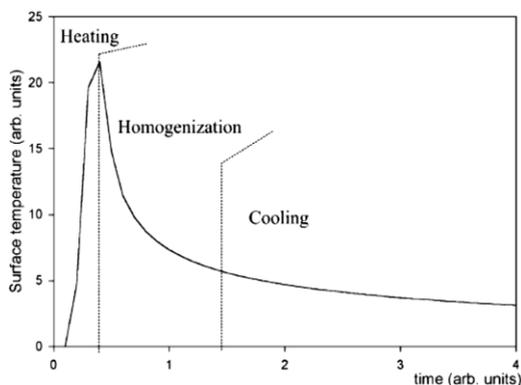


Рис. 1.38. Временное распределение температур в слое порошка (в относительных единицах) [213]

Для описания теплового поведения во времени рассматривались две разные среды, различные по тепловым свойствам и времени протекания процесса теплообмена (рис. 1.30):

1) во время импульса лазерного излучения (от 0,1 до 1 мкс) расстояние термодиффузии приблизительно ограничено радиусом частицы (обычно рассматриваются частицы со средним диаметром в диапазоне 20–30 мкм), так что теплопередача осуществляется почти исключительно внутри частиц порошка по направлению к их ядру;

2) когда температура в частице выравнивается, тепло распространяется в окружающую среду с меньшей теплопроводностью, условно имеющую свойства бесконечного теплоотвода.

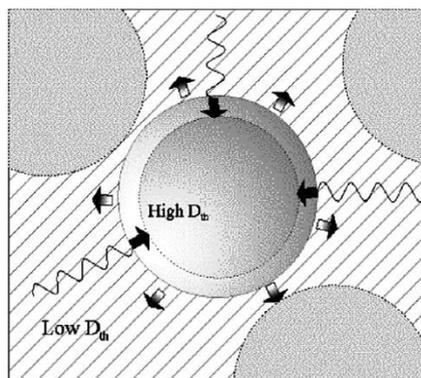


Рис. 1.39. Поглощение и рассеивание тепловой энергии лазерного импульса в частице порошка с высокой теплопроводностью и в окружающей среде с низкой теплопроводностью [213]

Таким образом, в течение самой первой фазы импульса (фаза нагрева) энергия выделяется в тонком поверхностном слое частицы порошка, определяемом глубиной оптического проникновения в ее материал. Этот слой имеет более высокую температуру, чем остальная часть частицы. После импульса температурный градиент все еще направлен к центру частицы, который все еще имеет гораздо более низкую температуру, чем поверхность, и поэтому действует как эффективный теплоотвод. В этот период в основном важны объемные свойства материала частицы. В импульсном режиме при одинаковой средней мощности лазерного излучения энергия одиночного импульса снижается при повышении частоты повторения импульсов и повышается при снижении. Таким образом, интенсивность поглощения энергии зависит от частоты повторения и длительности импульса. Для достижения температуры плавления материалов частиц с хорошей поглощающей способностью, низкой теплопроводностью и низкой теплотой плавления, таких как титан, критическая частота повторения импульсов должна быть более высокой, чем для мате-

риалов с высокой отражающей способностью и с высокой теплопроводностью, таких как медь.

На основании этого основе определены четыре области соотношений энергии и частоты повторения импульсов:

1) высокая энергия единичного импульса при низкой частоте повторения, когда энергия импульса такова, что температура на поверхности частицы превышает точку плавления, а плазма образуется после взаимодействия с первым же импульсом. Для получения достаточного объема жидкой фазы требуется несколько импульсов. Время образования жидкой фазы постоянное и не зависит от количества импульсов, если окружающая температура ниже температуры плавления. Однако образующаяся плазма может приводить к сильному выдуванию жидкости и частиц порошка вокруг зоны расплавления;

2) высокая энергия импульса при умеренной частоте повторения, когда температура плавления достигается на поверхности частицы после каждого отдельного импульса, но плазма не образуется. Образование жидкой фазы не зависит от продолжительности воздействия;

3) умеренная энергия импульса при высокой частоте повторения, когда, хотя повышение температуры после первого импульса достаточно велико, для получения жидкой фазы требуются наложение дополнительных импульсов и, следовательно, определенная продолжительность воздействия;

4) низкая энергия импульса при высокой частоте повторения, когда каждый импульс приводит к небольшому росту температуры и требуется много дополнительных импульсов для достижения температуры плавления и получения достаточного количества жидкой фазы. Время образования жидкой фазы зависит от продолжительности воздействия после достижения температуры плавления. Тепловые эффекты в этой области очень похожи на эффекты, возникающие при непрерывном лазерном воздействии.

Оптимальные режимы лазерного воздействия сосредоточены во второй области, когда энергии каждого импульса достаточно для образования жидкой фазы, но не хватает для испарения материала частиц и создания плазмы. В этой области следует избегать низких скоростей сканирования лазерного луча, чтобы предотвратить наложение последующих импульсов друг на друга (рис. 1.40).

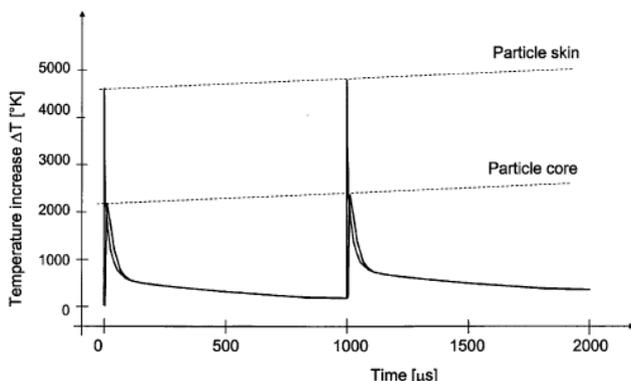


Рис. 1.40. Результат численного моделирования изменения температуры для частиц титана при средней энергии импульса лазерного излучения 15 Вт и частоте повторения импульсов 5 кГц [213]

В первой области образование плазмы, скорее всего, приведет к сильному выдуванию жидкости и частиц порошка вокруг зоны расплавления.

В третьей области образование жидкой фазы происходит после достаточно продолжительного лазерного воздействия, которое должно строго дозироваться для предотвращения образования и длительного сохранения большого объема жидкой фазы.

В четвертой области при частотах повторений, значительно превышающих критические, повышение температуры при каждом импульсе небольшое. Однако единичные импульсы, накладываясь друг на друга, могут привести к нагреву материала частиц до температуры плавления и к образованию все большего количества жидкой фазы, которая будет сохраняться в течение более длительного времени. Поскольку в этой области сложнее всего контролировать формирование количества жидкой фазы и ее сохранение, в ней следует ожидать образования дефектов и термических деформаций спекаемого материала.

Как показывают результаты численного моделирования (рис. 1.40), сердцевина частиц достигает температуры, равной температуре поверхности примерно через 100 мкс. После этого вся частица имеет такую же среднюю температуру, что и в случае непрерывного лазерного воздействия. Далее происходит теплопередача в окружающий порошок, имеющий низкие теплопроводящие свойства.

На основе представленной теоретической модели [214] сформулированы три основных области частоты импульсного лазерного воздействия на частицы порошка с учетом энергии импульса и эффектов нагрева:

1) высокая частота повторения маломощных импульсов лазерного излучения, накладывающихся друг на друга, приводит к более высокой средней температуре порошка, большому количеству образующейся жидкой фазы и длительному ее существованию;

2) низкая частота повторений мощных импульсов лазерного излучения, способных образовывать жидкую фазу, приводит к сохранению низкой средней температуры порошка, но может привести к возникновению плазмы;

3) промежуточный диапазон мощности импульсов лазерного излучения и частоты повторений представляет собой оптимальную область обработки, т. к. нагрев частиц порошка происходит быстро и локально, в то время как эффект образования плазмы ограничен.

Для проведения экспериментальных исследований чаще всего применяют порошки со сферической формой частиц, например, титана и его сплавов [215], обладающих высокой текучестью, хорошей поглощающей способностью, низкой теплопроводностью и низкой энергией плавления. Идеальная геометрическая форма частиц (рис. 1.41) позволяет изучить процесс образования контактов между ними, а по происходящим под действием лазерного излучения фазовым превращениям – судить о величине термического воздействия.

Титановые сплавы используются в нескольких конструкционных применениях из-за их более низкой плотности, высокого прочностно-массового соотношения, коррозионной стойкости и температуры плавления. Среди различных сортов титановых сплавов Ti-6Al-4V является наиболее популярным и находит свое применение в аэрокосмической, автомобильной, биомедицинской, оборонной и промышленной отраслях [215]. Традиционно титановые сплавы изготавливаются путем вакуумной индукционной переплавки и тщательно контролируемой термомеханической обработки для получения микроструктуры, обеспечивающей требуемые механические свойства [216]. Несмотря на то, что технология производства титановых сплавов хорошо известна и отработана, их широкое использование огра-

ничено относительно высокой стоимостью и трудоемкостью получения изделий, которые могут быть снижены применением АМ-технологий.

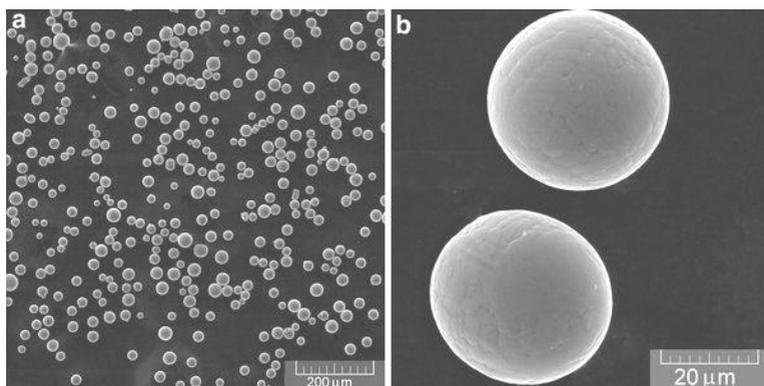


Рис. 1.41. Частицы порошка титанового сплава Ti-6Al-4V с низким и высоким увеличением [214]

В последнее время на порошках титанового сплава Ti-6Al-4V разными группами исследователей была проведена большая работа по оптимизации параметров лазерного воздействия, микроструктурной характеристике и оценке механических свойств образцов, полученных с использованием методов SLS/SLM. В [217] описано влияние средней мощности лазерного излучения и скорости сканирования на геометрию расплава коммерческого титана, а также показана топология поверхности многослойных порошковых образцов, которые были оценены по пористости и качеству. Однако подробного исследования пористости и микроструктур не проводилось. В исследовании [218] изучали влияние плотности энергии процесса SLM на пористость и микроструктуру сплава Ti-Al-4V. Описано образование удлиненной мелкозернистой мартенситной структуры в единичном слое за счет быстрого нагрева и охлаждения материала. Сделан вывод, что полученная мартенситная фаза во время перекрытия соседних треков и послойного спекания порошка будет испытывать множественные эффекты циклического нагрева и охлаждения и, следовательно, в конечном итоге привести к микроструктуре, содержащей иерархическую структуру мартенсита [219]. Анализ работ показывает, что качество и свойства изделий, получаемых методами

SLS/SLM, в первую очередь зависят от характера одиночных треков, перекрытия между соседними треками, слоями и времени остывания. Необходимо изучить механизм формирования слоев на основе таких параметров лазерного излучения, как средняя мощность, скорость сканирования, частота повторения импульсов и толщина слоя порошка, что позволит определить влияние параметров процесса на пористость и микроструктуру получаемых изделий.

В настоящее время большинство методов изготовления ФГМ с использованием импульсного лазерного воздействия основаны на получении слоистых материалов из различных композиций порошков, имеющих так называемый *Z*-градиент структуры и свойств, направленный поперек плоскости построения слоев. Существующие работы по созданию пространственно-градиентных материалов [220, 221] ориентированы на исследования параметров подачи и нанесения жидких компонентов. Современные многомерные 3D-принтеры используют полимерные материалы с переменными свойствами, такими как жесткость, непрозрачность и цвет [222]. Поэтому отдельные детали могут быть напечатаны из нескольких материалов с заранее заданными механическими и оптическими свойствами и их комбинациями. Конструкции таких устройств не совершенны, а технологические режимы получения градиентных структур с помощью импульсного лазерного воздействия исследованы недостаточно. Работы над устройствами и АМ-технологиями получения многомерных ФГМ из металлов и керамики находятся на стадии исследований и пока не вышли на уровень промышленных.

В [223] проведено исследование получения *X*-градиентных образцов (с градиентом вдоль порошкового слоя) из порошков инструментальной стали Н13 и меди. Для нанесения пяти порошковых смесей с различным процентным соотношением порошков стали Н13 и меди использовали многоконтейнерный загрузочный бункер. Нанесенные слои были спечены мощным импульсным YAG: Nd лазером с использованием специальной программы сканирования для снижения пористости. Полученные образцы имели градиент меди в матрице из стали Н13. Образцы ФГМ анализировали на точность размеров, микроструктуру, пористость, трещины и микротвердость. Установлено, что эффективность системы нанесения порошка была удовлетворительной, точность нанесения слоев – высокой, но градиент получился дискретным, а на границах слоев смесей стали Н13 и меди имелись трещины.

Сделан вывод, что для уменьшения или исключения образования трещин необходимо оптимизировать параметры лазерного воздействия для каждого слоя материала в целях уменьшения скорости охлаждения. В будущем необходимо определить наилучшие параметры лазерного воздействия для каждого состава смеси и задавать их при обработке соответствующего локального участка.

В традиционно применяемых процессах SLS используется, как правило, система подачи однокомпонентного порошка в зону лазерного воздействия, что позволяет регулировать структуру, но не позволяет получать градиент химического состава порошкового материала. Лазерное спекание нескольких материалов может быть осуществлено путем изменения конструкции системы подачи порошка. Этот новый процесс SLS, известный как многокомпонентное селективное лазерное спекание (M^2SLS), имеет хорошие перспективы использования для создания геометрически сложных изделий с изменяющимся контролируемым образом составом материала. Возможность контролировать состав материала в произвольной точке его объема обеспечивает разработку уникальных изделий, свойства материалов которых соответствуют функциональным требованиям. Изменение состава материала может быть дискретным или постепенным, что в большей степени более соответствует концепции ФГМ.

Традиционные композиты, содержащие несколько материалов, объединенных в результате химических и механических взаимодействий, имеют видимую на макроскопическом уровне границу. Процессы SLS и M^2SLS позволяют создавать ФГМ с постепенно изменяющимся составом [224]. Например, 100 %-ный металлический компонент, постепенно изменяясь, будет переходить в 100 %-ный керамический компонент без образования резких скачков концентрации одного компонента в другом. Способность контролировать соотношение двух материалов, составляющих ФГМ, позволяет контролировать свойства материала в данной произвольной внутренней точке его объема. При этом свойства ФГМ также будут иметь непрерывное распределение по всему объему без дискретных изменений, которые традиционно присутствуют в композиционных материалах.

Способность контролировать состав компонентов в ФГМ позволяет сопоставить свойства материала с функциональными требованиями в каждой точке его объема. Примером ФГМ, в котором нужно контролировать свойства по всему объему, является режущий ин-

струмент из карбида вольфрама на кобальтовой связке с изменяющимися относительными количествами карбида и кобальта. Для этой системы контролируемые свойствами являются сопротивление разрушению и пластичность. Кобальт обеспечивает пластичность и устойчивость к хрупкому разрушению, в то время как карбидный компонент обеспечивает твердость и износостойкость. Функциональные требования, предъявляемые к разным частям режущего инструмента, различны в связи с необходимостью обеспечения как высокой пластичности в областях концентрации напряжений для предотвращения трещин и хрупкого разрушения, так и высокой твердости и износостойкости в таких областях, как режущая кромка. Для удовлетворения этих требований ФГМ должен обладать относительно большим количеством кобальта в областях концентрации напряжений и большим количеством карбида в таких областях, как режущая кромка. Использование такого ФГМ позволило бы увеличить производительность резания при сохранении или улучшении сопротивления хрупкому разрушению.

Одна из первых попыток создания ФГМ для изготовления твердосплавного инструмента с использованием традиционного процесса SLS описана в работе [225]. Образцы ФГМ были изготовлены вручную в дискретной конфигурации с использованием ряда карбидов вольфрама и смесей кобальтовых металлов. Использовали восемь смесей, в которых процентное содержание кобальта варьировалось от примерно 10 до 100 %. SLS-обработка выполнялась с ориентацией направления сканирования лазерного луча параллельно и перпендикулярно к границам слоев и тремя разными плотностями энергии. Экспериментальные результаты показывают, что при направлении сканирования, параллельном слоям порошковых смесей, и высокая скорость сканирования позволяет получить образцы ФГМ с наименьшим количеством оплавлений и трещин. Результаты также указывают на то, что начало термической деформации и растрескивания образцов больше зависит от ориентации сканирования, а затем от скорости сканирования. Сделан вывод, что необходимо проводить предварительную обработку порошка для уменьшения его загрязнения, а процесс SLS проводить при более высоких скоростях сканирования.

Создание различных поверхностных структур в результате импульсного лазерного воздействия играют важную роль в улучшении механических, физических и химических свойств материалов, ис-

пользуемых в различных отраслях промышленности. Импульсное лазерное воздействие позволяет изменить физико-механические и химические свойства поверхностей материалов и покрытий, создать или изменить их структуру. Различные типы микро- и наноструктур могут быть созданы на поверхности материала, подвергнутой воздействию нано-, пико- или фемтосекундных лазерных импульсов в условиях формирования околосверхностной плазмы.

Импульсное лазерное воздействие используется для создания поверхностных структур на базе пленок алмазоподобного углерода [226]. Посредством воздействия лазерного излучения можно сформировать электропроводящую структуру практически любой конфигурации и оперативно изменять ее геометрию. Импульсное воздействие позволяет точно подобрать соотношения пороговых значений энергетической экспозиции излучения, необходимые для достижения температуры графитизации поверхности алмазоподобного углерода и температуры испарения графитизованного слоя.

На поверхности образцов материалов, подвергнутой воздействию коротких лазерных импульсов в условиях развития приповерхностной плазмы, могут образовываться периодические микроструктуры [227]. Лазерно-индуцированное структурирование облученных материалов приводит к изменениям физических и химических свойств их поверхностей, открывая тем самым новые возможности для практического применения. Поэтому определение основных механизмов и оптимальных режимов для лазерного модифицирования материалов и покрытий имеют большое практическое значение. Выявление характерных особенностей лазерного модифицирования поверхности стали на воздухе серией отдельных наносекундных импульсов обеспечивает накопление нано- и микрочастиц конденсата, поступающего на облученную поверхность из распадающейся лазерной плазмы в промежутки времени между отдельными лазерными импульсами. В результате модифицирования поверхности образцов MnNiCrMo-стали, подвергнутых воздействию YAG: Nd лазера, работающего в импульсно-периодическом режиме, выявлены различные поверхностные структуры (микро- и нанопоры, волнообразные, дендритные и зерновые структуры и т. д.), определены условия их образования и зависимость характерных размеров от числа лазерных импульсов и плотности мощности лазера [227].

Образование и характерные свойства наноструктур, создаваемых под действием импульсного лазерного излучения на поверхностях материалов в газообразных и жидких средах, исследованы в работе [228]. Основной целью этой работы было исследование образования микро- и наноструктур и оксидов на поверхности стали в зависимости от условий импульсного лазерного воздействия на воздухе, в перекиси водорода, воде и этаноле. Особое внимание было уделено выявлению возможностей усиления или ослабления образования оксидов и поверхностных структур, изучению основных механизмов и оптимальных режимов лазерного микро- и наноструктурирования материалов и закономерностей образования оксидов. Показано, что наносекундное импульсное лазерное воздействие вблизи порога абляции облучаемого материала в воздухе и жидкостях приводит к образованию на облученной поверхности периодических поверхностных структур и зернистых наноструктур. После импульсного лазерного воздействия на воздухе в модифицированном поверхностном слое стали обнаружены поверхностные микроструктуры с периодом 1 мкм и зернистые наноструктуры с типичным размером от 50 нм до 200 нм с множественным увеличением концентрации углерода. Было показано, что жидкая среда играет доминирующую роль в формировании поверхностных структур и приводит к уменьшению их размера, что особенно заметно на периферии лазерного пятна. Образование регулярных зернистых наноструктур (30–70 нм) наблюдалось в воде и в перекиси водорода. Установлено, что образование индуцированных лазером структур на поверхности стали, а также их размер и тип, определяются не только параметрами лазерного облучения, но и свойствами окружающей газообразной или жидкой среды.

1.5.3. Методы импульсного плазменного воздействия

Исследования, связанные с повышением функциональных свойств поверхности материалов, проводятся уже несколько десятков лет и привели к разработке новых эффективных технологий, имеющих общую характерную особенность – термоударное воздействие высокоэнергетических потоков энергии различной природы.

Считается, что наибольшего эффекта от воздействия на поверхность материала можно достичь, используя энергию ударных волн, электромагнитных полей, заряженных частиц, высоких температур,

плазмохимического синтеза. Каждое из перечисленных физических явлений при воздействии на материал изменяет (модифицирует) свойства его поверхности, интенсифицируя мартенситные превращения, увеличивая плотность дислокаций, синтезируя карбиды, нитриды, формируя аморфные слои. Для достижения максимального эффекта модифицирования необходимо совместить в одном цикле обработки быстрый нагрев и охлаждение, мощное ударное воздействие, насыщение поверхности легирующими элементами.

Среди конструкционных материалов широкое применение издавна получили сплавы на основе железа, в частности углеродистые стали. Это связано с их высокой удельной прочностью, технологичностью обработки, сравнительно низкой стоимостью, что позволяет до сих пор успешно конкурировать с другими материалами. Важное место в технологических процессах производства изделий из углеродистых сталей принадлежит операциям термообработки. Углеродистые стали обладают способностью изменять при термической обработке свое внутреннее строение, благодаря чему могут возникать различные закалочные структуры [229]. Способность к модифицированию широко применяется в различных отраслях промышленности для управления физико-механическими и функциональными свойствами деталей машин различного назначения. При этом в зависимости от способа и характера термической обработки, модифицирование сталей может носить объемный и поверхностный характер. В последнем случае микротвердость поверхностных закалочных структур углеродистой стали достигает более 1 ГПа, а внутренние сохраняют пластичность на уровне исходного материала. Детали из углеродистой стали с модифицированной таким образом поверхностью или отдельными ее элементами являются наиболее востребованными при работе в узлах трения или в сопряжениях, через которые в условиях ограниченной смазки и абразивного износа передаются повышенные потоки механической и тепловой энергии. Развитие технологий модифицирующей поверхностной термообработки углеродистых, инструментальных и некоторых легированных сталей является актуальной задачей промышленности, решить которую просто и эффективно можно с использованием высокоэнергетических методов обработки.

Практически все известные высокоэнергетические методы обработки, которые применяются для модифицирования поверхности изделий, обеспечивают многократное увеличение их работоспособно-

сти в различных условиях эксплуатации. Однако особый интерес для практического применения представляют плазменные методы обработки, которые по своей эффективности не уступают, а зачастую превосходят лазерные, электронно-лучевые и другие методы, т. к. имеют более высокие коэффициенты использования энергии, не требуют дорогостоящего и сложного в эксплуатации технологического оборудования, материалов и комплектующих. Преимуществом использования импульсной плазмы являются меньшие энергозатраты и более высокая однородность термического воздействия.

К наиболее эффективным методам ударного воздействия на поверхность изделий можно отнести обработку ударными волнами. В настоящее время наиболее исследован метод создания ударных волн с помощью взрывчатых веществ [230, 231]. В этом случае модифицирование происходит за счет комбинированного воздействия возникающих при детонации взрывчатых веществ высокотемпературной импульсной плазмы и ударной волны продуктов взрыва. Другие методы предусматривают модифицирование поверхности материалов импульсной плазмой электрических разрядов в воздухе при атмосферном давлении [160], при пониженном давлении и в вакууме [232–234]; в жидкости [235], электродуговой [236], индукционной [237] и газоразрядной плазмой [238], плазмой электрического взрыва проводников [239] и плазмой, создаваемой лазерным излучением [136]. При этом ударная волна формируется собственным либо специально создаваемыми импульсными магнитными полями [240]. Как показывают исследования [241], при торможении плазменного потока на поверхности материала образуется ударно-сжатый слой плазмы, оказывающий на материал мощное термоударное воздействие, эффективность которого зависит от скорости истечения плазменной струи. Для увеличения скорости плазменной струи при обработке поверхности материалов широко применяют плазменные ускорители, в которых одновременное создание плазмы и ее ускорение осуществляются за счёт энергии одного или нескольких высоковольтных электрических разрядов [240, 242, 243].

Первым импульсным плазменным ускорителем был так называемый «рельсотрон», ускорение плазмы в котором осуществлялось с помощью разряда конденсаторной батареи [240]. Разгоняемый плазменный сгусток создавался при пропускании электрического тока большой силы через тонкую проволоку I , натянутую между

массивными электродами – рельсами 2 (рис. 1.42, а), которая при этом испарялась и ионизировала межэлектродный промежуток (рис. 1.42, б). На возникающий в момент разряда ток I в плазменной перемычке, достигающий 10^4 – 10^5 А, действует собственное магнитное поле электрического контура B , в результате чего за время порядка 10^{-6} с происходит ускорение сгустка силой Ампера F .

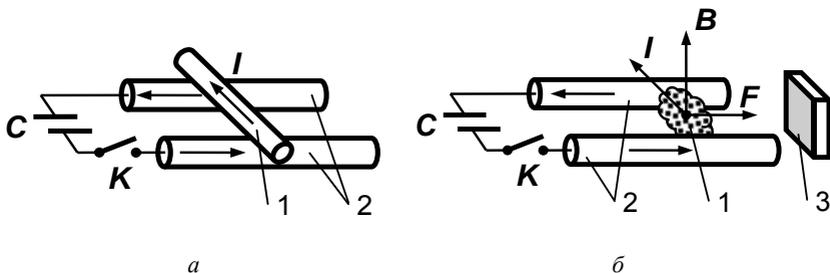


Рис. 1.42. Линейный плазменный ускоритель («рельсотрон»):

а – разрядный контур; б – образование плазменного сгустка;

I – тонкая проволока; 2 – электроды-«рельсы»; 3 – обрабатываемая поверхность; C – конденсаторная батарея; K – разрядник; I – вектор разрядного тока; B – вектор магнитной индукции собственного магнитного поля; F – вектор силы Ампера

Позднее импульсным плазменным ускорителям с собственным магнитным полем был придан вид более компактной коаксиальной системы (рис. 1.43) [240].

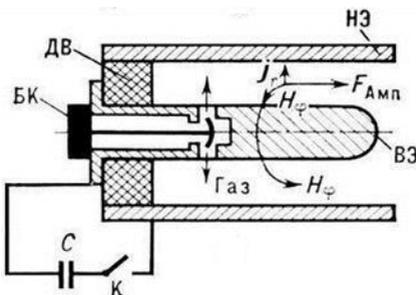


Рис. 1.43. Схема коаксиального импульсного плазменного ускорителя [240]:

БК – быстродействующий клапан; ВЭ – внутренний электрод; НЭ – наружный электрод; ДВ – диэлектрическая вставка; C – конденсаторная батарея;

K – разрядник; j_r – радиальная составляющая разрядного тока; H_ϕ – линия напряженности собственного магнитного поля; $F_{Амп}$ – вектор силы Ампера

Рабочее вещество в виде газа или пара подается через быстродействующий клапан БК и поступает через анод в кольцевой ускорительный канал, где ионизируется в разрядном промежутке между анодом A и катодом K . В этом случае ускорение кольцевого сгустка плазмы происходит под действием силы Ампера $F_{\text{Амп}}$, возникающей при взаимодействии радиальной составляющей тока j_r с азимутальным собственным магнитным полем H_ϕ . Такие плазменные ускорители нашли широкое применение в экспериментальной физике и при разрядных токах $\sim 10^4$ А позволяют разгонять плазменные сгустки до скоростей свыше 10^3 м/с. Описанный ускоритель становится неработоспособным при малых разрядных токах I , поскольку сила Ампера пропорциональна квадрату тока. Увеличить эффективность коаксиального плазменного ускорителя при малых разрядных токах можно, создав в ускорительном канале внешнее магнитное поле. Такой ускоритель называется ускорителем с внешним магнитным полем или магнитоплазменным ускорителем. Он позволяет получать потоки плазмы со скоростями до 10^5 м/с с энергией, в несколько раз превосходящей приложенную разность потенциалов. Удобство использования и конструктивные особенности коаксиальных плазменных ускорителей позволили широко применять их в различных импульсно-плазменных технологиях.

Первые плазменные ускорители появились в середине 1950-х гг. и нашли применение в космонавтике (электрореактивные двигатели), в исследованиях по ионосферной аэродинамике и экспериментальной астрофизике (моделирование космических явлений), в термоядерных исследованиях (в качестве инжекторов плазмы), плазмохимии и т. д. [243]. Примером технологического применения являются технологии очистки поверхностей и нанесения тонких металлических покрытий на различные поверхности. По мере совершенствования конструкции и достижения новых технологических параметров область применения плазменных ускорителей непрерывно расширяется.

Известны применения технологии модифицирования при изготовлении деталей привода тракторов, комбайнов, экскаваторов и автомобилей, а также подпятников, дисков, опор насосов и гидравлических машин; колец синхронизаторов, кулачков и осей распределителей, венцов червячных колес. Упрочнение также эффективно при производстве внутренних поверхностей цилиндров двигателей и насосов, стволлов и брукс, отбойных молотков и перфораторов, а также

посадочных мест под подшипники редукторов. Кроме того, эти технологии применяют для модифицирования поверхностей шестерен трансмиссий и шестеренных насосов, кулачков, поршневых колец и пр. Можно отметить также высокую эффективность упрочнения металлорежущего и деревообрабатывающего инструмента, штампов, пресс-форм, пуансонов, матриц и т. д.

Особый интерес представляет применение импульсных плазменных методов обработки с использованием дуговой плазмы электрического разряда, которые по своей эффективности не уступают, а зачастую превосходят лазерные, электронно-лучевые и другие методы. Модифицирование поверхности материалов с использованием высокоэнергетических импульсно-плазменных пучков позволяет значительно повысить физико-механические свойства тонкого (до 100 мкм) поверхностного слоя. С целью формирования мощных плазменных импульсов применяются технологии, основанные на сжатии плазменных потоков за счет взаимодействия тока импульсного электрического разряда с собственным азимутальным магнитным полем в вакууме и при пониженном давлении рабочего газа [232, 244], в воздухе при атмосферном давлении [160], с помощью газоразрядного квазистационарного горения специально подобранных газовых смесей в нестационарных детонационных режимах [158]. Технология и оборудование для импульсно-плазменного упрочнения обрабатываемого инструмента сегодня используется в производстве массовой металлургической продукции. Упрочняются только рабочие поверхности инструмента, что решает проблемы повышения его износостойкости без изменения структурного состояния материала всего изделия. Промышленное внедрение импульсно-плазменной технологии подтверждает ее эффективность. Работоспособность инструмента после такого упрочнения повышается в 2–4 раза [159].

Компрессионные потоки плазмы средних энергий получают с помощью квазистационарных ускорителей, так называемых магнито-плазменных компрессоров (рис. 1.44). Такие ускорители [245, 246], при сравнительно небольшой запасаемой в емкостном накопителе энергии (до 15 кДж) и сравнительно небольших габаритах, позволяют генерировать компрессионные потоки с параметрами плазмы, достаточными для поверхностного модифицирования практически любых материалов.

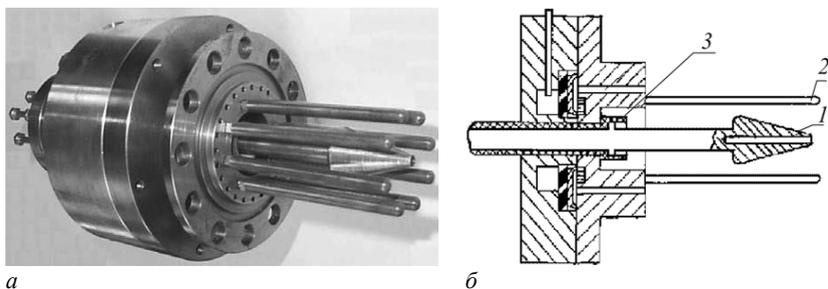


Рис. 1.44. Магнитоплазменный компрессор [246]:
a – общий вид; *б* – конструктивная схема;
 1 – катод; 2 – стержневой анод; 3 – разделительный изолятор

Магнитоплазменный компрессор [246] может работать как с импульсной (клапанной) подачей рабочего газа, так и в режиме «остаточного газа», при котором предварительно откачанная вакуумная камера заполняется рабочим газом до заданного давления. Накопитель энергии магнитоплазменного компрессора включает в себя секционированную конденсаторную батарею с общей величиной запасенной энергии 15 кДж, состоящую из 12 конденсаторов К41-И7 емкостью 100 мкФ каждый, которые коммутируются с разрядным устройством через игнитронный разрядник ИРТ-6. При изменении начального напряжения накопителя энергии от 2 до 5 кВ амплитудное значение разрядного тока возрастает с 40 до 120 кА при общей длительности разряда ~ 140 мкс. На выходе ускорителя формируется компрессионный плазменный поток диаметром 5–10 мм длиной 40–60 мм. Скорость плазменных образований плазменного потока составляет $(4-7) \cdot 10^3$ м/с.

Как показывают исследования [245], взаимодействие компрессионных плазменных потоков с поверхностью углеродистой стали приводит к существенному модифицированию ее структуры и прочностных свойств на глубину до 100 мкм. Основными факторами, вызывающими модифицирование свойств поверхности, являются высокоскоростной нагрев выше точки плавления материала за счет термализации кинетической энергии плазменного потока, достаточно длительное поддержание высокой температуры, обеспечивающее протекание физико-химических превращений в поверхностном слое, и высокоскоростное охлаждение обрабатываемого слоя материала.

Характер формирующейся структуры зависит от параметров плазменного потока и состава стали (рис. 1.45).

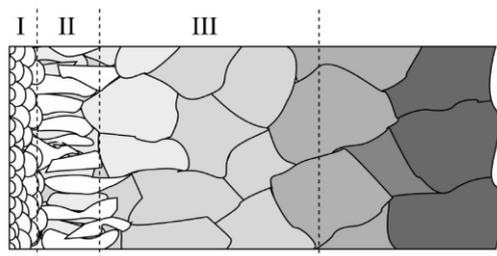


Рис. 1.45. Схематичное изображение микроструктуры модифицированного слоя углеродистой стали, обработанной компрессионной плазмой [245]:

I – зона равноосных кристаллов; II – зона столбчатых кристаллов;

III – переходная зона

Первый слой – зона оплавления – формируется при закалке из расплава и его основной структурной составляющей является мартенсит. Второй слой – зона закалки из твердой фазы – отличается большой неоднородностью по глубине и ближе к поверхности в его структуре присутствуют мартенсит и остаточный аустенит, полученные при охлаждении из области гомогенного аустенита, тогда как структура более глубоких слоев формируется при охлаждении из области негомогенного аустенита. Микротвердость поверхностных слоев с модифицированной структурой превышает микротвердость исходного материала в 4–5 раз.

Эффективным методом повышения энергетики импульсной плазмы является детонация горючей газовой смеси в зазоре между двумя коаксиальными электродами плазменного ускорителя [158, 159, 247]. Энергетические параметры импульсной плазменной струи, образованной продуктами нестационарного детонационного горения газовой смеси, могут быть значительно повышены при распространении детонационной волны в электрическом поле высоковольтного разряда. Детонационный плазменный генератор (рис. 1.46) состоит из высоковольтного накопителя энергии 1, устройства для смешивания и инициирования детонационного горения горючих газовых смесей 2, центрального электрода-анода 3, конического электрода-катода 4 и испаряемого электрода 5 [247].

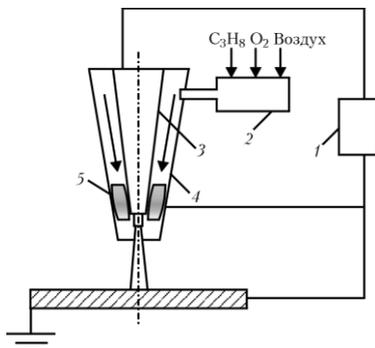


Рис. 1.46. Функциональная схема детонационного плазменного генератора [247]:
 1 – высоковольтный накопитель энергии; 2 – устройство для смешивания
 и инициирования детонационного горения горючих газовых смесей;
 3 – центральный электрод-анод; 4 – конический электрод-катод;
 5 – испаряемый электрод (продукты горения)

При работе генератора в коаксиальный зазор между анодом 3 и катодом 4 из устройства 2 подается горючая газовая смесь, в которой инициируется детонационный режим сгорания, вследствие чего образуется ионизированный слой [248] газообразных продуктов сгорания 5 с высокой электропроводностью. По этому слою между коаксиальными электродами 3 и 4 с помощью высоковольтного накопителя энергии 1 пропускают импульс электрического тока, в результате чего возникает дополнительная ponderomotorная сила и добавочный приток энергии к продуктам сгорания за счет джоулевой диссипации, что существенно ускоряет движение детонационной волны [249]. В результате стационарный режим детонационного сгорания переходит в сжатый режим, а затем и в магнитогазодинамический. Высокоэнергетическая плазменная струя, образованная продуктами сгорания, направляется на поверхность упрочняемого образца, который включен в цепь в качестве катода. Взаимодействуя с поверхностью изделия, детонационный плазменный поток формирует на ней ударно-сжатый слой. В это время электрический ток течет от анода 3 к поверхности упрочняемого изделия (катода) по плазменной струе. Прохождение электрического тока по плазменной струе обуславливает дополнительный нагрев ударно-сжатого слоя и интенсификацию диффузионных процессов.

Детонационный генератор плазмы работает на горючей смеси из пропан-бутана, кислорода и воздуха (соотношение 5:1:8). Емкость заряда конденсаторов в электрическом накопителе составляет 400–1200 мкФ, напряжение – 3,5 кВ, индуктивность подводящих проводов – 50 мкГн. Особенностью этого генератора является наличие расходомерного анода 3, который позволяет вводить в плазму легирующие элементы. Кроме того, имеется возможность подачи в межэлектродный зазор реакционного газа, что обеспечивает защиту от окисления и охлаждение модифицируемой поверхности. Фокусирование плазменной струи осуществляется ее газодинамическим сжатием внутри конического катода 4 и пондеромоторными силами, образующимися при электрическом разряде в межэлектродном промежутке [247].

Промышленная плазменно-детонационная установка (рис. 1.47) имеет встроенную камеру со стенками, непроницаемыми для звука, и системой для нейтрализации электромагнитных излучений [247]. В технологический блок установки встроены изолированная от звука камера и генератор импульсной плазмы. Эта установка в базовом варианте рассчитана на упрочнение (напыление покрытий) изделий длиной до 300 мм и диаметром до 150 мм, а именно: набора фрез, проточки, валов, набора поршневых колец, ножей, поршней и др.

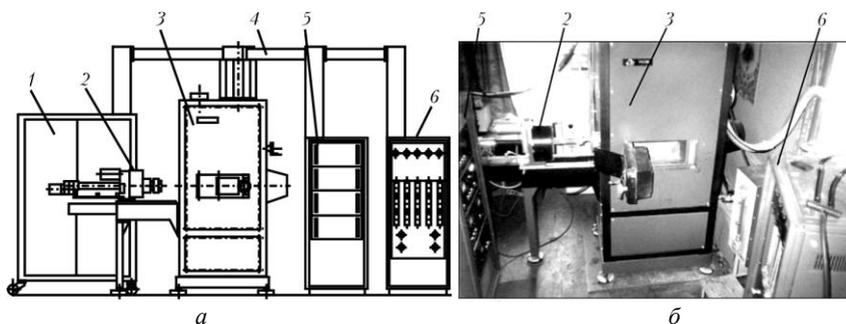


Рис. 1.47. Плазменно-детонационная установка [247]:

а – структурная схема; *б* – внешний вид;

1 – блок электрического питания; 2 – манипулятор с упрочняемым изделием;

3 – технологический блок; 4 – соединительные трубопроводы;

5 – шкаф управления; 6 – блок подготовки газов

Поскольку плазменно-детонационная технология сопровождается образованием звукового поля до 150 дБ, то все оборудование

устанавливается в специализированном помещении с двойными звукоизолирующими дверьми и смотровым окном. Оборудование, как правило, состоит из плазмотрона, стандартного манипулятора изделием и источника электрического питания. Помещение должно быть оснащено приточно-вытяжной вентиляцией и системами защиты от электромагнитного излучения и звука. На трубопроводах с газами установлены электромагнитные запорные клапаны, а на трубопроводе с водой – реле протока. Управление установкой осуществляется дистанционно с пульта, вынесенного за пределы помещения или посредством компьютера. Безопасность работ обеспечивается системами блокирования подачи горючего газа, включения зажигания и высоковольтного электрического потенциала. Блокирование осуществляется по работе вентиляции, подаче охлаждающей жидкости, замыканию блокировочных контактов на двери в помещении и шкафах с электротехническим оснащением.

Исследование эффективности плазменно-динамической обработки поверхности изделий проводили на образцах диаметром 19 мм и толщиной 4 мм из стали У8 (0,7 % С) в состоянии поставки (высокотемпературное волочение без дополнительной термической обработки). При упрочнении высокоэнергетическая струя плазмы (плотность мощности $10\text{--}10^3$ Вт/см²), натекая на поверхность образца, формирует ударно-сжатый слой. Электрический ток течет по струе плазмы к поверхности образца и практически без потерь преобразуется в тепло. При плотности электрического тока, протекающего по плазменной струе $(0,5\text{--}1,0)\cdot 10^7$ А/м², температуре плазмы 25 000–30 000 К и ее скорости $(5\text{--}8)\cdot 10^3$ м/с создается газодинамическое давление на поверхность образца 100–200 МПа.

При исследовании эффективности плазменно-динамической обработки изделий из сплава на основе железа наблюдали формирование на поверхности нанокристаллического слоя (рис. 1.48) с микротвердостью 8 500 МПа. За белым слоем располагается зона термического влияния с микротвердостью 4 800 МПа. Микротвердость основы на глубине более 120 мкм составляет 1 800 МПа. Наличие видимых дефектов (оксидов) в слое зависит от состава плазмы и количества импульсов обработки. При увеличении количества плазменных импульсов толщина упрочненного слоя и его равномерность возрастают. Рентгеноструктурный анализ упрочненных слоев фиксирует уширение линий α -Fe и появление линий остаточного аустенита

железа. Увеличение количества импульсов влечет дальнейшее уширение линий α -Fe при уменьшении их интенсивности, а также увеличение относительной интенсивности линий γ -Fe.

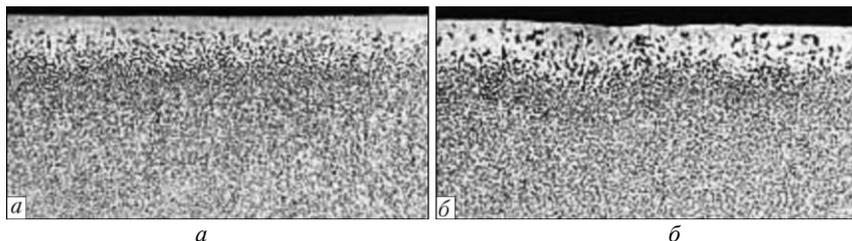


Рис. 1.48. Микроструктура поверхностного слоя стали У8 после обработки импульсной плазмой, $\times 300$ [247]:
а – плазма стехиометрического состава; *б* – плазма с повышенным содержанием кислорода

Недостатком данной технологии и оборудования является сложность осуществления, чрезвычайно высокий уровень шума при детонации горючей смеси в канале (до 150 дБ) и вероятность загрязнения поверхности обрабатываемого изделия продуктами сгорания горючей смеси.

Рассмотренные устройства для получения высокоэнергетических импульсных плазменных потоков имеют низкую частоту повторения импульсов и нормально функционируют в условиях либо пониженного давления окружающей среды (10^2 – 10^3 Па), либо, наоборот, работают в условиях детонационного горения горючих смесей при давлениях, значительно превышающих атмосферное, что требует создания специальных камер – вакуумных или реакционных. Попытки получить высокоэнергетические импульсные плазменные потоки при нормальных атмосферных условиях сталкиваются с трудностями получения однородного симметричного разряда в ускорительном канале и с возникновением сильных шумовых эффектов при образовании мощных ударных волн.

Перечисленных недостатков лишен способ получения высокоэнергетических импульсно-периодических плазменных потоков в газах атмосферного и повышенного давления [160], в котором в канале коаксиального плазменного ускорителя создают плазменную токовую оболочку и обеспечивают ее электродинамическое ускорение (рис. 1.49).

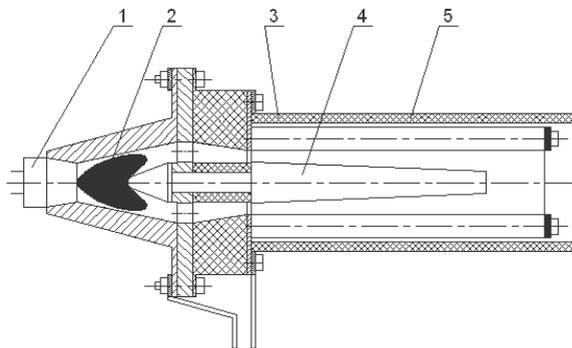


Рис. 1.49. Схема коаксиального плазменного ускорителя [160]:
1 – внешний источник плазмы; 2 – непрерывный плазменный поток;
3 – стержневые аноды; 4 – катод; 5 – экран

С помощью внешнего источника 1 непрерывного плазменного потока 2 с температурой 2 000–6 000 К при атмосферном или повышенном давлении в кольцевом канале коаксиального плазменного ускорителя, образованном электродами – анодом 3 (в данной конструкции – набор стержней) и катодом 4, создают поток ионизованного газа с пониженной вследствие нагрева плотностью, плавно нарастающей по мере движения газа по ускорительному каналу при его охлаждении. Экран 5 служит для ограничения растекания газа в радиальном направлении. При приложении к электродам высокого импульсно-периодического напряжения в самом узком месте кольцевого канала происходит электрический пробой межэлектродного промежутка, сопровождающийся формированием плазменной токовой оболочки с высокой степенью ионизации газа. Возникшая плазменная токовая оболочка ускоряется силой Ампера вдоль оси ускорительного канала и направляется на поверхность обрабатываемого изделия в виде плазменной струи практически цилиндрической формы.

Снижение плотности газа при одновременном повышении уровня ионизации обеспечивает как уменьшение напряжения пробоя, так и плавный характер формирования однородной по периметру плазменной токовой оболочки. При этом резко снижается уровень шума (не более 90 дБ), а плавное нарастание плотности газа по длине ускорительного канала создает условия для ускорения

оболочки при плавном нарастании вовлеченной в движение массы газа. Однородность плазменной токовой оболочки по периметру ускорительного канала обеспечивает высокий коэффициент преобразования электрической энергии в кинетическую энергию плазменной струи и вовлеченного в движение газа.

Способ [160] позволяет получать плазменные потоки в воздухе атмосферного давления с параметрами: температура плазмы – $(10-15) \cdot 10^3$ К, скорость потока – 1–8 км/с при его сечении до 20–30 мм в диаметре. При использовании непрерывного источника плазменного потока воздуха, азота, аргона или иного экологически чистого газа гарантируется экологическая чистота технологии.

2. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ ПРОЦЕССА ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОРОШКОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ИМПУЛЬСНОМ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

2.1. Теоретические закономерности теплообмена в частицах порошка и порошковом материале при электроимпульсном воздействии

Количество и равномерность распределения по объему порошка тепловой энергии, выделяющейся при электроимпульсном воздействии, зависит от размеров и качества контактов между частицами на стадии формования в пресс-форме порошковой насыпки. Свободно насыпанный в пресс-форму порошок изначально имеет градиент свойств, зависящий от его плотности, массы, состояния поверхности и размеров частиц, электрических характеристик материала, высоты насыпки, трения о стенки пресс-формы и многого другого. Регулируя свойства порошка в локальных объемах, слоях или поверхностях перед пропусканием высоковольтного электрического импульса, можно управлять характеристиками получаемого материала и заранее проектировать необходимый комплекс функциональных свойств.

2.1.1. Распределение тепловой энергии в слоях порошка

Установить зависимость, отражающую связь между процессом тепловыделения, параметрами электрической цепи, электрическими характеристиками порошка и длительностью электроимпульсного воздействия, можно путем проведения оценки коэффициента полезного действия (КПД), который определяется отношением тепловой энергии, выделившейся в порошке, к величине запасенной емкостным накопителем электрической энергии [132]. Выведенная аналитическая зависимость между начальным напряжением высоковольтного разряда и температурой, возникающей в зоне контакта поверхностей частиц порошка, позволит проводить моделирование процесса электроимпульсного воздействия и рассчитывать технологические параметры,

обеспечивающие получение порошковых ФГМ с требуемыми структурными и эксплуатационными характеристиками.

Процесс изменения напряжения в электрической цепи при высоковольтном электроимпульсном воздействии на порошок, находящийся между двумя электродами в диэлектрической пресс-форме, описывается уравнением [188]

$$\frac{d^2 U}{dt^2} + \frac{R(t)}{L} \frac{dU}{dt} + \frac{U}{LC} = 0, \quad (2.1)$$

где $R(t)$ – активное электрическое сопротивление порошка и токоподводящих шин в зависимости от времени t ; C и L – соответственно емкость и индуктивность электрической цепи; U – падение напряжения в цепи.

При затухающих гармонических колебаниях необходимо выполнение условия [250]

$$\beta^2 < \omega^2, \quad (2.2)$$

где коэффициент затухания

$$\beta = R/(2L) \quad (2.3)$$

и частота затухающих колебаний

$$\omega = \sqrt{\frac{1}{LC} - \beta^2}. \quad (2.4)$$

Решениями (2.1) являются

$$U(t) = U_0 \exp(-\beta t) \cos(\omega t + \varphi_0), \quad (2.5)$$

$$\begin{aligned} I(t) &= \frac{I_0}{\cos \varphi_0} \exp(-\beta t) \sin(\omega t + \varphi_0) = \\ &= \frac{U_0}{R \cos \varphi_0} \exp(-\beta t) \sin(\omega t + \varphi_0), \end{aligned} \quad (2.6)$$

где U_0 – начальное значение напряжения емкостного накопителя; φ_0 – угол начальной фазы колебаний; $I(t)$ – электрический ток в цепи; I_0 – начальное значение электрического тока.

Электромагнитная энергия в электрической цепи разряда описывается уравнением

$$W(t) = \frac{cU^2(t)}{2} + \frac{LI^2(t)}{2}. \quad (2.7)$$

Ее изменение $\Delta W(t)$ приводит к выделению в порошке тепловой энергии $Q(t)$, которая с учетом (2.3)–(2.7) определяется выражением

$$Q(t) = -\Delta W(t) = \frac{cU_0^2}{2} \left[1 - \exp(-\beta t) \left(\cos^2(\omega t + \varphi_0) + \frac{L}{cR^2} \sin(\omega t + \varphi_0) \right) \right] \quad (2.8)$$

Уравнение (2.8) описывает процесс тепловыделения при высоковольтном электроимпульсном воздействии. Время тепловыделения зависит от декремента затухающих колебаний δ , значение которого с учетом (2.5) и [250] вычисляется как

$$\delta = \frac{U\left(\frac{2\pi}{\omega}\right)}{U_0} = \exp\left(-\beta \frac{2\pi}{\omega}\right). \quad (2.9)$$

КПД при высоковольтном электроимпульсном воздействии будет составлять

$$\eta = (1 - \delta) \frac{R_1}{Z} = (1 - \delta) \frac{R_1}{\sqrt{R^2 + \left(\frac{1}{\omega C} - \omega L\right)^2}}, \quad (2.10)$$

где R_1 – электрическое сопротивление свободно насыпанного порошка; Z – импеданс электрической цепи.

Для того чтобы в течение первого периода высоковольтного разряда при электроимпульсном воздействии на порошок выделилось не менее 95 % тепловой энергии, необходимо задать $\delta < 0,05$. Если это условие выполняется, то длительность электроимпульсного воздействия может быть рассчитана с использованием (2.3) и (2.4).

Пусть $\delta = 0,05$, тогда исходя из (2.4) и (2.9), выразим сопротивление порошка через параметры L, C, δ

$$R = \sqrt{\frac{L}{C} \frac{4 \ln^2(\delta)}{4\pi^2 - 1}}. \quad (2.11)$$

Из соотношений (2.2), (2.5), (2.11) можно определить критерий, при котором за первый период высоковольтного разряда в электрической цепи установки ЭИС выделится основная часть тепловой энергии

$$\sqrt{\frac{L}{C}} \leq R < \sqrt{\frac{2L}{C}}. \quad (2.12)$$

Зависимости (2.8), (2.10) и (2.12) позволяют, если известно сопротивление порошка, при помощи моделирования подобрать такие значения R, L, C , при которых к.п.д. установки ЭИС будет максимальным.

Для аналитического определения электрического сопротивления порошка с учетом анализа [185, 197, 251–254] введем следующие допущения.

1. Частицы порошка имеют сферическую форму.
2. Размер зоны контакта между частицами порошка мал по сравнению с ее диаметром.
3. Деформация частицы порошка, вызванная усилием сжатия электродов-пуансонов, является упругой и определяется диаметром контактной зоны

$$d = \left[\frac{3F_0 D_0}{E} (1 - \nu^2)(1 - \sigma) \right]^{1/3} = D_0 \left[\frac{3\pi p}{E} (1 - \nu^2)(1 - \sigma) \right]^{1/3} \quad (2.13)$$

и величиной линейной деформации частицы

$$y = \left\{ \left[\frac{3F_0(1-\nu^2)(1-\sigma)}{E} \right]^2 \frac{1}{D_0} \right\}^{1/3} = D_0 \left[\frac{3\pi p}{E} (1 - \nu^2)(1 - \sigma) \right]^{2/3}, \quad (2.14)$$

где F_0 – сила, действующая на частицу; D_0 – средний диаметр частицы; E – модуль Юнга; ν – коэффициент Пуассона; σ – коэффициент трения-скольжения частиц порошка; p – давление сжатия.

Средний диаметр порошковой частицы вычисляется по формуле Андерсона

$$D_0 = D_1 D_2 \sqrt{\frac{2}{D_1^2 + D_2^2}}, \quad (2.15)$$

где D_1 , и D_2 – минимальный и максимальный размеры частиц.

С учетом (2.13)–(2.15) связь между диаметром контактной зоны и величиной линейной деформации равна

$$d = y \left[\frac{ED_0^2}{3F_0(1-\nu^2)(1-\sigma)} \right]^{1/3} = y \left[\frac{E}{3\pi p(1-\nu^2)(1-\sigma)} \right]^{1/3}. \quad (2.16)$$

Поскольку поверхности двух частиц порошка разделены непроводящим слоем, толщина которого складывается из толщин l_0 оксидных пленок каждой частицы, для протекания через них электрического тока, согласно [253, 254], необходимо, чтобы сила сжатия F_0 вызвала такую линейную деформацию частиц, при которой выполнялось бы условие $y > 2l_0$.

Пусть величина ε – отношение толщины непроводящего слоя l_0 к величине линейной деформации y

$$\varepsilon = l_0/y, \quad (2.17)$$

тогда (2.16) с учетом (2.17) преобразуется в

$$\begin{aligned} d &= (y - 2l_0) \left[\frac{ED_0^2}{3F_0(1-\nu^2)(1-\sigma)} \right]^{1/3} = \\ &= y(1 - 2\varepsilon) \left[\frac{E}{3\pi p(1-\nu^2)(1-\sigma)} \right]^{1/3}. \end{aligned} \quad (2.18)$$

4. Число контактов, приходящихся на одну частицу $N_{\text{к.ч}}$, зависит от пористости порошковой насыпки Π и определяется по формуле Еремеева

$$N_{\text{к.ч}} = \frac{\Pi + 3 + \sqrt{\Pi^2 - 10\Pi + 9}}{2\Pi}. \quad (2.19)$$

5. Распределение выделяющейся энергии между частицами порошка при электроимпульсном воздействии происходит равномерно.

С учетом (2.15) и (2.19) в объеме порошка V число частиц N_0 , число контактов между частицами $N_{к.п.н}$ и объемная концентрация контактов n_V вычисляются следующим образом:

$$N_{к.п.н} = N_0 N_{к.ч}, \quad (2.20)$$

$$N_0 = \frac{6(1-\Pi)V}{\pi D_0^3}, \quad (2.21)$$

$$n_V = \frac{N_{к.п.н}}{V} = \frac{6N_{к.ч}(1-\Pi)}{\pi D_0^3}. \quad (2.22)$$

Из выражений (2.21) и (2.22) следует, что линейная n_L и поверхностная n_S концентрации контактов частиц порошка находятся следующим образом:

$$n_L = n_V^{1/3}, \quad (2.23)$$

$$n_S = n_V^{2/3}. \quad (2.24)$$

6. Относительная пористость свободно насыпанного порошка $\Pi_{с.н}$ после его сжатия между электродами-пуансонами изменяется на величину $\Delta\Pi$ и определяется в как

$$\Pi = \Pi_{с.н} - \Delta\Pi. \quad (2.25)$$

7. При осевом уплотнении свободно насыпанного порошка в жесткой цилиндрической пресс-форме силой F площадь поперечного сечения насыпки не изменяется, а ее высота $h_{с.н}$ уменьшается до высоты h_0 , поэтому

$$\Delta\Pi = \frac{h_0 y n_L}{h_{с.н}(h_{с.н} - y n_L)} \approx \frac{h_0}{h_{с.н}^2} \left[\frac{9F n_V}{D_0 E N_{к.ч}} (1 - \nu^2)(1 - \sigma) \right]^{1/3}. \quad (2.26)$$

Если ρ – удельное электрическое сопротивление материала частицы порошка, то, учитывая приведенные выше допущения 1-7,

а также (2.18), (2.23), (2.24), получим уравнение для расчета удельного электрического сопротивления насыпки порошка

$$\rho_{с.н} = \rho \frac{4D_0}{\pi(1-2\varepsilon)^2 n_V^{1/3}} \left[\frac{E}{3FD_0(1-v^2)(1-\sigma)} \right]^{2/3}. \quad (2.27)$$

Зная высоту h порошковой насыпки после ее осевого уплотнения и площадь S поперечного сечения, с помощью (2.27) можно определить электрическое сопротивление насыпки порошка

$$R = \rho \frac{4D_0}{\pi(1-2\varepsilon)^2 n_V^{1/3}} \left[\frac{E}{3FD_0(1-v^2)(1-\sigma)} \right]^{2/3} \frac{h}{S} \quad (2.28)$$

При электроимпульсном воздействии в порошке возникают радиально направленные силы электромагнитного поля (пинч-эффект), приводящие к появлению радиального давления p_r , среднее значение которого равно [193]

$$p_r = \frac{\mu_0 I^2}{4\xi\pi^2 r_{п.ф}^2} \int_0^{r_{п.ф}} \frac{J_0^2(\alpha r\sqrt{-i}) - J_1^2(\alpha r\sqrt{i})}{J_1^2(\alpha r\sqrt{-i})} r dr, \quad \alpha = \sqrt{\frac{\omega\mu_0}{\rho}}, \quad i^2 = -1, \quad (2.29)$$

где J_0, J_1 – функции Бесселя первого рода.

Радиальное давление в произвольной точке на расстоянии r от оси цилиндрической пресс-формы зависит от магнитной проницаемости μ_0 , величины электрического тока I , коэффициента бокового давления порошка на стенку жесткой пресс-формы ξ , радиуса пресс-формы $r_{п.ф}$, удельного электрического сопротивления материала частиц порошка ρ .

Действие этого давления при определенных условиях может приводить к появлению градиента структуры и свойств в поперечном сечении порошкового материала. При осевом усилении сжатия F порошка, вызывающем давление p_h на стенку пресс-формы площадью S_h , и выполнении условия

$$p_h = \frac{F}{S_h} \geq p_r \quad (2.30)$$

этого не произойдет. При $p_h < p_r$ будет проявляться градиент структуры и свойств в радиальном направлении.

Таким образом, с помощью (2.10), (2.28), (2.29), критерия (2.12) и условия (2.30), варьируя параметрами D_0, h, S, p , можно рассчитать необходимую величину градиента электрического сопротивления порошка, требуемую для получения ФГМ с требуемыми эксплуатационными характеристиками.

2.1.2. Распределение температуры в зоне контакта частиц порошка

Для определения связи между напряжением высоковольтного разряда и температурой разогрева частиц порошка введем следующие модельные допущения:

а) тепло в зонах контактов всех частиц порошка выделяется равномерно, процессы теплообмена в них происходят независимо друг от друга;

б) ввиду быстроты процесса электроимпульсного воздействия теплообмен с окружающей средой практически отсутствует;

в) разогрев частиц порошка осуществляется благодаря тепловым источникам, которыми являются зоны контактов;

г) зона контакта представляет собой полусферу, диаметр которой определяется уравнением (2.13);

д) удельная энергия электроимпульсного воздействия q в зоне контакта, затраченная на нагрев частицы, определяется отношением

$$q = \frac{cU_0^2}{4N_{\text{к.п.н}}}; \quad (2.31)$$

е) тепло, выделяемое в зоне контакта двух частиц, распространяется внутри равномерно, одна половина тепла идет на нагрев одной частицы, другая половина – на нагрев другой (рис. 2.1);

ж) теплообмен между внутренними слоями частицы определяется законом Фурье

$$q = -\lambda \frac{\Delta T}{\Delta x} \Delta S \Delta t, \quad (2.32)$$

где λ – коэффициент теплопроводности; ΔT – изменение температуры; Δx – толщина нагреваемого слоя; ΔS – площадь поверхности, через которую протекает тепловой поток; Δt – изменение времени.

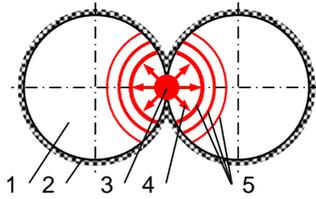


Рис. 2.1. Схема теплообмена между разогретыми слоями частиц порошка:
 1 – частица порошка; 2 – оксидная пленка; 3 – зона контакта;
 4 – направление распространения тепла; 5 – изотермы

Из приведенных выше допущений а)–ж), уравнения (2.31) и критерия (2.12) следует:

1) величина удельной тепловой мощности P_0 контактной зоны частицы порошка за время одного периода высоковольтного разряда при электроимпульсном воздействии составляет

$$P_0 = \frac{2\pi q}{\omega}, \quad (2.33)$$

где ω вычисляется из (2.4);

2) исходя из площади сферического сегмента, удаленного от зоны контакта на некоторое расстояние x , через который внутрь частицы проходит поток удельной тепловой мощности P_0 , изменение температуры между элементарной толщиной разогретого слоя dx и зоной контакта с учетом (2.31)–(2.33) определяется как

$$dT = -\frac{P_0}{\lambda\pi} \frac{dx}{x \left(x + \sqrt{D_0^2 - x^2} - D_0 \right)}; \quad (2.34)$$

3) при равномерном тепловыделении в зоне контакта частиц порошка температурное поле формируется таким образом, что точка с минимальным значением температуры находится в геометрическом центре частицы. Это накладывает следующие ограничения на глубину прогревания элементарных слоев:

$$d/2 \leq x < D_0/2. \quad (2.35)$$

С учетом (2.35) выражение (2.34) сводится [255] к

$$dT \approx -\frac{P_0}{\lambda\pi} \frac{dx}{x^2 \left(1 + \frac{x}{D_0}\right)}. \quad (2.36)$$

Если предположить, что при электроимпульсном воздействии теплопроводность материала частиц порошка остается неизменной, то из (2.36) следует

$$\Delta T = -\frac{P_0}{\lambda\pi} \left[\frac{1}{D_0^2} \ln \left(\frac{D_0+x}{x} \right) - \frac{1}{xD_0} \right] \Big|_{d/2}^x. \quad (2.37)$$

Тогда при помощи (2.33) и (2.37) связь между начальным значением напряжения высоковольтного разряда и изменением температуры определяем как

$$\Delta T = -\frac{cU_0^2}{\lambda\omega} \left[\frac{1}{D_0^2} \ln \left(\frac{D_0+x}{x} \right) - \frac{1}{xD_0} \right] \Big|_{d/2}^x. \quad (2.38)$$

Если предположить, что теплопроводность при электроимпульсном воздействии является функцией температуры $\lambda = \lambda(T)$, то с помощью (2.36), температурное поле порошковой частицы находим из выражения

$$\int_{T_x}^{T_q} \lambda(T) dT = -\frac{P_0}{\pi} \left[\frac{1}{D_0^2} \ln \left(\frac{D_0+x}{x} \right) - \frac{1}{xD_0} \right] \Big|_{d/2}^x. \quad (2.39)$$

При этом температура в зоне контакта T_q с учетом (2.32) рассчитывается как

$$T_q = \frac{3q - 2,25b\gamma\pi d^3}{4(c_1 + c_2)\gamma\pi d^3}, \quad (2.40)$$

где b – удельная теплота плавления; γ – плотность материала частицы; c_1 и c_2 – удельная теплоемкость материала частицы в твердой и жидкой фазе.

В расчетах с использованием зависимостей (2.37) и (2.38) T_q является максимальной температурой. Зависимости (2.31)–(2.38) устанавливают связь между начальным напряжением высоковольтного разряда, его длительностью и температурой разогрева порошковой частицы, требуемой для осуществления фазовых превращений при электроимпульсном воздействии.

2.1.3. Моделирование и расчет параметров электроимпульсного воздействия

Рассмотрим алгоритм расчета физических параметров процесса электроимпульсного воздействия на сферический порошок титана для получения цилиндрической заготовки с габаритными размерами $D = 5$ мм, $h_0 = 10$ мм и относительной пористостью $\Pi = 0,35$.

1. Используя исходные данные табл. 2.1, с помощью (2.12)–(2.27) определим, как изменяется относительная пористость порошка (рис. 2.2, *a*) и его электрическое сопротивление (рис. 2.2, *б*) в зависимости от величины давления прессования.

Таблица 2.1

Свойства порошка титана

Наименование	Обозначение	Размерность	Величина
Насыпная плотность порошка	$\gamma_{с.п}$	кг/м ³	2700
Минимальный размер частиц	D_1	мкм	315
Максимальный размер частиц	D_2	мкм	400
Толщина оксидного слоя	l_0	мкм	1
Плотность титана	γ	кг/м ³	4540
Коэффициент теплопроводности	λ	Вт/(м·К)	21,9
Удельная теплоемкость	c	Дж/(кг·К)	25,0
Удельное электрическое сопротивление	ρ	мкОм·м	0,42
Модуль Юнга	E	ГПа	95
Коэффициент Пуассона	ν	-	0,3
Температура плавления	$T_{пл}$	К	1941
Молярная теплота плавления	Q_{μ}	Дж/моль	14,6

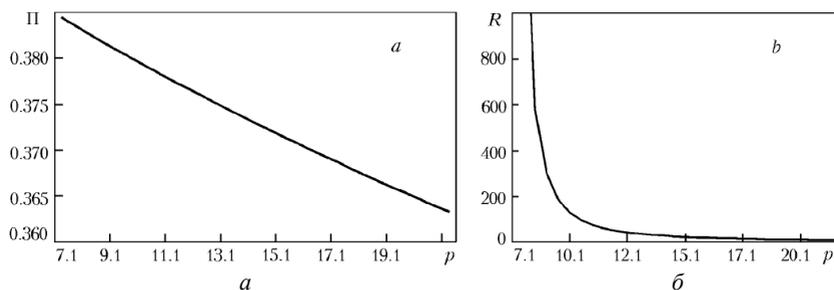


Рис. 2.2. Зависимость относительной пористости (*a*) и электрического сопротивления (*б*) порошка титана от давления прессования

2. При периоде разряда $t = 70$ мкс; емкости $C = 900$ мкФ; индуктивности $L = 0,15$ мкГн с учетом критерия (2.12) сопротивление порошковой насыпки составит $R_1 = 0,01$ Ом. Исходя из этого (см. рис. 2.2, а, (2.27) и (2.30)), следует, что усилие сжатия электродов-пуансонов должно составить $F = 200$ Н.

3. При периоде разряда $t = 70$ мкс; емкости $C = 900$ мкФ; индуктивности $L = 0,15$ мкГн с учетом критерия (2.12) сопротивление порошковой насыпки составит $R_1 = 0,01$ Ом. Исходя из этого (см. рис. 2.2, а, (2.27) и (2.30)), следует, что усилие сжатия электродов-пуансонов должно составить $F = 200$ Н.

4. С помощью зависимостей (2.31)–(2.39) определим начальное значение напряжения заряда емкостного накопителя. При $U_0 = 1500$ В через 70 мкс после высоковольтного разряда распределение температуры внутри порошковой частицы характеризуется зависимостью (рис. 2.3), показывающей, что градиент температуры на расстоянии 100 мкм от поверхности составит 10^{-5} К/м. Выделение тепла в порошковой насыпке и изменение напряжения в разрядной цепи (рис. 2.4) при этом будут представлять собой процессы, которые описываются уравнениями (2.8) и (2.5).

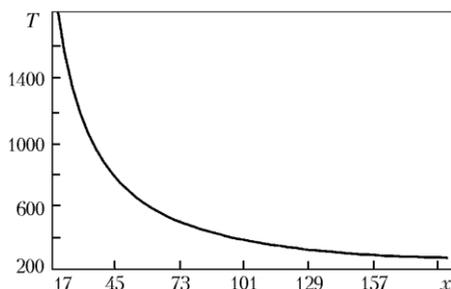


Рис. 2.3. Распределение температуры в частице порошка через 70 мкс после начала высоковольтного электроимпульсного воздействия

Технологические параметры, рассчитанные с помощью зависимостей (2.12)–(2.27), (2.30)–(2.39) и приведенные выше в пунктах 2 и 3, были проверены экспериментально. Полученная при электроимпульсном воздействии форма электрического импульса представлена на рисунке 3.19. Очевидно, что рассчитанная с помощью уравнений

(2.5) и (2.11) кривая изменения амплитуды напряжения электрической цепи и экспериментально полученная осциллограмма по форме совпадают.

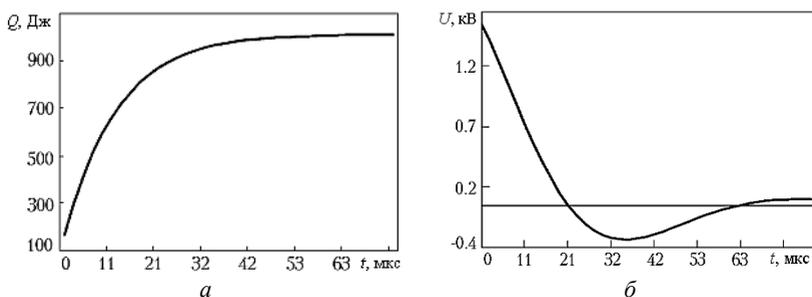


Рис. 2.4. Зависимость выделения тепловой энергии (а) и напряжения в электрической цепи (б) от длительности высоковольтного электроимпульсного воздействия

2.1.4. Кинетика изменения температурного поля в порошковом материале при электроимпульсном воздействии

В [207, 195] показано, что количества тепловой энергии, выделяющейся в спеченном слое порошкового материала при повторном высоковольтном электроимпульсном воздействии, не достаточно для заметного увеличения его прочности. Как известно [256], прочность порошковых материалов σ_b зависит от доли площадей контактных поверхностей, объединяющих соседние частицы:

$$\sigma_b = \sigma_c \pi r^2, \quad (2.41)$$

где σ_b – постоянная, соответствующая доле контактных поверхностей, расположенных перпендикулярно направлению растяжения; r – радиус зоны спекания.

Процесс формирования контакта между частицами порошка сферической формы в зависимости от напряжений σ , создаваемых в зоне контакта внешней прижимающей силой F , приближенно может быть описан в предположении, что перенос массы осуществляется в режиме пластично-вязкого течения и подчиняется закону [35]:

$$\varepsilon \approx A\sigma^n, \quad (2.42)$$

где ε – скорость деформации; A – постоянная; σ – напряжения в зоне контакта; n – показатель степени.

При $n = 1$ этот закон переходит в закон вязкого ньютоновского течения. Полагая, что $\sigma \approx \frac{F}{\pi r^2(t)}$, и учитывая, что $\varepsilon \approx \frac{\dot{r}r}{R_{\check{q}}^2}$, где F – внешняя прижимающая сила; r – радиус контакта; \dot{r} – скорость изменения радиуса контакта; $R_{\check{q}}$ – радиус частицы порошка; t – длительность пропускания электрического тока, получим

$$r^{2(n+1)} - r_0^{2(n+1)} \approx 4(n+1)R_{\check{q}}^2 A \left(\frac{F}{\pi}\right)^n (t - t_0), \quad (2.43)$$

где t_0 – начальное время воздействия электрическим током; t – конечное время воздействия электрическим током; r_0 – начальный радиус контакта; r – конечный радиус контакта; A – постоянная.

При малых прижимающих усилиях, когда $n = 1$ (ньютоновский режим), данная формула преобразуется к виду [35]:

$$r^4 - r_0^4 = \frac{8R_{\check{q}}^2 F(t-t_0)}{\pi \eta_k}, \quad (2.44)$$

где $\eta_k = A^{-1}$ – вязкость, зависящая от структуры материала контактной зоны и температуры.

Если температура изменяется во времени, т. е. $T = T(t)$, то вместо выражения (2.44) получим:

$$r^4 - r_0^4 = \frac{8R_{\check{q}}^2 F}{\pi} \int_0^t \frac{dt}{\eta_k[T(t)]}, \quad (2.45)$$

где T – абсолютная температура.

Зависимость вязкости материала порошка от температуры при $n = 1$ может быть принята, например, в виде [257]:

$$\eta_k = \frac{kT}{c} \exp\left(\frac{U}{kT}\right), \quad (2.46)$$

где C – постоянная; k – постоянная Больцмана; T – абсолютная температура; U – энергия активации.

Таким образом, для того, чтобы установить закономерности изменения прочностных свойств спеченных порошковых материалов, следует рассчитать кинетику изменения температурного поля в упрочняемом слое путем решения соответствующей задачи нестационарной теплопроводности [258].

Если пренебречь потерями тепла с боковой поверхности пористого слоя в результате теплообмена с окружающей средой по сравнению с тепловыми потоками в направлении электродов, то постановку задачи теплопроводности можно представить как определение кинетики изменения распределения температуры в пластине неограниченной длины с начальной температурой T_0 , которая в начальный момент времени помещается в среду с температурой T_c . В пластине действует положительный источник тепла, мощность которого равна W (Вт/м³). Теплообмен пластины со средой происходит путем теплопроводности (рис. 2.5).

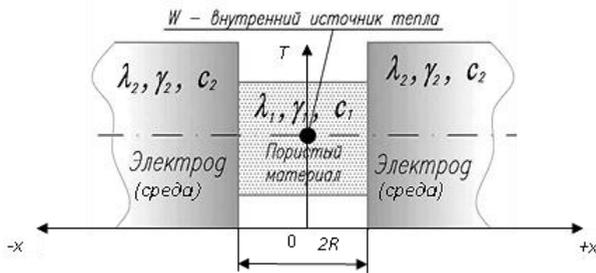


Рис. 2.5. Схема нагрева порошковой пластины неограниченной длины

Тогда краевая задача имеет вид [259]:

$$\frac{\partial T_1(x,t)}{\partial t} = a_1 \frac{\partial^2 T_1(x,t)}{\partial x^2} + \frac{W}{c_1 \gamma_1} \quad (T > 0, -R < x < +R), \quad (2.47)$$

$$\frac{\partial T_2(x,t)}{\partial t} = a_2 \frac{\partial^2 T_2(x,t)}{\partial x^2} \quad (T > 0, R < x < \infty) \quad (2.48)$$

$$T_1(x,0) = T_0, \quad T_2(x,0) = T_c, \quad (2.49)$$

$$\pm K_\lambda \frac{\partial T_1(\pm R,t)}{\partial x} = \frac{\partial T_2(\pm R,t)}{\partial x}, \quad (2.50)$$

$$T_1(\pm R, t) = T_2(\pm R, t), \quad (2.51)$$

$$\frac{\partial T_1(0, t)}{\partial x} = 0, \quad \frac{\partial T_2(\pm \infty, t)}{\partial x} = 0, \quad (2.52)$$

где x – координата по толщине пластины; $\pm R$ – координаты начала и окончания пластины ($2R$ – толщина пластины); a_1 – коэффициент температуропроводности пластины; a_2 – коэффициент температуропроводности среды; c_1 – удельная теплоемкость пластины; c_2 – удельная теплоемкость среды; γ_1 – плотность пластины; γ_2 – плотность среды; T_1 – температура в пластине; T_2 – температура в среде; T_0 – начальная температура в пластине; T_c – начальная температура в среде; $K_\lambda = \lambda_1/\lambda_2$ – критерий, характеризующий относительную теплопроводность тела; λ_1 – коэффициент теплопроводности пластины; λ_2 – коэффициент теплопроводности среды.

Решение этой задачи для пластины неограниченной длины имеет вид:

$$\Theta_1 = \frac{T_1(x, t) - T_c}{T_0 - T_c} = 1 + PoFo_1 - \frac{1}{1 + K_\varepsilon} \sum_{n=1}^{\infty} (-h)^{n-1} \times \\ \times \left[\operatorname{erfc} \frac{(2n-1)\pm X}{2\sqrt{Fo_1}} + 4PoFo_1 i^2 \operatorname{erfc} \frac{(2n-1)\pm X}{2\sqrt{Fo_1}} \right], \quad (2.53)$$

где Θ_1 – температура пластины; $Po = \frac{WR^2}{\lambda_1(T_0 - T_c)} = \frac{WR^2}{c_1\gamma_1(T_0 - T_c)a_1}$ – критерий Померанцева; $K_\varepsilon = \sqrt{\frac{\lambda_1 c_1 \gamma_1}{\lambda_2 c_2 \gamma_2}}$ – критерий, характеризующий тепловую активность пластин по отношению к среде; $Fo_1 = \frac{a_1 t}{R^2}$ – число Фурье; $h = \frac{1 - K_\varepsilon}{1 + K_\varepsilon}$; $\frac{1}{1 + K_\varepsilon} = X$ – охлаждающий эффект, характеризующий скорость охлаждения нагретого тела [261]; $i^2 \operatorname{erfc} z = \int_z^\infty i \operatorname{erf} \xi d\xi$ – кратный интеграл вероятностей; $\operatorname{erfc} z = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^z e^{-\xi^2} d\xi$ и $\operatorname{erfc} z = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_z^\infty e^{-\xi^2} d\xi$ – интегралы вероятностей. Здесь введено условное обозначение $-\Phi(\pm z) = -\Phi(-z) - \Phi(+z)$.

Можно принять, что $T_c = T_0$. Тогда:

$$\begin{aligned}
 & T_1(x, t) - T_c = \\
 & = \frac{WR^2}{\lambda_1} Fo_1 - \frac{1}{1 + K_\varepsilon} \sum_{n=1}^{\infty} (-h)^{n-1} \cdot 4 \frac{W^2 R^2}{\lambda_1} Fo_1 i^2 \operatorname{erfc} \frac{(2n-1) \pm \frac{X}{R}}{2\sqrt{Fo_1}} = \\
 & = \frac{WR^2}{\lambda_1} Fo_1 \left[1 - \frac{1}{1 + K_\varepsilon} \sum_{n=1}^{\infty} 4(-h)^{n-1} \cdot i^2 \operatorname{erfc} \frac{(2n-1) \pm \frac{X}{R}}{2\sqrt{Fo_1}} \right]. \quad (2.54)
 \end{aligned}$$

Оценка характерных для процесса упрочнения значений Fo показывает, что они не превышают 0,2.

Анализ решения (2.54), основанный на свойствах функции $i^2 \operatorname{erfc} z$ [260], показывает, что при малых значениях Fo_1 можно ограничиться одним членом из всего ряда и тогда расчетная формула принимает простой вид:

$$T_1(x, t) - T_c = \frac{WR^2}{\lambda_1} Fo_1 \left(1 - 4Xi^2 \operatorname{erfc} \frac{1 \pm \frac{X}{R}}{2\sqrt{Fo_1}} \right). \quad (2.55)$$

При этом для практических расчетов можно использовать таблицы значений функции $i^2 \operatorname{erfc} z$, приведенные, например, в [260] или в [261]. Воспользовавшись этими таблицами, легко получить упрощенные приближенные формулы для расчета температуры в середине пластины ($x = 0$) и на ее поверхностях ($x = R$).

При $x = 0$ значение кратного интеграла вероятностей в выражении (2.55) не превышает 0,014 и, следовательно, вторым слагаемым можно пренебречь, откуда:

$$T_1(0, t) - T_c \approx \frac{WR^2}{\lambda_1} Fo_1 \equiv \frac{Wt}{c_1 \gamma_1}. \quad (2.56)$$

При $x = R$ $\operatorname{erfc} \frac{1 \pm \frac{X}{R}}{2\sqrt{Fo_1}} \approx 0,25$ и, следовательно:

$$T_1(\pm R, t) - T_c \approx \frac{WR^2}{\lambda_1} Fo_1 (1 - X) \equiv \frac{W}{c_1 \gamma_1} (1 - X)t. \quad (2.57)$$

Анализируя полученные соотношения (2.55)–(2.57) можно сделать следующие выводы.

1. Для любого фиксированного момента времени максимальная температура нагрева достигается в среднем сечении порошковой пластины, а минимальная – на ее поверхностях.

2. Распределение температуры по сечению порошковой пластины существенным образом зависит от охлаждающего эффекта X или, что то же самое, от критерия относительной тепловой активности K_ϵ . Увеличение значения K_ϵ приводит к повышению температуры любой точки пластины и снижению температурного перепада между серединой сечения пластины и ее поверхностями. Если $X \rightarrow 1$ ($K_\epsilon \rightarrow 0$), то охлаждающий эффект максимален и температура поверхностей пластины не изменяется во времени, т. е. $T_1(\pm R, t) = T_c = \text{const}$. Отсюда следует, что для более равномерного нагрева порошковой пластины желательно выбирать материалы электродов с низкой тепловой активностью.

3. Температура в середине сечения и на поверхностях порошковой пластины в любой момент времени линейно зависит от мощности и времени нагрева и определяется ее теплофизическими свойствами, а также теплофизическими свойствами среды (электрода). Поскольку температура пластины максимальна в ее среднем сечении, для недопущения проплавления внутренней части пластины режим нагрева следует назначать, исходя из условия $T(0, t) < T_{\text{пл}}$ ($T_{\text{пл}}$ – температура плавления материала).

2.1.5. Моделирование формирования градиента прочности в однородном порошковом материале при электроимпульсном воздействии

Используя полученные выше уравнения, можно оценить влияние кинетики изменения распределения температуры на рост прочностных свойств слоя порошкового материала при прямом пропускании импульсов электрического тока.

Анализ уравнений (2.41), (2.45), (2.46) и (2.53)–(2.55) показывает, что максимальная температура, а, следовательно, и прочность, достигается в среднем сечении заготовки, а минимальные – вблизи его поверхностей. При этом прочность в различных сечениях линейно

зависит от площади контактных площадок между частицами порошка. Очевидно, что прочностные свойства слоя в целом лимитируются прочностью его наиболее «слабой» части, т. е. в данном случае приповерхностной зоны, а перепад прочностных свойств между различными сечениями (градиент) определяется площадями контактных площадок в среднем сечении и приповерхностной зоне.

Запишем уравнения (2.56) и (2.57) в единой форме:

$$T_i = v_i t + T_c \quad (i = 1, 2), \quad (2.58)$$

где температура в среднем сечении слоя $T_1 = T(0, t)$, (2.59)

температура поверхностей слоя $T_2 = T(R, t)$, (2.60)

скорость нагрева среднего сечения слоя $v_1 = \frac{\partial T_1}{\partial t} = \frac{W}{c_1 \gamma_1}$, (2.61)

скорость нагрева поверхностей слоя $v_2 = \frac{\partial T_2}{\partial t} = (1 - X) \frac{W}{c_1 \gamma_1}$. (2.62)

Для расчета кинетики роста контакта между частицами порошка в среднем сечении слоя и приповерхностной зоне при нестационарном нагреве воспользуемся формулой (2.45).

Подставив в выражение (2.45) выражения (2.46) и (2.58), получим

$$r^4 - r_0^4 = B \int_0^t \frac{\exp\left[-\frac{U}{kT_i(t)}\right]}{kT_i(t)} dt = \frac{B}{v_i} \int_{T_c}^{T_i} \frac{\exp\left(-\frac{U}{kT_i}\right)}{kT_i} dT_i, \quad (2.63)$$

где $B = \frac{8R_q^2 FC}{\pi}$. (2.64)

Сделав в (2.63) замену переменных в виде

$$\xi = \frac{U}{kT_i}, \quad (2.65)$$

получим

$$r^4 - r_0^4 = \frac{B}{v_i} \int_{\frac{U}{kT_c}}^{\frac{U}{kT_i}} \frac{e^{-\xi}}{\xi} d\xi \quad (2.66)$$

Или

$$r^4 - r_0^4 = \frac{B}{v_i} \left[E_1 \left(\frac{U}{kT_i} \right) - E_1 \left(\frac{U}{kT_c} \right) \right], \quad (2.67)$$

где $E_1(\xi) = -E_1(-\xi) = \int_{\xi}^{\infty} e^{-\xi} d\xi$ – интегральная показательная функция, протабулированная во многих справочниках, например, в [260] и [261].

Воспользовавшись соотношениями (2.41) и (2.66), получим окончательно уравнение для расчета кинетики повышения прочности в середине и на поверхностях слоя в зависимости от температур T_1 и T_2 и скорости нагрева v

$$\sigma_B(t) = \sigma_c \pi r^2(t) = \sigma_c \pi \sqrt{r_0^4 + \frac{B}{v_i} \left[E_1 \left(\frac{U}{kT_i} \right) - E_1 \left(\frac{U}{kT_c} \right) \right]}. \quad (2.68)$$

С учетом выражений (2.62) из (2.67) можно получить расчетную формулу для определения мощности нагрева, необходимой для достижения заданной прочности в приповерхностной зоне

$$W = \frac{bc_1 \gamma_1 \left[E_1 \left(\frac{U}{kT_2} \right) - E_1 \left(\frac{U}{kT_c} \right) \right]}{(\sigma_B^2 - \pi^2 \sigma_c^2 x_0^4)(1-X)}, \quad (2.69)$$

где $T_2 < T_{пл}$ – температура спекания.

При этом из выражений (2.58) и (2.61) на мощность нагрева накладывается ограничение

$$W < (T_{пл} - T_c) \frac{c_1 \gamma_1}{t} \quad (2.70)$$

Результаты математического моделирования, проведенного на примере порошковой пластины из сферических частиц титана размером 0,3 мм, позволили получить [258] зависимости влияния удельной мощности внутреннего источника тепла на размеры контакта между частицами порошка (рис. 2.6), температуру в центре порошкового слоя и на его поверхностях (рис. 2.7), распределение температуры по толщине порошкового слоя (рис. 2.8), а также прочность на срез материала порошкового слоя в зависимости от затраченной энергии (рис. 2.9).

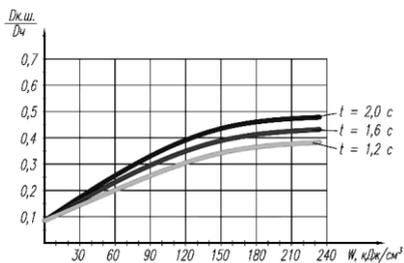


Рис. 2.6. Влияние удельной мощности внутреннего источника тепла на относительный размер контакта между частицами

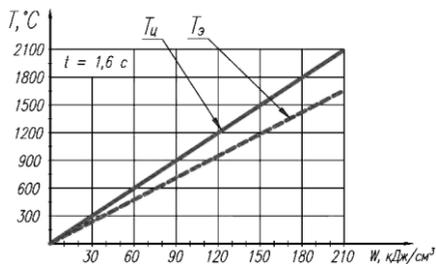


Рис. 2.7. Влияние удельной мощности внутреннего источника тепла на температуру в среднем сечении и на поверхности порошкового слоя

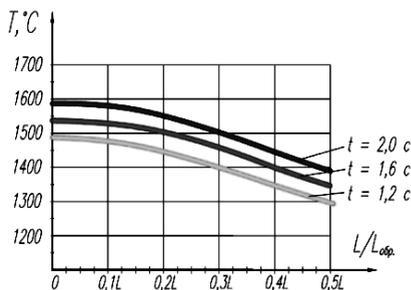


Рис. 2.8. Распределение температуры по толщине порошкового слоя

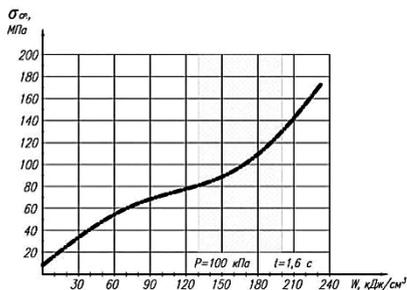


Рис. 2.9. Зависимость прочности материала порошкового слоя на срез от удельной энергии электроимпульсного воздействия

Установлено, что для любого фиксированного момента времени максимальная температура нагрева достигается в центре слоя порошкового материала, а минимальная – на его поверхностях. При этом температура в центре и на поверхностях порошкового материала в любой момент времени линейно зависит от мощности и времени нагрева и определяется его теплофизическими свойствами, а также теплофизическими свойствами среды, в которую он помещен. Поскольку температура пластины максимальна в ее центре, для недопущения проплавления внутренней части пластины режим нагрева следует назначать, исходя из условия $T(0, t) < T_{пл}$, где $T_{пл}$ – температура плавления материала.

Расчеты показывают, что значение удельной энергии, при которой по механизму пластично-вязкого течения происходит увеличение площади межчастичных контактов до размеров 0,4–0,5 диаметра частицы, должно составить 130–190 кДж/см³. При этом градиент температур на поверхностях и в центре слоя порошкового материала, достигнет 190–210 °С, прочность на срез – 80–120 МПа (рис. 2.9), а градиент прочности составит 20–50 МПа/мм.

Разработанная теоретическая модель процесса теплообмена при электроимпульсном воздействии, устанавливающая неоднородное распределение тепловой энергии, выделяемой при прохождении импульсов электрического тока по объему порошкового материала, и рост контактных шеек за счет преимущественного выделения тепла в зонах контактов, а также выведенные уравнения для расчета размера области расплавления, скорости охлаждения расплава и для описания кинетики упрочнения порошковых слоев, позволяют описать процесс формирования межчастичных контактов и изменения структуры и свойств порошковых ФГМ в зависимости от параметров электроимпульсного воздействия. Результаты моделирования позволили установить значения параметров электроимпульсного воздействия, при которых происходит увеличение площади межчастичных контактов, а прочность порошкового ФГМ достигает максимального значения.

2.2. Теоретические закономерности теплообмена в частицах порошка и порошковом материале при импульсном лазерном воздействии

Импульсное лазерное воздействие на поверхность порошка, находящегося в состоянии свободной насыпки [262], при подаче из сопла дозирующего устройства [263] или на поверхности подложки [145] используется для получения изделий со сложной геометрией поверхности, прочность которых зависит от размера и устойчивости жидкофазных контактов между частицами порошка в слоях, формирующихся в под действием импульса лазерного излучения. Воздействие осуществляют сфокусированным лазерным лучом в инфракрасном диапазоне с длительностью импульса $\sim 10^{-3}$ с и частотой следования

импульсов ~ 100 Гц. При таком внешнем воздействии на слой порошка устойчивость образующихся жидкометаллических контактов определяется мощностью импульса лазерного излучения. Учитывая порядок длительности импульса, исследование процесса образования и устойчивости жидкофазных контактов при импульсном лазерном воздействии на поверхность частиц порошка можно проводить путем математического моделирования [264], основанного на решении аналогичной задачи об устойчивости формы жидкометаллического проводника при электроимпульсном воздействии [189, 265].

2.2.1. Образование и устойчивость жидкометаллических контактов между частицами порошка

Если рассматривать лазерное излучение, как источник тепловой энергии, рассеиваемой в порошке, то процесс формирования жидкофазных контактов между частицами (рис. 2.10) может быть описан с помощью капельной модели Френкеля [266].

Энергия W_Q жидкометаллического контакта является суммой энергий лазерного излучения W_{LR} , создающего световое давление, потенциальной энергии W_g и энергии сил поверхностного натяжения W_s

$$W_Q = W_{LR} + W_g + W_s, \quad (2.71)$$

причем

$$W_s = 2\pi\sigma \int_0^h r\sqrt{(r')^2} dx; \quad W_g = \pi g\gamma \int_0^h r^2 dx; \quad (2.72)$$

$$W_{LR} = \frac{1+R_{LR}}{c_{LR}} \int_0^\tau P_{LR}(t) \int_0^h \frac{1}{r^2} dx dt, \quad (2.73)$$

где σ – коэффициент поверхностного натяжения, h – длина жидкометаллического контакта, g – ускорение свободного падения, γ – плотность, R_{LR} – коэффициент поверхностного отражения световой волны, P_{LR} – мощность импульса лазерного излучения, c_{LR} – скорость света объемная плотность энергии лазерного излучения, а r, x – цилиндрические координаты.

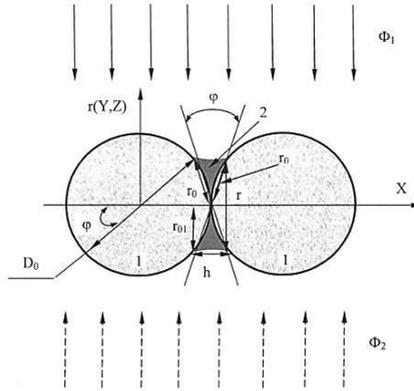


Рис. 2.10. Схема формирования жидкометаллического контакта между частицами порошка при импульсном лазерном воздействии: 1 – сферическая частица порошка; 2 – жидкометаллический контакт; r_0 – хорда; r_{01} – радиус жидкометаллического контакта; h – длина жидкометаллического контакта; φ – угол между хордами r_0 , а также между осью OX и диаметром D_0 ; Φ_1 – падающий поток лазерного излучения; Φ_2 – отраженный поток лазерного излучения

При

$$V = \pi \int_0^h r^2 dx = \text{const}, \quad (2.74)$$

условие равновесия жидкометаллического контакта может быть получено путем вариации [185]

$$\delta(W_Q - pV) = 0, \quad (2.75)$$

где p – давление в жидкометаллическом контакте, причем (2.75) определяется уравнением Эйлера-Лагранжа [185, 255]

$$\frac{\partial W}{\partial r} - \frac{d}{dz} \left(\frac{\partial W}{\partial r} \right) = 0, \quad (2.76)$$

где $W = W_Q - pV$.

Исходя из схемы формирования жидкометаллического контакта (рис. 2.10), учитывая (2.72), (2.73), капиллярную постоянную D_L , капиллярное давление p_L , давление p сил поверхностного натяжения [255]

$$D_L = \sqrt{\frac{2\sigma}{g\gamma}}, \quad p_L = \frac{2\sigma}{D_L}, \quad p = \frac{2\sigma}{D_L}, \quad (2.77)$$

и предполагая, что максимально возможные значения диаметра D_1 , длины h_1 , площади S_1 и объема V_1 жидкометаллического контакта определяются как

$$D_1 = h_{\max} = D_0(1 - \Pi_0 + \Pi_1)^{\frac{1}{3}}, \quad (2.78)$$

$$S_1 = 2\pi D_1^2, \quad (2.79)$$

$$V_1 = \frac{5}{6}\pi D_1^3, \quad (2.80)$$

где Π_0, Π_1 – начальная и конечная пористость сферического порошка, введем относительные величины

$$\rho = \frac{r}{D_L}, \quad \zeta = \frac{x}{D_L} \approx \frac{r\varphi}{D_L}, \quad (2.81)$$

и коэффициенты подобия

$$A_1 = \frac{12p}{5p_L}, \quad (2.82)$$

$$A_2 = \frac{8(1+R_{LR})}{c_{LR}p_L V_1} \left(\frac{D_1}{D_{LR}}\right)^2 W_{LR}, \quad (2.83)$$

с помощью которых преобразуем (2.46) в следующее уравнение

$$\frac{\rho''}{(\rho'^2+1)^{\frac{3}{2}}} - \frac{1}{\rho(\rho'^2+1)^{\frac{3}{2}}} - A_1 - \frac{A_2}{\rho^2} = 0, \quad (2.84)$$

где $\rho' = \frac{d\rho}{d\zeta}$, $\rho'' = \frac{d^2}{d\zeta^2}$, D_{LR} и W_{LR} – соответственно средние значения диаметра фокального пятна и энергия импульса лазерного излучения.

При выполнении условий

$$\begin{aligned} \rho(\zeta = 0) = \rho, \rho'(\zeta = 0) = 0, \\ \rho' \left(\zeta = \frac{h_{\max}}{R_{\max}} \right) = 1, \quad \rho'' \left(\zeta = \frac{h_{\max}}{R_{\max}} \right) \geq 0, \end{aligned} \quad (2.85)$$

решением (2.83) является выражение

$$\rho'' = \frac{1}{\rho} - A_1 + \frac{A_2}{\rho^2} \geq 0, \quad (2.86)$$

из которого получаем условие устойчивости жидкометаллического контакта между частицами порошка в слое при импульсном лазерном воздействии:

$$\rho = \frac{1 + \sqrt{1 + 4A_1A_2}}{2A_1}. \quad (2.87)$$

Если A_1 является величиной неизменной, то из (2.86), (2.87) следует, что увеличение энергии импульса лазерного излучения до определенного критического значения W_{kr} способствует процессу формирования жидкометаллического контакта, а при $W_{LR} > W_{kr}$, наоборот – его разрушению. Выполнение этого условия устанавливается на основании (2.77)–(2.79), (2.81), (2.82), (2.87) и предположения о том, что $D_1 < D_L$, и при $r_{\max} = D_1$ достигается теоретическая нулевая плотность для порошковых материалов:

$$r(P_{LR}) = \begin{cases} \frac{1 + \sqrt{1 + 4A_1A_2}}{2A_1}, & \text{если } W_{LR} < W_{kr} \\ D_1, & \text{если } P_{LR} = P_{kr} \\ \left| D_1 - \frac{1 + \sqrt{1 + 4A_1A_2}}{2A_1} \right| \leq 1, & \text{если } W_{LR} > W_{kr} \end{cases} \quad (2.88)$$

Полученное выражение (2.88) определяет устойчивость жидкометаллических контактов между частицами в слое порошка при импульсном лазерном воздействии. При этом W_{kr} вычисляется следующим образом:

$$W_{kr} = \frac{c_{LR} P_L V_1(D_1)}{8(1+R_{LR})} \frac{D_{LR}^2}{D_1 D_L} \left(A_1 \frac{D_1}{D_L} - 1 \right). \quad (2.89)$$

Если при импульсном лазерном воздействии учитывать теплоотдачу только внутри частиц порошка [259, 267], то средние значения W_{LS} , необходимые для расплавления их поверхности, могут определяться

$$W_{LS} \approx \frac{\pi D_{LR}^2 D_1 \gamma}{24(1 - R_{LR}) \Delta t_{LR} (1 - \Pi_0)} \left(\left[c T_c + \frac{\varepsilon}{\gamma} \right] \frac{D_0^3 - D_1^3}{D_0^3} + 2c T_c \right) \times \\ \times \exp \left(\frac{c \gamma D_1^2}{16 \pi \lambda \Delta t_{LR}} \right) \sqrt{\frac{c \lambda}{2 \pi \lambda \Delta t_{LR}}}, \quad (2.90)$$

где c – удельная теплоемкость, T_c – температура плавления, ε – удельная энергия плавления, λ – коэффициент теплопроводности.

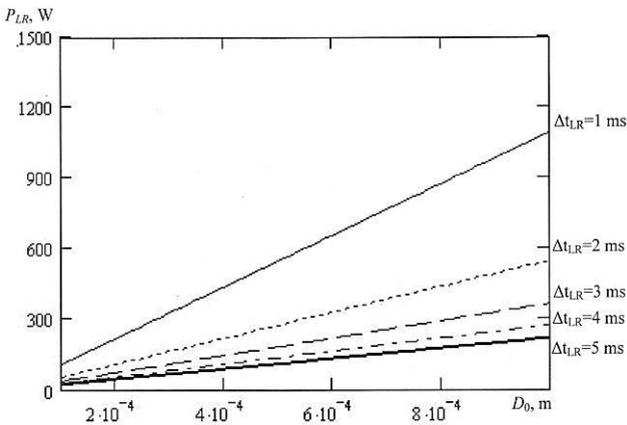
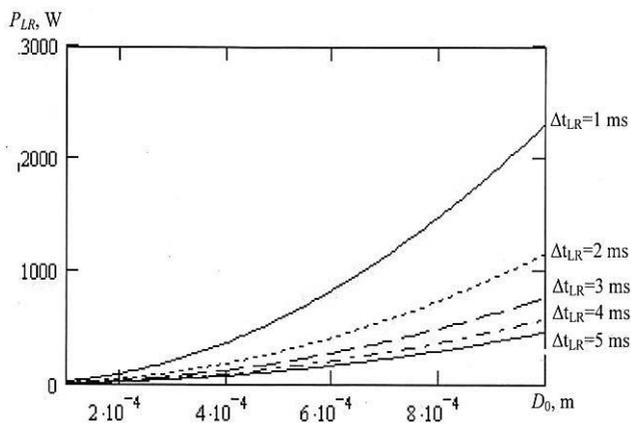
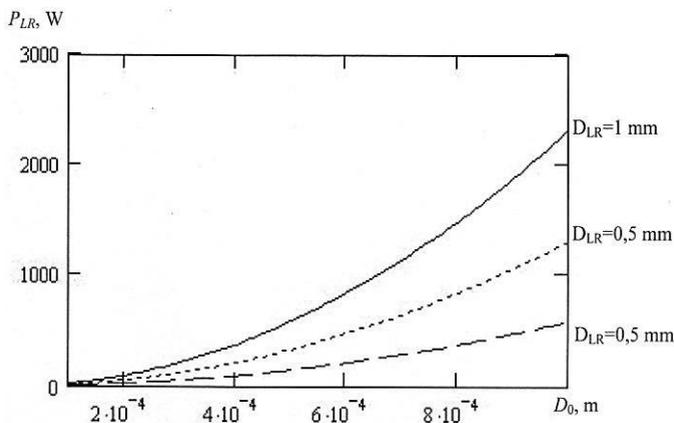


Рис. 2.11. Зависимость критического значения мощности P_{LR} импульсного лазерного воздействия, при котором происходит формирование жидкометаллических контактов, от размеров D_0 частиц порошка титана при различной длительности Δt_{LR} импульсов

С помощью (2.88)–(2.90) получены зависимости (рис. 2.11–2.13), характеризующие устойчивость жидкометаллических контактов в слое сферического порошка титана.



a



б

Рис. 2.12. Зависимость критического значения мощности P_{LR} импульсного лазерного воздействия, при котором происходит разрушение жидкометаллических контактов, от размеров D_0 частиц порошка титана: *a* – при различной длительности Δt_{LR} импульсов; *б* – диаметре D_{LR} фокального пятна

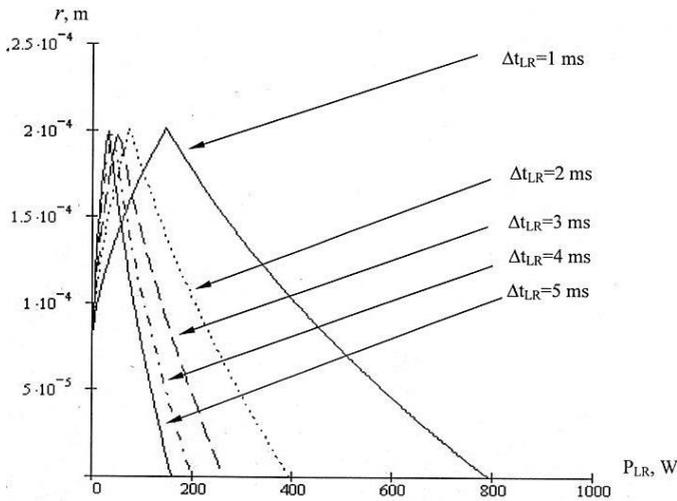


Рис. 2.13. Зависимость размера r жидкометаллического контакта между сферическими частицами порошка титана диаметром 250 мкм от значения мощности P_{LR} импульсного лазерного воздействия при различной длительности Δt_{LR} импульсов

Анализ результатов моделирования показал, что:

- 1) на устойчивость жидкометаллических контактов в слоях порошка при импульсном лазерном воздействии влияют материал и размер частиц порошка, а также диаметр фокального пятна, мощность и длительность импульса лазерного излучения;
- 2) для модельных сферических порошков титана с диаметром частиц 10^{-6} – 10^{-3} м критическое значение мощности импульса лазерного излучения в два раза превышает значение, при котором на поверхности частиц порошка образуется жидкометаллическая фаза;
- 3) при превышении критического значения мощности импульса лазерного излучения устойчивость жидкометаллических контактов между частицами слоя нарушается;
- 4) для сферических порошков титана с диаметром частиц 10^{-6} – 10^{-3} м критическое значение мощности при увеличении диаметра фокального пятна от 0,5 мм до 1 мм может возрасти в 4 раза, а при увеличении длительности импульса лазерного излучения, наоборот, уменьшится в 5–6 раз.

2.2.2. Распределение тепловой энергии в слоях порошка

В работе [213], показано, что поток лазерного излучения при падении на поверхность свободно насыпанного порошка рассеивается только в двух верхних слоях частиц, каждый из которых имеет высоту h , равную среднему диаметру D_0 частиц, образуя в местах просветов Φ между частицами зоны многократного отражения. Механизм разогрева определяется поглощающими свойствами материала порошка, которые характеризуются коэффициентом поглощения η в области инфракрасного излучения, формирующего на поверхности порошкового слоя тепловой поток q . Кинетика образования контактов между частицами порошка зависит от энергии W лазерного излучения. Исходя из этого, предложено [268, 269] под минимальным значением теплового потока q_0 понимать такое его значение, при котором с помощью одного импульса лазерного излучения обеспечивается образование контактов между частицами в объеме порошка, ограниченном диаметром фокального пятна D_F лазерного луча и высотой $h = D_0$. Формирование таких структурных областей (рис. 2.14) может происходить как на поверхности предыдущего слоя порошкового материала, так и на поверхности компактного материала. При этом за основу механизма образования контактов выбрано поверхностное оплавление частиц порошка при сохранении твердого ядра, приводящие к появлению жидкофазных контактных шеек [270]. Явлением теплообмена между частицами спекаемого порошка и окружающей средой в расчетах пренебрегли вследствие малой длительности процесса формирования структурных областей ($\sim 10^{-3}$ с).

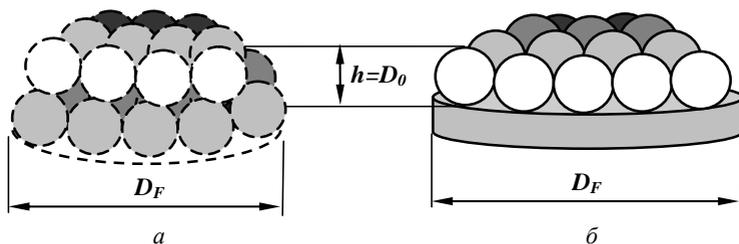


Рис. 2.14. Структурная область, сформированная одним импульсом лазерного излучения на поверхности:
 a – порошкового слоя; b – компактного материала

Математическая модель процесса учитывает явление термокапиллярной конвекции, под которым следует понимать движение жидкости, вызванное действием сил поверхностного натяжения, которые зависят от температуры. Поверхностная плотность элементарного теплового потока q_0 , образующегося в результате поглощения энергии импульса лазерного излучения материалом порошковой частицы, распределяется следующим образом:

$$q_0 = \frac{\eta}{N} \frac{dW_{\text{имп.}}}{dt dS} = q_{01} + q_{02}. \quad (2.91)$$

При этом математическая модель механизма образования контактных шеек должна содержать решение задачи, в которой рассматривается пространственное нестационарное плавление порошковой частицы концентрированным потоком энергии. Если это решение искать в цилиндрической системе координат r, z, φ (ось Oz направлена вглубь порошковой частицы), то поверхность фазового перехода определяется уравнением $z = F(r, t)$, где

$$F(r, t) = f_s(\tau) \cdot \exp(\xi \cdot r^2), \quad (2.92)$$

$$t = \tau \cdot \exp(\xi \cdot r^2) \quad (2.93)$$

Из анализа работы [271] следует, что движение фронта плавления определяется

$$q_0 t = \rho L s_{\text{ф.п.}}(t) + \frac{\lambda_1}{a_1} \int_0^s (u_1 - T_0) dx + \int_s^\infty (u_1 - T_0) dx + \\ + f_s(\tau) (T_{\text{пл.}} - T_0) \left(\frac{\lambda_2}{a_2} + \frac{\lambda_1}{a_1} \right) \quad (2.94)$$

где

$$\lambda_1 = \lambda_2 = \lambda = \frac{\pi^2 \beta^2 n_e l}{3 m_e V} T, \quad (2.95)$$

$$a_1 = a_2 = a = \frac{\lambda}{c\rho}, \quad (2.96)$$

$$u_1(x, t) = T_0 + \frac{q_0}{\lambda_{1m}} \Phi_1(t) \left[1 - \frac{x}{q_1(t)} \right]^\xi, \quad (2.97)$$

$$u_2(x, t) = T_0 + (T_{\text{пл.}} - T_0) \left[1 - \frac{x - f_S(t)}{q_2(t)} \right]^\xi. \quad (2.98)$$

Для решения указанной системы уравнений, характеризующих механизм образования жидкофазных контактов между частицами при импульсном лазерном воздействии, введем следующие допущения:

1) световой поток импульса лазерного излучения является однородным;

2) коэффициент поглощения световой энергии импульса лазерного излучения для частиц порошка с учетом многократного отражения, для верхнего ряда частиц порошкового слоя будет представлять $\eta_{01} = 0,3$, а для нижнего ряда частиц – $\eta_{02} = 0,5$ [213];

3) частицы порошка имеют сферическую форму и диаметр;

4) размеры контактных зон между частицами порошка настолько малы, что их теплопроводящими свойствами в момент поглощения энергии импульса лазерного излучения можно пренебречь;

5) теплопередача через контактные зоны между частицами порошка, образующими структурную область, происходит равномерно.

Известно [272], что состояние порошка, состоящего из сферических частиц одного диаметра, определяется пористостью Π и просветом Φ :

$$\Pi = 1 - \frac{\pi}{6(1 - \cos \alpha)\sqrt{1 + 2 \cos \alpha}}, \quad (2.99)$$

$$\Phi = 1 - \frac{\pi}{4 \sin \alpha}, \quad (2.100)$$

где угол α определяет взаимное расположение сферических частиц в порошке

Исходя из того, что угол α для сферических частиц порошка одного размера при их укладке с помощью свободной насыпки, вибрации или с использованием предварительной подпрессовки в пределах упругих деформаций, изменяется от 60° до 90° , с помощью (2.99) и (2.100) была установлена связь между величинами α , Π и Φ в табличном виде (табл. 2.2).

Таблица 2.2

Связь между величинами α , Π и Φ

α	60°	$65^\circ 37'$	$70^\circ 20'$	$75^\circ 32'$	$79^\circ 06'$	$84^\circ 59'$	90°
Π	0,259	0,340	0,390	0,430	0,450	0,470	0,476
Φ	0,0931	0,1378	0,1661	0,1902	0,2003	0,2117	0,2140

Рассмотрим взаимодействие светового потока с поверхностью порошка (рис. 2.15).

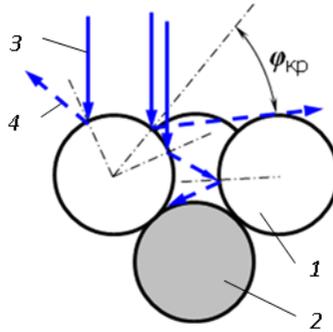


Рис. 2.15. Схема взаимодействия лазерного излучения с поверхностью порошка:

1 – частицы верхнего слоя; 2 – частицы нижнего слоя; 3 – падающие лучи;
4 – отраженные лучи; $\varphi_{кр}$ – критический угол отражения

Будем считать, что площадь поверхности верхнего слоя частиц порошка, воспринимающей световой поток рассчитывается

$$S_1 \approx 0,75\pi(1 - \Pi)D_F^2. \quad (2.101)$$

При этом, начиная с некоторого критического угла $\varphi_{кр}$, в результате многократного отражения световых лучей создается особая зона, в которой следует ожидать из-за поглощающей способности материала повышенный разогрев частиц порошка. Площадь поверхности следующего нижнего слоя частиц порошка, воспринимающей световой поток, вычисляется

$$S_2 \approx 0,7\pi\Phi D_F^2. \quad (2.102)$$

Отсюда следует:

1) световой поток импульса лазерного излучения при попадании на поверхность порошка непосредственно взаимодействует только с верхним и нижним слоями частиц порошка, при этом плотность элементарного теплового потока, с учетом указанных допущений, рассчитывается

$$q = \eta \frac{dW_{\text{имп.}}}{dt ds} = q_{01} + q_{02} = \left(\frac{\eta_{01}}{S_1} + \frac{\eta_{02}}{S_2} \right) \frac{dW_{\text{имп.}}}{dt}; \quad (2.103)$$

2) относительная энергия импульса лазерного излучения между верхним и нижним слоями частиц порошка распределяется как

$$\omega_1 = \frac{W_1}{W_{\text{имп.}}} \approx \frac{1-\Pi}{1-\Pi+0,93\Phi}, \quad (2.104)$$

$$\omega_2 = \frac{W_2}{W_{\text{имп.}}} \approx \frac{\Phi}{1,07(1-\Pi)+\Phi}. \quad (2.105)$$

Используя данные табл. 2.2, с помощью (2.104) и (2.105) была установлена связь между величинами Π , Φ , ω_1 и ω_2 в табличном виде (табл. 2.3).

Таблица 2.3

Связь между величинами Π , Φ , ω_1 и ω_2

Π	0,259	0,340	0,390	0,430	0,450	0,470	0,476
Φ	0,0931	0,1378	0,1661	0,1902	0,2003	0,2117	0,2140
ω_1	0,788	0,768	0,754	0,741	0,734	0,727	0,724
ω_2	0,212	0,232	0,246	0,259	0,266	0,273	0,276

Из анализа данных табл. 2.3 следует, что верхний слой частиц порошка будет разогреваться более интенсивно, чем нижний, т.к. при изменении пористости порошковой насыпки в пределах от 0,259 до 0,476, относительное количество тепла, идущего на нагрев второго ряда, изменяется в пределах от 0,212 до 0,276. Это приведет к тому, что в момент взаимодействия одиночного импульса лазерного излучения с порошком образуется структурная область, имеющая элементарный объем

$$V_0 = 0,5\pi D_0 D_F^2 \quad (2.106)$$

С учетом изложенного определим минимальное значение средней энергии импульса лазерного излучения (без учета явления теплообмена, как между частицами порошка, так и с окружающей средой), которую необходимо затратить на получение одной структурной области частиц порошка титана.

Постановка задачи: пусть диаметр фокального пятна лазерного луча D_F принимает значения 0,5 мм, 1 мм, 5 мм и 10 мм, средний диаметр сферических частиц порошка D_0 , с учетом (2.94) и данных табл. 2.2, принимает значения 0,24 мм и 0,35 мм, а пористость порошка – $\Pi = 0,4$, тогда значения тепловой энергии, необходимой для разогрева верхнего слоя частиц порошка до температуры плавления титана с частичным расплавлением (0,1 объема частицы порошка), рассчитываются, с учетом (2.103), по формуле

$$\begin{aligned} Q_{02} &= 0,5[c_k \rho_k (1 - \Pi) V_0 (T_{\text{пл}} - T_0) + \psi_{\text{пл}} m_0] = \\ &= 0,25(c_k + 0,1\psi_{\text{пл}})\rho_k (1 - \Pi)\pi D_F^2 D_0 (T_{\text{пл}} - T_0) \end{aligned} \quad (2.107)$$

при условии, что T_0 (температура окружающей среды) принимает значение 291 К (18°C).

Средние значения энергии импульса лазерного излучения вычисляются с помощью выражения

$$W_{\text{имп}} = \frac{Q_{02}}{\eta_{02}\omega_{02}}. \quad (2.108)$$

Значения тепловой энергии, идущей на нагрев верхнего слоя частиц порошка и их частичное расплавление, с учетом (2.91) и (2.103) определяются на основании зависимости

$$Q_{01} = \eta_{01} W_{\text{имп}} = 0,25c_k \rho_k (1 - \Pi)\pi D_F^2 D_0 (T_{\text{пл}} - T_0) + \chi m_{\text{пл}}. \quad (2.109)$$

С учетом данных табл. 2.2 и табл. 2.3, а также значений $c_k = 522$ Дж/(кг·К) и $T_{\text{пл}} = 1941$ К титана, с помощью (2.107)–(2.109) получены значения минимальной энергии импульсного лазерного воз-

действия (табл. 2.4), при которых возможно образование одной структурной области из сферических частиц заданного размера. При указанных в табл. 2.4 значениях энергии импульсного лазерного воздействия градиент температуры на поверхности верхнего и нижнего слоя частиц составит 935 К, что позволит обеспечить не только образование контактов между частицами верхнего слоя порошка, но и межслойное контактообразование.

Таблица 2.4

Минимальные значения энергии импульсного лазерного воздействия, необходимые для получения структурных областей из частиц порошка титана верхнего слоя на поверхности нижнего слоя

Средний размер частиц, мм	D_F , мм	0,5	1,0	5,0	10
0,24	W , Дж	0,502	2,01	50,2	201
0,35	W , Дж	0,732	2,93	73,2	293

Определим минимальное значение энергии импульсного лазерного воздействия (без учета явления теплоотвода с окружающей средой), которую необходимо затратить на образование одной структурной области из сферических частиц титана заданного размера на подложке из компактного титана. Тогда, учитывая (2.107)–(2.109), и исходя из следующих условий постановки задачи:

- 1) расплавление $1/3$ объема частицы порошка;
- 2) диаметр разогреваемой области титановой подложки $D_n = D_F$;
- 3) глубина разогрева подложки $h_n = D_0$,

получим минимальные значения энергии импульсного лазерного воздействия (табл. 2.5), при которых градиент температуры на поверхности частиц и подложки составит 600 К.

Таблица 2.5

Минимальные значения энергии импульсного лазерного воздействия, необходимые для получения структурных областей из слоя частиц порошка титана на поверхности титановой подложки

Средний размер частиц, мм	D_F , мм	0,5	1,0	5,0	10
0,24	W , Дж	0,541	2,16	54,1	216
0,35	W , Дж	0,789	3,16	78,9	316

Изменение температуры поверхности подложки на 600 К позволит обеспечить не только образование контактов между частицами лежащего на ней слоя частиц порошка, но и будет способствовать образованию первичных контактных шеек между частицами порошка и подложкой.

Если предположить, что средняя энергия одного импульса лазерного излучения $W_0 = 3$ Дж, а частота следования импульсов $f = 50$ Гц, то при отсутствии перекрытия структурных элементов минимальная скорость движения лазерного луча с учетом данных табл. 2.4, 2.5 и выражения

$$v_0 = \frac{2D_0}{t} = 2 \frac{W_0}{w_{\text{имп}}} D_0 f \quad (2.110)$$

будет иметь значения 0,0012–0,0013 м/с (или 72–78 мм/мин.).

Зная количество структурных элементов n на поверхности одного слоя частиц порошка, можно рассчитать скорость его спекания:

$$v_{\text{сп}} = v_0 n = 2n \frac{W_0}{w_{\text{имп}}} D_0 f. \quad (2.111)$$

Тогда, если готовое изделие представить в виде конечного набора N плоских сечений (слоев) толщиной $h = D_0$, каждое из которых состоит из определенного числа структурных областей, можно легко рассчитать время изготовления всего изделия.

2.2.3. Моделирование создания градиента температурных полей в слоях порошка при импульсном лазерном воздействии

Создание и внедрение в производство аддитивных технологий получения порошковых материалов, в т. ч. основанных на применении импульсного лазерного воздействия [139, 273], является в настоящее время актуальной задачей для развития современных отраслей промышленности. В то же время существующие аддитивные технологии не позволяют получать ФГМ, сочетающие в себе свойства, как пористых проницаемых материалов с трехмерным градиентом структуры и свойств, так и обладающих достаточной прочностью композиций пористых и компактных слоев [274]. Для сокращения времени

и средств, необходимых для разработки новой технологии, необходимо кроме математического моделирования проводить компьютерное моделирование процесса получения ФГМ.

Моделирование распределения температурных полей на поверхности насыпки из сферических частиц порошка при импульсном лазерном воздействии [142, 275–277] проведено на суперкомпьютере «СКИФ» с использованием пакета программ LS-DYNA [278], который может быть применен для расчета нестационарных полей температур при импульсных воздействиях.

Дифференциальное уравнение теплопроводности в трехмерной среде записывается в виде:

$$\rho c \frac{\partial T}{\partial t} = k \nabla^2 T + Q \quad (2.112)$$

при граничных условиях:

$$k \frac{\partial T}{\partial n} = -(1 - R)q + \epsilon \sigma T^4 \quad (2.113)$$

и начальных условиях: $T = T_0$ при $t = t_0$,

где ρ , c , k – плотность, теплоемкость и теплопроводность материала порошка, ϵ – степень черноты поверхности частиц, σ – постоянная Стефана-Больцмана, Q – интенсивность внутреннего источника тепла, q – интенсивность падающего на поверхность частицы лазерного излучения, n – нормаль к поверхности частицы.

В среде Mechanical Desktop-6, являющейся расширением AutoCAD, создавалась твердотельная модель в виде четырех сфер диаметром 0,2 мм (рис. 2.16). С помощью программы ANSYS на поверхности каждой сферы строилась конечно-элементная сеть из твердотельных элементов, размеры которых не превышают 0,01 мм. Граничные условия устанавливались путем задания потока мощности, поглощаемого поверхностью конечных элементов $(1 - R)q$. В рассматриваемой модели распределение плотности мощности лазерного излучения по площади фокального пятна на поверхности порошковой насыпки имеет форму распределения Гаусса $q = q_m \exp(-r^2/R_S^2)$ с полушириной $R_S = 0,02-0,2$ мм, диапазон изменения максимальной мощности импульса лазерного излучения $P = 10-600$ Вт, форма им-

пульса – прямоугольная, диаметр частиц порошка – 200 мкм, коэффициент отражения поверхности частиц – 0,6 на длине волны $\lambda = 1,06$ мкм. Расчеты выполнены с различными размерами фокального пятна на поверхности слоя порошка (рис. 2.17).

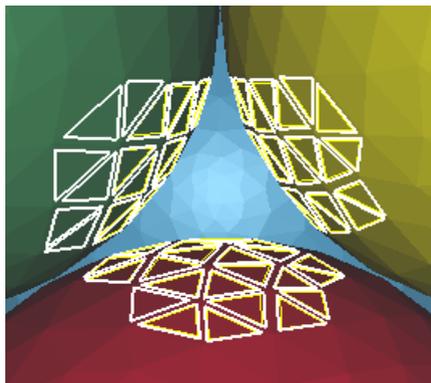


Рис. 2.16. Трехмерная модель и конечно-элементная сеть на поверхности сфер

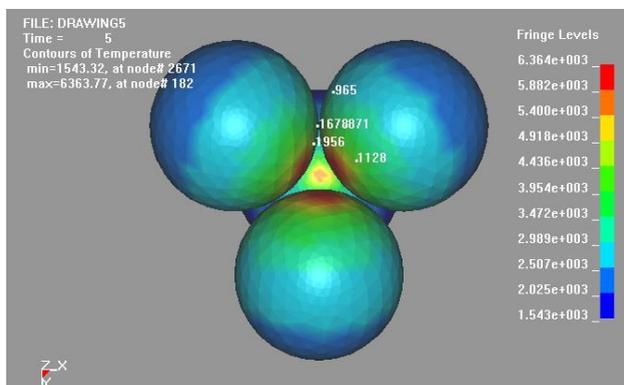


Рис. 2.17. Температурное поле на поверхности трехмерной модели при длительности импульса лазерного излучения $t = 5$ мс

Критерием спекания порошка являлось достижение температуры плавления материала частиц в точках контакта сфер. Расчеты показали, что оптимальная температура спекания без перегрева частиц может быть достигнута за счет прямого воздействия лазерного излучения, сфокуси-

рованного на поверхности слоя свободно насыпанных сферических частиц порошка в пятно, центр которого в каждом импульсе лазера совмещен с центром просвета между соседними тремя сферическими частицами. Диаметр фокального пятна выбирается меньше диаметра частиц порошка и зависит от распределения плотности мощности лазерного излучения по площади сечения пятна. Это обеспечивает оптимальный нагрев в точках контакта частиц верхнего слоя и прохождение, при гауссовом распределении интенсивности по площади пятна, до 50 % мощности импульса в нижний слой. Изменяя форму распределения интенсивности лазерного излучения по фокальному пятну, а также интенсивность и длительность импульса, можно изменять степень нагрева поверхности сфер верхнего и нижнего слоя в области контакта и управлять процессом спекания для получения изделия с заданным градиентом структуры.

Зависимость потока мощности в выбранный момент времени от радиального расстояния от центра источника определялась выбором набора сегментов. При расчетах учитывалось многократное отражение и соответственно увеличение поглощения на боковых поверхностях сфер, а также потери на излучение с нагретой поверхности частиц в соответствии с зависимостью $dQ = \epsilon \sigma T^4 dS$.

Значение потока мощности в каждом наборе сегментов либо мгновенно возрастает от нуля до своего предельного значения, либо линейно нарастает до максимального значения. Интерес вызывает температура в точках контакта сфер, а также общая температура разогрева поверхности частиц, поскольку необходимо, чтобы при минимальном количестве областей поверхности с температурой больше 2000 К точки касания были прогреты до 2000 К – температуры плавления материала частиц.

При моноимпульсном лазерном воздействии рассмотрены два предельных варианта расположения фокального пятна с полушириной распределения Гаусса $R_S = 0,1$ мм на поверхности слоя частиц порошка:

1) центр фокального пятна совпадает с центром просвета между сферами верхнего слоя. В этом случае значительная часть излучения попадает на частицы нижнего слоя;

2) фокальное пятно полностью покрывает одну из сфер верхнего слоя. В этом случае прямое прохождение лазерного излучения на частицы нижнего слоя имеет место только в крыльях гауссова рас-

предела интенсивности лазерного излучения по площади фокального пятна.

В результате проведенных расчетов построены поля температур на поверхности твердотельной модели. Результаты моделирования по первому варианту (рис. 2.18) показали, что уже при мощности импульса лазерного излучения $P = 12$ Вт обеспечивается спекание частиц верхнего слоя и межслойное спекание.

При втором варианте точки межслойного контакта сферических частиц за время воздействия успевают прогреться до температуры плавления только при мощности импульса лазерного излучения свыше 50 Вт. При этом максимальная температура поверхности верхней сферы достигает 5000 К, приводя к перегреву и испарению материала.

Результаты дальнейшего моделирования показали, что последовательное уменьшение размера фокального пятна от $R_S = 0,1$ мм до $R_S = 0,02$ мм при мощности импульса лазерного излучения $P = 12$ Вт приводит к выравниванию температур в точках контактов частиц верхнего и нижнего слоя (рис. 2.19). Перегрев будет наблюдаться только на незначительной по площади части поверхности частицы нижнего слоя, что вполне допустимо.

Реализация такого режима импульсного лазерного воздействия в технологии спекания сферических порошков обеспечит высокое качество изделия при снижении примерно в пять раз необходимой для спекания мощности импульса лазерного излучения, что позволит снизить мощность технологического оборудования.

При произвольном сканировании для обеспечения спекания частиц необходимо обеспечить покрытие фокальным пятном нескольких частиц и перекрытие пятен. Режим воздействия двух импульсов лазерного излучения с диаметром фокального пятна ~ 400 мкм, длительностью 5 мс, с периодом 20 мс (50 Гц), мощностью импульса лазерного излучения 25 Вт при сканировании с шагом 200 мкм был смоделирован для спекания двухслойной насыпки сферических частиц диаметром 200 мкм (рис. 2.20). Как видно, в этом случае необходимые для спекания температуры в точках контактов сферических частиц верхнего и нижнего слоя выравниваются уже после воздействия второго импульса, что обеспечивает получение однородной структуры материала.

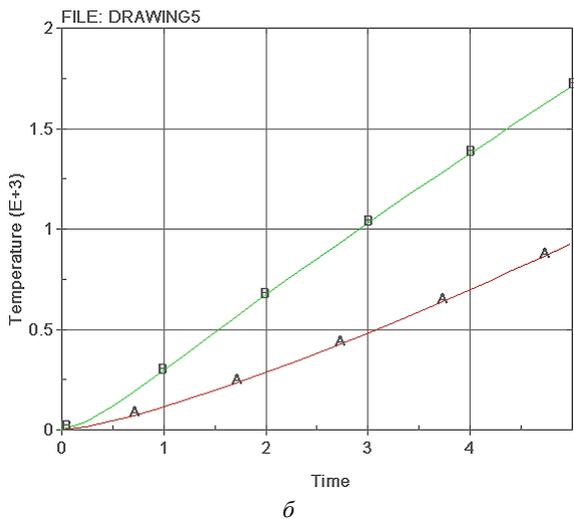
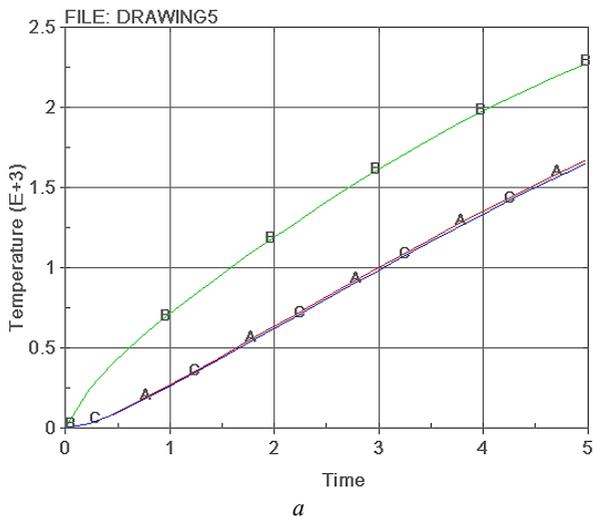
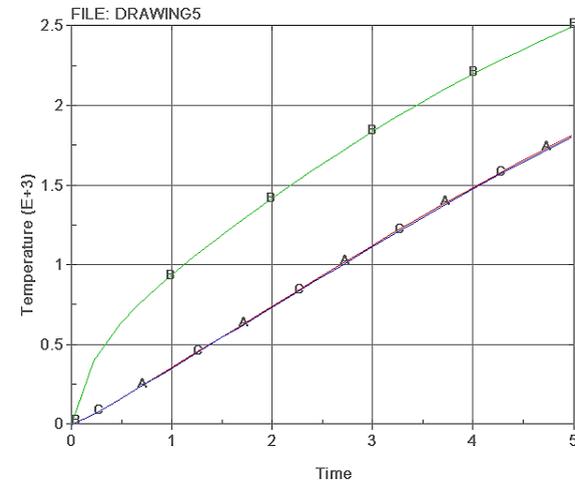
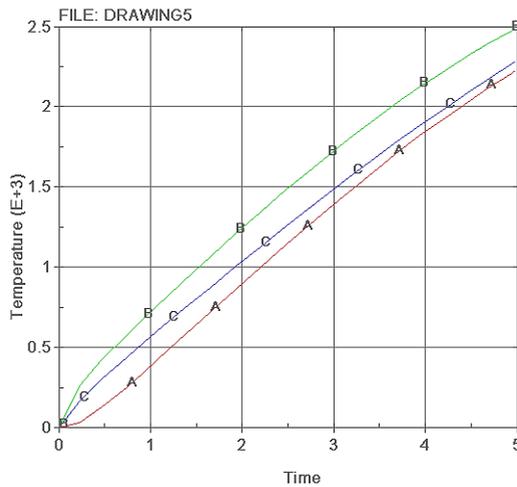


Рис. 2.18. Изменение температуры в точках контакта сферических частиц порошка за время воздействия моноимпульса лазерного излучения мощностью $P = 12,5$ Вт и длительностью $t = 5$ мс при попадании:
a – в просвет между частицам; *б* – в частицу верхнего слоя;
 А – нижний контакт, В – боковой контакт верхнего слоя,
 С – боковой контакт нижнего слоя



a



б

Рис. 2.19. Изменение температуры в точках контакта сферических частиц порошка за время воздействия моноимпульса лазерного излучения $P = 12,5$ Вт и $t = 5$ мс с размером фокального пятна R_S при попадании в просвет между частицами:

$a - R_S = 0,05$ мм; $б - R_S = 0,02$ мм;

A – нижний контакт, B – боковой контакт верхнего слоя,
C – боковой контакт нижнего слоя

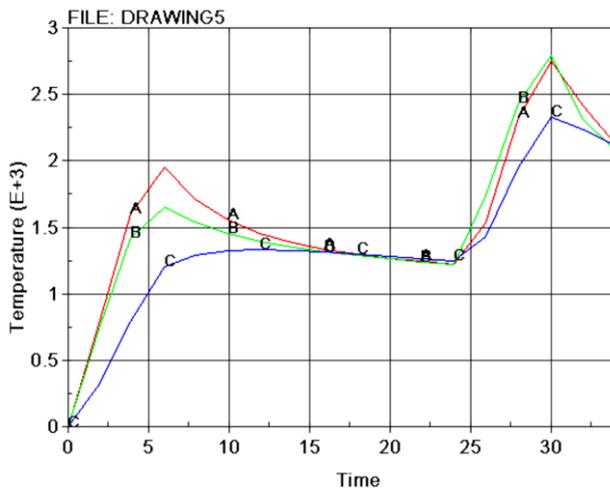


Рис. 2.20. Зависимость температуры в точках контакта сферических частиц порошка от времени воздействия двумя перекрывающимися импульсами лазерного излучения мощностью $P = 25$ Вт с размером фокального пятна $R_s = 0,2$ мм:
 А – нижний контакт, В – боковой контакт верхнего слоя,
 С – боковой контакт нижнего слоя

2.3. Теоретические закономерности распределения давления в порошке при электроимпульсном воздействии

2.3.1. Распределение давления, плотности и удельного электрического сопротивления в порошке при симметричном двустороннем уплотнении

Отличительным признаком прямого электроимпульсного воздействия на металлические порошки является интенсивное выделение тепловой энергии по объему частиц порошка и образование за счет выделившегося тепла межчастичных контактов. В случае получения изделий, длина которых L превышает радиус R , процесс образования контактов протекает в условиях неоднородного распределения давления по высоте пресс-формы, обусловленной трением порошка о ее стенки [198], что, в свою очередь, приводит к неравномерности объемного распределения электрического сопротивления порошка и выделения тепловой энергии. Поэтому в процессе электроимпульсного

воздействия необходимо соблюдать оптимальное соотношение между длиной изделия L и его радиусом R в зависимости от характеристик исходных порошков, при котором обеспечивается их однородное спекание [194, 195, 279].

Рассмотрим указанную задачу в рамках модели контактообразования, описанной в [182, 184]. Для осуществления спекания к металлическому порошку со сферической формой частиц, имеющих размер d_0 , покрытых оксидной пленкой толщиной $d_k \ll d_0$, находящемуся в цилиндрической пресс-форме между двумя электродами-пуансонами, предварительно прикладывают давление P_0 , под действием которого осуществляется разрушение оксидной пленки, возникновение металлических контактов между частицами и придание порошку требуемой электропроводности (рис. 2.21). Для упрощения задачи будем считать нагружение симметричным. Ось z направим вдоль оси пресс-формы и выберем цилиндрическую систему координат (z, ρ, φ) , в которой в силу симметрии задачи все наблюдаемые величины не зависят от азимутального угла φ . Тогда, согласно [280], распределение давления в пресс-форме $P(z, \rho)$ определяется следующим уравнением:

$$\frac{\partial^2 P}{\partial z^2} = \xi^2 \left(\frac{\partial^2 P}{\partial \rho^2} + \frac{1}{\rho} \frac{\partial P}{\partial \rho} \right), \quad (2.114)$$

где ξ – коэффициент бокового давления, который зависит от материала и размеров частиц порошка.

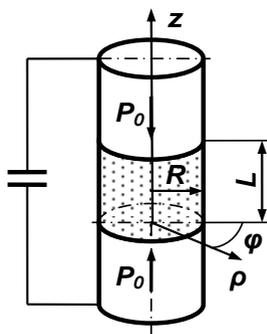


Рис. 2.21. Расчетная схема процесса

Так же, как и в [280], будем считать его в среднем постоянной величиной, которая может быть определена из эксперимента. Если искать решение уравнения (2.114) в виде

$$P(z, \rho) = A[1 + U(x)T(t)], \quad (2.115)$$

где $x = \rho/R$, $t = z/R$ – безразмерные переменные, а A – константа, подлежащая определению, то после разделения переменных уравнение (2.114) приводит к системе двух обыкновенных дифференциальных уравнений:

$$T'' - \lambda^2 T = 0, \quad (2.116)$$

$$\xi^2 \left(U'' + \frac{1}{x} U' \right) - \lambda^2 U = 0 \quad (2.117)$$

с константой разделения ξ .

Общее решение дифференциального уравнения (2.116) с постоянными коэффициентами имеет вид

$$T(z) = C_1 \operatorname{ch} \left[\lambda \left(\frac{z}{R} + C \right) \right], \quad (2.118)$$

где C_1 и C – постоянные интегрирования, которые определяются граничными условиями.

Решение уравнения (2.117), удовлетворяющее условию конечности при $\rho = 0$, определяется функцией Бесселя нулевого порядка от мнимого аргумента [281] при выборе константы разделения в виде

$$\lambda = \xi, \quad (2.119)$$

что соответствует азимутально-симметричному решению

$$U(\rho) = C_3 T_0 \left(\frac{\rho}{R} \right). \quad (2.120)$$

Таким образом, в обычном виде распределение давления по ρ и вдоль оси z в симметрично уплотненном порошке определяется формулой

$$P(z, \rho) = A \left[1 + BI_0 \left(\frac{\rho}{R} \right) \operatorname{ch} \xi \frac{z}{R} + C \right]. \quad (2.121)$$

Из-за трения порошка о стенки пресс-формы давление имеет минимум в некоторой точке z_0 на ее оси, причем при симметричном двухстороннем нагружении $-z_0 = L/2$. Отсюда вытекает граничное условие для определения константы C :

$$\frac{\partial P}{\partial z} \left(z = \frac{L}{2} = 0 \right), \operatorname{ch} \xi \left(\frac{L}{2R} + C \right) = 0, C = -\frac{\beta}{2}, \quad (2.122)$$

причем β – наиболее существенная в нашей задаче величина отношения L/R .

Для определения постоянных A и B используем условия, что при $z = 0$ и $z = L$ полное давление на порошок в поперечном сечении пресс-формы площадью πR^2 совпадает с усилием прессования $\pi R^2 P_0$:

$$2\pi \int_0^R P(0, \rho) \rho d\rho = 2\pi \int_0^R R(L, \rho) \rho d\rho = \pi R^2 P_0. \quad (2.123)$$

Используя интеграл [283]

$$\int_0^R I_0 \left(\frac{\rho}{R} \right) \rho d\rho = R^2 I_1(1),$$

находим

$$A \left[1 + 2BI_1 \operatorname{ch} \frac{\beta\xi}{2} \right] = P_0, \quad (2.124)$$

где $I_1(x)$ – функция Бесселя первого порядка.

Дополнительное граничное условие связано с тем физическим требованием, что разность сил давления на пуансонах и на порошке в центре пресс-формы обусловлена суммарной силой трения порошка о стенки пресс-формы, определяемой коэффициентом трения и коэффициентом бокового давления ξ , то есть:

$$(P_0 - P_{\min})\pi R^2 = 2\pi R\mu\xi^2 \int_0^{L/2} P(z, \rho) dz. \quad (2.125)$$

Подставляя явный вид функции $P(z, \sigma)$ в (2.124), находим

$$P_0 - A[1 + 2BI_1(1)] = \frac{2\mu\xi^2}{R} A \left[\frac{L}{2} - BI_0(1) \frac{R}{\xi} \operatorname{sh} \frac{\beta\xi}{2} \right]. \quad (2.126)$$

С помощью уравнений (2.124) и (2.126) можно найти константы A и B

$$B = \frac{\mu\xi\beta}{2[I_1(1)(\operatorname{ch}\frac{\beta\xi}{2}-1)+\mu I_0(1)\operatorname{sh}\frac{\beta\xi}{2}]}, \quad A = \frac{P_0}{1+2BI_1(1)\operatorname{ch}\frac{\beta\xi}{2}}, \quad (2.127)$$

и формула для распределения давления в пресс-форме принимает следующий вид

$$P(z, \rho) = P_0 \frac{1+BI_0\left(\frac{\rho}{R}\right)\operatorname{ch}\xi\left(\frac{z-\beta}{R}-\frac{\beta}{2}\right)}{1+2BI_1(1)\operatorname{ch}\frac{\beta\xi}{2}}. \quad (2.128)$$

Тогда среднее давление в произвольном сечении пресс-формы

$$P(z) = P_0 \frac{1+BI_1(1)\operatorname{ch}\xi\left(\frac{z-\beta}{R}-\frac{\beta}{2}\right)}{1+2BI_1(1)\operatorname{ch}\frac{\beta\xi}{2}} \quad (2.129)$$

Приведем также аналитические выражения для функции $P(z)$ в предельных случаях получения широких ($R \gg L$, $\beta \ll 1$) и длинных ($R \ll L$, $\beta \gg 1$) образцов

$$P(z) \approx P_0 \frac{1+BI_1(1)\left[1+\frac{\xi^2}{2}\left(\frac{z-\beta}{R}-\frac{\beta}{2}\right)^2\right]}{1+2BI_1(1)\left[1+\frac{\beta^2\xi^2}{8}\right]},$$

$$B = \frac{2\mu}{4\beta+\beta\xi I_1(1)}, \quad \beta \ll 1;$$

$$P(z) = \frac{1}{2} p_0 e^{-\frac{\beta\xi}{2}} \operatorname{ch}\xi\left(\frac{z}{R}-\frac{\beta}{2}\right), \quad \beta \gg 1.$$

Характерный вид функции $P(z)$ изображен на рис. 2.22. Отметим, что формула (2.128) справедлива в пренебрежении давлением, возникающим в пористой среде при свободной насыпке.

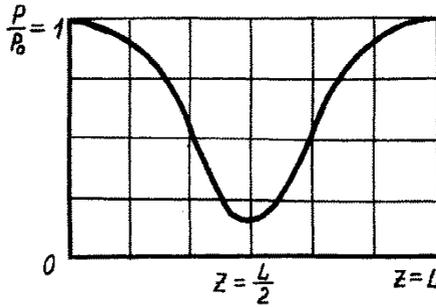


Рис. 2.22. Характерный вид функции распределения давления по длине образца

Естественно, что неоднородность распределения давления при симметричном двустороннем уплотнении порошка приводит и к неоднородности в распределении относительной плотности порошка $\Theta(z)$. Для вычисления функции $\Theta(z)$ по найденному выше давлению $P(z)$ можно использовать статистическое описание состояния пористой среды в рамках модели твердых сфер [282], определяемое уравнением состояния [283]:

$$\Theta(z) = \alpha \frac{(1-\eta)^3}{1+\eta+\eta^2-\eta^3} [P(z) + P_{\text{ст}}(z)], \quad (2.130)$$

$$\eta = \frac{1}{6} \pi d_0^3 \Theta(z) = 1 - \Pi(z), \quad (2.131)$$

где d_0 – диаметр частиц порошка, $\Pi(z)$ – локальная пористость в точке z , а параметр α зависит от материала порошка и может быть определен в пределе $\eta \rightarrow 0$ из следующих соображений.

В отсутствие осевого давления прессования давление $P_{\text{ст}}$ в сечении пресс-формы, расположенном у ее основания, определяется весом порошка и в пределе малой плотности определяется такой же формулой, как и гидростатическое давление в жидкости, и в пренебрежении атмосферным давлением имеет вид

$$P_{\text{ст}}(z) = m_0 \Theta g L. \quad (2.132)$$

Здесь $m_0 = \frac{1}{6} \delta \pi d_0^3$ – масса одной частицы, δ – плотность материала порошка, g – ускорение свободного падения.

Сравнивая (2.130) и (2.131) в пределе $\eta \rightarrow 0$ и $P(z) = 0$, находим:

$$\alpha = \frac{1}{m_0 g L} = \frac{6}{\delta g \pi d_0^3 L}. \quad (2.133)$$

Тогда связь между относительной плотностью и давлением в общем случае принимает следующий вид:

$$L m_0 g \Theta = \frac{(1-\eta)^3}{1+\eta+\eta^2-\eta^3} [P(z) + m_0 g \Theta (L-z)]. \quad (2.134)$$

Это же уравнение с учетом связи (2.131) можно написать как уравнение для относительной пористости

$$(1 - \Pi) = \frac{\Pi^3}{2-2\Pi^2+\Pi^3} \left[\frac{P(z)}{\delta g L} + (1 - \Pi) \frac{L-z}{L} \right]. \quad (2.135)$$

В реальных экспериментальных условиях давление $P(z)$ существенно превышает статическое давление порошка, так что формула (2.135) для вычисления функции $\Pi(z)$ упрощается:

$$\frac{2-2\Pi-2\Pi^2+3\Pi^3-\Pi^4}{\Pi^3} = \frac{1}{\delta g L} P(z). \quad (2.136)$$

Неоднородность удельного электросопротивления φ в рассматриваемой задаче обусловлена двумя причинами. С одной стороны, различное давление в разных точках пресс-формы приводит к разной величине площади микроскопического контакта между отдельными частицами порошка. С другой стороны, вследствие неоднородности относительной плотности порошка, описываемой уравнением (2.134), среднее число контактов в единице объема и, как следствие, число возможных линий протекания тока также зависит от координат.

Рассмотрим решение первой задачи. Как известно [35], при упругом контакте двух сфер радиус r_k сечения контактной площадки определяется следующей формулой:

$$r_k = F_1^{\frac{1}{3}} \left[\frac{2}{3} d_0 (1 - \nu^2) \frac{1}{\varepsilon} \right]^{\frac{1}{3}}, \quad (2.137)$$

где ν – коэффициент Пуассона, ε – модуль упругости металла, F_1 – сила сжатия между двумя отдельными сферами.

Для вычисления этой силы необходимо знать среднюю площадь S_1 , приходящуюся на одну частицу в произвольном сечении пресс-формы. При использовании статистической теории пористых сред [282] эту величину можно выразить через корреляционную функцию $g(r)$ следующим образом:

$$S_1 = \pi \left[\frac{d_0^2}{4} + \frac{1}{2} \int_{d_0}^{\infty} r g(r) dr \right]. \quad (2.138)$$

Для того, чтобы выполнить вычисления в аналитической форме, используем для $g(r)$ простое приближение, соответствующее первому порядку вириального разложения [285]

$$g(r) = \begin{cases} 8\eta \left(1 - \frac{3}{4} \frac{r}{d_0} + \frac{1}{6} \frac{r^3}{d_0^3} \right), & d_0 \leq r \leq 2d_0; \\ 0, & r > 2d_0. \end{cases} \quad (2.139)$$

Согласно [283] эта формула позволяет правильно учитывать коллективные эффекты, обусловленные влиянием частиц друг на друга при достаточно высокой плотности среды. Подставляя выражение (2.139) в (2.138) и используя определение (2.131) параметра, находим следующее выражение для силы сжатия

$$F_1 = P(z, \rho) S_1 = P\pi \frac{d_0^2}{4} [1 + 12(1 - \Pi)] \quad (2.140)$$

и радиуса контакта

$$r_k = [P(z)]^{\frac{1}{3}} d_0 \left[\frac{\pi}{6} \frac{1 - \nu^2}{\varepsilon} \right]^{\frac{1}{3}} (13 - 12\Pi)^{\frac{1}{3}}. \quad (2.141)$$

Обозначим удельное сопротивление оксидного слоя на поверхности частицы порошка как ρ_0 . Тогда сопротивление одного контакта R определяется следующей формулой ($r_k \ll d_0$):

$$R_1 = \rho_0 \frac{2d_k}{\pi r_k^2/4} = \frac{8\rho_0 d_k}{\pi r_k^2}, \quad (2.142)$$

где d_k – толщина оксидного слоя на поверхности частиц порошка, определяющего в основном электрическое сопротивление контакта [185].

Для расчета влияния относительной плотности насыпки порошка на его электрическое сопротивление в отсутствие пробоя можно рассматривать течение тока через пористую среду по n эквивалентным параллельным проводникам, причем число таких проводников в одном монослое порошка данного сечения пресс-формы находим по формуле:

$$n = \frac{S}{S_1} = \frac{4S}{\pi d_0^2(13-12\Pi)}, \quad (2.143)$$

где S – площадь поперечного сечения пресс-формы, а S_1 – определенная согласно (2.138) площадка, приходящаяся на одну частицу.

Введем также среднюю толщину монослоя l пористой среды, которая также зависит от относительной плотности среды и определяет среднее перемещение тока при прохождении одного контакта:

$$\begin{aligned} \rho &= 2\pi \int_0^{\frac{\pi}{2}} \sin \Theta \, d\Theta \left[\cos \Theta \left(d_0 + \int_{d_0}^{\infty} g(r) dr \right) \right] = \\ &= \frac{\pi}{16} d_0 (15 - 7\Pi). \end{aligned} \quad (2.144)$$

В результате можно ввести эффективное удельное электрическое сопротивление пористой среды согласно соотношению

$$R = \frac{R_1}{n} = \rho_{\text{эф}} \frac{l}{S}, \quad (2.145)$$

с помощью которого находим

$$\rho_{\text{эф}} = \frac{R_1 S}{nl} = \frac{8\rho_0 d_k \frac{\pi}{4} d_0^2 (13-12\Pi)}{\pi r_k^2 \frac{\pi}{16} d_0 (15-7\Pi)} = \frac{32\rho_0 d_k (13-12\Pi)^{\frac{1}{3}}}{\pi d_0 (15-7\Pi)} \left[\frac{\pi}{6} \frac{1-v^2}{\varepsilon} P(z) \right]. \quad (2.146)$$

Используя выражение (2.129) для $P(z)$, можно найти распределение удельного электрического сопротивления порошка по длине пресс-формы, качественная форма которого изображена на рис. 2.22. Анализ полученных результатов показывает хорошее качественное совпадение с результатами экспериментальных данных [195]. Однако количественное сравнение результатов теории и эксперимента затрудняет то обстоятельство, что удельное электрическое сопротивление оксидной пленки ρ_0 и ее толщина d_k непостоянны. Поэтому точность рассматриваемого подхода к описанию процесса получения порошковых ФГМ удобнее оценить при сравнении с экспериментальными данными относительно изменения характерных параметров распределения удельного электрического сопротивления порошка при изменении таких его параметров, как диаметр частиц порошка, относительная пористость, давление прессования и других. Используем для этой цели величины максимальных значений ρ_{\max} в распределении удельного электрического сопротивления порошка по длине пресс-формы. Если параметры системы для двух измерений обозначить индексами 1 и 2, то для отношения величин $\rho_{1\max}$ и $\rho_{2\max}$ этих измерений находим из (2.146) следующую формулу:

$$k = \frac{\rho_{1\max}}{\rho_{2\max}} = \frac{d_{02}}{d_{01}} \left(\frac{13-12\Pi_1}{13-12\Pi_2} \right)^{\frac{1}{3}} \left(\frac{15-7\Pi_2}{15-7\Pi_1} \right) \left(\frac{P_{02}}{P_{01}} \right)^{\frac{2}{3}}. \quad (2.147)$$

Так как относительная пористость порошка при его упругом пресовании меняется незначительно, то, пренебрегая ею, получим

$$k \approx \frac{d_{02}}{d_{01}} \left(\frac{P_{02}}{P_{01}} \right)^{\frac{2}{3}}. \quad (2.148)$$

Полученная формула справедлива в предположении, что величина ξ , определенная в (2.114), слабо зависит от используемых величин внешних параметров. Отметим, что в экспериментально определенной функции $\rho(z)$ параметр ξ пропорционален ширине распределения Δ , найденной при $\rho = 0,5\rho_{\max}$. Поэтому отношение Δ_1/Δ_2 должно быть примерно равно единице.

Приведенные расчеты справедливы как при последовательной схеме получения ФГМ, когда импульсы электрического тока проходят перпендикулярно спекаемым слоям порошка, так и при парал-

лельной, при которой импульсы электрического тока проходят вдоль спекаемых слоев порошка. Использование полученных результатов совместно с результатами [185] позволяет теоретически определить величину оптимального значения отношения длины изделия к его диаметру, при котором обеспечивается равномерное распределение плотности по объему изделий цилиндрической формы без возникновения электрического пробоя. Расчеты проведены для сферического порошка титана со средним размером частиц 0,1 мм, покрытых оксидной пленкой толщиной 0,001 мм. При давлении прессования 10 МПа расчетное значение удельного электросопротивления, при котором электрический пробой порошка отсутствует, составило 0,025 Ом·м. Оптимальное отношение длины порошкового изделия к его диаметру при этом не должно превышать 5:1. Аналогичные расчеты, проведенные при различных значениях размеров частиц порошка показали, что с увеличением размера частиц соотношение длины к диаметру может быть несколько увеличено.

2.3.2. Моделирование распределения давления в порошке при электроимпульсном воздействии

Рассмотренные в предыдущих разделах теоретические аспекты образования контактов между частицами порошка при электроимпульсном воздействии, приведенные модели [123, 124], оценка влияния скин-эффекта и механизм возникновения в результате пинч-эффекта радиального давления [193, 284], показывают, что на структуру получаемого порошкового ФГМ оказывает влияние распределение давления, как на стадии предварительного уплотнения порошка, необходимого для создания электрических контактов между частицами, так и в момент протекания импульсного тока.

С целью оптимизации режимов электроимпульсного воздействия, повышения эффективности его применения в условиях производства разработана математическая модель [285], позволяющая на основе теории решения дифференциальных уравнений второго порядка оценить характер распределения давления в порошке. Полученные зависимости, с учетом уточненных граничных условий, устанавливают взаимосвязь между коэффициентами бокового давления, сухого трения между частицами порошка и пористостью его насыпки. Кроме этого, в разработанной модели учитывается относи-

тельная способность материала частиц порошка к линейной деформации на сжатие и растяжение. Разработанная модель, которая по своей физической сути является феноменологической, позволяет оценить распределение давления в порошке, как на стадии предварительного уплотнения, так и в момент протекания импульсного тока.

Для оценки характера распределения давления в порошке при электроимпульсном воздействии проведено моделирование с использованием прикладных программ "MathCAD". При моделировании в зависимостях, описывающих распределение давления в порошке, использовали такие относительные переменные, как χ и ψ , характеризующие диаметр D и высоту H находящегося в жесткой цилиндрической матрице порошка, а также параметр β , определяющий соотношение H к D . При вычислениях относительные переменные χ и ψ изменялись в пределах от нуля до единицы, а параметр β – в пределах от единицы до двух (рис. 2.23).

В качестве модельного взят порошок, состоящий из сферических частиц диаметром 100 мкм с физико-механическими свойствами, аналогичными свойствам порошка титана. Будем считать, что частицы порошка под действием предварительного двухстороннего прессования с помощью электродов-пуансонов испытывают только упругую деформацию. При этом сами электроды-пуансоны и стенки матрицы не деформируются. Давление предварительного прессования вдоль оси электродов-пуансонов задавали в пределах 10–100 МПа. Для наглядности представления графические зависимости распределения давления в порошке строили в следующих поперечных сечениях порошковой насыпки:

1) среднем, проходящем через центральную часть порошковой насыпки, перпендикулярно оси прессования (координаты точки пересечения с осью прессования $r = 0,5\chi$; $z = 0,5\psi$);

2) двух крайних, проходящих параллельно среднему сечению вдоль торцов электродов-пуансонов (координаты – $r = 0,5\chi$; $z = 0$ и $r = 0,5\chi$; $z = \psi$);

3) двух промежуточных, проходящих между крайними и средним сечениями и пересекающих ось прессования в точках с координатами $r = 0,25\chi$; $z = 0,25\psi$ и $r = 0,75\chi$; $z = 0,75\psi$.

В процессе моделирования рассматривали также распределение давления в порошке по следующим продольным направлениям:

- 1) вдоль оси прессования, проходящей через точки координат $r = 0,5\chi; z = 0$ и $r = 0,5\chi; z = \psi$;
- 2) по линии раздела порошка и стенки матрицы, проходящей через координаты $r = 0, z = 0$ и $r = 0, z = \psi$ и параллельной оси прессования;
- 3) по линии, проходящей через координаты $r = 0,25\chi$ или $z = 0,25\psi$ и параллельной оси прессования.

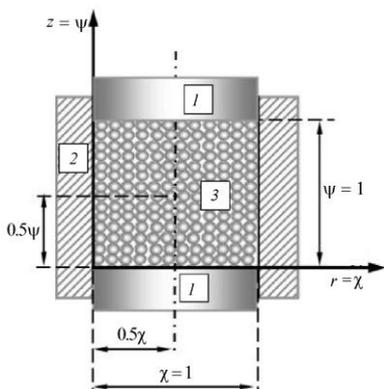


Рис. 2.23. Относительные размеры насыпки порошка в матрице:
 1 – электроды-пуансоны; 2 – матрица; 3 – порошок, χ – диаметр насыпки;
 ψ – высота насыпки

Результаты моделирования в относительных координатах распределения давления в порошке на стадии, предшествующей протеканию импульсного тока, представлены на рис. 2.24.

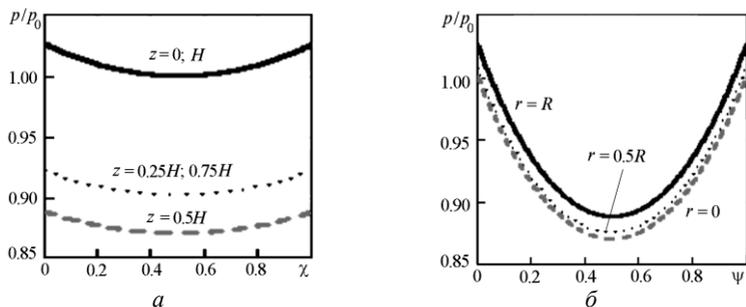


Рис. 2.24. Относительное распределение давления по сечениям порошка:
 а – поперечное сечение; б – продольное сечение

При моделировании распределения давления в порошке в момент протекания импульсного тока, значения циклической частоты, амплитуды напряжения, силы тока, включая коэффициенты затухания, выбирали с учетом анализа экспериментальных данных [121]. Исходя из этого, в качестве исходных данных использовали: длительность первого периода электрического импульса – 80 мкс, амплитуду напряжения и силы тока – 1,5 кВ и 10 кА соответственно (рис. 2.25, а). Для наглядности при построении графических зависимостей распределения давления в порошковом слое выделяли границу раздела со стенкой матрицы (рис. 2.25, б) и диаметр центрального сечения (рис. 2.26).

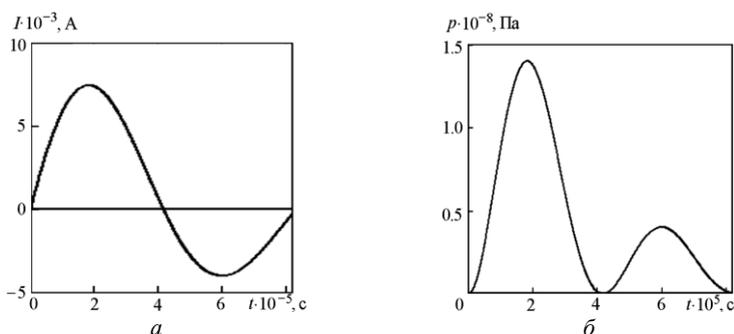


Рис. 2.25. Характер изменения электродинамических параметров в центре порошкового слоя за первый период разряда:
а – сила импульсного тока, б – давление прессования

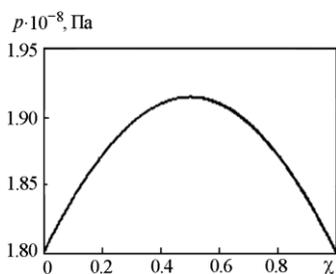


Рис. 2.26. Характер распределения давления в сечении порошкового слоя при $i(t) = I_0$

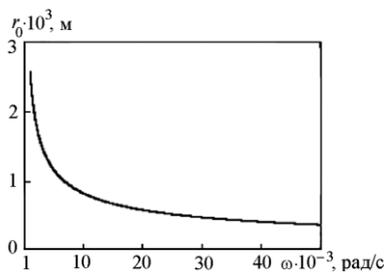


Рис. 2.27. Эффективная глубина проникновения импульсного тока в порошковом слое

На конечной стадии моделирования исследовали эффективную глубину проникновения в условиях действия скин-эффекта по сечению порошкового слоя импульсного тока, циклическая частота которого изменялась в пределах $(2-8) \cdot 10^4$ рад/с (рис. 2.27).

Анализ результатов моделирования показал, что:

1) давление в продольном сечении порошковой насыпки при одноосном двухстороннем прессовании в жесткой цилиндрической пресс-форме монотонно уменьшается от периферии к центру по осям цилиндрической системы координат z и r , где и достигает своего минимума. При этом своего максимума давление достигает на границах соприкосновения порошка с торцами электродов-пуансонов. Величину неравномерности распределения давления в порошке определяет отношение высоты к диаметру порошковой насыпки. При высоте насыпки, равной диаметру, неравномерность распределения давления в поперечном сечении будет несущественной и составит, в среднем, два-три процента. В то же время неравномерность распределения давления по высоте продольного сечения может составить 8–9 %. При увеличении высоты насыпки в два раза характер распределения давления в поперечном сечении не изменится, а неравномерность распределения давления в продольном сечении составит 10–12 %. При увеличении высоты насыпки в четыре раза неравномерность распределения давления в продольном сечении возрастет до 16–17 %;

2) на распределение давления в порошке при электроимпульсном воздействии существенное влияние оказывает пинч-эффект, действие которого приводит к радиальному сжатию прессовки в поперечном сечении собственным магнитным полем импульсного тока. Под действием пинч-эффекта давление в порошке монотонно возрастает вдоль оси r от периферии к центру, где и достигнет своего максимума. При высоте порошковой насыпки, равной диаметру, неравномерность радиальной составляющей вызванного действием пинч-эффекта давления в поперечном сечении может составить 7–8 %, а в продольном сечении неравномерность осевой составляющей этого давления достигает уже 19–20 %. Результаты моделирования показывают, что действие пинч-эффекта способно создавать давления, вызывающие не только упругие, но и пластические деформации частиц порошка. Поэтому следует учитывать, как характер

распределения давления в порошке, вызванного действием пинч-эффекта, так и характер распределения давления, вызванного одноосным двухсторонним нагружением;

3) кроме пинч-эффекта при электроимпульсном воздействии необходимо также учитывать влияние скин-эффекта. В случае, когда диаметр порошковой насыпки в два и более раз превышает глубину скин-слоя, это может приводить к тому, что спекание частиц будет проходить только вдоль стенок матрицы.

Разработанная феноменологическая методика моделирования позволяет оценивать характер распределения давления в порошковой насыпке и эффективную глубину скин-слоя. Благодаря этому она может использоваться в расчетах по оптимизации режимов электроимпульсного воздействия, обеспечивающих получение порошковых ФГМ с градиентом структуры и свойств как по высоте, так и по радиусу пресс-формы. В методике имеются зависимости, учитывающие в определенном виде связь с пикнометрической плотностью исследуемой дисперсно-порошковой среды, а также с формой частиц, составляющих эту среду, включая способность материала к линейной деформации при сжатии и растяжении. Это позволяет при проведении моделирования распределения давления учитывать индивидуальные особенности исследуемой дисперсно-порошковой среды и свойства ее частиц.

3. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОИМПУЛЬСНЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ

3.1. Технологическое оборудование и методики исследований

3.1.1. Технологическое оборудование и методики исследования энергосиловых параметров и температуры спекания

Для осуществления процесса ЭРС в качестве технологического оборудования использовали конструктивно доработанную [286, 287] машину контактной точечной сварки модели МТ2201 (рис. 3.1) для сварки переменным током с регулятором контактной сварки РКС-801, технические характеристики которой указаны в табл. 3.1.

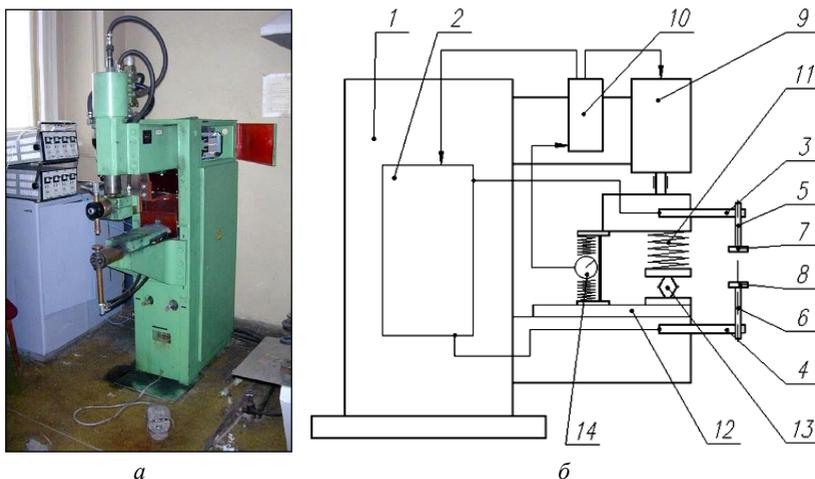


Рис. 3.1. Установка ЭРС:

а – внешний вид; *б* – конструктивная схема

1 – корпус; 2 – источник тока; 3 – консоль верхняя; 4 – консоль нижняя; 5 – электрододержатель верхний; 6 – электрододержатель нижний; 7 – электрод верхний; 8 – электрод нижний; 9 – пневмопривод устройства перемещения и нагружения; 10 – блок управления установкой и контроля технологических параметров; 11 – упругий элемент; 12 – диэлектрическая плита; 13 – домкрат; 14 – датчик перемещения

Установка ЭРС (рис. 3.1, б) содержит корпус 1, в котором установлен источник пульсирующего электрического тока 2, включающий сварочный трансформатор, тиристорный контактор и регулятор контактной сварки (не указаны), верхней подвижной 3 и нижней неподвижной 4 консолей с токоподводами. На консолях 3, 4 установлены электрододержатели 5, 6 со сменными электродами 7, 8. Верхняя подвижная консоль 3 связана с пневмоприводом устройства перемещения и нагружения 9. Между верхней подвижной 3 и нижней неподвижной 4 консолями на диэлектрической плите 12 установлены упругий элемент 11, домкрат 13 и датчик перемещения 14. Блок 10 служит для управления установкой и контроля технологических параметров процесса ЭРС.

Таблица 3.1

Технические характеристики установки ЭРС

Наименование характеристики	Значение
Номинальное напряжение питающей сети однофазного переменного тока, В	380
Номинальная частота, Гц	50
Наибольший вторичный ток, кА	22
Количество ступеней регулирования вторичного напряжения сварочного трансформатора	8
Диапазон регулирования вторичного напряжения холостого хода в зависимости от степени трансформации, В	2,2...4,425
Привод рабочего усилия	пневматический
Номинальное давление сжатого воздуха, МПа	0,63
Наибольшее усилие сжатия на электродах машины при давлении сжатого воздуха 0,63 МПа, даН	800 ± 15 %
Номинальная потребляемая мощность, кВА, не более	60

Для осуществления процесса ЭРС между электродами 7, 8 устанавливаются графитовую пресс-форму со спекаемым порошком или порошковую прессовку. Блок 10 программируют для отработки заданных технологических параметров и включают запуск программы. В ходе процесса включается пневмопривод 9 и осуществляется перемещение верхней консоли 3 с закрепленным в электрододержателе 5 электродом 7 в направлении нижнего электрода 8 до осуществления контакта с установленным образцом. При этом происходит деформирование упругого элемента 11 с возникновением силы, противодей-

ствуюющей перемещению консоли 3, что приводит к уменьшению результирующего усилия сжатия электродов 7, 8. После завершения процесса сжатия блок управления установкой и контроля технологических параметров 10 включает источник тока 2, активируя тем самым процесс ЭРС. По окончании процесса отработки заданных технологических параметров блок управления 10 отключает источник тока 2 и пневмопривод 9 осуществляет перемещение верхней консоли 3 в исходное положение.

Домкрат 13, установленный между упругим элементом 11 и диэлектрической плитой 12, предназначен для регулировки противодействующего усилия деформирования упругого элемента 11.

Датчик перемещения 14 служит для регистрации и контроля относительного перемещения консолей 3, 4 и электродов 7, 8 в процессе ЭРС.

Для проведения процесса ЭРС в защитной атмосфере или в вакууме использовали технологическую камеру (рис. 3.2, а).

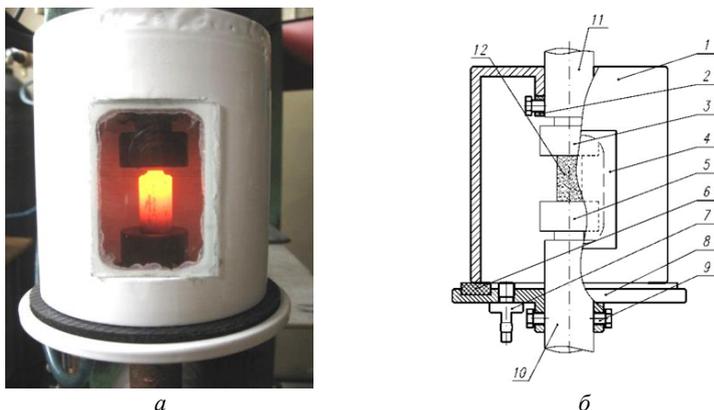


Рис. 3.2. Технологическая камера:

а – внешний вид; *б* – конструктивная схема

1 – корпус; 2 – упругое кольцо; 3 – электрод верхний; 4 – окно; 5 – электрод нижний; 6 – уплотнительное кольцо; 7 – штуцер; 8 – основание; 9 – болт; 10 – электрододержатель нижний; 11 – электрододержатель верхний; 12 – образец

Технологическая камера (рис. 3.2, б) состоит из корпуса 1, установленного на верхнем электрододержателе 11 с возможностью осевого перемещения вдоль упругого кольца 2, и основания 8, непод-

вижно закрепленного на нижнем электрододержателе 10 болтами 9. Корпус 1 снабжен смотровым окном 4, основание 8 – уплотнительным кольцом 6 и штуцером 7.

Графитовую пресс-форму (рис. 3.3) с порошком или сформованную из порошка заготовку располагают на нижнем электроде 5 и создают требуемое усилие прессования с помощью верхнего электрода 3. При этом нижняя кромка корпуса 1 технологической камеры входит в контакт с уплотнительным кольцом 6 основания 8 и герметизирует ее внутренний объем. Подавая инертный газ или откачивая воздух через штуцер 7, создают внутри технологической камеры необходимую для проведения ЭРС защитную атмосферу или вакуум.

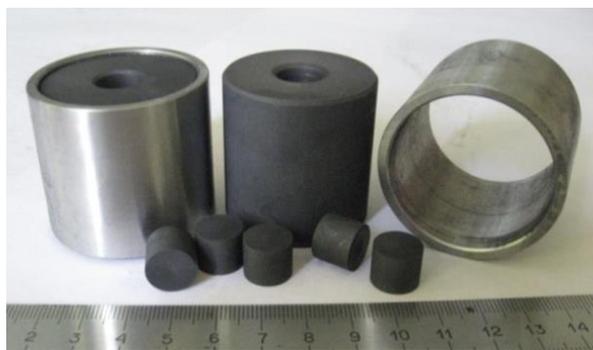


Рис. 3.3. Графитовые пресс-форма и пуансоны

На рис. 3.4 приведена принципиальная схема осуществления процесса ЭРС и контроля его технологических параметров. Спекаемый образец 4 помещают в технологическую камеру 3 между нижним 2 и верхним 6 электродами. Камеру 3 закрывают и в ее внутреннее пространство из баллона 8 через редуктор 7 подают инертный газ или создают разрежение при помощи вакуумного насоса (не показан). Величину усилия сжатия F электродов регулируют с помощью устройства нагружения 5. Напряжение, количество циклов и длительность обработки задают путем программирования блока управления установкой и осуществляют с помощью трансформатора 1. Величину технологических параметров процесса ЭРС контролируют при помощи датчиков давления, перемещения ДП и тока ДТ, подключенных к измерительному стенду ИС.

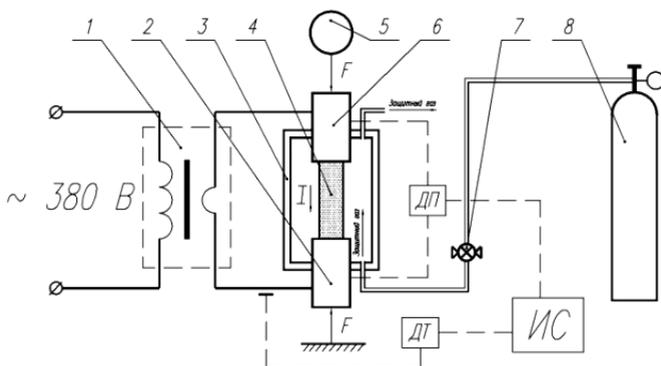


Рис. 3.4. Принципиальная схема процесса ЭРС:

- 1 – трансформатор; 2 – электрод нижний; 3 – камера технологическая;
 4 – образец; 5 – устройство нагружения с датчиком давления;
 6 – электрод верхний; 7 – редуктор; 8 – баллон с инертным газом;
 ДП – датчик перемещения; ДТ – датчик тока; ИС – измерительный стенд

Для контроля параметров ЭРС использовался измерительный стенд (рис. 3.5, а). Устройства и датчики, входящие в измерительный стенд (табл. 3.2, 3.3), подключались таким образом, чтобы осуществлять регистрацию и отображение режимов ЭРС на экране персонального компьютера (рис. 3.5, б) [288–293].

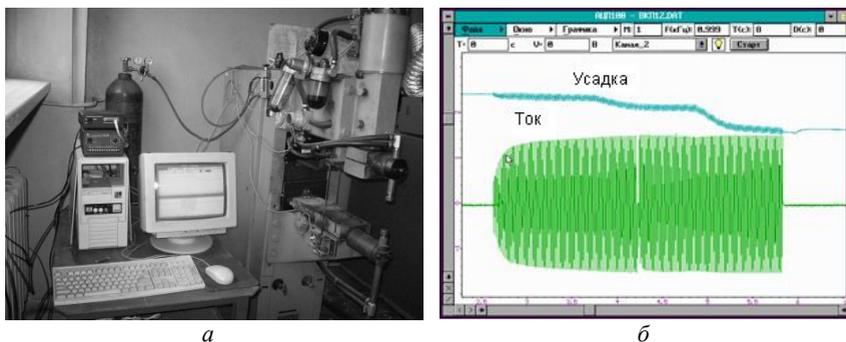


Рис. 3.5. Регистрация параметров ЭРС:

- а – измерительный стенд; б – отображение результатов регистрации

Таблица 3.2

Рабочие характеристики устройств измерительного стенда

Электронные модули	Характеристики
ADC 100К-12-8	12 разрядов; 8 каналов; время преобразования – 10 мкс; входной диапазон измеряемых напряжений ± 5 В; 4 линии цифрового (ТТЛ) ввода/вывода; ОЗУ 64 К слов (одно слово – 16 бит); шина ISA
ADCS5K-12-8	12 разрядов; 8 каналов; время преобразования – 200 мкс, входной диапазон измеряемых напряжений ± 5 В; интерфейс RS 232
DAC 12-4	4 канала ЦАП; 12 разрядов; время установки 100 мкс; выходное напряжение ± 5 В; выходной ток до 20 мА; 8 линий цифрового (ТТЛ) ввода/вывода; ОЗУ 64 К слов; шина ISA
AMP-8	8 дифференциальных каналов; коэффициент усиления от 5 до 1000; частота пропускания в канале 0,5-200 кГц
PSL-80	Стабилизированные выходные напряжения: ± 5 В (ток нагрузки до 0,8 А), ± 15 В; 12 В (ток нагрузки до 1,0 А); диапазон регулируемого напряжения 0-40 В (ток нагрузки до 0,1 А)
Персональный компьютер	PC IBM; операционная система – DOS, Windows 95/98, процессор PI-166\RAM 128Мб\HDD 4 Gб\GF2 32 Mb

Таблица 3.3

Рабочие характеристики датчиков измерительного стенда

Тип датчика	Характеристики
Датчик тока ДТХ-25	Диапазон измерения 0-25 кА; максимальная частота измеряемого тока 300 кГц; относительная погрешность 1%
Датчик давления ДДХ-600	Диапазон измерения 0-600 кПа; время установки 1 мс; относительная погрешность 1,5%
Датчик перемещения ДПХ	Диапазон измерения 0-5 мм; относительная погрешность 0,5%

Для измерения тока во вторичной цепи установки ЭРС применялся Датчик Холла ДТХ-25, для контроля рабочего давления в пневмоприводе – датчик давления ДДХ-600, для определения перемещения верхнего электрода установки – датчик перемещения ДПХ. Для определения изменения напряжения сигналов с датчика тока, датчика давления и датчика перемещения использовали аналоговый селектор-мультиплексор и аналого-цифровой преобразователь (АЦП),

установленные на персональном компьютере, служащем для накопления и обработки данных.

Для регулирования длительности цикла ЭРС, управления тиристорным контактором и регулирования вторичного тока служил регулятор контактной сварки РКС-801.

Температуру процесса ЭРС контролировали металлургическим бесконтактным низкотемпературным (до 1500 °С) пирометром БНТ-02 (БГУ, Республика Беларусь). Остаточное давление воздуха или избыточное давление инертного газа в технологической камере измеряли мановакууметром МВТ-100.

Экспериментальные исследования процесса ЭИС проводили на конструктивно доработанной установке магнитно-импульсной сварки в вакууме «Импульс-БМ», г. Ростов-на-Дону (рис. 3.6). Использование данной установки после конструктивной доработки [288, 294–296] позволило в широком диапазоне исследовать влияние энергосиловых параметров процесса ЭИС на свойства получаемых порошковых ФГМ.



Рис. 3.6. Установка ЭИС

Установка ЭИС состоит из двух основных частей: генератора импульсов тока и технологического блока. В установке используется генератор импульсов тока с емкостными накопителями энергии (высоковольтными импульсными конденсаторами), которые заряжаются от высоковольтного трансформатора с выпрямителем, а разряжаются через игнитронные разрядники. Технологический блок установки состоит из коаксиального токоподводящего устройства, устройства нагружения, блока управления, вакуумной системы, си-

стемы напуска газов (аргон, азот), измерительного стенда для контроля и регистрации параметров ЭИС. Генератор импульсов тока и технологический блок связаны с выносным пультом управления. Некоторые технические характеристики установки ЭИС приведены в табл. 3.4. Установка ЭИС позволяет устанавливать емкость накопителей 300, 600, 900, 1200, 1500 и 1800 мкФ и генерировать до семи непрерывно следуемых электрических разрядов.

Таблица 3.4

Технические характеристики установки ЭИС

Наименование характеристики	Величина
Максимальная энергия накопителей, кДж	32
Максимальная ёмкость накопителей, мкФ	1800
Диапазон напряжений, кВ	1,0...5,9
Максимальная собственная частота разряда, кГц	20
Максимальное усилие нагружения, кН	5
Тип конденсатора	ИК6-150ТСЧ
Тип разрядника	игнитронный
Тип нагружающего устройства	пневматическое / рычажное
Режим работы	ручной / полуавтоматический

При включении установки ЭИС (рис. 3.7) емкостные накопители энергии 3–7 через повышающий трансформатор 1 и выпрямитель 2 заряжаются до заданного блоком управления 16 напряжения, при этом игнитронные разрядники 8–12 закрыты и разрядная цепь разомкнута. В момент достижения на емкостных накопителях энергии 3–7 заданной величины напряжения игнитронные разрядники 8–12 открываются, разрядная цепь замыкается, и ток поступает к технологическому блоку 13. Измерение тока и напряжения в момент разряда осуществляется с помощью пояса Роговского (ПР) и высоковольтного делителя напряжения 14, регистрация сигналов происходит в двухлучевом запоминающем осциллографе 15 модели С8-14.

Для осуществления процесса ЭИС (рис. 3.8) порошок 6 засыпается в диэлектрическую матрицу 7, установленную на нижнем электроде-пуансоне 9, верхний электрод-пуансон 8 опускается до соприкосновения с поверхностью порошка 6, после чего прикладывается усилие нагружения F . Емкостные накопители энергии 3 через повышающий трансформатор 1 и выпрямитель 2 заряжаются до заданного

напряжения, при этом игнитронные разрядники 5 закрыты и разрядная цепь разомкнута. В момент достижения заданной величины напряжения на емкостных накопителях энергии 3 игнитронные разрядники 5 открываются, разрядная цепь замыкается, разрядный ток проходит через верхний 8 и нижний 9 электроды-пуансоны и разогревает находящийся в диэлектрической матрице 7 порошок 6, приводя к его спеканию.

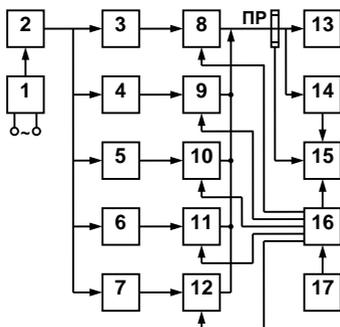


Рис. 3.7. Блок-схема установки ЭИС:

1 – повышающий трансформатор; 2 – выпрямитель; 3-7 – емкостные накопители энергии; 8-12 – игнитронные разрядники; 13 – технологический блок ЭИС; 14 – высоковольтный делитель напряжения; 15 – осциллограф; 16 – блок управления; 17 – переносной пульт управления; ПР – пояс Роговского

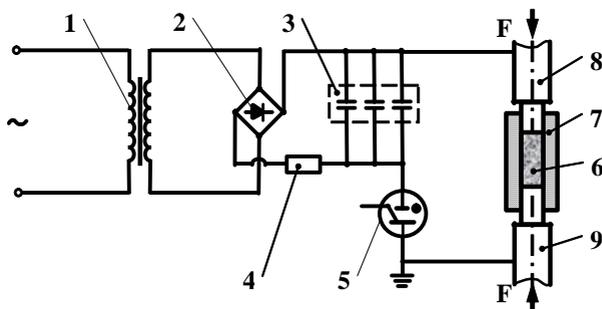


Рис. 3.8. Функциональная схема установки ЭИС:

1 – повышающий трансформатор; 2 – выпрямитель; 3 – емкостные накопители энергии; 4 – ограничивающий резистор; 5 – игнитронный разрядник; 6 – порошок; 7 – диэлектрическая матрица; 8 – верхний электрод-пуансон; 9 – нижний электрод-пуансон; F – усилие нагружения

Технологический блок (рис. 3.9, *a*), который служит для непосредственного проведения процесса ЭИС. В технологический блок входит коаксиальное токоподводящее устройство, в основу конструкции которого положена идея аксиальной симметрии его токоведущих частей. Эта идея позволяет устранить нежелательное силовое воздействие больших импульсных токов на конструктивные элементы устройства и повысить равномерность протекания электрического тока по сечению получаемых изделий.

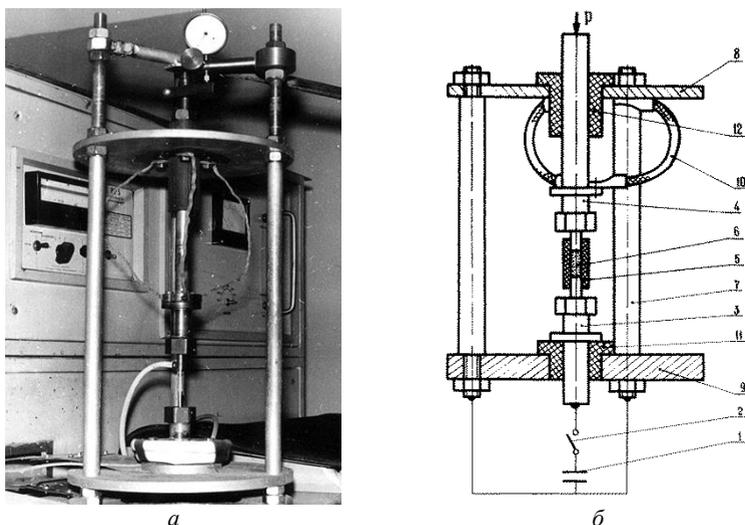


Рис. 3.9. Технологический блок установки ЭИС:

- a* – внешний вид; *б* – конструктивная схема токоподводящего устройства
 1 – емкостной накопитель энергии; 2 – разрядник; 3 – нижний электрододержатель;
 4 – верхний электрододержатель; 5 – диэлектрическая матрица; 6 – порошок;
 7 – стойки; 8 – крышка; 9 – опорная плита; 10 – гибкие токоподводы;
 11, 12 – диэлектрические втулки; *P* – усилие нагружения

Коаксиальное токоподводящее устройство (рис. 3.9, *б*), электрически связанное с емкостным накопителем энергии 1 генератора импульсов тока и разрядником 2, состоит из нижнего 3 и верхнего 4 электрододержателей, снабженных цанговыми зажимами для сменных электродов-пуансонов, диэлектрической матрицы 5 со спекаемым порошком 6, стоек 7, расположенных по окружности между крышкой 8 и опорной плитой 9, и гибких токоподводов 10. Электро-

додержатели 3 и 4 установлены в диэлектрических втулках 11, 12. Коаксиальное токоподводящее устройство включено последовательно в электрическую цепь с емкостным накопителем энергии 1 и верхним электрододержателем 4. Матрица 5 со спекаемым порошком 6 расположена на оси устройства, верхний электрододержатель 4 с помощью гибких токоподводов 10 подвижно соединен с крышкой 8, нижний электрододержатель 3 электрически связан с разрядником 2.

При получении изделия диэлектрическую матрицу 5, изготовленную, например, из кварцевого стекла, устанавливают на нижнем электроде-пуансоне, закрепленном в цанговом зажиме электрододержателя 3, засыпают порошок 6, опускают верхний электрод-пуансон, закрепленный в подвижном электрододержателе 4, и с помощью нагружающего устройства задают необходимую величину усилия прессования P . Емкостной накопитель энергии 1 заряжают от внешнего источника постоянного напряжения до необходимой величины и с помощью разрядника 2 производят разряд по следующей цепи: разрядник 2 – нижний электрод-пуансон – спекаемый порошок 6 – верхний электрод-пуансон – гибкие токопроводы 10 – крышка 8 – стойки 7 – емкостной накопитель энергии 1.

Благодаря своему расположению на оси коаксиального токоподводящего устройства, диэлектрическая матрица со спекаемым порошком оказывается помещенной в симметричное электрическое поле, в котором результирующее действие сил Ампера от отдельных элементов устройства незначительно. Это приводит к равномерному распределению электрического тока в поперечном сечении порошка, а значит к равномерному тепловыделению по всему объему. Следует отметить высокую надежность работы коаксиального токоподводящего устройства, заключающуюся в том, что даже в случае выхода из строя любого конденсатора не нарушается симметричность электрического поля. Устройство легко можно демонтировать и установить на любую установку, имеющую генератор импульсных токов.

В процессе ЭИС возможно окисление получаемых изделий кислородом воздуха, что в ряде случаев недопустимо, поэтому в составе технологического блока предусмотрены вакуумная система и система напуска газов (рис. 3.10) [297]. Вакуум в зоне спекания можно создать внутри сиффона 3, производя откачку воздуха через

штуцер 2, сообщающийся с отверстием в верхнем электроде-пуансоне 1 (рис. 3.10, а). Защитный газ может подаваться прямо в матрицу с помощью этого же штуцера 2 (рис. 3.10, б).

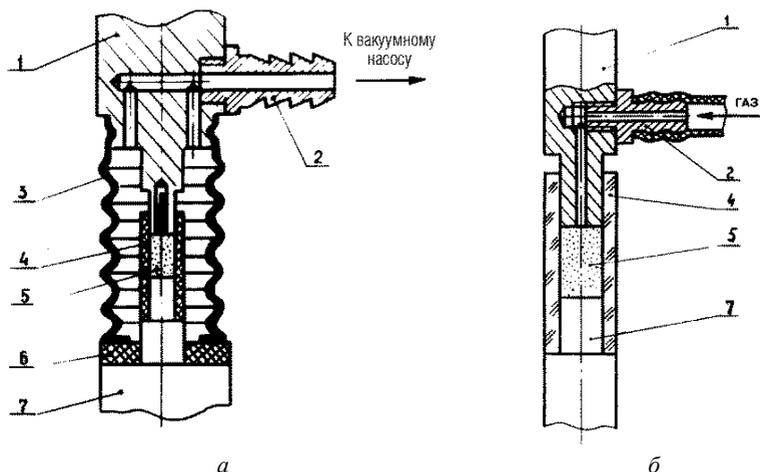


Рис. 3.10. Технологические схемы ЭИС:

а – в вакууме; б – в защитной атмосфере

1 – верхний электрод-пуансон; 2 – штуцер; 3 – сильфон; 4 – матрица;
5 – порошок; 6 – уплотнительное кольцо; 7 – нижний электрод-пуансон

Одной из важных составных частей технологического блока является устройство нагружения. Оно предназначено для предварительного прессования порошка перед спеканием и для его окончательного прессования в процессе ЭИС. В составе технологического блока могут использоваться два вида устройств нагружения – рычажное и пневматическое.

Рычажное устройство нагружения (рис. 3.11) служит для создания относительно небольших, точно регулируемых статических усилий прессования. Оно состоит из рычага 1, шарнирно закрепленного одним концом на крышке 2 коаксиального токоподводящего устройства и опирающегося на плоскую площадку подвижного верхнего электрододержателя 3, и набора грузов 4 разной массы (1, 2, 3 и 5 кг), подвешиваемых к другому концу рычага, отношение плеч которого составляет 1:10. Рычажное устройство предназначено для получения

экспериментальных образцов и изделий небольших размеров и высокой пористости, где необходима точная регулировка усилия пресования.

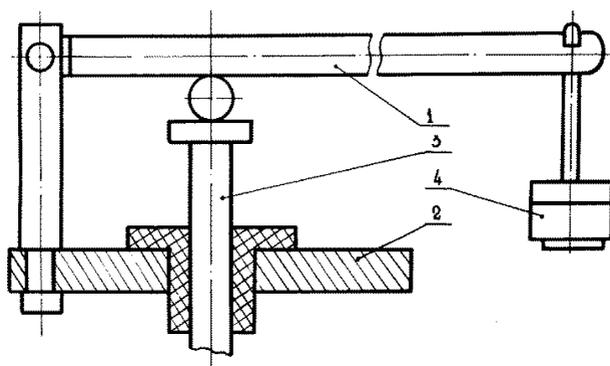


Рис. 3.11. Рычажное устройство нагружения:
1 – рычаг; 2 – крышка; 3 – верхний электрододержатель; 4 – набор грузов

Для создания больших усилий пресования, изменяющихся в процессе ЭИС, служит пневматическое устройство нагружения (рис. 3.12). Устройство включает пневмоцилиндр 1, пневмодроссели 2, 10, крановый двухпозиционный пневмораспределитель 3, манометры 4, 7, блок подготовки воздуха 5, редукционный пневмоклапан 6, электропневмоклапан 8, глушитель шума 9. Пневматическое устройство нагружения может работать с постоянным и ступенчатым усилием пресования. Контроль давления в процессе пресования осуществляется с помощью образцового манометра. В режиме постоянного усилия нагружения устройство работает следующим образом. Через блок подготовки воздуха 5, крановый распределитель 3, пневмодроссель 2 воздух под давлением P_1 подают в верхнюю полость пневмоцилиндра 1. В нижнюю полость пневмоцилиндра 1 через блок подготовки воздуха 5 редукционный пневмоклапан 6, электропневмоклапан 8, находящийся в открытом состоянии, и пневмодроссель 10 подают воздух под давлением $P_2 < P_1$. Величины давлений P_1 и P_2 регулируют с помощью редукционного пневмоклапана, входящего в блок подготовки воздуха 5 (не показан), редукционного пневмоклапана 6 и устанавливают по манометрам 4, 7. Так как давление $P_2 < P_1$, то шток пневмоцилиндра 1 движется вниз, осуществ-

ляя нагружение порошка. Скорость нагружения регулируют с помощью пневмодросселей 2, 10. При переключении кранового пневмораспределителя 3 и прекращении подачи воздуха под давлением P_1 в верхнюю полость пневмоцилиндра 1 его шток под действием давления P_2 поднимается, а воздух из верхней полости уходит через пневмодроссель 2, крановый пневмораспределитель 3 и глушитель 9 в атмосферу. При создании ступенчатого усилия нагружения электропневмоклапан 8 закрывается, нижняя полость пневмоцилиндра 1 соединяется с атмосферой через пневмодроссель 10, электропневмоклапан 8 и глушитель 9. Давление P_2 резко падает, вследствие чего под действием давления P_1 усилие нагружения ступенчато возрастает. Поднимают шток пневмоцилиндра 1 путем подачи воздуха под давлением P_2 в нижнюю его полость, для чего открывается электропневмоклапан 8, и переключается крановый пневмораспределитель 3. При этом воздух из верхней полости пневмоцилиндра 1 выходит через пневмодроссель 2, крановый пневмораспределитель 3 и глушитель 9 в атмосферу.

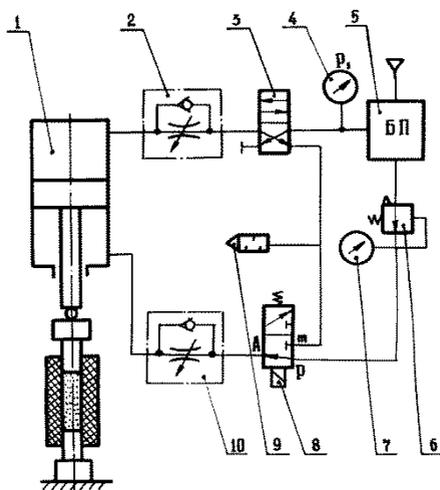


Рис. 3.12. Пневматическое устройство нагружения:

- 1 – пневмоцилиндр; 2 – пневмодроссель; 3 – крановый двухпозиционный пневмораспределитель; 4 – манометр; 5 – блок подготовки воздуха;
6 – редукционный пневмоклапан; 7 – манометр;
8 – электропневмоклапан; 9 – глушитель шума; 10 – пневмодроссель

Технологический блок установки ЭИС снабжен соленоидом с регулируемым числом витков (рис. 3.13), который позволяет увеличивать длительность разряда емкостного накопителя энергии за счет повышения индуктивности разрядной цепи. В составе технологического блока имеется приспособление для регистрации осевой усадки образцов, снабженное индикатором часового типа ИЧ-10 ГОСТ 577-68, измерительный стержень которого контактирует с подвижным электрододержателем устройства ЭИС.

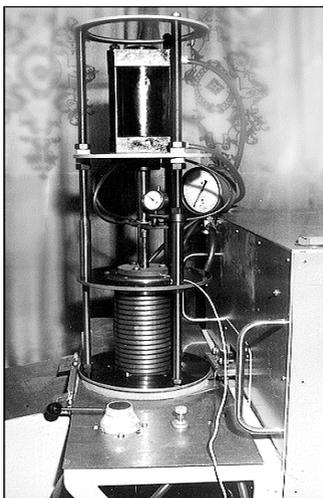


Рис. 3.13. Технологический блок установки ЭИС с пневматическим устройством нагружения и соленоидом

Важным вопросом ЭИС является выбор материалов технологической оснастки – матриц и электродов-пуансонов. В процессе ЭИС технологическая оснастка работает в тяжелых условиях и испытывает циклическое воздействие высоких температур и давлений, вызывающих значительный нагрев, деформацию, окисление, образование трещин, эрозию поверхностей, контактирующих с порошком. В связи с этим требования, предъявляемые к технологической оснастке, применяемой для осуществления ЭИС, значительно отличаются от требований, предъявляемых к обычному пресс-инструменту.

Материалы электродов-пуансонов должны обладать:
– высокой электропроводностью;

- высокой прочностью и низкой ползучестью при повышенных температурах;
- высокими термо- и электроэрозионной стойкостью;
- низкой способностью к взаимодействию со спекаемым материалом;
- низкой теплопроводностью;
- низким коэффициентом теплового расширения;
- хорошей обрабатываемостью.

По литературным данным [298–301] в качестве материалов для электродов-пуансонов могут применяться жаропрочный графит, медь, твердые сплавы, специальные стали.

В процессе экспериментальных исследований установлено, что при ЭИС наибольшей стойкостью обладают электроды-пуансоны из вольфрама, молибдена и жаропрочной стали. Электроды-пуансоны, изготовленные из других материалов, выходили из строя из-за низкой механической прочности или приварки к ним порошка.

Очистку рабочих поверхностей электродов-пуансонов, к которым приварился спекаемый порошок, можно проводить электрическим импульсом, получаемым от генератора импульсов тока, в рабочем положении электродов-пуансонов. При замыкании электрической цепи на загрязненных порошком рабочих поверхностях электродов-пуансонов выделяется энергия, количество которой зависит от плотности тока, напряжения и мощности генератора. Если параметры электрической цепи обеспечивают возможность возникновения и горения электрической дуги, то между рабочими поверхностями электродов-пуансонов на короткий отрезок времени (10^{-5} с) образуется канал разряда – заполненная плазмой область, в которой развивается высокая температура и давление. Сопровождающие электрический разряд термическое воздействие, термоупругая волна, электродинамические силы способствуют интенсивной очистке поверхности электродов-пуансонов [302], в результате чего они могут многократно использоваться.

Процессы, происходящие на контактной поверхности матрица – спекаемый порошок, в основном аналогичны процессам на контакте пуансон – спекаемый порошок, так что требования, сформулированные выше, применимы и к материалам матриц с учетом их электрофизических свойств. Вместе с тем при ЭИС для матриц целесообразно

разно использовать диэлектрические материалы или материалы, обладающие высоким удельным электросопротивлением. По литературным данным [303–305] в качестве материалов матриц чаще всего используют нитриды металлов, керамику, стекло.

При ЭИС наибольшую стойкость показали матрицы из кварцевого стекла, ситалла, нитрида алюминия, асбестоцемента. Для промышленного использования среди этих материалов наиболее пригодны матрицы из нитрида алюминия (рис. 3.14) в связи с их высокой прочностью, низкой стоимостью, технологичностью получения.

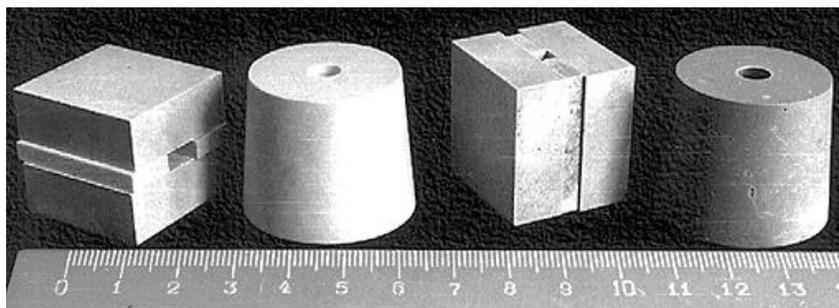


Рис. 3.14. Матрицы из нитрида алюминия для ЭИС образцов круглого и прямоугольного сечения

Наибольшее распространение в исследовательской практике ЭИС получили молибденовые и стальные электроды-пуансоны и матрицы из асбестоцемента и кварцевого стекла (рис. 3.15). Выбор в качестве материала электродов-пуансонов жаростойкой стали объясняется ее доступностью, дешевизной, легкостью обработки и отсутствием взаимодействия со спекаемым материалом. Молибден обладает более высокой эрозионной стойкостью, но более дорог и подвержен окислению на воздухе. Асбестоцемент имеет относительно высокую стойкость к воздействию температур, химически инертен, дешев, легко обрабатывается. Однако он вреден для здоровья, имеет недостаточную твердость и износостойкость поверхности, и быстро выходит из строя в местах контакта с порошком и электродами-пуансонами. Поэтому чаще всего в экспериментах использовали матрицы из кварцевого стекла, обладающего более высокой твердостью, хорошей чистотой поверхности и износостойкостью, но выдерживавшие меньшие нагрузки.

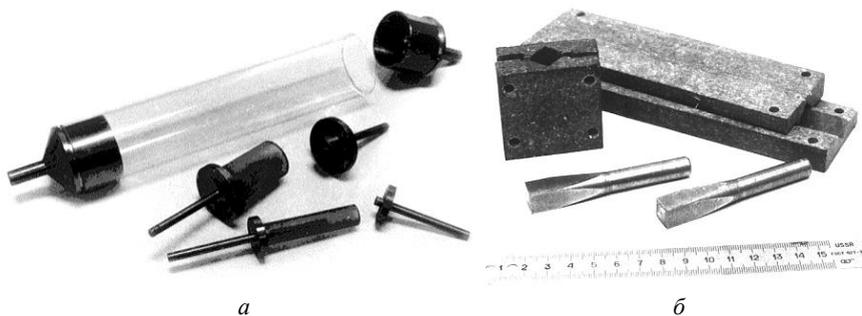


Рис. 3.15. Образцы технологической оснастки для ЭИС:
а – с матрицами из кварцевого стекла; *б* – с матрицами из асбестоцемента

Основными технологическими параметрами, которые тщательно измеряются и контролируются в процессе ЭИС, являются электрический ток, напряжение, длительность высоковольтного разряда, давление прессования порошка и температура. Схема измерения электрических параметров процесса ЭИС показана на рис. 3.16.

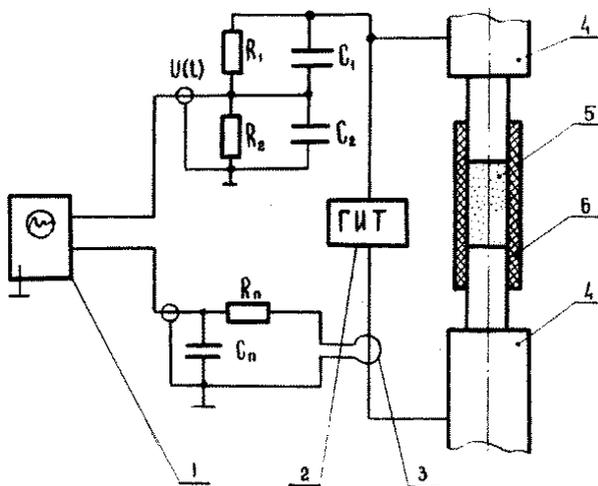


Рис. 3.16. Схема измерения электрических параметров процесса ЭИС:
1 – осциллограф; *2* – генератор импульсов тока; *3* – пояс Роговского;
4 – электроды-пуансоны; *5* – порошок; *6* – диэлектрическая матрица

Измерение разрядного тока осуществляли с использованием пояса Роговского [178, 306]. Последний представляет собой многослойную тороидальную катушку, охватывающую проводник с током, и, таким образом, связанную с ним индуктивно (рис. 3.17). Поэтому устойчивость пояса к динамическим нагрузкам и нагреву, возникающим при протекании больших токов, обеспечить сравнительно легко, т. к. в обмотке пояса, представляющей собой вторичную обмотку понижающего трансформатора, токи небольшие. Этот метод является предпочтительным по сравнению с шунтовым методом [307], и его целесообразно применять при разрядных токах до 100 кА в диапазоне частот от менее 0,1 Гц до десятков МГц.

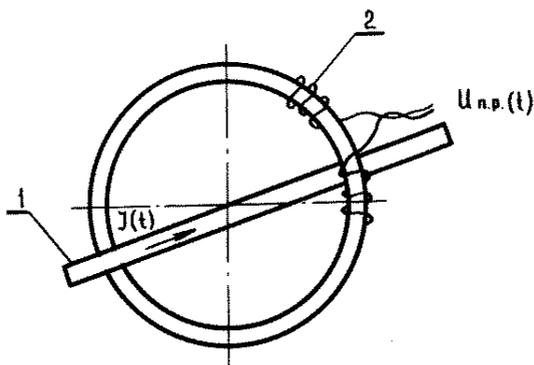


Рис. 3.17. Схематическое изображение пояса Роговского:
 1 – проводник с измеряемым током $I(t)$;
 2 – катушка пояса Роговского с наведенным напряжением $U_{н.р.}(t)$

Измерение напряжения и длительности импульса осуществляли с помощью осциллограмм (рис. 3.18), получаемых на двухлучевом запоминающем осциллографе С8-14 по методике [307] с применением емкостно-активного делителя напряжения. Измерительный сигнал на осциллограф передавали с помощью коаксиального кабеля. Численное значение тока $I(t)$, с учетом данных осциллограмм, определяли по выражению:

$$I(t) = \frac{U_{н}(t)\omega_{н}R_{н}C_{н}}{L_{н}}, \quad (3.1)$$

где $U(t)$ – сигнал, снимаемый с пояса Роговского; ω_n – число витков пояса; R_n , C_n , L_n – соответственно активное сопротивление, емкость и индуктивность катушки пояса.

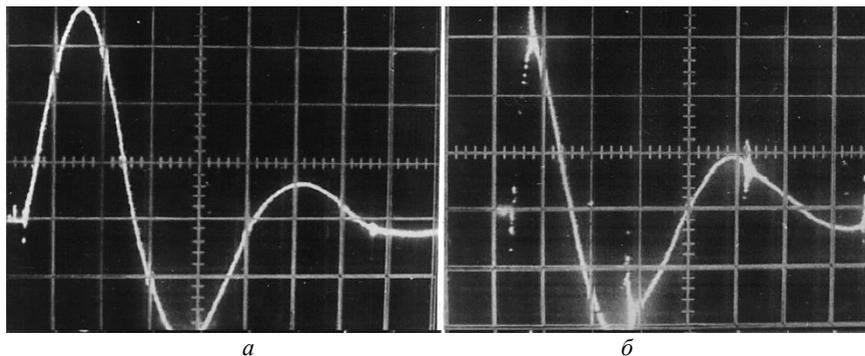


Рис. 3.18. Осциллограммы электрических параметров ЭИС:
a – тока; *б* – напряжения

Контроль давления в пневмоприводе устройства нагружения осуществляли с помощью образцового манометра модели МО-11202 с диапазоном измерений 0–0,6 МПа. Измерение усилия прессования проводили с помощью образцового динамометра сжатия ДОСМ-3-10 с диапазоном измерений 1–10 кН.

Измерение температуры в процессе ЭИС связано с большими трудностями ввиду малой длительности процесса (10^{-3} – 10^{-4} с). Существующие методы оптической пирометрии, имеющие быстродействие на два порядка ниже длительности процесса ЭИС [308, 309], не позволяют с достаточной точностью регистрировать его температурные характеристики. Температура, измеренная в стенках прессформы с помощью соответствующих термоэлектрических преобразователей [310], характеризует собой внутреннюю температуру спекаемого электрическим током порошка только на последних стадиях контактообразования, когда система приближается к установившемуся состоянию.

Температура процесса ЭИС может быть определена расчетными методами [132, 311], точность которых ограничивается принимаемыми модельными допущениями. И сама температура и динамика ее изменения в этом случае носят вероятностно-предположительный

характер. Поэтому экспериментальное определение изменения температуры в процессе ЭИС, а также последующий анализ физических явлений, соответствующих этим изменениям, являются практически необходимой задачей.

Применение для осуществления процесса ЭИС прозрачных диэлектрических матриц, в частности, из кварцевого стекла, позволяет наблюдать возникающее при пропускании через порошок высоковольтного импульса тока характерное световое излучение (вспышки) разной интенсивности, цвета и длительности свечения. Исследование интенсивности светового излучения с использованием двух методов – метода двухцветной пирометрии и фотоэмиссионного метода, позволило решить задачу регистрации изменения температуры в процессе ЭИС с высоким временным разрешением.

Суть метода двухцветной пирометрии [312, 313] заключается в измерении электромагнитного излучения в двух, имеющих длину волны λ_1, λ_2 , достаточно узких спектральных диапазонах $\Delta\lambda_1$ и $\Delta\lambda_2$, для которых предполагается равенство спектральных коэффициентов излучения. Исходя из этого, измерение температуры порошка в процессе ЭИС основывалось на существующей зависимости отношений энергетических яркостей вспышек в двух спектральных интервалах от температуры. С учетом предполагаемого равенства спектральных коэффициентов излучения и равной чувствительности фотоприемников для λ_1, λ_2 , эта зависимость определялась выражением [314]:

$$T = \frac{ch}{k} \left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1} \right) \left\{ \ln \left[\frac{S_{\lambda_1} \Delta\lambda_1}{S_{\lambda_2} \Delta\lambda_2} \left(\frac{\lambda_1}{\lambda_2} \right)^6 \right] \right\}^{-1}, \quad (3.2)$$

где T – температура; c – скорость света; h – постоянная Планка; k – постоянная Больцмана; $S_{\lambda_1}, S_{\lambda_2}$ – дифференциальные сигналы фотоприемников, каждый из которых соответствующим образом настроен на длину волны электромагнитного излучения λ_1, λ_2 .

Регистрацию температуры свечения, возникающего в исследуемых порошках в процессе ЭИС, осуществляли с использованием двухканального пирометра (рис. 3.19), синхронизированного по времени с моментом пропускания высоковольтного разряда [315, 316].

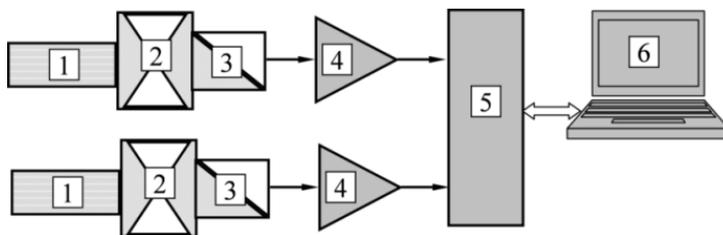


Рис. 3.19. Блок-схема двухканального пирометра:

1 – световод; 2 – система оптической фокусировки; 3 – фотоприемник; 4 – усилитель тока; 5 – двухканальный аналого-цифровой преобразователь (АЦП); 6 – компьютер

Конструктивные элементы двухканального пирометра подбирали таким образом, чтобы за один полупериод протекания разрядного тока обеспечивалось получение не менее десяти значений температуры, необходимых для проведения статистической обработки. Калибровку двухканального пирометра до температур $2\ 583\ ^\circ\text{C}$ осуществляли с помощью эталонного источника непрерывного излучения типа А ГОСТ 7721-89 с использованием нейтрального светофильтра для ослабления светового потока. При калибровке свыше указанной температуры использовали соответствующие светофильтры, преобразующие источник излучения типа А в источник излучения типа В или С по ГОСТ 7721-89. В выражении (3.2) переменными величинами являются дифференциальные сигналы с фотоприемников $S_{\lambda 1} = S_{\lambda 1}(t)$ и $S_{\lambda 2} = S_{\lambda 2}(t)$, которые при последующей обработке преобразовывали в относительную величину $m(t) = S_{\lambda 1}(t)/S_{\lambda 2}(t)$, соответствующую значению установленной на эталонном источнике температуры. Путем интерполяции устанавливали связь в виде некоторой калибровочной функции $T = T(m)$, обеспечивающей двухканальному пирометру диапазон измерений температуры от $1\ 200\ ^\circ\text{C}$ до $6\ 500\ ^\circ\text{C}$. Разработанный двухканальный пирометр может использоваться при измерениях температуры быстропротекающих высокоэнергетических процессов, сопровождающихся характерным световым излучением. Он позволяет получать значения температуры с временным разрешением $\sim 1\ \mu\text{с}$ с относительной погрешностью не более 10 %.

Фотоэмиссионный метод пирометрии [317, 318] основан на зависимости распределения фотоэлектронов внешнего фотоэффекта по энергиям от распределения фотонов в спектре теплового излучения

объекта и, следовательно, его радиационной температуры. Метод обладает возможностью измерения температуры с временным разрешением порядка 1 мс, что достигается модуляцией потока фотоэлектронов начальных энергий в катодной камере фотоэлектронного умножителя (ФЭУ), работающего одну фазу импульса в режиме счета фотонов, а другую – в режиме насыщения анодного тока.

Для практического использования фотоэмиссионного метода при измерении температуры быстропротекающих высокоэнергетических процессов, к числу которых относится и ЭИС, необходимо увеличить временное разрешение с порядка одной миллисекунды до одной микросекунды. На аппаратном уровне это было достигнуто за счет введения в конструкцию фотоэмиссионного пирометра [318], в котором в качестве первичного преобразователя физических величин используется фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) и усилитель анодного тока (УАТ), генератора тактовых импульсов (ГТИ), аналого-цифрового преобразователя (АЦП), устройства внешней синхронизации (УВС) и микропроцессорной системы, выполняющей функции персонального компьютера (ПК) [319-321]. Для передачи светового потока от источника излучения к фоточувствительному катоду ФЭУ использован световод (СВ). При этом к самой конструкции ФЭУ предъявляются дополнительные требования – кроме фоточувствительного катода (К), динодов и анода (А), такое электронное устройство должно содержать дополнительные электроды, выполняющие роль энергетического (Э) анализатора в зависимости от величины и знака амплитуды напряжения импульсного тока, подаваемого с выхода ГТИ (рис. 3.20).

Использование ГТИ позволяет за один рабочий цикл измерения организовать в течение первого полупериода тактовой частоты подачу импульсного тока на вход «Э» с амплитудой напряжения, вызывающей появление на выходе ФЭУ модулированного до состояния насыщения анодного тока. При этом вторая половина периода тактовой частоты позволяет на выходе ФЭУ регистрировать немодулированный анодный ток, который соответствует анодному току ФЭУ в режиме счета фотонов. Благодаря УАТ, АЦП, УВС и ПК создается возможность не только фиксировать значения модулированного и немодулированного анодного тока ФЭУ, но и получать его соотношение m_i в запоминающем устройстве ПК. Сопоставление массива относительных величин m_i с определенными эталонными значени-

ями температуры T_i позволяет установить между ними зависимость $T = T(m)$ [322, 323] и по сигналам с УВС определять временное распределение температуры.

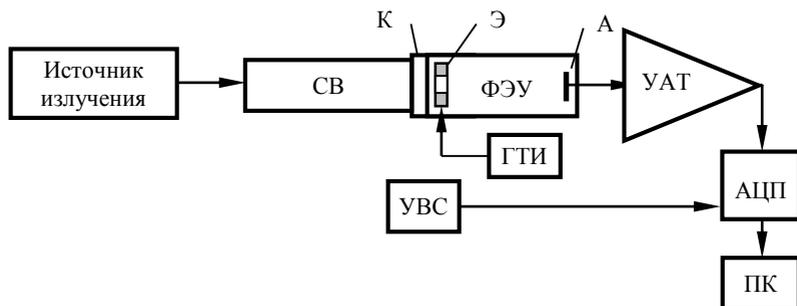


Рис. 3.20. Блок-схема фотоэмиссионного пирометра:

СВ – световод; ФЭУ – фотоэлектронный умножитель; УАТ – усилитель анодного тока; ГТИ – генератор тактовых импульсов; АЦП – аналого-цифровой преобразователь; УВС – устройство внешней синхронизации; ПК – персональный компьютер; К – катод; А – анод; Э – энергетический анализатор

Как показано в работах [317, 324], такой алгоритм определения температуры при калибровке по эталонному источнику [317] непрерывного свечения позволяет определять температуру источника излучения с методической погрешностью не более 0,3 %. При этом рекомендуется использовать нейтральный светофильтр при калибровке до температур 2 583 °С для ослабления светового потока от источника излучения, а свыше указанной температуры – соответствующие светофильтры, преобразующие источник излучения типа А в источник излучения типа В (4 601 °С) или С (6 501 °С) по ГОСТ 7721-89.

Ожидаемое временное разрешение для фотоэмиссионного пирометра можно оценить следующим образом:

$$\tau_{\text{изм}} = k \sqrt{\sum_{i=1}^{N=6} (\Delta t_i)^2}, \quad (3.3)$$

где $k = 1,1$ при доверительной вероятности $P = 0,95$ или $k = 1,4$ при $P = 0,99$; Δt_1 – временное разрешение ФЭУ; Δt_2 – время срабатывания

УВС; Δt_3 – период генерируемой частоты ГТИ; Δt_4 – период предельной частоты верхней полосы пропускания УАТ; Δt_5 – время преобразования аналогового сигнала в цифровой код АЦП; Δt_6 – время занесения цифрового кода аналогового сигнала в запоминающее устройство ПК.

Необходимо отметить, что если быстродействие таких функциональных элементов, как ФЭУ, УВС, УАТ, АЦП и ПК превышает на один-два порядка период тактовых импульсов, задаваемых ГТИ, то можно считать, что временное разрешение фотоэмиссионного пирометра определяется частотой тактовых импульсов.

Разработанный фотоэмиссионный пирометр может быть использован при измерении температуры любых быстропротекающих высокоэнергетических процессов, сопровождающихся характерным световым излучением, с погрешностью не более 5,5 % [325].

3.1.2. Методики исследования свойств исходных материалов и экспериментальных образцов

Основными характеристиками, определяющими применение порошков и структурных элементов функционально-градиентных материалов, являются их химический состав, физические и технологические свойства.

Для проведения исследований исходные порошки в состоянии поставки подвергали разделению на фракции необходимых размеров. Для анализа распределения частиц порошков по размерам в пределах фракций использовали лабораторное вибросито Analisette-3 и фотоседиментограф Analisette-20 (Fritsch, Германия).

Для определения основных свойств функционально-градиентных материалов из исследуемых порошков и структурных элементов изготавливались экспериментальные образцы.

Массу порошков и экспериментальных образцов измеряли на электронных лабораторных весах Scout (Канада) и на лабораторных равноплечих весах ВЛР-200 с точностью до 0,01 г. Габаритные размеры экспериментальных образцов определяли с помощью штангенциркуля ШЦ-I ГОСТ 166-89.

Форму частиц порошков и структурные характеристики функционально-градиентных материалов определяли с помощью программного комплекса обработки и анализа изображений AutoSCAN (Спек-

троскопические системы, Беларусь). Пикнометрическую плотность частиц порошков определяли на вакуумном пикнометре. Удельную поверхность порошков определяли на анализаторе удельной поверхности Accusorb 2100D (Micromeritics, США) методом низкотемпературной адсорбции газообразного азота при температуре 75,5 К (метод БЭТ). Насыпную плотность и плотность утряски порошков определяли по методике ГОСТ 19440-74. Текучесть порошков определяли по методике ГОСТ 20899-75.

Для проведения металлографических исследований на шлифоприготовительном оборудовании (Reichert, Австрия) изготавливали шлифы. Пористую часть экспериментальных образцов перед изготовлением шлифов подвергали вакуумной пропитке эпоксидной смолой в специальном приспособлении [326]. Исследования микроструктуры исходных порошков и экспериментальных образцов проводили на металлографическом микроскопе Polivar (Reichert, Австрия). Микротвердость частиц порошков и структурных элементов экспериментальных образцов определяли на цифровом микротвердомере Micromet (Bueher Met, Германия). Исследования морфологии поверхностей порошков и хрупкого излома экспериментальных образцов проводили с использованием электронных сканирующих микроскопов CamScan (Oxford, Великобритания), MSM-2 (Akashi, Япония), Nanolab (Opton, Германия). Химический анализ материалов проводили методом микрорентгеноспектрального анализа на сканирующем электронном микроскопе с EDS анализатором по пяти элементам.

Измерение начального электрического сопротивления порошка и его распределения по высоте пресс-формы в зависимости от давления прессования осуществляли в специальном приспособлении [194] при помощи измерительного моста P577 в диапазоне давлений прессования 2–10 МПа. Для определения удельного электрического сопротивления материала экспериментальных образцов использовали четырехточечную схему измерений [327]. Расчет удельного электрического сопротивления порошковых прессовок и материалов экспериментальных образцов проводили с учетом методических рекомендаций ГОСТ 12119.7-98.

Определение пористости экспериментальных образцов проводили по методике ГОСТ 18898-89. Коэффициент проницаемости определяли по методикам ГОСТ 25283-82, средние размеры пор –

методом вытеснения смачивающей жидкости по ГОСТ 25849-86 на стенде [326].

Определение прочности экспериментальных образцов проводили на универсальной испытательной машине Instron-1195 (Instron, Великобритания) с использованием специально разработанных приспособлений. Нагружение велось вплоть до разрушения образца с фиксацией максимального усилия. По полученным результатам и диаграммам рассчитывались: прочность и модуль упругости на сжатие – по методикам ГОСТ 25.503-97, прочность при поперечном изгибе – по методикам ГОСТ 18228-94, прочность на отрыв – по методикам ГОСТ 1497-84, прочность на срез – по методикам ГОСТ 30322-95 (рис. 3.22, *а*). Испытания на консольный изгиб проводились с учетом методик ГОСТ 18228-94 и ГОСТ 30322-95 (рис. 3.22, *б*).

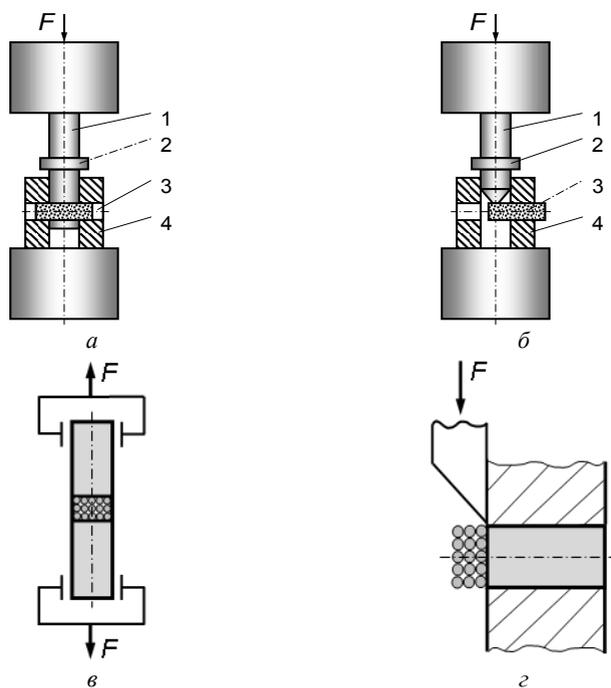


Рис. 3.21. Схемы испытаний экспериментальных образцов:
а – на срез; *б* – на консольный изгиб; *в* – на отрыв; *г* – на сдвиг;
 1 – пуансон; 2 – сменный наконечник; 3 – образец; 4 – тиски

Для определения прочности адгезии порошкового слоя и компактной основы проводили испытания: на отрыв – с учетом методик ГОСТ 1497-84 (рис. 3.21, в) и на сдвиг – с учетом методик ГОСТ 30322-95 и ГОСТ 31615-2012 (рис. 3.21, г).

Прочность сцепления порошкового слоя и компактной основы определяли с учетом методик ГОСТ 9304-87 (рис. 3.22).

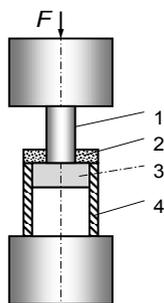


Рис. 3.22. Схема определения прочности сцепления порошкового слоя образцов:
1 – пуансон; 2 – пористая часть; 3 – компактная часть; 4 – стакан

Испытания экспериментальных образцов на усталостную прочность проводили с учетом рекомендаций ГОСТ 23207-78, ГОСТ 25.502-79 по методикам ISO 14801:2007 (рис. 3.23).

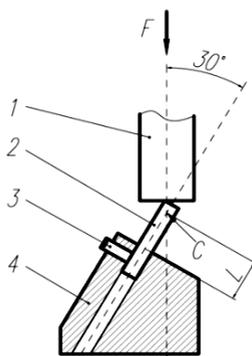


Рис. 3.23. Схема определения на усталостной прочности:
1 – пуансон; 2 – образец; 3 – винт зажимной; 4 – корпус; L – плечо;
C – центр нагружения; F – усилие циклического нагружения

Усилие циклического нагружения задавалось равным 80 % от усилия разрушения при статическом нагружении. Частота нагружения не превышала 15 Гц.

3.2. Исследование закономерностей формирования структуры и свойств порошковых материалов при электроимпульсном воздействии

3.2.1. Исследование кинетики образования и роста контактов между частицами порошка при электроимпульсном воздействии

Для получения ФГМ, состоящих из дисперсных компонентов, путем электроимпульсного воздействия необходимо обеспечить протекание процесса по следующей схеме: обеспечение механического или электрического контакта компонентов → локальное расплавление материалов компонентов в зонах контакта → приложение механического давления, необходимого для получения требуемой структуры материала. При этом в большинстве случаев важно предотвратить фазовые переходы всех компонентов ФГМ, приводящие к образованию сплавов.

Одним из основных факторов, влияющих на процесс формирования структуры и свойств порошковых ФГМ при электроимпульсном воздействии, является температура в зоне контакта между частицами порошка. Определение величины температуры и ее изменения в процессе электроимпульсного воздействия позволит описать кинетику возникновения и роста контактов между частицами порошка, как в момент пропускания импульсного тока, так и при охлаждении полученного материала. Отсутствие экспериментальных данных по динамике изменения температуры порошка в процессе электроимпульсного воздействия привело к различным подходам в описании этого процесса. Так, например, в работах [328, 329] процесс консолидации частиц порошка под действием электрического тока рассматривается с точки зрения термодинамики неравновесных процессов для пористого порошкового тела, усадка и спекание которого объясняется на основании диффузионного сокращения объема пор и диффузионной ползучести порошковых материалов, связанного с термическими и механическими пластическими деформациями. Авторы [121, 163,

265] спекание порошков импульсным электрическим током рассматривают с позиции интенсивного тепломассопереноса, возникающего в контактных зонах между частицами порошка.

Общим недостатком перечисленных работ является то, что изменение температуры в контактных зонах между частицами порошка в них связывается только с термическим действием электрического тока, без учета роли микродуговых разрядов. Однако теоретические расчеты, приведенные в работах [123], указывают, что при электроимпульсном воздействии температура в контактных зонах частиц порошка титана может достигать значений $3\ 273\text{--}3\ 573\ \text{K}$ ($3\ 000\text{--}3\ 300\ \text{°C}$), а скорость охлаждения составлять $\sim 10^6\ \text{K/с}$. Экспериментальное подтверждение этих значений позволит утверждать, что на процесс формирования жидкофазных контактных шеек оказывает влияние не только омический нагрев, но и возникающие между частицами порошка микродуговые разряды и связанные с ними микроплазменные явления.

Разработанная математическая модель [123], устанавливающая связь между относительными размерами контактов и параметрами электроимпульсного воздействия, показывает, что вследствие неравномерного распределения электрического тока и давления пресования по различным направлениям порошковой заготовки, имеет место различная скорость роста межчастичных контактов в направлении трех главных осей координат. Это обуславливает анизотропию свойств получаемого порошкового материала. Кроме механического давления в процессе пропускания высокочастотных импульсных токов на проводник, которым является электропроводный порошок, действует давление со стороны собственного магнитного поля, так называемый пинч-эффект [193, 284], который в зависимости от направления может как усиливать анизотропию, так и уменьшать ее. Неравномерность распределения высокочастотного тока по сечению порошковой заготовки усиливает действие скин-эффекта [330]. Отсюда можно сделать вывод, что перечисленные эффекты, возникающие при электроимпульсном воздействии на соединяемые компоненты и усиливающие неравномерность распределения тока и давления, перспективно использовать при получении порошковых ФГМ.

Очевидно, что эксплуатационные характеристики получаемых порошковых ФГМ зависят от формы, размеров и качества контактов

между частицами порошка, которые, в свою очередь, определяются размерами и формой частиц исходного порошка, свойствами материала частиц, а также параметрами электроимпульсного воздействия. В связи с этим необходимо провести комплекс исследований, включающих исследование кинетики образования и роста контактов между частицами порошка при электроимпульсном воздействии и влияния технологических параметров электроимпульсного воздействия на структуру и свойства полученных ФГМ.

Для исследования кинетики образования и роста контактов между частицами использовали технически чистый титан марки ВТ1-00 и титановый сплав марки ВТ9 по ГОСТ 19807-91 (табл. 3.5). Сферические порошки титана марки ВТ1-00 и титанового сплава марки ВТ9, полученные методом плазменного распыления в вакууме вращающегося расходоуемого электрода [331], имели близкую к идеальной сфере форму и микроструктуру в виде зерен α -фазы с небольшим количеством игольчато-пластинчатой мартенситной α' -фазы (рис. 3.24). Для проведения экспериментов использовали порошки гранулометрических составов (-0,2+0,16) мм, (-0,315+0,2) мм и (-0,4+0,315) мм (табл. 3.6). Выбор сферической формы частиц связан с удобством исследований контактообразования и с более стабильными свойствами [332], гарантирующими воспроизводимость экспериментальных результатов. При разработке соответствующих технологий исследовались также процессы получения ФГМ из порошков ниобия, тантала, вольфрама, твердого сплава.

Таблица 3.5

Химический состав титана ВТ1-00 и титанового сплава ВТ9

Марка	Массовая доля химических элементов, %										
	Ti	Al	Mo	Zr	Si	Fe	O	H	N	C	Прочие примеси
ВТ1-00	основа	-	-	-	0,10	0,25	0,20	0,010	0,04	0,07	0,3
ВТ9	основа	5,8-7,0	2,8-3,8	1,0-2,0	0,20-0,35	0,25	0,15	0,015	0,05	0,10	0,3

Микродуговой разряд и связанные с ним микроплазменные явления, возникающие в порошке при электроимпульсном воздействии, могут оказаться причинами не только разогрева и плавления, но кипения и испарения материала частиц порошка в зоне контакта,

а также способствовать появлению электродинамической силы, приводящей к разрушению жидкофазных контактных шеек. Исследования изменения температуры быстропротекающих процессов, к которым относится ЭИС, позволят не только описать кинетику образования и роста контактов между частицами порошка, но и прогнозировать качество получаемых изделий.

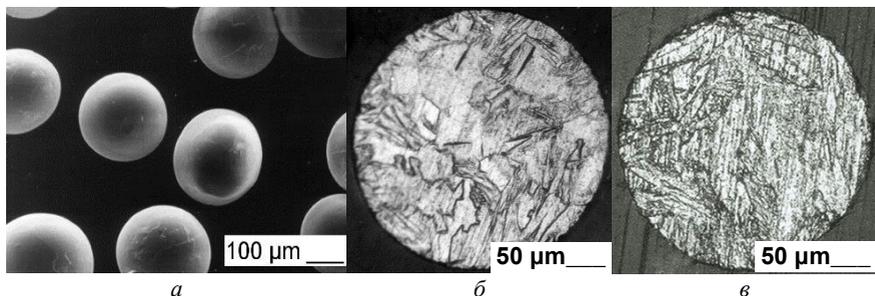


Рис. 3.24. Сферические частицы порошка титана:
а – форма частиц; *б* – микроструктура частиц титана VT1-00;
в – микроструктура частиц титанового сплава VT9

Таблица 3.6
 Характеристики исходного порошка титана VT1-00

Материал порошка	Размер частиц, мм	Пикнометрическая плотность, кг/м ³	Микротвёрдость, МПа	Насыпная плотность, кг/м ³	Плотность утряски, кг/м ³	Фактор формы, FF	Текучесть, с
Титан VT1-00	-0,2+0,160	4490	2062	2710	2920	0,98	27
	-0,315+0,2	4500	1953	2700	2880	0,97	29
	-0,4+0,315	4510	1814	2670	2820	0,96	32

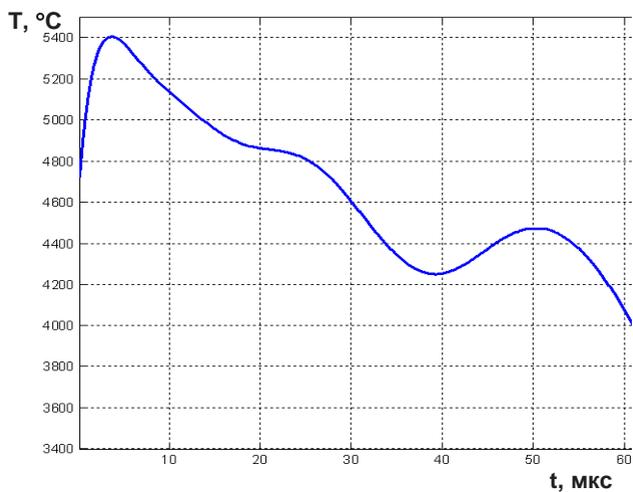
При высоковольтном разряде конденсаторной батареи в спекаемом порошке, находящемся в прозрачной кварцевой пресс-форме, возникают яркие световые вспышки (рис. 3.25), интенсивность и длительность которых зависят от свойств порошка (материал, размер частиц, степень окисленности) и технологических параметров процесса (энергии и длительности импульса электрического тока и приложенного к порошку давления прессования).



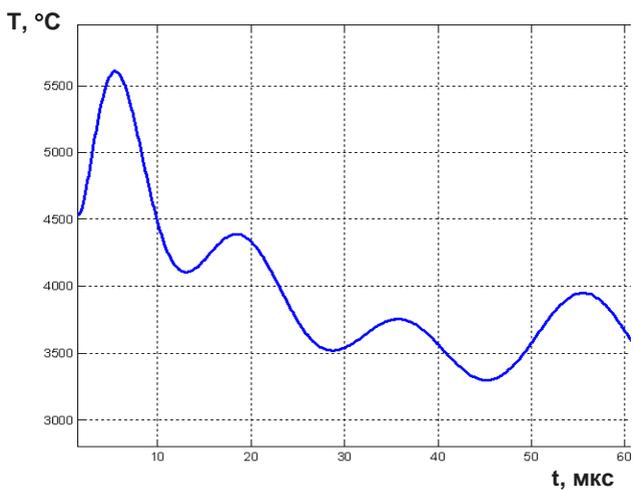
Рис. 3.25. Световая вспышка при ЭИС порошка:
а – титана; *б* – ниобия

Для измерения температуры излучения вспышки использовали фотоэмиссионный метод [324], основанный на зависимости распределения фотоэлектронов внешнего фотоэффекта от температуры излучающего объекта. Применение фотоэмиссионного метода обусловлено такими преимуществами, как значительно меньшая зависимость измеряемой температуры от излучательной способности нагретой поверхности, чем у других методов оптической пирометрии, а также относительная простота конструкции применяемого средства измерений при высоком (~ 1 мкс) временном разрешении измерений температуры, свойственном фотоэлектронным умножителям.

Разработанная методика измерений температуры путем модуляции фотоэлектронного потока, вызванного импульсным температурным излучением, позволила выполнить прямое измерение температуры при ЭИС порошков тугоплавких металлов (титана, ниобия и тантала) [333–335]. Полученные с помощью фотоэмиссионного пирометра кривые изменения температуры (рис. 3.26) показывают, что максимальные значения температур исследуемых порошков титана при ЭИС достигают $5\ 400\text{--}5\ 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение первых 5 мкс от начала пропускания электрического импульса, т. е. раньше, чем величина импульсного тока достигает своего максимального амплитудного значения (рис. 3.27).



a



б

Рис. 3.26. Изменение температуры в процессе ЭИС порошка титана ВТ1-00 при напряжении электрического импульса:
a – 1,0 кВ; *б* – 1,8 кВ

В конце первого полупериода импульса тока, когда его значение стремится к нулю, зарегистрировано уменьшение температуры до значений 3 300-4 300 °С. Следующий полупериод импульса тока соп-

ровождается новым повышением температуры до 4 000–4 500 °С при возрастании абсолютного значения тока и ее снижением до 2 000–3 000 °С при новом уменьшении тока до нуля. Немонотонный характер кривой изменения температуры объясняется колебательным характером изменения тока и напряжения в импульсе. Анализ результатов фотоэмиссионной пирометрии показал, что при ЭИС порошка титана скорость подъема температуры до своего максимального значения составляет 10^8 – 10^9 °С/с, а скорость снижения до значений 2 000–3 000 °С достигает 10^6 – 10^7 °С/с.

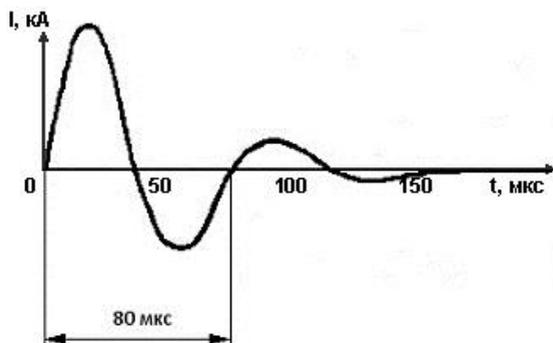


Рис. 3.27. Осциллограмма тока при ЭИС

Зарегистрированные диапазоны и скорости изменения температуры порошка в процессе ЭИС позволяют утверждать, что имеет место быстрый разогрев материала частиц, сопровождающийся образованием жидкой фазы. Однако столь же быстрое снижение температуры спекаемого порошка говорит о том, что плавление материала частиц происходит только в поверхностном слое и сопровождается быстрым отводом тепла вглубь частиц, в результате чего возможно появление микрокристаллических и аморфизированных структур в области контактных шеек.

Кривые изменения температуры (рис. 3.28), полученные при ЭИС порошка титана тремя последовательными электрическими импульсами, показывают постепенное снижение и отдаление температурного максимума от начала каждого последующего импульса электрического тока. Несмотря на то, что электрические импульсы имели одинаковую амплитуду напряжения, а параметры разрядного кон-

тура установки ЭИС и давления прессования были неизменными, очевидны отличия максимального значения температуры, скорости ее нарастания и снижения для каждого импульса. При этом зарегистрировано постепенное уменьшение яркости вспышек, что не позволило зафиксировать изменение температуры после четвертого импульса электрического тока.

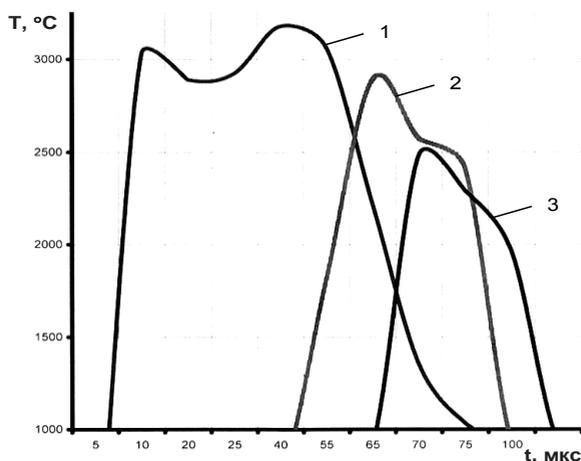


Рис. 3.28. Изменение температуры в процессе ЭИС порошка титана ВТ1-00 при последовательном пропускании через него трех электрических импульсов напряжением 1,0 кВ:
1 – первый импульс; 2 – второй импульс; 3 – третий импульс

Полученные результаты измерений позволяют предположить, что температура ЭИС порошков титана является результатом взаимодействия двух физических объектов, находящихся в разных фазовых состояниях – поверхности частиц порошка (конденсированная фаза) и высоковольтного электрического разряда в воздухе (воздушная плазма) [336]. Это предположение не противоречит работам [308, 309], в которых исследована температура ионизированного газа в электрической дуге при атмосферном давлении, и отмечается, что в дуге между электродами ионизированный газ при температурах $\sim 6\,500\text{ }^\circ\text{C}$ может иметь состояние изотермической равновесной плазмы. Таким образом, регистрируемая фотоэмиссионным методом температура порошковой прессовки в процессе ЭИС несет информацию о равновес-

ной температуре микродуговой плазмы, которая, как показали проведенные исследования, превышает 5 000 °С. Особенностью зарегистрированного изменения значений температуры в процессе ЭИС является то, что оно отражает сложения световых потоков различного происхождения, зарождающихся при ЭИС в разных областях между частицами порошка. Можно предположить, что при пропускании электрического импульса напряжением 1–10 кВ между частицами порошка возникает электрическое поле высокой напряженности, которое вызывает автоэлектронную эмиссию с их поверхности. Последняя инициирует искровой разряд и пробой воздушного промежутка между контактирующими частицами. Это приводит к возникновению дугового разряда в воздухе, вследствие чего происходит пробой и расплавление оксидных слоев частиц и образование между ними металлического контакта, по которому проходит ток разряда.

Таким образом, поток энергии импульсного светового излучения, сопровождающего процесс ЭИС, является суммой потоков разного происхождения, зарождающихся в разных местах объекта в разное время: сначала дуговой разряд в воздухе, а затем тепловое излучение из зон контакта частиц порошка. В первом случае регистрируемая фотоэмиссионным пирометром температура процесса ЭИС обусловлена не только интенсивностью светового потока, создаваемого фотонами, но и их энергией. При электрическом разряде происходит постепенное снижение напряженности электрического поля в контактных зонах частиц порошка, поэтому энергия фотонов в световом потоке начинает уменьшаться раньше, чем сила тока в разрядном контуре установки ЭИС достигнет своего максимального значения. Во втором случае регистрируемая температура обусловлена только тепловым излучением разогретой поверхности частиц порошка, т. к. электрический разряд в этот момент уже прекратился.

Снижение интенсивности светового излучения всплеск в порошке при ЭИС, осуществляемого с помощью нескольких импульсов электрического тока, а также уменьшение значений температурного максимума и его отдаление от начала периода разряда (рис. 3.28), может быть объяснено изменением последовательности фазовых переходов у взаимодействующих объектов. Это изменение связано с ростом металлических контактов и улучшением электрической проводимости между частицами порошка, что подтверждается температурой, регистрируемой в момент прекращения электриче-

ского разряда. На основании изложенного можно сделать вывод о том, что в процессе ЭИС плазма являющаяся носителем электрических зарядов, постепенно исчезает, в результате чего характер регистрируемой фотоэмиссионным пирометром температуры начинает в большей степени соответствовать тепловому излучению нагретой поверхности твердого тела.

Как показал опыт, экспериментальное определение изменения температуры в процессе ЭИС фотоэмиссионным методом, несмотря на относительную погрешность измерений не более 5,5 % [325], является достаточно сложной и трудоемкой задачей. Для практической реализации фотоэмиссионного метода необходимо использовать более сложную ограниченно выпускающуюся модель высоковольтного фотоэлектронного умножителя ФЭУ 175М, отличающуюся от обычных тем, что дополнительно содержит модулятор фотоэлектронов. По этим причинам данный метод и изготавливаемые для его реализации пирометры имеют ограниченное применение при изучении быстропотекающих высокотемпературных металлургических процессов. Второй вариант решения задачи по определению температуры ЭИС порошков основан на методе двухцветной пирометрии, который достаточно часто применяется в исследованиях температуры быстропотекающих процессов, возникающих в результате воздействия на поверхность твердого тела высококонцентрированных тепловых потоков, например, плазменных или лазерных. Относительная погрешность измерений при использовании метода двухцветной пирометрии составляет 5–10 %, что позволяет получить сопоставимую по сравнению с фотоэмиссионным методом оценку значений температуры в процессе ЭИС.

Результаты регистрации изменения тока электрического импульса (рис. 3.29, *а*) и связанного с ним изменения температуры порошка титана в процессе ЭИС (рис. 3.29, *б*) показали [315, 316], что максимальные значения температур лежат в пределах 5 600–5 800 °С и достигаются в течение первого полупериода импульса электрического тока. Скорость повышения температуры при этом составляет 10^8 – 10^9 °С/с. В конце первого полупериода импульса, когда величина импульсного тока равна нулю, регистрируемая температура столь же стремительно (10^7 – 10^8 °С/с) падает до значений 1600–1680 °С, сопоставимых с температурой плавления титана. В течение следующего полупериода импульса тока максимальные значения регистрируемой

температуры достигают 2200–2800 °С, что соответствует жидкофазному состоянию титана. В этот момент между порошковыми частицами возможно образование жидкометаллических контактов, улучшающих отвод выделяемого тепла внутрь частицы, чем можно объяснить достаточно высокую (10^5 – 10^4 °С/с) скорость снижения температуры в течение второго полупериода импульса тока. Полученные результаты хорошо согласуются как с экспериментальными результатами, полученными с помощью фотоэмиссионного метода, так и результатами математического моделирования процесса ЭИС порошков тугоплавких металлов [132, 311].

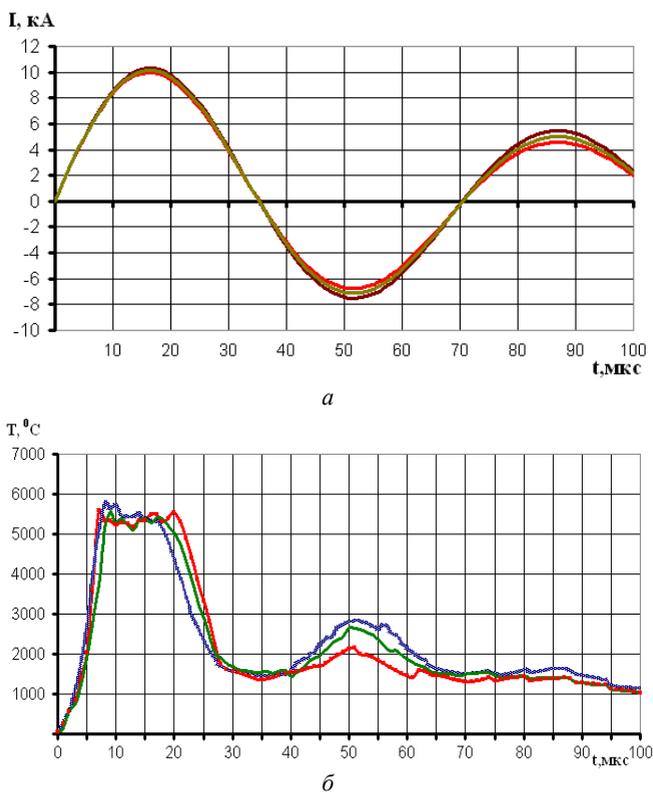


Рис. 3.29. Кривые изменения тока и температуры при ЭИС порошка титана ВТ1-00:
a – сила тока; *б* – температура

Проведенные экспериментальные исследования изменения температуры в процессе ЭИС позволили установить, что, в отличие от традиционного трехэтапного представления процесса образования контактов между частицами [181] при электроимпульсном воздействии, механизм структурно-фазовых превращений в порошkovом материале при комбинированном воздействии высоковольтных импульсов электрического тока и прессования включает пять этапов (рис. 3.30): 1) создание межчастичных контактов при предварительном прессовании; 2) возникновение в зонах контакта микродуговых разрядов и разрушение оксидных пленок; 3) локальное расплавление частиц и образование между ними жидкофазных контактных мостиков под действием прессования, сил поверхностного натяжения и электромагнитных сил; 4) взаимное вязкое скольжение и пластическое деформирование частиц порошка под действием прессования; 5) охлаждение и переход материала контактных зон в твердую фазу с фиксацией образовавшейся структуры порошкового материала.

Первый – подготовительный этап начинается с момента приложения давления прессования к порошку, находящемуся в диэлектрической матрице между двумя электродами-пуансонами. Благодаря предварительному прессованию, происходит механическое сближение и создание контактных зон между частицами порошка, которые после небольшой усадки удерживаются в состоянии установившегося равновесия благодаря действию сил трения покоя. Отдельно взятая сформировавшаяся контактная зона состоит из двух контактирующих поверхностей, разделенных либо слоем диэлектрика (оксидной пленкой), либо воздушным промежутком, недостаточным для взаимной диффузии атомов. Геометрические размеры контактной зоны зависят от давления прессования и упругих свойств материала частиц порошка.

Второй – начальный этап наступает с момента пропуска высоковольтного электрического импульса и сопровождается пробоем диэлектрика (оксидной пленки и/или воздушного промежутка между частицами) электрическим током, вызывая тем самым появление микродуговых разрядов. Во время второго этапа из отдельных микродуговых разрядов в контактных зонах частиц формируется высоковольтный электрический разряд через порошок.

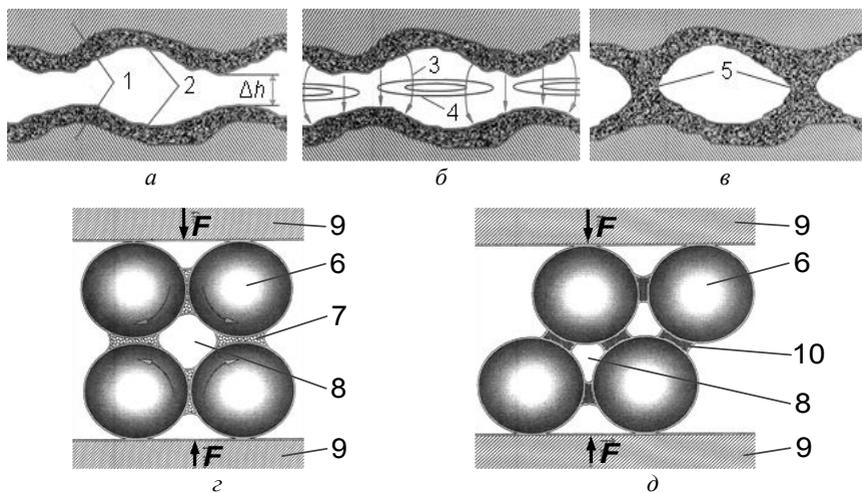


Рис. 3.30. Этапы образования контактов между частицами порошка при ЭИС: *a* – контакт частиц перед пропуском импульса тока (этап 1); *б* – микродуговые разряды в момент пропускания импульса тока (этап 2); *в* – образование первичных жидкофазных контактов (этап 3); *г* – начало взаимного скольжения частиц под действием прессования (этап 4); *д* – образование твердой фазы (этап 5) 1 – материал частиц; 2 – оксидная пленка; 3 – силовые линии напряженности электрического поля; 4 – силовые линии магнитного поля; 5 – жидкофазные мостики; 6 – частица порошка; 7 – жидкофазный контакт; 8 – пора; 9 – электрод-пуансон; 10 – контактная шейка; Δh – расстояние между поверхностями частиц порошка в контактной зоне; F – усилие нагружения

Третий – промежуточный этап связан с термическим действием электрического тока и явлением скин-эффекта. Он наступает с момента увеличения температуры на поверхностях контактирующих частиц порошка. При достижении определенной температуры контактных зон появляется жидкая фаза. На этом этапе процесса ЭИС под действием капиллярных сил между частицами порошка образуются жидкофазные мостики (рис. 3.31, *a*), появление которых приводит к уменьшению контактного сопротивления, прекращению действия электродуговых разрядов и появлению электрического тока, характерного для проводников первого рода. Этот этап заканчивается объединением контактных мостиков в жидкофазную контактную шейку (рис. 3.31, *б*).

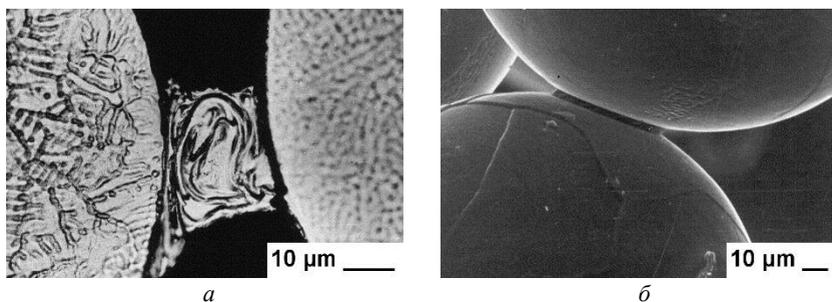


Рис. 3.31. Образование контакта между сферическими частицами порошка титана VT1-00 при ЭИС
a – жидкофазный мостик; *б* – контактная шейка

Четвертый – окончательный этап связан с возникновением вязко-пластического скольжения частиц порошка относительно друг друга (рис. 3.32, *a*). При этом происходит растворение твердой фазы материала контактирующих поверхностей в жидкой фазе и постепенное уменьшение размера твердого ядра частиц порошка. Четвертый этап сопровождается усадкой порошка под действием осевого давления прессования и радиального давления со стороны собственного магнитного поля, вызванного явлением пинч-эффекта. Потеря упругих свойств частиц порошка приводит к их пластическому деформированию и изменению первоначальной формы (рис. 3.32, *б*).

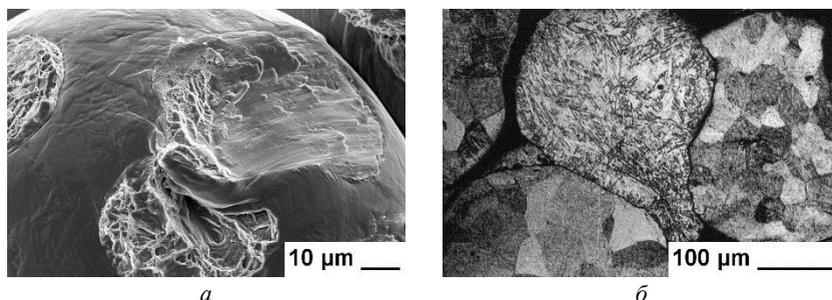


Рис. 3.32. Вязкое скольжение и пластическая деформация сферических частиц порошка титана VT1-00 при ЭИС
a – след вязкого скольжения на поверхности частицы; *б* – пластическая деформация сферической частицы

Пятый – заключительный этап наступает с момента прекращения вязкого течения. Внешне это проявляется в снижении скорости усадки порошка в результате охлаждения и перехода контактных зон в твердую фазу с фиксацией образовавшейся структуры порошкового материала.

Высокие температуры, зарегистрированные на первых этапах процесса ЭИС и превышающие температуру плавления известных тугоплавких металлов, являются следствием возникающих микродуговых разрядов и связанных с ними микроплазменных явлений. Высокие скорости подъема температуры могут оказаться причинами не только разогрева и плавления материала частиц порошка в контактных зонах, но и его кипения и испарения. Появляющиеся в результате возникновения микродуговых разрядов электродинамические силы в некоторых случаях приводят к разрушению жидкометаллической контактной шейки и снижению прочности порошкового материала (рис. 3.33). Предупредить эти последствия возможно путем определения оптимального соотношения между энергией электрического импульса, усилия сжатия электродов-пуансонов и магнитного давления.

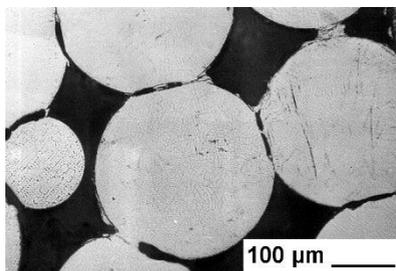


Рис. 3.33. Разрушение жидкофазных контактных шеек между сферическими частицами порошка титана VT1-0

3.2.2. Исследование анизотропии свойств порошковых материалов

Энергия высоковольтного разряда, необходимая для ЭИС порошков, прямо пропорциональна геометрическому объему спекаемого образца, а величина удельной энергии, равной отношению энергии разряда к объему спекаемого образца, является важным параметром

для порошка с заданным размером частиц и химическим составом [123]. При превышении величины удельной энергии, необходимой для ЭИС порошка, происходит его электрический пробой с образованием характерного оплавленного канала в направлении пропуска электрического тока. Полученный таким образом порошковый материал имеет ярко выраженную анизотропию структуры и свойств по сечению, однако размеры и форма канала нестабильны, и этот эффект не может быть использован при получении ФГМ.

Результаты математического моделирования [123] распределения размеров межчастичных контактов по различным сечениям показывают, что максимальную прочность порошковый материал должен иметь в направлении пропуска импульса электрического тока. В двух других направлениях размеры контактов и прочность материала могут быть до трех раз меньше.

Экспериментальные исследования анизотропии структуры и свойств ФГМ из сферических порошков титанового сплава ВТ9 [337] проводили на образцах (рис. 3.34) в форме пластины размерами $3 \times 40 \times 40$ мм и в форме куба с ребром 11 мм, полученных путем однократного и многократного электроимпульсного воздействия в различных направлениях. Образцы были получены при удельной энергии разряда $1,1-2,5$ кДж/см³, давлении прессования 10–20 МПа, длительности первого полупериода разрядного тока 30–50 мкс.

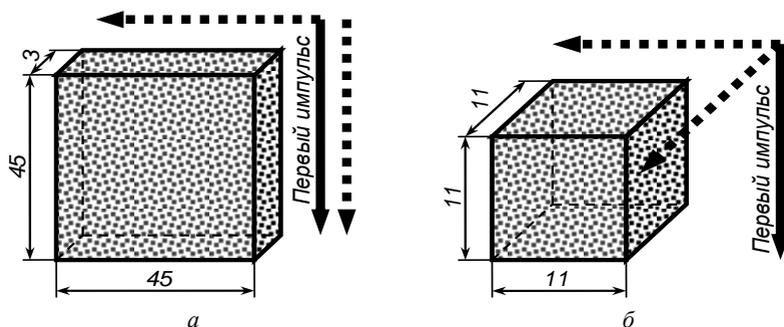
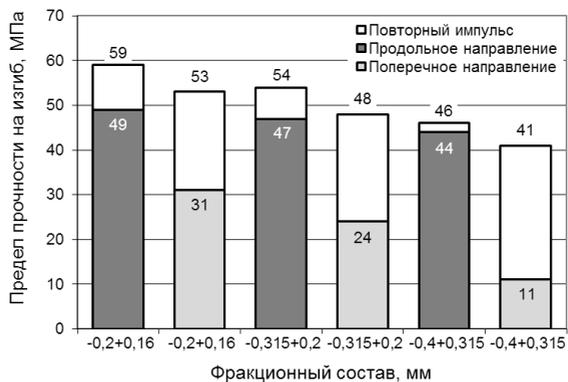


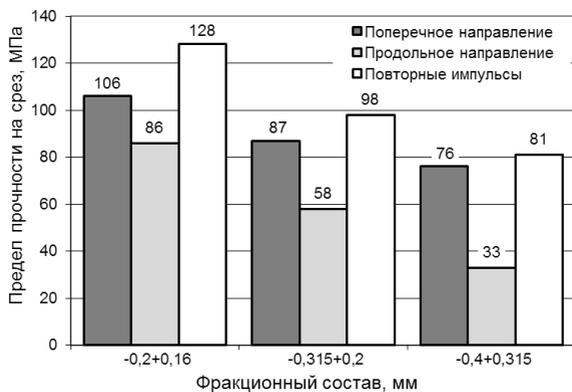
Рис. 3.34. Схемы получения образцов ФГМ электроимпульсным воздействием: *а* – в одном и в двух перпендикулярных направлениях; *б* – в одном и в трех перпендикулярных направлениях

Измерения средней относительной пористости образцов в виде пластин (рис. 3.34, *a*), полученных пропусканием одного импульса электрического тока, показали, что ее величина составляет 36–39 % вне зависимости от исходного гранулометрического состава порошков. Однако прочность при изгибе таких образцов, в направлении пропускания тока оказалась выше, чем в поперечном направлении на 35–75 % (рис. 3.35, *a*). Пропускание второго импульса в том же направлении приводит к повышению прочности на 5–10 % в направлении пропускания тока при ее незначительном снижении на 1–2 % в поперечном направлении при практически тех же средних значениях относительной пористости. При пропускании третьего и последующих импульсов наблюдается электрический пробой в направлении пропускания тока. Установлено, что анизотропию прочности можно значительно уменьшить путем повторного пропускания импульса электрического тока в направлении, перпендикулярном первоначальному направлению. В этом случае прочность образцов, полученных из порошков всех гранулометрических составов, повышается в направлении пропускания второго импульса в 1,7–3,7 раза. Последовательное пропускание электрических импульсов в двух взаимно перпендикулярных направлениях приводит к выравниванию прочности, которая отличается не более чем на 10–15 %, и практически полному устранению анизотропии.

Исследования прочности на срез образцов в виде куба (рис. 3.34, *b*) показали аналогичную картину. При пропускании одного единственного импульса электрического тока, значения предела прочности на срез образцов в направлениях, поперечных направлению импульса, были на 20–60 % выше, чем вдоль этого направления (рис. 3.35, *b*). Пропускание повторного импульса тока в одном из двух поперечных направлений приводит к росту значений прочности в этом направлении. При пропускании повторных импульсов тока в каждом из двух поперечных направлений наблюдается картина выравнивания предела прочности на срез по всем трем направлениям, сопровождающаяся ростом значений прочности на 10–20 %. Дальнейшее пропускание импульсов электрического тока в тех же направлениях не приводят к заметному увеличению прочности образцов.



a



b

Рис. 3.35. Гистограммы пределов прочности при изгибе и на срез образцов из сферических порошков титанового сплава ВТ9 в зависимости от гранулометрического состава, направления и количества импульсов электрического тока:
a – при изгибе; *b* – при срезе

Стереологический анализ относительного количества контактных шеек $n_{ш}/N_{ч}$ и их относительных размеров $d_{ш}/D_{ч}$ по трем взаимно перпендикулярным сечениям образцов кубической формы (рис. 3.34, *b*), проведенный с помощью программного комплекса обработки и анализа изображений «Autoscan», позволили объяснить причины повышения прочностных свойств образцов (табл. 3.7).

Таблица 3.7

Данные стереологического анализа структуры образцов из
сферических порошков титанового сплава ВТ9

Размер частиц, мм	Количество направлений пропускания электрических импульсов	Сечение образца	Количество шеек $n_{ш}$, шт.	Количество частиц N_6 , шт.	Средний размер шейки $d_{ш}$, мм	Средний размер частицы D_6 , мм	$n_{ш}/N_6$	$d_{ш}/D_6$
-0,2+0,16	1	продольное	4244	4582	0,026	0,161	0,926	0,161
		поперечное	3987	4533	0,016	0,164	0,879	0,098
	2	продольное	4293	4589	0,027	0,163	0,935	0,166
		поперечное	4087	4646	0,021	0,161	0,880	0,130
	3	продольное	4365	4674	0,027	0,161	0,934	0,168
		поперечное	4252	4594	0,026	0,162	0,926	0,161
-0,315+0,2	1	продольное	1945	2585	0,033	0,217	0,752	0,152
		поперечное	1798	2609	0,024	0,215	0,689	0,112
	2	продольное	2088	2685	0,034	0,213	0,778	0,160
		поперечное	1931	2724	0,030	0,210	0,709	0,143
	3	продольное	2169	2573	0,034	0,218	0,843	0,156
		поперечное	2105	2698	0,033	0,212	0,780	0,156
-0,4+0,315	1	продольное	851	1165	0,044	0,321	0,730	0,137
		поперечное	748	1172	0,040	0,319	0,638	0,125
	2	продольное	869	1161	0,044	0,322	0,748	0,137
		поперечное	794	1182	0,043	0,327	0,672	0,131
	3	продольное	872	1112	0,044	0,320	0,784	0,138
		поперечное	815	1147	0,044	0,326	0,711	0,135

Физическая интерпретация этого очевидна: пропускание повторных импульсов электрического тока в направлениях, перпендикулярных первому импульсу, приводит не только к росту среднего диаметра контактных шеек на 7–39 %, но и к увеличению их количества на 2–12 % в поперечных направлениях. Выравнивание значений размеров и количества контактных шеек по трем взаимно перпендикулярным сечениям образца порошкового материала приводит к увеличению и выравниванию его механической прочности.

Полученные результаты определения относительных размеров контактных шеек, которые составили 0,098–0,168 размера частиц порошка, хорошо согласуются с данными, полученными в ходе измерений удельного электрического сопротивления образцов после ЭИС [123]. Полученные в работе результаты показали, что относительная величина межчастичных контактов образцов из сферического порошка титанового сплава ВТ9 при тех же технологических режимах получения составила от 0,1 до 0,2 размера частицы. Результаты исследований показывают возможность регулирования структуры и прочностных свойств образцов, полученных из порошков одного фракционного состава, как при изменении технологических режимов ЭИС, так и путем изменения количества и направления пропускания импульсов электрического тока.

3.2.3. Исследование прочности и структурных характеристик слоистых и полидисперсных порошковых материалов

Исследования возможности получения ФГМ с переменной структурой проводили на образцах (рис. 3.36, *a*) в форме пластины размерами 3×45×45 мм, состоящей из двух слоев сферического порошка титана ВТ1-0 одного гранулометрического состава [337]. Образцы были получены путем пропускания одиночного импульса электрического тока через первый слой, добавления второго слоя и пропускания еще одного импульса электрического тока через оба слоя.

В результате исследований установлено, что в направлении пропускания тока (поперек границы между слоями) прочность при изгибе оказалась выше, чем в поперечном направлении (вдоль границы) на 30–44 % (рис. 3.36, *б*). Разрушение образцов при изгибе происходило, как правило, по второму слою, что объясняется большей

прочностью первого слоя, через который пропускалось два импульса. По этой же причине прочность при изгибе двухслойных образцов, по сравнению с однослойными (рис. 3.34, *a*) в направлении пропускания тока стала меньше на 10–17 %, в то время как в поперечном направлении, наоборот, увеличилась на 8–21 %.

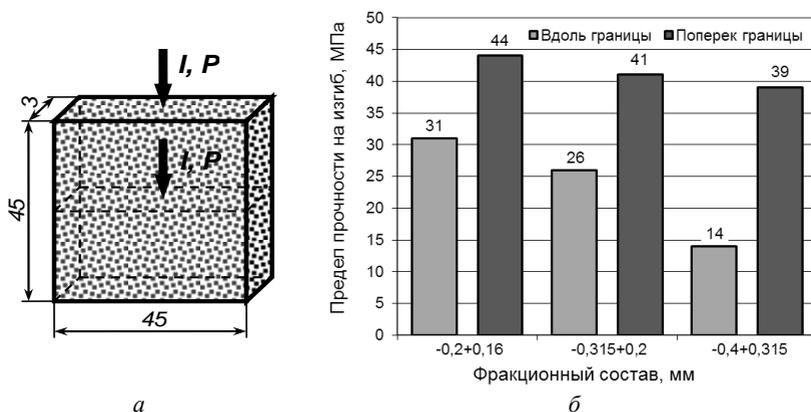


Рис. 3.36. Направления электроимпульсного воздействия и гистограммы предела прочности при изгибе двухслойных образцов ФГМ из сферического порошка титана одного гранулометрического состава:
a – двухслойный образец ФГМ; *б* – гистограммы предела прочности при изгибе;
I, P – направления воздействия импульса тока и усилия прессования

Для определения качества контактов между различными по размерам частицами порошка, порошковыми слоями из частиц разных размеров и между порошковым слоем и компактным материалом были проведены металлографические исследования шлифов и сканирующая электронная микроскопия морфологии хрупкого излома образцов ФГМ (рис. 3.37).

Проведенные исследования [252] показали, что технология ЭИС является перспективной с точки зрения выравнивания температуры при изготовлении ФГМ из полидисперсных порошков, в т. ч. титановых. В процессе ЭИС между всеми находящимися в пресс форме частицами порошка независимо от их размеров образуются сравнительно небольшие $(0,1-0,2)D_{\text{ч}}$ контактные шейки, которые придают

порошковой заготовке необходимую начальную прочность, позволяющую в дальнейшем проводить упрочняющую термообработку при пониженной на 100–150 °С температуре без использования специальных форм (рис. 3.38).

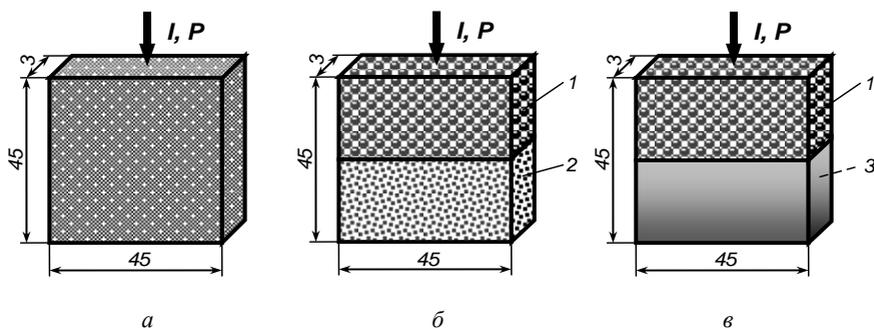


Рис. 3.37. Направления электроимпульсного воздействия при ЭИС образцов ФГМ из сферических порошков титана и компактного титана:
a – из полидисперсных порошков; *б* – из порошков двух разных гранулометрических составов; *в* – из порошка одного гранулометрического состава и компактного материала
 1, 2 – порошковые слои; 3 – слой компактного материала;
I, P – направления воздействия импульса тока и давления прессования

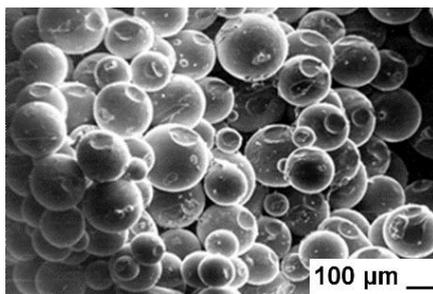


Рис. 3.38. Излом образца ФГМ, полученного ЭИС полидисперсного сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава (-0,4+0,16) мм

Исследование структурных характеристик образцов порошковых материалов с непрерывным градиентом размеров частиц, полученном при виброформовании, после однократного электроимпульсного

воздействия (рис. 3.39) показало плавное увеличение размеров пор и контактных шеек в направлении пропускания импульса электрического тока, в то время как отношение диаметров контактных шеек к диаметрам частиц и относительная пористость остаются практически постоянными, незначительно изменяясь в зоне мелких частиц, что свидетельствует о равномерном контактообразовании во всем диапазоне размеров частиц порошков (рис. 3.40).

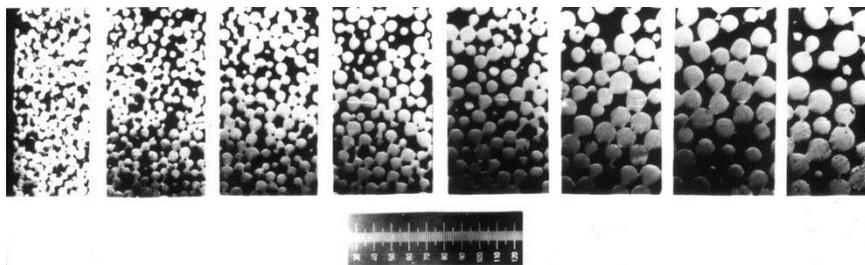


Рис. 3.39. Градиентная структура образца, полученного ЭИС полидисперсного сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,4+0,16)$ мм после виброформования

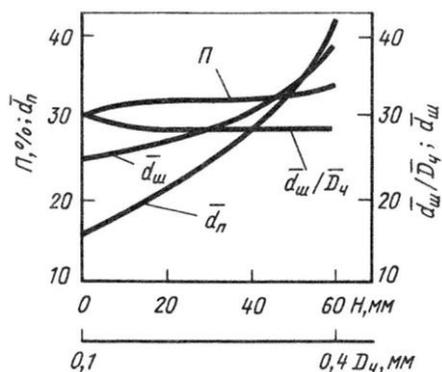


Рис. 3.40. Распределение пористости P , отношения среднего диаметра контактной шейки к среднему диаметру частиц d_w/D_p , среднего диаметра пор d_p и среднего диаметра шеек d_w в зависимости от изменения диаметра частиц D_p по толщине H образца с градиентом структуры, полученного ЭИС из полидисперсного сферического порошка титана гранулометрического состава $(-0,4+0,16)$ мм после виброформования

Анализ структурных характеристик образцов ФГМ из полидисперсных порошков в поперечном пропусканию импульса электрического тока направлении показал, что более мелкие частицы имели в этом направлении меньшие относительные размеры контактных шеек. То же наблюдалось в двухслойных образцах: относительные размеры контактных шеек были одинаковы вдоль направления пропускания импульса электрического тока, но сильнее уменьшались для более мелких частиц в поперечном направлении (рис. 3.41), что свидетельствует о более низкой прочности ФГМ в этом направлении. Контактные шейки и сами частицы, лежащие на границе, не имели видимых дефектов (оплавления, трещины, нарушения формы).

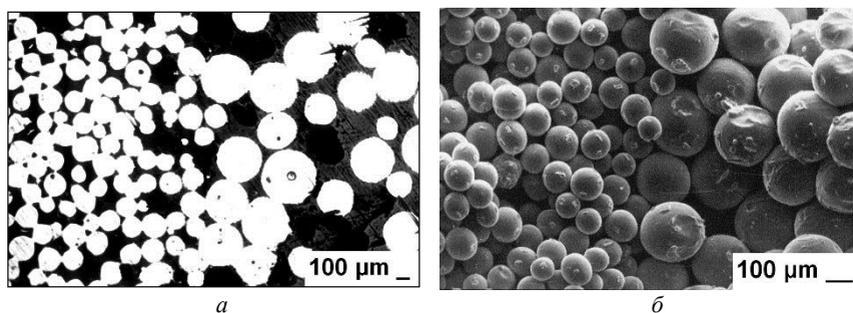


Рис. 3.41. Контакты между сферическими частицами порошка титана ВТ1-00 гранулометрических составов $(-0,2+0,16)$ мм и $(-0,315+0,4)$ мм после ЭИС:
a – структура (не травленная); *б* – излом

В результате исследований установлено, что на границе между порошковой и компактной частями образцов ФГМ, полученных из сферического порошка титана ВТ1-00 и компактного титана ВТ1-00 (рис. 3.42), после электроимпульсного воздействия образуются контактные шейки, относительный размер которых больше, чем между частицами, и составляет 0,4–0,5 диаметра частицы. Это может быть объяснено меньшим количеством контактов между сферическими частицами порошка и плоской поверхностью компактного материала, что приводит к повышению силы тока, протекающего через контактные зоны, и говорит о более высоком тепловыделении. В результате это приводит к увеличению прочности сцепления на границе между порошковым и компактным слоями и повышению прочностных свойств ФГМ.

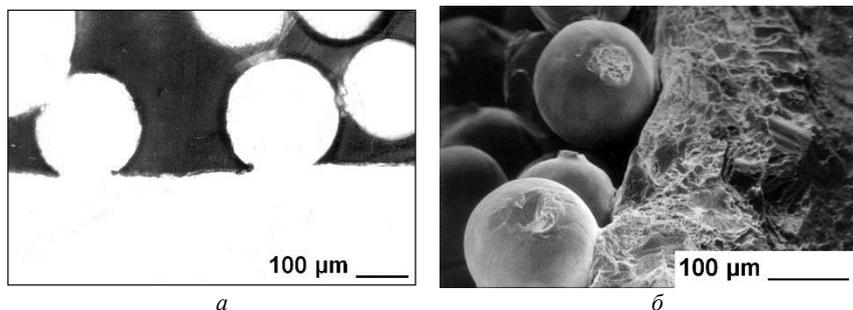


Рис. 3.42. Контакты между сферическими частицами порошка титана BT1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,4)$ мм и компактной подложке после ЭИС: *a* – структура (не травленная); *б* – излом

Проведенные испытания на отрыв показали, что разрушение двухслойных образцов ФГМ, полученных из двух разных гранулометрических составов порошка, происходит не по границе между слоями, а по менее прочному слою, состоящему из частиц большего размера. При испытаниях на отрыв образцов ФГМ, состоящих из порошковых слоев на поверхности компактного титана (рис. 3.43), разрушение также проходило не по границе, а по пористому слою.

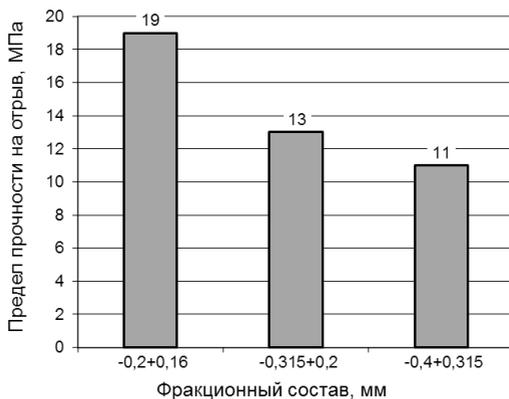


Рис. 3.43. Гистограммы предела прочности на отрыв двухслойных образцов ФГМ, полученных ЭИС сферических порошков титана BT1-00 и компактного титана BT1-00

3.2.4. Исследование закономерностей модифицирования структуры и свойств порошковых материалов дополнительным электроимпульсным воздействием

Процесс электроимпульсного воздействия на порошки характеризуется рядом параметров, которые условно можно разделить на механические и электрические. Основными электрическими параметрами электроимпульсного воздействия являются: электрическое сопротивление порошка, энергия, длительность и количество импульсов электрического тока. Механическим параметром является давление прессования, изменяя которое перед пропуском импульса электрического тока, можно регулировать величину начального электрического сопротивления порошка [123]. Параметры электроимпульсного воздействия определяют структуру и свойства получаемого порошкового материала, которые, как правило, стремились получить однородными по всему объему [195, 338]. Повысить функциональные характеристики изделий позволяет дополнительное избирательное электроимпульсное воздействие на порошковый материал, обладающий однородностью структурных характеристик, физических и механических свойств.

Теоретически доказано (глава 2), что дополнительное пропускание импульсов электрического тока через спеченный порошковый материал приводит к выделению основного количества тепла в области межчастичных контактов и на границах зерен, которое способствует изменению структуры материала и повышению его физико-механических свойств. Проведенные экспериментальные исследования подтвердили (раздел 3.2.2), что дополнительное пропускание импульсов электрического тока без изменения величины давления прессования может, в зависимости от их направления, как увеличить, так и уменьшить неоднородность распределения свойств по объему порошкового материала. Увеличивая энергию и длительность электроимпульсного воздействия, можно значительно повысить эффективность метода и целенаправленно проводить модифицирование свойств порошковых материалов в нужном направлении.

Показано (раздел 3.2.2), что в результате ЭИС происходит образование контактных шеек между частицами порошка величиной $(0,1-0,2)$ диаметра частицы, что не обеспечивает достаточной для большинства применений прочности материала. В то же время достоинством данной

технологии является получение полностью сформованного изделия с заданным градиентом структуры и свойств без использования связующих веществ и порообразователей, вносящих в исходный материал посторонние примеси. Прочность порошковой формовки можно увеличить путем дополнительной вакуумной термообработки полученных ЭИС заготовок [123] при пониженных температурах, т. к. в процессе ЭИС происходит активация контактных зон порошкового материала. Минимальная усадка позволяет избежать образования трещин и сохранить точность геометрических размеров и формы изделий. Форма частиц порошка и пористость после спекания в вакууме также остается практически неизменной, а контактные шейки между частицами порошка увеличиваются за счет диффузии. Однако такая технология получения порошковых ФГМ имеет низкую производительность, является крупнозернистой структуры материала, отрицательно влияющая на прочностные свойства [123]. Кроме того, применение объемной вакуумной термообработки не позволяет получать ФГМ из порошков разного гранулометрического или химического состава.

Альтернативой вакуумной термообработке является процесс электроразрядного модифицирования (ЭРМ) в защитной атмосфере или в вакууме, заключающийся в дополнительном пропускании через порошковый материал низковольтных (1–10 В) импульсов электрического тока плотностью $10\text{--}10^2$ кА/см² и длительностью 1–10 с. Кратковременный интенсивный процесс нагрева модифицируемого материала в зоне электроимпульсного воздействия позволяет исключить образование крупнозернистой структуры и приводит к увеличению размера контактов между частицами, что способствует повышению прочностных свойств порошковых ФГМ [339–345]. Преимуществом процесса ЭРМ является возможность локального воздействия, что позволяет проводить частичную (объемную или поверхностную) обработку исходных материалов и получать требуемый градиент структурных характеристик и физико-механических свойств.

Экспериментальные исследования технологических режимов процесса ЭРМ пористых материалов, полученных ЭИС (рис. 3.44, *a*), а также исследование закономерностей изменения структуры и свойств пористых и компактно-пористых материалов после вакуумной термообработки и после ЭРМ (рис. 3.44, *б-г*), проводили с использованием сферических порошков титана ВТ1-00.

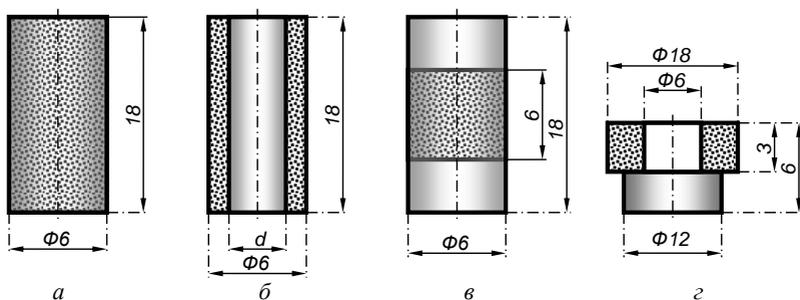


Рис. 3.44. Размеры, форма и состав экспериментальных образцов:
a – порошковый материал; *б* – порошковый материал на поверхности компактного стержня; *в* – порошковый материал между компактными дисками; *г* – порошковый материал в виде кольца на поверхности компактного диска

Давление прессования, при котором происходит ЭРМ, оказывает большое влияние на процесс изменения структуры и свойств исходных порошковых материалов. Проведенные экспериментальные исследования зависимостей пористости и прочности на срез образцов (рис. 3.44, *a*), полученных путем ЭИС сферических порошков титана ВТ1-00, от прикладываемого в процессе ЭРМ давления прессования при постоянных значениях удельной энергии и длительности воздействия [339, 340, 345], позволили установить, что при давлении прессования менее 90 кПа (рис. 3.45) происходит электрический пробой образцов всех гранулометрических составов с образованием оплавленного токового канала (рис. 3.46). При давлении прессования в диапазоне 90–110 кПа выявлен эффект повышения прочности порошковых материалов в 1,6–2,1 раза при незначительном снижении их пористости с 35–38 % до 33–36 %. При давлении со стороны электродов-пуансонов более 110 кПа наблюдается деформация частиц порошка, сопровождающаяся резким снижением пористости и повышением прочности, а также потерей первоначальной геометрической формы образцов. Как видно из графика (рис. 3.45, *a*), для сохранения однородной поровой структуры порошковых материалов после проведения ЭРМ необходимо, чтобы величина давления прессования составляла ~100 кПа. Этого небольшого давления достаточно для поддержания постоянного электрического контакта между поверхностью модифицируемого материала и электродами-пуансонами установки.

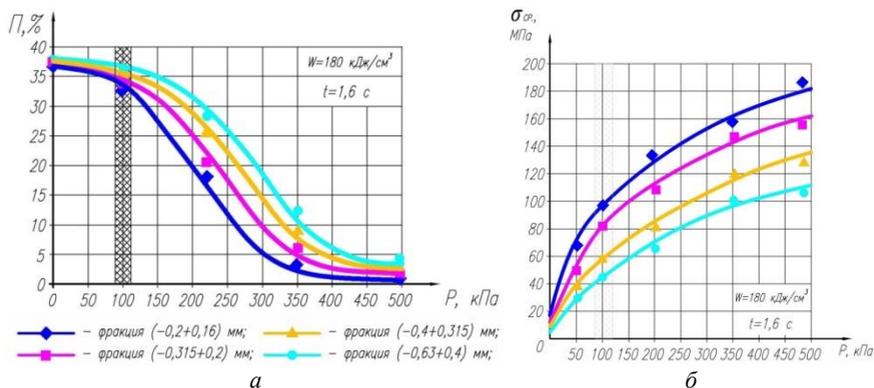


Рис. 3.45. Зависимости пористости и предела прочности на срез образцов ФГМ из сферического порошка титана ВТ1-00 от давления прессования при ЭРМ:

a – относительная пористость; b – предел прочности на срез

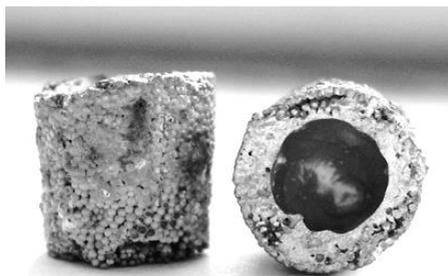


Рис. 3.46. Образец из сферического порошка титана ВТ1-00 с оплавленным токовым каналом после ЭРМ

Исследование влияния удельной энергии электроимпульсного воздействия на структуру и свойства однородных образцов порошковых материалов при ЭРМ проводили при постоянном давлении прессования 100 кПа и длительности воздействия 1,6 с. Установлено, что в процессе ЭРМ с увеличением удельной энергии происходит уменьшение удельного электрического сопротивления порошкового материала в месте воздействия (рис. 3.47, a), сопровождающееся ростом размеров межчастичных контактов.

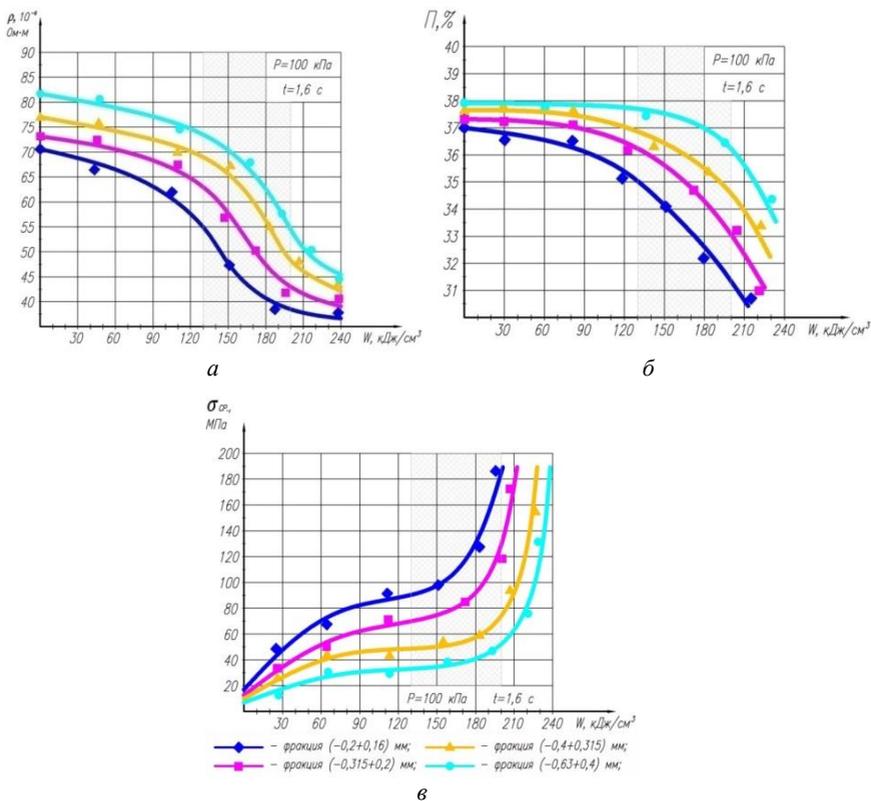


Рис. 3.47. Зависимости физических свойств и структурных характеристик образцов ФГМ из сферического порошка титана VT1-00 от удельной энергии при ЭРМ:
а – удельное электрическое сопротивление; *б* – относительная пористость; *в* – предел прочности на срез

Эффект модифицирования структуры и свойств исходного порошкового материала наблюдается в диапазоне значений удельной энергии 130–200 кДж/см³. При этом зарегистрировано увеличение относительных размеров межчастичных контактов с (0,1–0,2) до (0,3–0,4) диаметра частицы и возникновение градиента удельного электросопротивления 100–150 Ом·м/мм при уменьшении значений относительной пористости на 3–5 % (рис. 3.47, б). Рост значений предела прочности на срез на 65–110 % до 50–190 МПа (рис. 3.47, в) об-

разцов после ЭРМ также связан с увеличением размеров контактных шеек между частицами порошка и является следствием воздействия на материал высоких температур и интенсификацией диффузионных процессов в контактных зонах [341, 346]. Дальнейшее увеличение удельной энергии электроимпульсного воздействия свыше 200 кДж/см^3 приводит к появлению локальных зон плавления порошкового материала и инфильтрации поровой структуры жидкой фазой (рис. 3.48), сопровождающихся еще более значительным повышением прочности образцов и резким падением пористости.

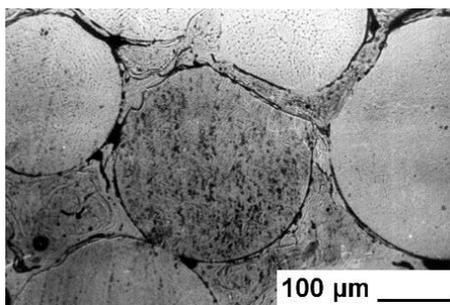


Рис. 3.48. Инфильтрация поровой структуры жидкой фазой при ЭРМ образца ФГМ из сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,4) \text{ мм}$

Наряду с таким параметром, как удельная энергия электрических импульсов, которая непосредственно связана с плотностью пропускаемого через пористый образец электрического тока, значение длительности пропускания тока (количества импульсов) является важным параметром процесса ЭРМ. Результаты исследований зависимостей прочности на срез и пористости образцов показали, что длительности электроимпульсного воздействия $0,4\text{--}1,0 \text{ с}$ недостаточно для расплавления контактных зон между частицами порошка. С увеличением длительности пропускания тока до $1,0\text{--}2,6 \text{ с}$ при удельной энергии 200 кДж/см^3 и величине давления прессования 100 кПа первоначально происходит увеличение прочности на срез до $50\text{--}190 \text{ МПа}$ (в зависимости от размеров частиц порошка) при снижении пористости до $31\text{--}36 \%$. Дальнейшее увеличение длительности пропускания тока при той же удельной энергии импульсов не приводит к повыше-

нию прочности и снижению пористости, что связано с уменьшением удельного электрического сопротивления порошковых образцов и отсутствием достаточного для продолжения процесса ЭРМ тепловыделения.

3.2.5. Структура и свойства порошковых материалов после вакуумной термообработки и после дополнительного электроимпульсного воздействия

Результаты исследований закономерностей модифицирования структуры и свойств порошковых материалов при электроимпульсном воздействии, представленные в предыдущем разделе, позволили провести сравнение с результатами исследований структуры и свойств пористых материалов, полученных ЭИС с последующей вакуумной термообработкой, применяемой для повышения их физико-механических свойств и эксплуатационных характеристик [347].

Технология получения пористых материалов из сферических порошков титана, заключающаяся в дополнительной вакуумной термообработке пористых образцов, сформованных путем ЭИС [123], при температуре 1200–1300 °С с остаточным давлением воздуха $\sim 10^{-3}$ Па в течение 2–3 часов, позволяет увеличить прочность исходного материала за счет увеличения размеров контактных шеек между частицами порошка до 0,3–0,4 диаметра частицы. При этом форма частиц порошка и пористость остается практически неизменной. Основным недостатком такой технологии изготовления пористых материалов является рост зерна титана при длительном высокотемпературном воздействии.

Показано [123], что технология упрочнения порошковых материалов из сферических порошков титана, заключающаяся в ЭИС и дополнительной вакуумной термообработке образцов при температуре 1 200–1 300 °С с остаточным давлением воздуха $\sim 10^{-3}$ Па в течение 2–3 часов, позволяет повысить прочность исходного материала за счет увеличения размеров контактных шеек между частицами порошка до 0,3–0,4 диаметра частицы. При этом форма частиц порошка и пористость остаются практически неизменными. Основным недостатком такой технологии получения порошковых материалов является невозможность локального упрочнения и рост зерна титана по всему объему при длительном высокотемпературном воздействии.

Предложенная в качестве альтернативы вакуумной термообработке технология ЭРМ в защитной атмосфере [341, 346, 347] имеет длительность в сотни раз меньше и предусматривает возможность получения градиентов структуры и свойств в однородном порошковом материале за счет локального приложения давления прессования и электроимпульсного воздействия, что в значительной степени активизирует процесс роста контактных шеек между частицами порошка и замедляет рост зерна.

С целью сравнения и выявления преимуществ и недостатков этих технологий были проведены сравнительные исследования микроструктуры и прочности образцов из сферического порошка титана ВТ1-00. Для проведения микроструктурного анализа общее количество образцов, сформованных путем ЭИС, разделили на три партии. Первую партию образцов дополнительному температурному или электроимпульсному воздействию не подвергали. Вторую партию образцов обрабатывали в вакуумной электропечи модели СНВЭ-1.3.1/16ИЗ в течение 3 часов при температуре 1 300 °С. Третью партию образцов подвергали ЭРМ в течение 1,6 с при удельной энергии электрических импульсов 180 кДж/см³ и давлении прессования 100 кПа.

Титан марки ВТ1-00 ГОСТ 19807-91 является технически чистым титаном и по классификации титановых сплавов относится к деформируемым сплавам невысокой прочности и повышенной пластичности, имеет две полиморфные модификации: α -титан с гексагональной плотноупакованной решеткой (ГПУ) и высокотемпературную модификацию – β -титан с кубической объемно-центрированной решеткой (ОЦК). Температура полиморфного $\alpha \rightarrow \beta$ – превращения составляет 882 °С, причем обратное превращение может происходить двумя путями. При медленном охлаждении и высокой подвижности атомов оно происходит по обычному диффузионному механизму с образованием полиэдрической структуры твердого α -раствора, а при быстром охлаждении – по бездиффузионному мартенситному механизму с образованием игольчатой мартенситной структуры, обозначаемой α' . Кристаллические структуры α и α' модификаций, практически однотипные (ГПУ), однако решетка α' модификации более искажена [348]. В отличие от мартенсита углеродистых сталей, являющегося раствором внедрения и характеризующегося высокой прочностью и хрупкостью, титановый мартенсит является раствором

замещения, и закалка титановых сплавов на мартенсит α' приводит к небольшому упрочнению и не сопровождается резким снижением пластичности.

Микроструктура исходных сферических частиц порошка титана ВТ1-00 представляет собой зерна α -фазы пластинчатой формы с небольшим количеством игольчато-пластинчатой мартенситной структуры α' -фазы (рис. 3.24, б), образовавшейся в результате быстрого охлаждения при распылении. После ЭИС в объеме частиц титана сохраняется микроструктура исходного порошка с незначительными изменениями количественного соотношения α - и α' -фазы (рис. 3.49, а). Это объясняется тем, что в процессе ЭИС охлаждение происходит так же быстро, как и нагрев. Полиморфное превращение при скоростном охлаждении происходит по бездиффузионному мартенситному механизму, что определяет сохранение игольчато-пластинчатой мартенситной структуры α' -фазы.

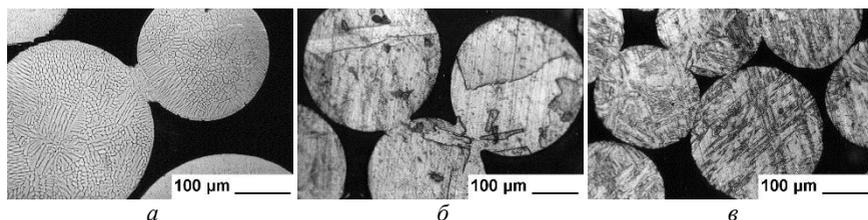


Рис. 3.49. Микроструктура частиц порошковых материалов, полученных из сферических порошков титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,4)$ мм:

а – после ЭИС; б – после вакуумной термообработки; в – после ЭРМ

Процесс вакуумной термообработки пористых образцов из сферического порошка титана протекает в условиях длительной выдержки при температуре, превышающей температуру рекристаллизации, и длительного охлаждения. При этом полиморфное превращение происходит диффузионным путем и образуется крупнозернистая структура α -фазы (рис. 3.49, б).

Анализ микроструктуры пористых образцов, полученных путем ЭИС с последующим ЭРМ в защитной атмосфере (рис. 3.52, в), показал, что в связи с высокой скоростью нагрева до температур, пре-

вышающих температуры рекристаллизации, и последующего быстрого охлаждения, наряду с α -фазой образуется мелкоигльчатая мартенситная структура α' -фазы, аналогичная образовавшейся после ЭИС. При этом скоростному охлаждению в процессе ЭРМ свойственны некоторые особенности структурных превращений. Скорости зарождения и роста центров рекристаллизации увеличиваются в зависимости от скорости охлаждения по экспоненциальному закону, причем рост скорости зарождения происходит более интенсивными темпами, чем повышение скорости роста. Это приводит к тому, что увеличение числа центров рекристаллизации при скоростном охлаждении начинает опережать увеличение скорости их роста. Чем выше скорость охлаждения, тем больше кратность опережения скорости зарождения над скоростью роста. Это создает предпосылки для вовлечения в процесс первичной рекристаллизации большого количества центров, обеспечивающих в условиях торможения их роста получение мелкозернистой структуры.

Установлено, что образование контактных шеек между частицами порошка, возникающих путем массопереноса из объема частиц в область шейки, при различных методах получения (рис. 3.50) происходит по различным механизмам.

В процессе ЭИС происходит быстрый нагрев материала в зоне контакта частиц, образование жидкой фазы и ее кристаллизация с формированием начального межчастичного контакта размером $(0,1-0,2)$ диаметра частицы порошка (рис. 3.50, *a*). При этом вследствие быстрого отвода тепла вглубь частицы, в контактной зоне образуется метастабильная структура, близкая к аморфному или микрорекристаллическому состоянию, наличие которой приводит к активации процессов последующей вакуумной термообработки [123] или ЭРМ. Для контактных шеек характерно наличие обратного радиуса закругления линии перехода «частица - контактная шейка - частица», возникшего из-за выдавливания расплавленного металла под действием внешнего давления и быстрой его кристаллизации.

Для процесса вакуумной термообработки пористых образцов, полученных путем ЭИС, характерен диффузионный механизм увеличения размеров контактных шеек. Вследствие направленного массопереноса происходит увеличение размеров контактных шеек до $(0,3-0,4)$ диаметра частицы и увеличение радиуса закругления

линии перехода «частица - контактная шейка – частица», при этом расстояние между центрами частиц существенно не изменяется (рис. 3.50, б).

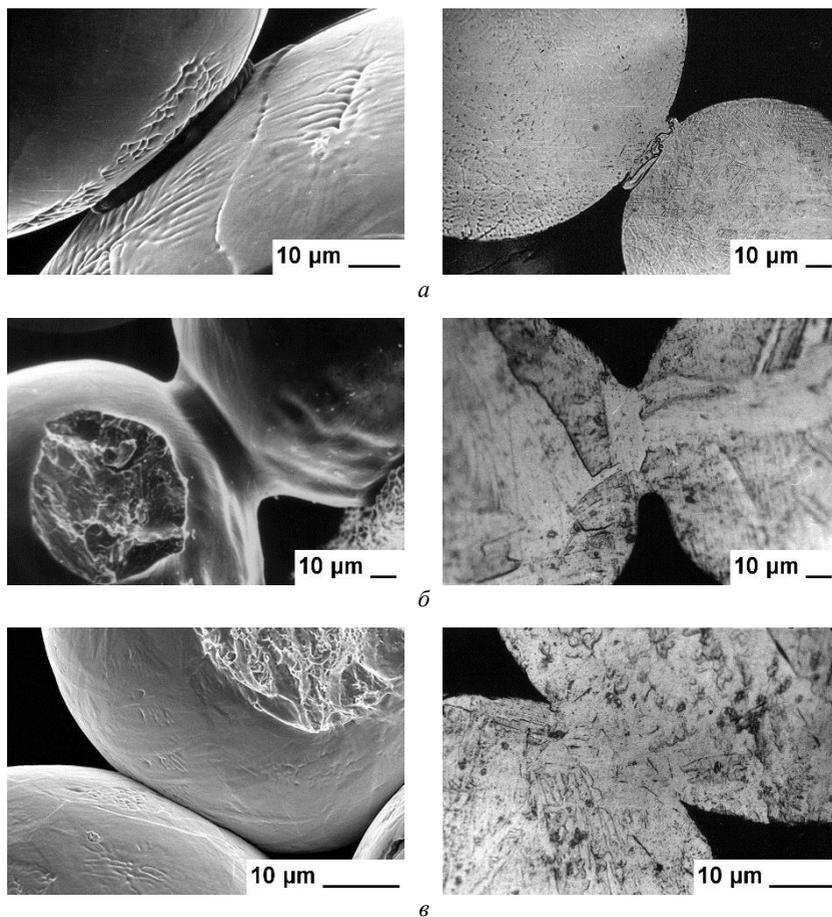


Рис. 3.50. Контакты и микроструктура контактных зон между частицами порошковых материалов, полученных из сферических порошков титана BT1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,4)$ мм:
a – после ЭИС; *б* – после вакуумной термообработки; *в* – после ЭРМ

Для процесса ЭРМ пористых образцов, полученных путем ЭИС (рис. 3.50, *в*), наряду с диффузионным механизмом контактообразования характерен процесс формирования контактных шеек под воздействием пластической деформации. Об этом свидетельствует малый радиус закругления линии перехода «частица - контактная шейка - частица», незначительная деформация частиц и уменьшение расстояний между их центрами одновременно с увеличением размеров контактных шеек между частицами до $(0,3-0,4)$ диаметра частицы – так же как и при вакуумном спекании. При этом ускоренный перенос массы определяется дефектами, устойчивыми в области тех температур, где этот перенос происходит. К дефектам, определяющим высокотемпературную активность, относятся дислокации и микроскопические дефекты типа границ раздела между элементами структуры, капиллярные несплошности и др. В результате этого игольчатая мартенситная структура упрочняет внутризёренные границы и дислокации, что оказывает влияние на увеличение прочности модифицированных пористых материалов.

Для оценки прочностных характеристик пористых образцов, полученных с использованием вакуумной термообработки и ЭРМ в защитной атмосфере, провели серию сравнительных испытаний на сжатие, на срез и изгиб. Установлено, что, несмотря на уменьшение относительной пористости материала образцов после ЭРМ в защитной атмосфере в среднем на 3-5 % (рис. 3.51, *а*), их предел прочности на срез увеличился на 19–20 % (рис. 3.51, *б*), предел прочности на изгиб – на 23–27 % (рис. 3.51, *в*), а предел прочности на сжатие уменьшился на 2–6 % (рис. 3.51, *г*) по сравнению с образцами после вакуумной термообработки [342, 343, 349].

Учитывая, что диаметр контактных шеек между частицами порошка в том и другом случае примерно одинаковы и составляет $(0,3-0,4)$ диаметра частицы, полученные результаты подтверждают сделанное выше предположение об упрочнении межзеренных границ контактных шеек игольчато-пластинчатой мартенситной α' -фазой при использовании ЭРМ в защитной атмосфере. Причина увеличения прочности полученных этим методом образцов косвенно подтверждена результатами измерения микротвердости (табл. 3.8). Сравнив микротвердость внутри частиц и в контактных шейках, можно заметить, что ее величина после ЭРМ в защитной атмосфере для материала

частиц была на 1–2 % выше, а для межчастичных контактов – на 6–8 % выше, чем после вакуумной термообработки [342, 344, 349].

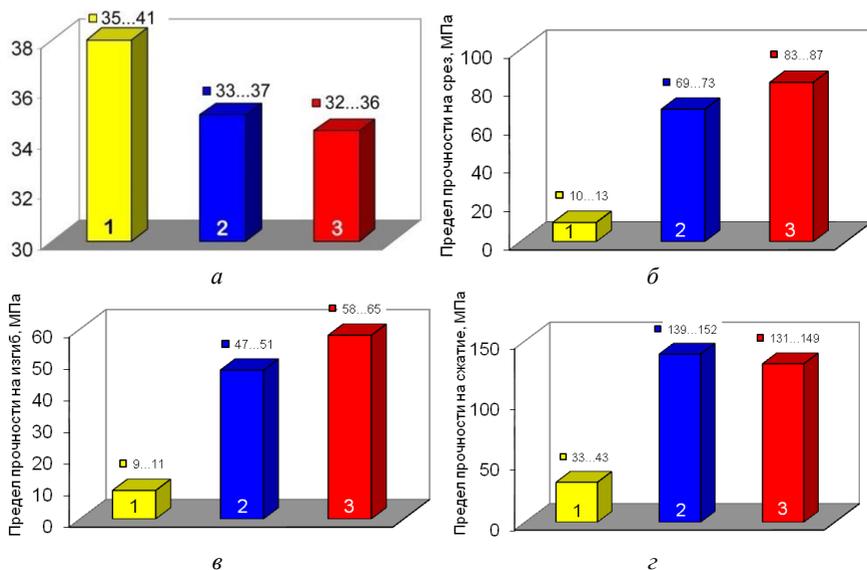


Рис. 3.51. Гистограммы структуры и физических свойств порошковых материалов, полученных из сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава (-0,315+0,2) мм по разным технологиям:

1 – после ЭИС; 2 – после вакуумной термообработки; 3 – после ЭРМ

а – относительная пористость; б – прочность на срез; в – прочность при изгибе; г – прочность при сжатии

Таблица 3.8

Размер зерна и средняя микротвердость в структурных зонах порошковых материалов из сферического порошка титана ВТ1-00, полученных по разным технологиям

Технология получения	Размер зерна, мкм	Средняя микротвердость частиц, МПа	Средняя микротвердость контактных зон, МПа
ЭИС	65-80	65-80	1630
ЭИС + вакуумная термообработка	150-220	150-220	1620
ЭИС + ЭРМ	70-85	70-85	1640

Оценку прочности сцепления слоев ФГМ, полученных из сферического порошка титана BT1-00, и компактного титана BT1-00 проводили на специально изготовленных образцах (рис. 3.44, в, з). При изготовлении образцов предварительное формование пористого слоя и его соединение с компактным слоем проводили путем ЭИС. Затем полученные компактно-пористые образцы делили на две группы, одну из которых подвергали вакуумной термообработке, а другую – ЭРМ.

Результаты испытаний на отрыв (табл. 3.9) показали, что у образцов, подвергнутых ЭРМ, благодаря отмеченным ранее особенностям процесса контактообразования, предел прочности на отрыв пористого слоя от компактного оказался больше, чем предел прочности пористого слоя, что приводило к его первоочередному разрушению. У образцов, подвергнутых вакуумной термообработке, разрушение происходило как по пористому слою, так и по границе между слоями. Предел прочности на срез (табл. 3.9) пористого слоя у образцов, подвергнутых ЭРМ, оказался в среднем на 10 % выше аналогичного показателя образцов, подвергнутых вакуумной термообработке. Приведенные выше результаты металлографических исследований позволяют утверждать, что повышение прочности соединения связано с сохранением исходной мелкозернистой структуры титана, повышением микротвердости в контакте «частица - компактный титан» и влиянием пластической деформации вследствие приложения давления прессования.

Таблица 3.9

Прочность соединения слоев ФГМ из сферического порошка титана BT1-00 и компактного титана BT1-00

Фракционный состав, мм	Прочность на отрыв, МПа		Прочность на срез, МПа	
	после вакуумной термообработки	после ЭРМ	после вакуумной термообработки	после ЭРМ
-0,2+0,16	57-60	56-61	84-89	92-97
-0,315+0,2	34-38	37-43	72-77	81-85
-0,4+0,315	21-25	26-29	63-69	72-76
-0,63+0,4	14-17	17-19	44-49	49-53

4. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРОШКОВЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМ ЛАЗЕРНЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ

4.1. Технологическое оборудование и методики исследований

4.1.1. Технологическое оборудование и методики контроля параметров и температуры спекания

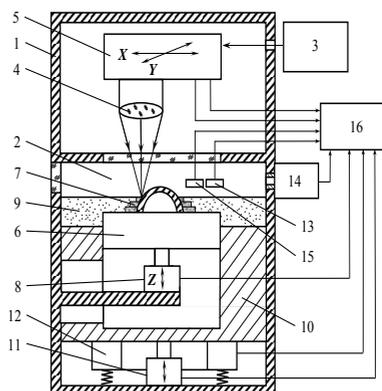
Экспериментальные исследования процесса получения порошковых ФГМ проводили на специально разработанной и изготовленной установке (рис. 4.1), в основу конструктивного решения которой положена технология селективного лазерного спекания (СЛС) [350], реализующая идею поверхностного оплавления и соединения частиц порошка между собой посредством жидкометаллических контактных шеек при сохранении твердого ядра, так называемый *semisolid process* [270]. Эта технология обеспечивает минимальную усадку слоев, предотвращает конгломерацию частиц, позволяет получить заданную плотность изделия, что, в конечном итоге, значительно расширяет возможности и области применения установки.

Установка [351–353] разработана для получения в защитной атмосфере аргона или в вакууме пористых и компактно-пористых ФГМ из порошков титана со сферической формой частиц, применяемых для изготовления изделий медицинского назначения, а также может быть использована для нанесения покрытий, сварки, резки, перфорирования материалов, маркировки готовых изделий и т. п.

Получение объемных изделий на установке может осуществляться как в режиме СЛС, так и в режиме селективного лазерного плавления (СЛП). В первом случае обеспечивается поверхностное оплавление частиц порошка в слое и их соединение друг с другом или с подложкой посредством образования жидкометаллических контактных шеек, что позволяет в большинстве случаев получать порошковые ФГМ с заданными эксплуатационными свойствами при сохранении структуры и фазового состава исходного материала. Во втором случае реализуется полное расплавление порошка в слое и получение изделий с близкой к теоретической плотностью.



a



б

Рис. 4.1. Установка СЛС:

a – общий вид; *б* – функциональная схема

1 – корпус; 2 – рабочая камера, изолированная от окружающей атмосферы; 3 – лазерное устройство; 4 – оптическая система; 5 – привод горизонтального перемещения оптической системы; 6 – технологическая платформа; 7 – заготовка; 8 – привод вертикального перемещения технологической платформы; 9 – порошок; 10 – дозатор порошка; 11 – привод дозатора; 12 – устройство виброукладки порошка; 13 – датчик уровня поверхности порошкового слоя; 14 – устройство подачи защитного газа; 15 – датчик давления защитного газа; 16 – блок управления

Установка СЛС предназначена для спекания или модифицирования поверхности в защитной атмосфере или в вакууме широкого спектра материалов, температура плавления которых может отличаться в десятки раз. Габариты спекаемых изделий не превышают 50×200×200 мм. Для спекания применяются порошки, имеющие преимущественно сферическую форму частиц с размером от 20 до 400 мкм. Технические характеристики установки СЛС приведены в табл. 4.1.

Установка работает следующим образом. В блок управления 16 загружают программное обеспечение, которое включает в себя компьютерный образ изделия, разбитый на горизонтальные слои заданной толщины; программу горизонтального перемещения оптической системы 4 с помощью привода 5 при сканировании каждого слоя лазерным лучом; программу дискретного вертикального перемещения технологической платформы 6 с заготовкой 7 с помощью привода 8 при переходе с одного слоя на другой; программу контроля процесса

спекания. На поверхности технологической платформы 6, находящейся в крайнем верхнем положении, может быть установлена основа спекаемой заготовки 7, в дозатор 10 засыпают необходимое количество порошка 9.

Таблица 4.1
Технические характеристики установки

Наименование характеристики	Значение
Длина волны лазерного излучения, нм	1064
Режим работы	импульсный
Максимальная частота следования лазерных импульсов, Гц	50
Средняя мощность лазерного импульса, Вт	150
Диапазон длительности лазерного импульса, мс	1-6
Максимальные габариты изделия, мм	50×200×200
Максимальная скорость перемещения оптической системы, мм/мин	1000
Точность позиционирования, мкм	20
Фокусное расстояние объектива, мм	250
Габаритные размеры (ВхДхШ), мм	2000×1450×1250
Максимальная потребляемая мощность, кВА	15

В случае проведения процесса спекания в защитной атмосфере в рабочую камеру 2 с помощью устройства 14 производят подачу инертного газа, давление которого контролируют датчиком 15, связанным с блоком управления 16. После достижения в рабочем пространстве 2 корпуса 1 необходимого давления защитного газа блок управления 16 подает команду приводу 8 на вертикальное перемещение и фиксацию технологической платформы 6 в крайнем нижнем положении, когда ее поверхность находится в фокусе оптической системы 4. С помощью привода 11 дозатора 10 порошок 9 перемещают вверх. При этом он попадает на поверхность технологической платформы 6. Включив вибратор 12, равномерно распределяют порошок 9 по поверхности технологической платформы 6, после чего с помощью датчика 13 производят контроль уровня поверхности порошкового слоя. При высоте уровня, отличной от заданной, блок управления 16 подает команду приводу 11 на перемещение дозатора 10 вниз или вверх и включение вибратора 12, после чего с помощью датчика 13 снова производят контроль уровня поверхности порошкового слоя. После достижения необходимого значения уровня блок управления

16 подает команду на включение лазерного устройства 3. Лазерный луч через оптическую систему 4, горизонтально перемещающуюся с помощью элементов привода 5, обеспечивает спекание участка порошкового слоя заданной конфигурации путем сканирования по его поверхности по команде блока управления 16. Затем по команде блока управления 16 привод 8 вертикально перемещает технологическую платформу 6 вниз на толщину спекаемого слоя порошка, фиксирует ее в этом положении и цикл подачи и спекания порошка 9 повторяется. Последовательно наращивая слой за слоем, производят полное спекание заготовки. После этого перемещают технологическую платформу 6 в крайнее верхнее положение и включают вибратор 12, в результате чего оставшийся порошок 9 ссыпается в дозатор 10. После полного остывания заготовки 7 отключают устройство 14 подачи защитного газа и снимают ее с технологической платформы 6.

В установке применена схема раздельной манипуляции заготовкой и лазерным лучом. С целью обеспечения эффективного разогрева спекаемого слоя порошка и соединения его с предыдущим слоем лазерное излучение фокусируется и направляется перпендикулярно его поверхности. Процесс СЛС происходит на вертикально перемещающейся с помощью линейного шагового привода технологической платформе, размещенной в рабочей камере с защитной атмосферой. Подача порций порошка на технологическую платформу и формирование на ней порошковых слоев заданной толщины осуществляется с помощью дозатора, снабженного устройством виброукладки. Сканирование лазерного луча в горизонтальной плоскости по заданной траектории и наблюдение за зоной спекания с помощью видеокамеры осуществляется с помощью оптической системы, установленной на двух соединенных взаимно перпендикулярно линейных шаговых приводах. Лазерное излучение генерируется оптическим квантовым генератором на основе монокристалла алюмоиттриевого граната, легированного трехвалентным неодимом (YAG: Nd³⁺), работающим на длине волны 1064 нм (инфракрасное излучение) с частотой повторения импульсов до 50 Гц. Подготовка виртуальной модели изделия, программное управление работой установки, задание технологических режимов и их контроль в режиме реального времени осуществляется с помощью управляющего компьютера.

Конструктивно установка состоит из трех отдельных частей (рис. 4.2):

1) лазерного устройства, включающего лазерный излучатель, блоки питания и систему охлаждения, автономно смонтированные в общей стойке-каркасе;

2) технологического блока, в корпусе которого расположены устройство координатного перемещения, система контроля процесса спекания и дозатор, включающий в себя рабочую камеру с устройством подачи аргона;

3) управляющего компьютера с программным обеспечением.

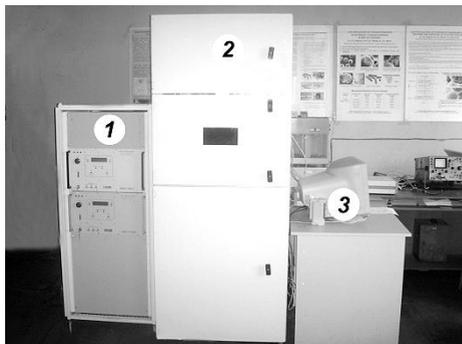


Рис. 4.2. Конструктивные части установки:
 1 – лазерное устройство;
 2 – технологический блок;
 3 – управляющий компьютер



Рис. 4.3. Лазерное устройство:
 1 – лазерный излучатель;
 2 – блоки питания;
 3 – система охлаждения

Лазерное устройство (рис. 4.3) включает лазерный излучатель, блоки питания, систему охлаждения и обеспечивает получение лазерного излучения со следующими характеристиками (табл. 4.2):

Таблица 4.2
 Технические характеристики лазерного устройства

Наименование характеристики	Значение
Длина волны лазерного излучения, нм	1064
Режим работы	импульсный
Максимальная частота следования лазерных импульсов, Гц	50
Средняя мощность лазерного импульса, Вт	150
Максимальная энергия излучения в импульсе, Дж	3
Длительность лазерного импульса, мс	1–6

В качестве активных элементов лазерного излучателя используются два монокристалла $YAG: Nd^{3+}$. Монокристаллы $YAG: Nd^{3+}$ обладают низким пороговым значением мощности накачки и хорошей теплопроводностью, что позволяет работать с высокой частотой повторения импульсов. Оптическая накачка монокристаллов осуществляется двумя импульсными газоразрядными лампами, блоки питания которых представляют собой генераторы мощных электрических импульсов с прямым перезарядом рабочих конденсаторов. На передних панелях блоков питания находятся органы управления и индикации. Блоки питания могут работать как поодиночке, так и синхронно, в зависимости от необходимой мощности лазерного излучения. Большая часть подводимой к лазерному излучателю электрической энергии выделяется в виде тепла, которое утилизируется системой охлаждения. Система охлаждения представляет собой двухконтурный теплообменник вода-вода с принудительной прокачкой охлаждающей жидкости внутреннего контура через элементы лазерного излучателя.

Технологический блок установки (рис. 4.4) состоит из массивного сварного корпуса, в средней части которого расположена рабочая зона установки, представляющая собой герметично закрывающуюся рабочую камеру с устройством подачи защитного газа. В верхней части корпуса находится система контроля процесса спекания, установленная на подвижном столе устройства координатного перемещения и блоки управления устройствами установки.



Рис. 4.4. Технологический блок:

- 1 – рабочая камера;
- 2 – система контроля процесса спекания;
- 3 – устройство координатного перемещения;
- 4 – блоки управления

Рабочая камера (рис. 4.5) служит для создания и поддержания избыточного давления защитного газа (аргона, азота) при обработке химически активных материалов. В верхней части рабочей камеры находится окно из оптического стекла для ввода лазерного луча на поверхность технологической платформы дозатора, расположенного в нижней части рабочей камеры. На задней стенке рабочей камеры закреплены клапан устройства подачи защитного газа и датчик газоанализатора. Доступ к технологической платформе обеспечивается через герметично закрывающуюся дверку со смотровым окошком.

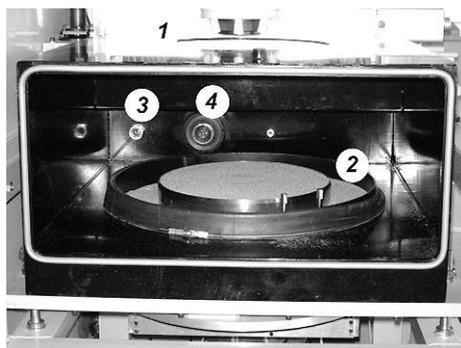


Рис. 4.5. Рабочая камера:
1 – окно; 2 – дозирующее устройство; 3 – клапан; 4 – датчик

Дозатор (рис. 4.6) предназначен для последовательной подачи порций порошка и формирования порошковых слоев заданной толщины в зоне лазерного воздействия. Конструктивно дозатор выполнен в виде отдельного узла и включает в себя дозирующее устройство и устройство виброукладки, установленных на опорной плите.

Дозирующее устройство (рис. 4.6, а) включает в себя технологическую платформу с линейным шаговым приводом, подвижный бункер, устройство удаления порошка и служит для подачи порций порошка на технологическую платформу и удаления излишков порошка [354].

Устройство виброукладки (рис. 4.6, б) предназначено для равномерного послойного распределения порошка на технологической платформе с помощью вибрации. Устройство виброукладки связано с дозирующим устройством плоскими пружинами и с помощью маг-

нитоэлектрических двигателей обеспечивает перемещение технологической платформы по координатам X , Y , Z с заданной частотой и амплитудой.

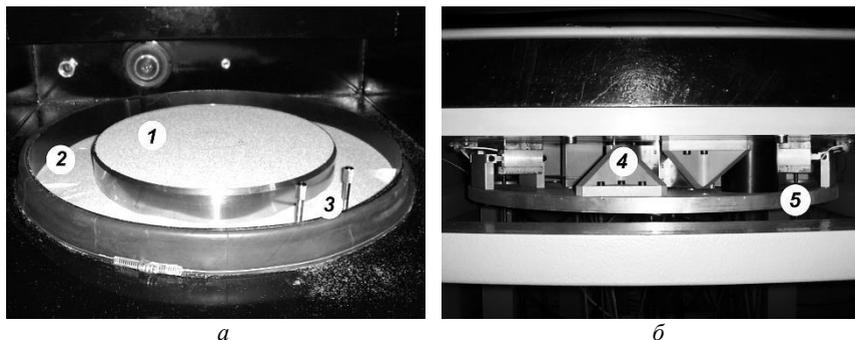


Рис. 4.6. Дозатор:

a – дозирующее устройство; b – устройство виброукладки
 1 – технологическая платформа; 2 – подвижный бункер; 3 – устройство удаления порошка; 4 – плоская пружина; 5 – магнитоэлектрический двигатель

Технические характеристики дозатора приведены в табл. 4.3.

Таблица 4.3

Технические характеристики дозатора

Наименование характеристики	Значение
Объем бункера для засыпки порошка, м ³	0,005
Диаметр технологической платформы, мм	280
Рабочий ход технологической платформы по вертикали, мм	50
Расстояние от спекаемого слоя порошка до окна, мм	200
Диапазон частоты колебаний устройства виброукладки, Гц	10-50
Точность укладки спекаемого слоя порошка, мкм	±(30-100)

Устройство координатного перемещения (рис. 4.7) обеспечивает программируемое перемещение лазерного луча по поверхности порошкового слоя в горизонтальной плоскости (оси X , Y) и вертикальное перемещение заготовки (ось Z) и состоит из двухкоординатного стола для горизонтального перемещения фокусирующего лазерный луч объектива, устройства вертикального перемещения заготовки, блока управления.

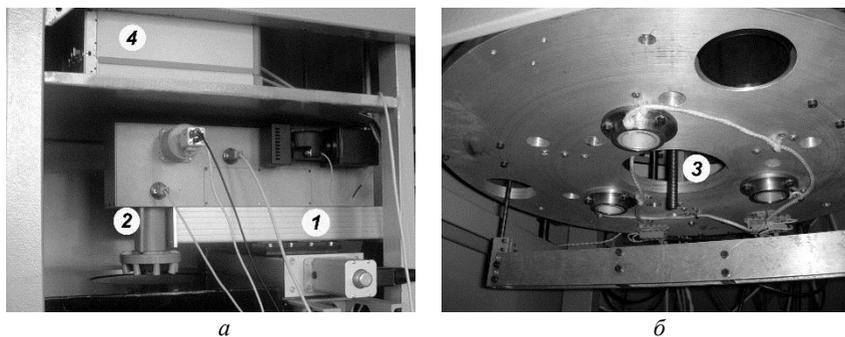


Рис. 4.7. Устройство координатного перемещения:
a – устройство горизонтального перемещения лазерного луча;
б – устройство вертикального перемещения заготовки
1 – двухкоординатный стол; *2* – объектив; *3* – устройство вертикального перемещения заготовки; *4* – блок управления

Двухкоординатный стол выполнен в виде двух смонтированных перпендикулярно друг другу линейных шаговых приводов и служит для горизонтального перемещения установленных на его верхней плоскости объективов системы контроля процесса спекания. Устройство вертикального перемещения заготовки связано с технологической платформой дозатора и обеспечивает ее дискретное (на толщину спекаемого слоя) перемещение в старт-стопном режиме.

Блок управления осуществляет подачу электропитания и программное управление шаговыми двигателями. Обработка перемещений выполняется безостановочно. Траектория задается в виде набора точек, каждая из которых описывается тремя переменными (координата, скорость, время). Это обеспечивает необходимую синхронизацию движения и работы лазерного устройства. Технические характеристики устройства координатного перемещения приведены в табл. 4.4.

Таблица 4.4
Технические характеристики устройства координатного перемещения

Наименование характеристики	Значение
Максимальное перемещение по осям X , Y , мм	250
Максимальное перемещение по оси Z , мм	50
Максимальная скорость перемещения, мм/мин	1000
Точность позиционирования, мкм	20

Для визуального наблюдения за процессом спекания и определения правильности выполнения технологических режимов в процессе работы в состав установки входит система контроля процесса спекания, обеспечивающая [355]:

- 1) наведение лазерного луча и визуализацию зоны спекания;
- 2) измерение распределения температуры в зоне спекания;
- 3) управление блоками питания лазерного устройства;
- 4) поддержание постоянного уровня спекаемого слоя порошка относительно фокальной плоскости объектива;
- 5) контроль содержания кислорода в защитной атмосфере.

Система контроля процесса спекания включает (рис. 4.8) оптическую систему с объективом, видеокамеру визуального наблюдения, измерители температуры спекания, блок управления, газоанализатор и датчик уровня порошкового слоя (не показаны).

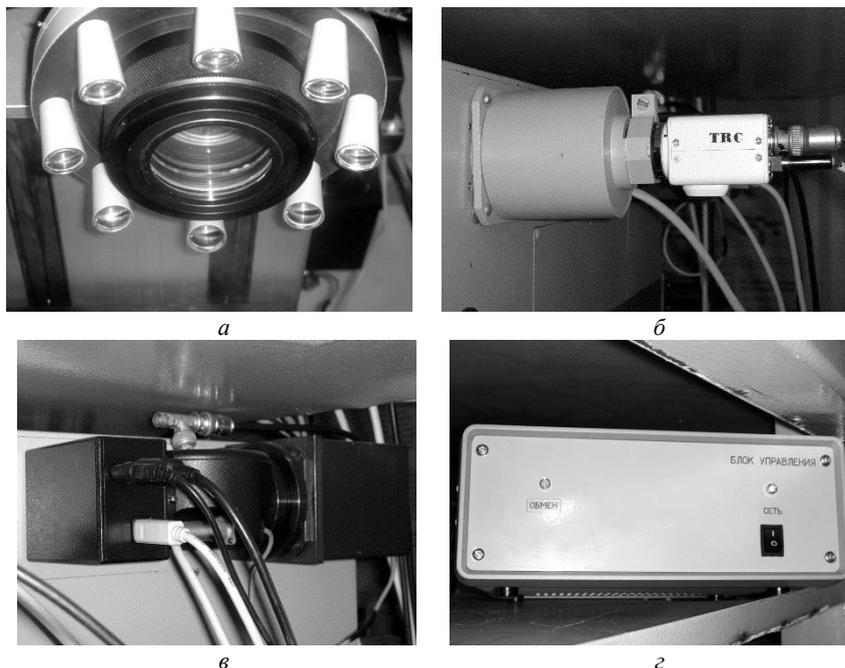


Рис. 4.8. Основные узлы системы контроля процесса спекания:
a – объектив со светодиодной подсветкой зоны спекания; *б* – видеокамера визуального наблюдения; *в* – измеритель температуры спекания; *г* – блок управления

Оптическая система выполнена внутри корпуса системы контроля процесса спекания и обеспечивает транспортировку, фокусировку и наводку лазерного луча на порошковый слой в зоне лазерного спекания. Транспортировка и фокусировка лазерного луча осуществляется с помощью системы зеркал и силового длиннофокусного объектива ($F = 247,6$ мм), вокруг которого установлены светодиоды, обеспечивающие подсветку зоны спекания диаметром 30 мм. Для осуществления наводки лазерного луча на спекаемое изделие и визуального наблюдения за зоной спекания размером 25×25 мм предназначена видеокамера, которая размещена снаружи корпуса системы контроля процесса спекания.

Для постоянного контроля максимальной температуры в зоне спекания служит блок фотоприемников, осуществляющий регистрацию методом спектрального отношения в диапазоне длин волн 800–1200 нм с временным разрешением 50 мкс. Определение градиента термических полей в зоне спекания в режиме реального времени обеспечивает специализированная цифровая видеокамера с усилителем яркости, регистрирующая увеличенное в 5 раз изображение зоны лазерного спекания в спектральной области регистрации 600–950 нм и позволяющая измерять динамическое распределение температуры на поверхности спекаемого слоя порошка в диапазоне $(1-3) \cdot 10^3$ К с временным разрешением 100 мкс и относительной погрешностью $\pm 5\%$ (рис. 4.9).

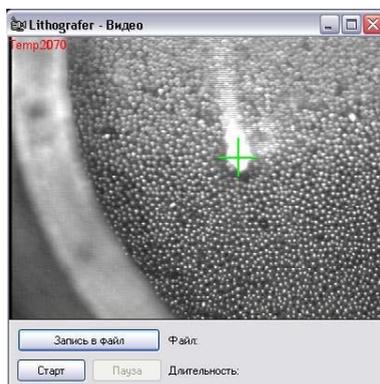


Рис. 4.9. Изображение процесса измерения температуры в зоне лазерного спекания

Управляющий компьютер с пакетом прикладных программ «Lithografer v.2» и «ССD» предназначен для технологической подготовки компьютерной модели изделия, координации работы устройств установки, а также для задания и контроля технологических режимов СЛС в режиме реального времени. Программное обеспечение состоит из программ двух уровней:

1) программы технологической подготовки компьютерной модели изделия;

2) программы управления установкой.

Основные функции программы технологической подготовки компьютерной модели изделия:

– чтение и проверка предоставленной исходной информации в виде САД-чертежей;

– визуализация модели, ее масштабирование, поворот, панорамирование, размещение в рабочей зоне (рис. 4.10);

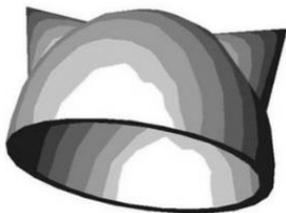


Рис. 4.10. Визуализация компьютерной модели

– сечение модели параллельными плоскостями с заданным шагом (рис. 4.11), проверка корректности сечений;

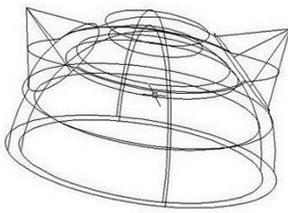


Рис. 4.11. Формирование сечений компьютерной модели

– разработка траектории движения лазерного луча по эквидистантам контура сечения с заданными параметрами (рис. 4.12);

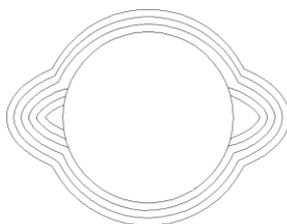


Рис. 4.12. Траектории сканирования сечения компьютерной модели

– разработка переходов с одного сечения на следующее сечение. Основные функции программы управления установкой (рис. 4.13):

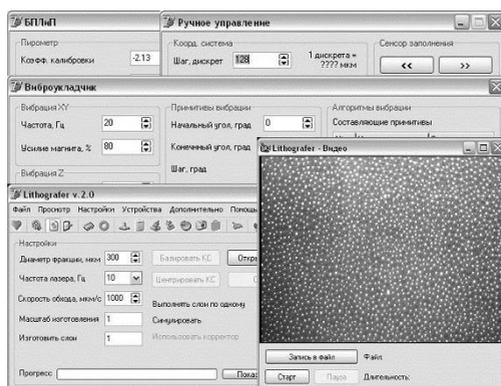


Рис. 4.13. Окна программы управления установкой

- управление устройством горизонтального перемещения фокусирующей оптической системы;
- управление устройством вертикального перемещения заготовки в старт-стопном режиме;
- управление шторкой лазера;
- контроль нуля установки;
- контроль содержания кислорода в рабочей камере;

– контроль уровня спекаемого слоя порошкового материала.

Конструктивные элементы установки СЛС [355] связаны между собой следующим образом (рис. 4.14).

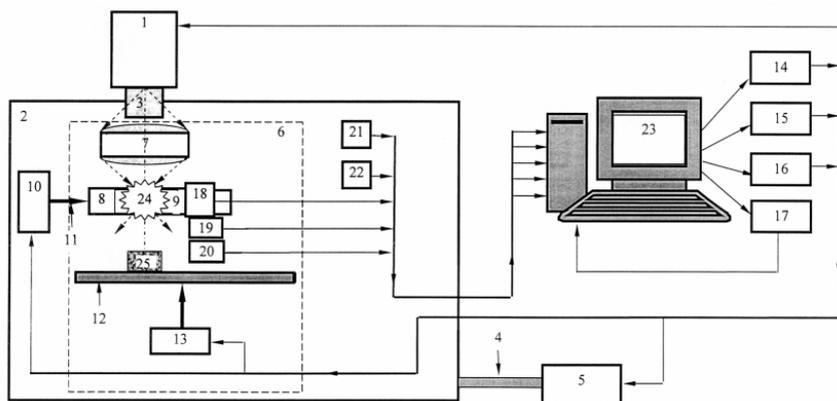


Рис. 4.14. Структурная схема установки СЛС:

1 – лазер; 2 – рабочая камера; 3 – оптически прозрачное окно; 4 – патрубки; 5 – устройство создания вакуума или защитной атмосферы; 6 – технологический блок; 7 – устройство фокусировки; 8 – форсунка; 9 – сопло; 10 – устройство подачи порошка; 11 – питатель; 12 – технологическая платформа; 13 – устройство трехкоординатного перемещения; 14 – контроллер управления лазером; 15 – контроллер с числовым программным управлением; 16 – контроллер управления устройством создания вакуума или защитной атмосферы; 17 – устройство автоматизированного проектирования и моделирования; 18, 19 – датчики температуры; 20 – датчик толщины слоя; 21 – датчик расхода газа; 22 – датчик давления; 23 – управляющий компьютер; 24 – зона лазерной обработки; 25 – спекаемое изделие

Лазер 1 размещен с внешней стороны камеры 2 над окном 3. Камера 2 соединена патрубками 4 с устройством 5. Внутри камеры 2 размещены: технологический блок 6, снабженный последовательно расположенными друг за другом устройством 7 фокусировки, форсункой 8, рабочим столом 12, соединенным с устройством 13 трехкоординатного перемещения. При этом форсунка 8 располагается со стороны устройства 7 фокусировки таким образом, что оптический фокус лежит в центре сопла 9 и формирует зону лазерной обработки 24. Дополнительно внутри рабочей камеры 2 размещены датчики для измерения расхода 21 и давления 22 защитного газа, а также устрой-

ство 10 подачи порошка, которое соединено питателем 11 с форсункой 8, закрепленный на стенке сопла 9 датчик 18 измерения температуры, закрепленные на форсунке 8 со стороны технологической платформы 12 датчики измерения температуры 19 и толщины слоя 20. При этом датчики 19 и 20 расположены над поверхностью формирующегося изделия или покрытия. Вне камеры 2 размещены контроллеры 14–16, устройство 17 автоматизированного проектирования и моделирования и управляющий компьютер 23, к которому подключены с помощью соединительной шины датчики 19–22 и выход устройства 17. Выходы управляющего компьютера 23 соединены с входами контроллеров 14–17. Выходы контроллеров 14–16 соединены с соответствующими входами лазера 1 и устройств 5, 10, 13.

Установка СЛС работает следующим образом:

1) в управляющий компьютер 23 программным путем вводятся исходные данные о порошковом материале и конструкции детали, программы управления контроллерами 14–17 и программы определения физических величин по электрическим сигналам датчиков 19–22;

2) управляющий компьютер 23 вводит исходные данные о порошковом материале и конструкции деталей или покрытий в устройство 17, которое осуществляет виртуальное представление изделия или покрытия в виде набора расположенных друг на друге плоских слоев, имеющих определенную высоту и форму поперечного сечения;

3) устройство 17 рассчитывает параметры защитной атмосферы или вакуума и скорость подачи порошкового материала;

4) полученные в ходе выполнения устройством 17 пунктов 2–4 расчетные данные поступают в управляющий компьютер 23;

5) управляющий компьютер 23 опрашивает датчики 18–22 и с учетом данных, полученных от устройства 17, программирует и синхронизирует работу контроллеров 14–16;

6) контроллеры 14–16 устанавливают режим работы устройств 1, 5, 10, 13, которые в рабочей камере 2 с помощью патрубков 4 создают вакуум или защитную атмосферу, осуществляют перемещение технологической платформы 12, подачу порошкового материала в питатель 11, включение и выключение лазерного излучения, которое через оптически прозрачное окно 3 попадает в зону лазерной обработки 24, и расплавленный порошковый материал падает на формируемое изделие или покрытие 25;

7) последовательное выполнение операции пунктов 5, 6 происходит до тех пор, пока не будет отработана заданная траектория технологической платформы 12 и не сформируется заданной высоты слой изделия или покрытия;

8) после выполнения пункта 7 технологическая платформа 12 опускается на установленную контроллером 15 высоту, которая равна высоте вновь формируемого слоя изделия или покрытия;

9) выполнение операций 6–8 происходит до тех пор, пока не будут отработаны все слои создаваемого изделия или покрытия.

4.1.2. Методики исследования свойств исходных материалов и экспериментальных образцов

В качестве материала для проведения исследований использовали порошок титана марки ВТ1-00 с частицами сферической формы гранулометрических составов $(-0,315+0,2)$ мм и $(-0,4+0,315)$ мм, полученный методом плазменного распыления в вакууме, и титановый лист марки ВТ1-00 толщиной 2 мм. Часть порошков проходила предварительную обработку: окисление и травление поверхности. Процесс окисления порошка проводили на воздухе в сушильном шкафу СНОЛ 3,3.5,5/3-ИЗ в течение 5 часов при температуре 250–300 °С. Травление поверхности частиц порошка осуществляли составом, содержащим плавиковую кислоту, азотную кислоту и дистиллированную воду в соотношении 1:2:14. По окончании процесса травления, порошок промывали проточной водой и сушили на воздухе в сушильном шкафу СНОЛ 3,3.5,5/3-ИЗ в течение 3 часов при температуре 120 °С.

В исследованиях отражающей способности поверхности порошков использовались измерения абсолютных коэффициентов отражения, осуществляемые методом интегрирующей сферы, реализованный в фотометре отражения ФО-1, который предназначен для измерения коэффициента отражения диффузных, зеркально-диффузных и зеркальных образцов, коэффициента пропускания прозрачных твердых образцов, а также для качественной оценки диффузно-рассеивающих образцов по их коэффициенту пропускания. Для дисперсных материалов измерения проводили на дискретных длинах волн излучения в диапазоне 400–930 нм и на $\lambda = 1,06$ мкм, вырезаемых из излучения сплошного спектра лампы накаливания с помощью

интерференционных фильтров с шириной полосы пропускания 20–50 нм. Относительная погрешность измерений для коэффициента отражения составляла 3 %.

Для исследования механизма контактообразования между частицами титана на подложке из кварцевого стекла изготавливали экспериментальные образцы пористого материала в виде пластин размером 10x25 мм и дисков диаметром 10 мм толщиной в один слой или в два-три слоя порошка. Для исследования механизма контактообразования между частицами порошка титана и компактным титановым листом изготавливали экспериментальные образцы ФГМ в виде компактных дисков диаметром 10 мм с порошковым слоем толщиной в одну или в две-три частицы. Дозированную подачу порошка и его виброуплотнение осуществляли на технологической платформе установки. При получении образцов сканирование поверхности порошковых слоев осуществляли по кольцевым траекториям (рис. 4.15).

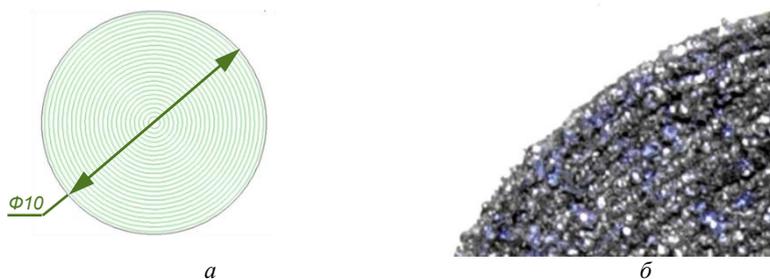


Рис. 4.15. Траектории сканирования сечения компьютерной модели и фрагмент спеченного слоя порошка с траекториями движения лазерного луча:
a – траектории сканирования; *б* – фрагмент порошкового слоя

Металлографические исследования проводили на световом микроскопе MeF-3 (Reichert, Австрия). Микротвердость частиц порошков и структурных элементов экспериментальных образцов определяли на цифровом микротвердомере Micromet (Bueher Met, Германия). Исследование фрактограм поверхности проводили на сканирующем электронном микроскопе Mira (Tescan, Чехия). Исследование элементного состава проводили на аттестованном рентгенофлуоресцентном спектрометре ED 2000 (Oxford Instruments Analytical, Великобритания). Относительная погрешность измерений составляла 10 %.

4.2. Исследование закономерностей формирования структуры и свойств порошковых материалов импульсным лазерным воздействием

Получение ФГМ и покрытий, имеющих сложную пространственную геометрию, анизотропию внутренней структуры и свойств [356], из металлических, керамических и полимерных порошков, является сложной и актуальной задачей современной техники. Данная задача может быть решена с помощью СЛС порошков, основанного на принципе послойного построения физической модели или послойного лазерного синтеза [211, 357], в результате которого трехмерный объект заменяется совокупностью плоских слоев, физически связанных между собой.

Применяемые в настоящее время технологии СЛС порошков ориентированы в основном на реализацию процессов построения новых пространственных структур, связанных с полным расплавлением подаваемых в зону лазерного синтеза материалов, которые при этом теряют свои первоначальные свойства и не могут обеспечить получения заданного комплекса предъявляемых к ним требований [262]. Используемые в существующих установках системы подачи и укладки порошка не позволяют создавать композиционные изделия сложной геометрической формы и наносить слои с заданными структурными характеристиками и размерами на трехмерные монолитные каркасы.

Возможность применения СЛС для получения порошковых ФГМ базируется на идее использования энергии лазерного излучения для поверхностного оплавления частиц порошка при сохранении твердого ядра, что приводит к образованию межчастичных контактов в присутствии жидкой фазы [270]. Применение импульсного лазерного воздействия за счет точного дозирования тепловой энергии импульса позволяет обеспечить минимальную усадку слоев порошка при отсутствии конгломерации частиц, управлять структурными характеристиками и свойствами изделий, сохранять микроструктуру и фазовый состав исходных материалов. Особенно перспективно использование импульсного лазерного воздействия при получении пористых и компактно-пористых изделий с переменным порораспределением из порошков крупных фракций (0,1–1,0 мм). Метод позволяет обеспечить внутрислойное и межслойное спекание порошков

разного гранулометрического состава при минимальных нарушениях исходной геометрии частиц и высокой степени пористости порошковых слоев.

4.2.1. Исследование кинетики образования и роста контактов между частицами порошка при импульсном лазерном воздействии

С целью изучения закономерностей СЛС порошковых ФГМ были проведены исследования кинетики образования и роста контактов между частицами порошка при получении пористого материала, а также между частицами порошка и компактной подложкой при получении градиентного материала [268, 358–362].

Теоретический расчет минимальной энергии импульса лазерного излучения, необходимой для образования контактов между частицами порошка, проведенный выше (глава 2), показал, что при попадании импульса лазерного излучения на поверхность порошковой насыпки его энергия распределяется между частицами верхнего и нижнего слоев порошка (или подложки) неравномерно. Относительное количество тепла, идущее на разогрев поверхностей частиц нижнего слоя, зависит от их размера, коэффициента отражения и пористости порошковой насыпки, и составляет от 21,2 до 27,6 % (табл. 2.2). Для исследования зависимости кинетики возникновения и роста контактов между частицами порошка от оптических свойств их поверхности и гранулометрического состава при импульсном лазерном воздействии проводили окисление и пассивацию поверхности частиц исходных порошков титана ВТ1-00.

Исследования морфологии поверхности частиц порошков показали, что в состоянии поставки их поверхность имела гладкую сферическую форму, характерный металлический блеск и светло-серый цвет (рис. 4.16, *а*). Частицы порошков титана, подвергшихся окислению на воздухе, имели гладкую поверхность с выступающими блоками зерен и беловато-серый тусклый цвет, сопровождаемый появлением в отдельных местах желтоватого оттенка (рис. 4.16, *б*). Частицы порошка, подвергшиеся химическому травлению, имели шероховатую поверхность с более выступающими, по сравнению с окисленными, блоками зерен и темно-серый (почти черный) матовый цвет (рис. 4.16, *в*).

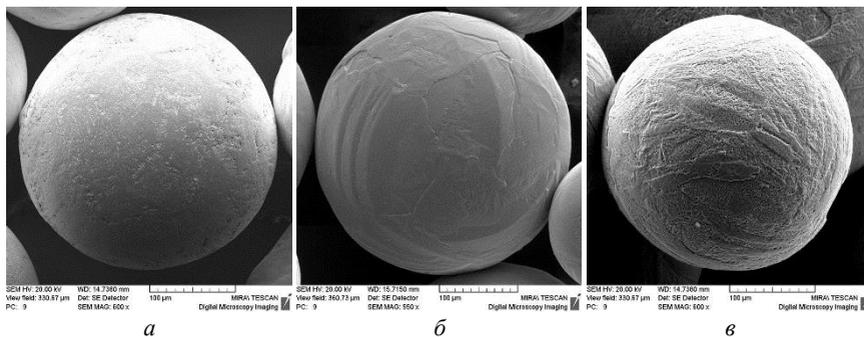


Рис. 4.16. Морфология поверхности исходных (а), подвергшихся окислению на воздухе (б) и пассивации (в) частиц порошка титана ВТ1-00

Исследование оптических свойств сферических порошков титана ВТ1-00 показало, что величины коэффициента отражения R зависят от состояния поверхности частиц и от гранулометрического состава порошков (табл. 4.5).

Таблица 4.5
Значения коэффициентов отражения порошков титана ВТ1-00 с различной морфологией поверхности

Состояние поверхности	Размер частиц, мм	Коэффициент отражения R , %
В состоянии поставки	-0,315+0,2	25,2
	-0,4+0,315	26,8
Окисленная поверхность	-0,315+0,2	24,0
	-0,4+0,315	24,8
Протравленная поверхность	-0,315+0,2	14,3
	-0,4+0,315	16,4

Наибольшей величиной коэффициента отражения обладают порошки в состоянии поставки, наименьшей – порошки с химически протравленной поверхностью частиц (ниже на 39–43 %). Размер частиц порошков на величину коэффициента отражения влияет незначительно, более крупные порошки имеют коэффициент отражения немного больше, причем если у окисленных порошков разница составляет ~3 %, то у протравленных доходит до 15 %.

Исследуемые порошки были подвергнуты импульсному лазерному разогреву одиночными импульсами мощностью 30, 60, 90, 120

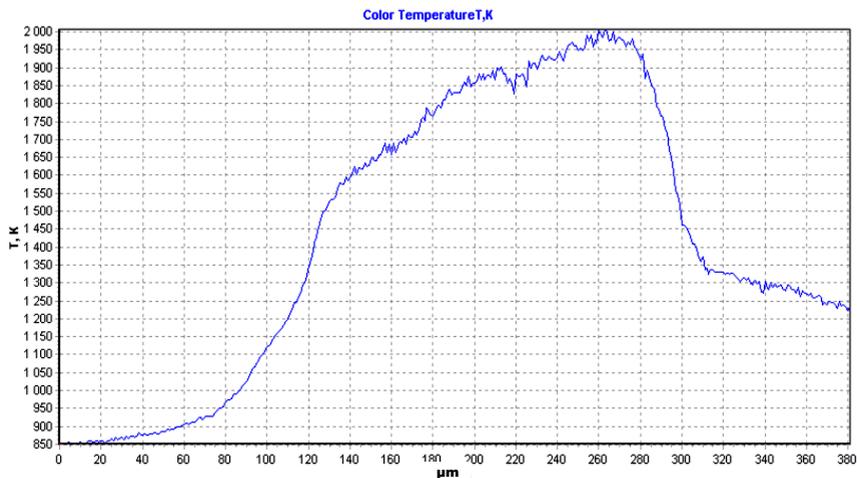
и 150 Вт длительностью 1, 2, 3, 4, 5 и 6 мс с фокальным пятном лазерного луча диаметром 0,5 мм и 1 мм.

Экспериментально установлено, что воздействие одиночных импульсов лазерного излучения мощностью 0–30 Вт длительностью 1–3 мс на монослой из частиц порошка титана обоих гранулометрических составов вне зависимости от состояния их поверхности приводит к разогреву зоны воздействия до температур ниже 1000 К и не сопровождается образованием контактов между частицами. В результате воздействия на порошок одиночного импульса лазерного излучения происходит нагревание поверхности частиц в зоне фокального пятна и быстрый теплоотвод вглубь частиц. В связи с отсутствием металлических контактов между частицами, попавшими в зону фокального пятна, и частицами, находящимися вне этой зоны, существенный теплоперенос между ними отсутствует. В результате формируется зона с высокими температурными градиентами вблизи границы фокального пятна лазерного луча.

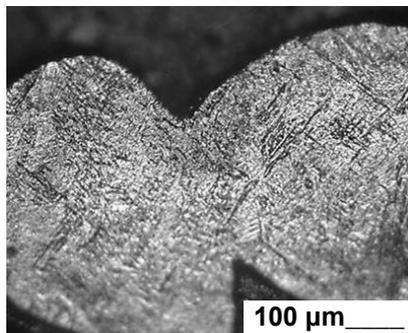
Воздействие на монослой частиц порошка титана обоих гранулометрических составов одиночных импульсов сфокусированного до 0,5 мм лазерного излучения мощностью 30–90 Вт длительностью более 3–4 мс приводит к разогреву зоны воздействия до температур 1900–2000 К (рис. 4.17, *а*) и образованию структурного элемента диаметром, примерно равным диаметру фокального пятна. Частицы порошка, попавшие в зону фокального пятна, соединены друг с другом посредством контактных шеек (рис. 4.17, *б*), которые не разрушаются при извлечении структурного элемента из технологической камеры установки. В то же время частицы, находящиеся вблизи границы зоны лазерного воздействия, нагреваются до температур всего 900–1000 К и не участвуют в процессе контактообразования.

Необходимо отметить, что в результате воздействия одиночного импульса сфокусированного до 0,5 мм лазерного излучения на поверхности частиц порошка в центре фокального пятна образуются характерные кратеры (рис. 4.18), возникающие в результате испарения материала частиц. Размеры кратеров зависят от морфологии поверхности частиц порошка. Эксперименты показали, что чем меньше коэффициент отражения поверхности частиц порошка, тем больше размер кратера. При одних и тех же технологических режимах им-

пульсного лазерного воздействия испарение материала с поверхности протравленных частиц происходит более интенсивно, чем с поверхности исходных и окисленных частиц.



a



b

Рис. 4.17. Распределение температуры на поверхности монослоя сферического порошка титана VT1-00 гранулометрического состава $(-0,4+0,315)$ мм при воздействии одиночного импульса лазерного излучения мощностью 60 Вт длительностью 3 мкс с диаметром фокального пятна 0,5 мм и образование контактов между частицами:

a – распределение температуры; *b* – контакт между двумя частицами

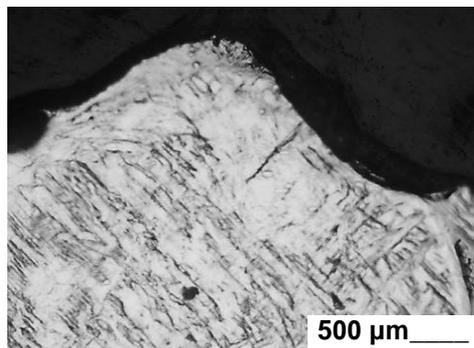


Рис. 4.18. Образование кратера на сферической поверхности частицы титана VT1-00 гранулометрического состава $(-0,4+0,315)$ мм в результате воздействия одиночного импульса лазерного излучения с диаметром фокального пятна 0,5 мм

Воздействие сфокусированного лазерного излучения мощностью 90–150 Вт и длительностью 4–6 мс приводит к разогреву зоны воздействия до температур 1950–2050 К (рис. 4.19, *a*). Высокая температура приводит к локальному разогреву поверхности частиц до температуры кипения титана. В результате быстрого теплоотвода за счет испарения дальнейший рост температуры на поверхности частиц прекращается, однако за счет теплоотвода вглубь частиц температура в их объеме резко повышается, при этом вне зависимости от морфологии поверхности частиц порошка происходит их полное или почти полное расплавление и конгломерация в крупные капли (рис. 4.19, *b*), приводящее к нарушению исходной сферической формы и размеров частиц.

С целью предотвращения образования кратеров на поверхности частиц порошка и их конгломерации была предпринята попытка уменьшить градиент температуры на поверхности монослоя. Установлено, что, расфокусировав лазерный луч до диаметра 1 мм, можно изменить характер распределения мощности лазерного излучения по площади пятна, и, таким образом, уменьшить влияние температурного градиента. При мощности лазерного излучения 120 Вт и длительности 5 мс расфокусировка луча привела к уменьшению температуры до 1350–1450 К (рис. 4.20).

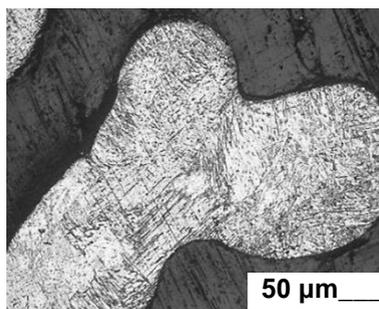
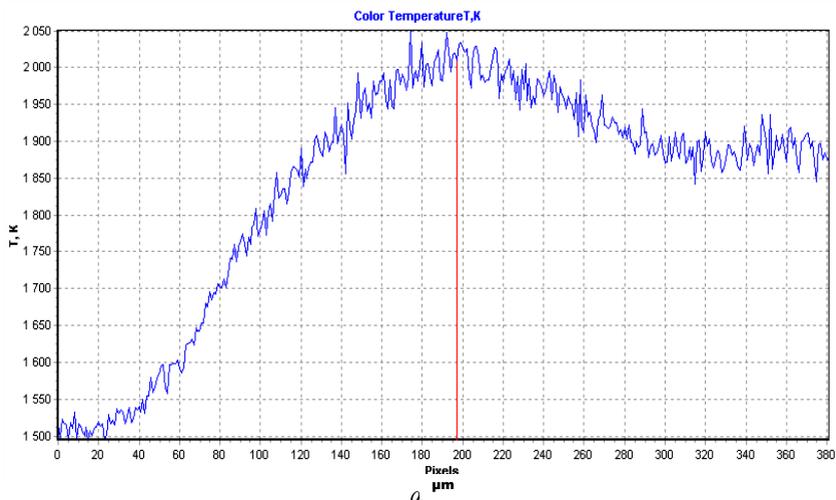


Рис. 4.19. Распределение температуры на поверхности монослоя сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава (-0,4+0,315) мм при воздействии одиночного импульса лазерного излучения мощностью 120 Вт длительностью 5 мкс с диаметром фокального пятна 0,5 мм и образование конгломератов частиц
a – распределение температуры; *б* – конгломерат из трех частиц

Воздействие одиночного импульса лазерного излучения с диаметром пятна 1 мм на поверхность монослоя сферического порошка титана ВТ1-00 исследуемых гранулометрических составов позволило получить структурные элементы диаметром около 1 мм. При этом на поверхности структурных элементов образования кратеров и конгломератов не наблюдалось вследствие изменения распределения мощ-

ности, а также в результате рассеяния лазерного излучения при попадании в просветы между частицами порошка и многократного отражения от их поверхности, а также поверхности кварцевой подложки. Проведенные измерения показали, что температура поверхности окисленных порошков в зоне фокального пятна была на 30–40 К выше, а протравленных 80–100 К выше, чем температура поверхности исходных порошков.

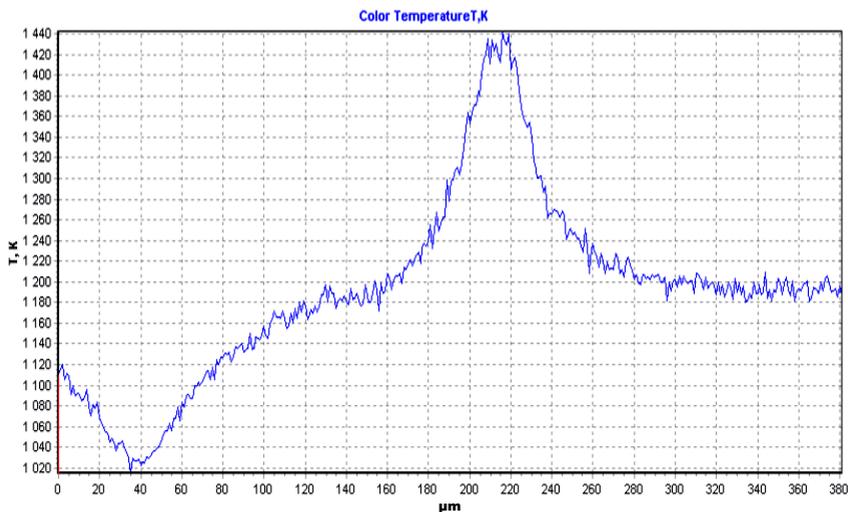
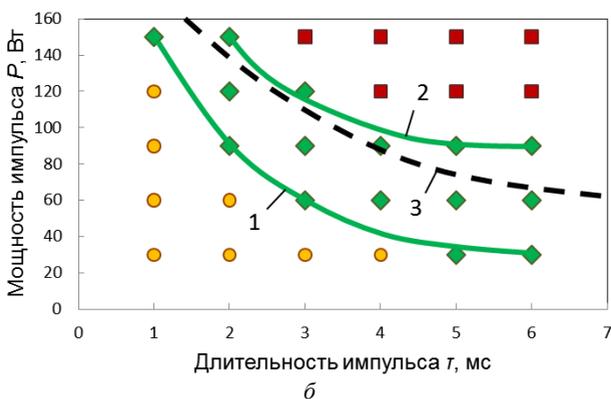
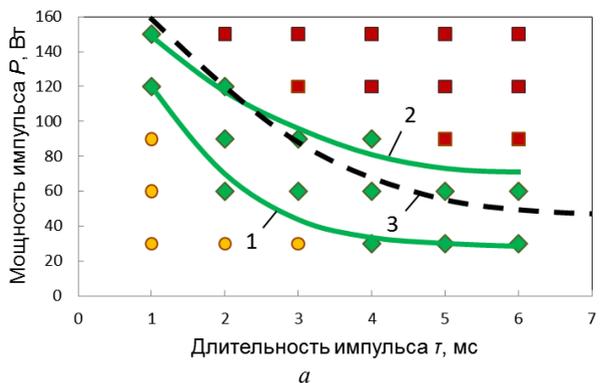


Рис. 4.20. Распределение температуры на поверхности монослоя сферического порошка титана VT1-00 гранулометрического состава (-0,4+0,315) мм при воздействии одиночного импульса лазерного излучения мощностью 120 Вт длительностью 5 мкс с диаметром фокального пятна 1 мм

Дальнейшие экспериментальные исследования позволили установить зоны устойчивого контактообразования частиц исследуемых гранулометрических составов порошка титана VT1-00 при различных технологических режимах импульсного лазерного воздействия (рис. 4.21). Результаты экспериментов хорошо согласуются с проведенными теоретическими расчетами [264] критической мощности лазерного излучения, при которой происходит расплавление и конгломерация частиц порошка, сопровождающаяся разрушением контактных шеек.



● - зона отсутствия контактообразования; ◆ - зона спекания; ■ - зона плавления

Рис. 4.21. Состояние монослоя сферических частиц порошка титана разного гранулометрического состава в зависимости от мощности и длительности одиночного импульса лазерного излучения с диаметром фокального пятна 1 мм: $a - (-0,315 \pm 0,2)$ мм; $b - (-0,4 \pm 0,315)$ мм
 1 – граница зоны отсутствия контактообразования; 2 – граница зоны расплавления; 3 – теоретическая кривая критической мощности лазерного излучения

Полученные результаты показывают, что требуемая для спекания частиц порошка мощность импульса лазерного излучения при фиксированных значениях длительности импульса и диаметра фокального пятна зависит от температуры фазовых переходов материала порошка (температур плавления и кипения), среднего размера и коэффициента отражения поверхности частиц. В свою очередь, вели-

чина мощности излучения оказывает влияние на динамику образования жидкой фазы на поверхности частиц порошка. Для протекания процесса контактообразования важно подобрать такое значение мощности излучения, при котором количество жидкой фазы не превышало 10–20 % объема частицы, что обеспечивало бы спекание порошка, быстрое остывание расплава за счет теплоотвода, но при этом не приводило к перегреву расплава и его испарению.

Увеличение длительности импульса лазерного излучения и уменьшение диаметра фокального пятна приводят к перегреву области лазерного воздействия и интенсивному испарению материала с поверхности частиц порошка, при этом не наблюдается существенного увеличения доли образовавшейся жидкой фазы. Уменьшение длительности импульса лазерного излучения и увеличение диаметра фокального пятна, напротив, приводит к более равномерному разогреву порошкового слоя, при этом поверхность частиц уже не оплавляется, так как тепловая энергия эффективно отводится в объем материала. Наблюдаемое сокращение доли образовавшейся жидкой фазы не позволяет осуществить консолидацию частиц посредством образования жидкофазных мостиков, и процесс идет по пути диффузионного спекания в твердой фазе.

Изменение морфологии поверхности частиц порошка и снижение величины коэффициента отражения по сравнению с величиной коэффициента отражения исходных частиц приводят к увеличению температуры поверхности монослоя на 30–100 К. При этом происходит более интенсивное образование жидкой фазы на поверхности частиц порошка, что существенно влияет на кинетику образования межчастичных контактов. Уменьшение мощности лазерного излучения или увеличение диаметра фокального пятна позволяют снизить перегрев области лазерного воздействия и уменьшить энергозатраты при спекании.

4.2.2. Исследование влияния параметров импульсного лазерного воздействия на структуру и свойства порошковых материалов

К регулируемым технологическим параметрам импульсного лазерного воздействия при получении экспериментальных образцов порошковых ФГМ относятся: средняя мощность одиночного им-

пульса лазерного излучения P ; длительность импульса τ ; частота следования импульсов f ; диаметр лазерного пятна D ; скорость сканирования лазерного луча V ; шаг сканирования t .

Проведенное исследование градиентов температур в зоне воздействия одиночного импульса лазерного излучения показало, что консолидация частиц сферического титана ВТ1-00 при отсутствии полного расплавления материала частиц возможна при средней мощности лазерного излучения в диапазоне 30–150 Вт, длительности – в диапазоне 1–6 мс, расфокусированным лучом с диаметром фокального пятна 1 мм.

Конструктивные особенности установки порошковой лазерной стереолитографии, на которой проводились исследования получения порошковых ФГМ путем импульсного лазерного воздействия, предполагает использование сканирования лазерного луча по поверхности порошковой насыпки по криволинейной траектории (предпочтительно – окружности) с линейной скоростью V и частотой следования импульсов f .

Скорость сканирования лазерного луча V в совокупности с частотой следования импульсов f влияет на количество импульсов, а значит и количество энергии, приходящихся на единицу площади (рис. 4.22, а).

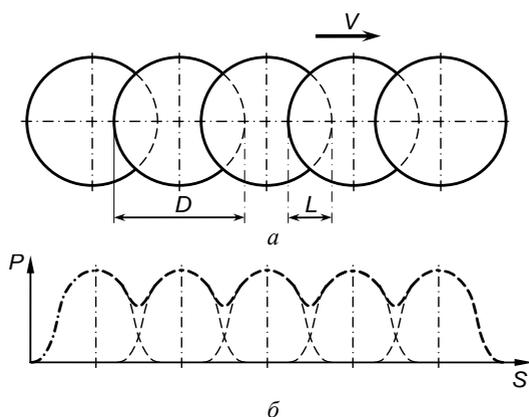


Рис. 4.22. Схема перекрытия фокальных пятен и распределение мощности лазерного излучения вдоль траектории сканирования:

a – схема перекрытия; b – распределение мощности

V – скорость сканирования; D – диаметр фокальных пятен; L – длина перекрытия пятен; P – мощность лазерного излучения; S – перемещение при сканировании

$$V = fD(1-k), \quad (5.1)$$

где $k = L/D$ – коэффициент перекрытия фокальных пятен ($k \leq 1$).

Шаг сканирования t , т. е. расстояние между соседними траекториями движения лазерного луча, также необходимо выбирать с учетом перекрытия фокальных пятен.

Так как при генерации лазерного излучения его интенсивность по площади фокального пятна распределяется по закону Гаусса, то очевидно, что можно подобрать такую скорость сканирования, при которой количество подведенной энергии равномерно распределится вдоль траектории перемещения центра лазерного луча при сканировании (рис. 4.22, б). При этом создаются условия для осуществления непрерывного плавления поверхности частиц в слое порошка импульсным лазерным излучением, в результате чего формируется зона плавления, связанная с движением луча лазера по заданной траектории, распределение температуры вдоль которой неравномерно (рис. 4.23).

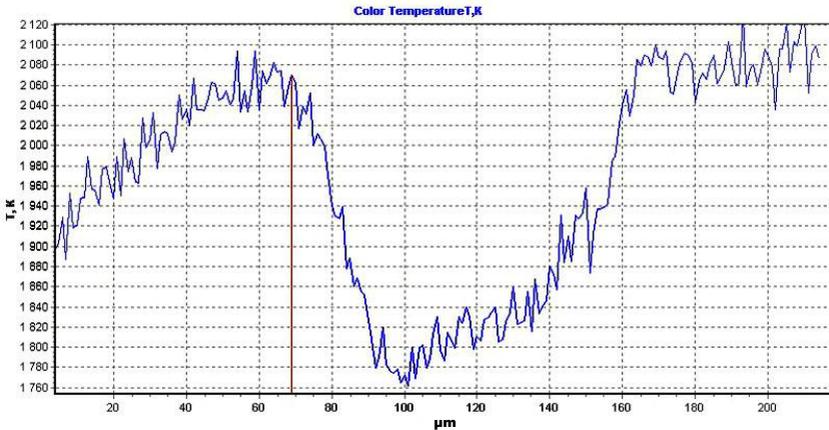


Рис. 4.23. Распределение температуры на поверхности монослоя сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм вдоль траектории сканирования лазерного луча при воздействии импульса лазерного излучения мощностью 120 Вт длительностью 5 мкс с диаметром фокального пятна 1 мм

Необходимая скорость сканирования также выбирается, исходя из отражающей способности частиц порошка и температуры плавления материала частиц – для частиц с большим коэффициентом отражения из более тугоплавких материалов необходимо уменьшать скорость сканирования и, наоборот, для частиц с меньшим коэффициентом отражения из легкоплавких материалов – увеличивать.

Установлено, что низкие скорости сканирования при коэффициенте перекрытия $k > 0,5$ при высоких значениях средней мощности лазерного излучения ($P = 120\text{--}150$ Вт) и длительности импульса ($\tau = 4\text{--}6$ мс) приводят к расплавлению частиц в монослое порошка, сопровождающемуся образованием отдельных более крупных капель (рис. 4.24) при сохранении пористой структуры слоя.



Рис. 4.24. Фрагменты монослоя сферических частиц титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм, полученные в результате импульсного лазерного воздействия средней мощностью 120 Вт при разных скоростях сканирования:

а – образование капель при скорости сканирования 1 мм/с;

б – структура монослоя при скорости сканирования 7 мм/с

Полученные в результате импульсного лазерного воздействия многослойные пористые экспериментальные образцы вне зависимости от состояния поверхности исходных порошков, имели характерный металлический блеск и цвет, аналогичный порошкам в состоянии поставки (рис. 4.25, *а*). В результате сканирования лазерным лучом по поверхности порошкового слоя, происходил разогрев частиц порошка, приводящий к расплавлению их поверхности и образованию жидкометаллических контактных шеек. При этом форма частиц порошка оставалась практически неизменной (рис. 4.25, *б*), что говорит о сохранении твердого ядра частиц.

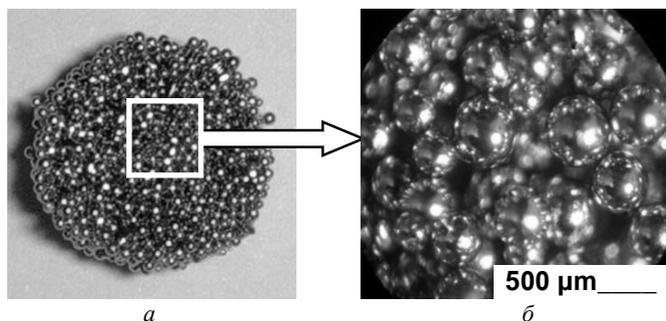


Рис. 4.25. Экспериментальный образец из сферического порошка титана VT1-00 гранулометрического состава $(-0,4+0,315)$ мм после импульсного лазерного воздействия:
a – внешний вид; *б* – структура поверхности

Поверхность экспериментальных образцов, независимо от состояния поверхности исходных порошков, после импульсного лазерного воздействия приобретала металлический блеск и цвет, аналогичный блеску и цвету порошков в состоянии поставки. Результаты измерений коэффициента отражения поверхности образцов (табл. 4.6) показывают, что их оптические свойства имели примерно одинаковые значения, на основании чего можно сделать вывод, что, скорее всего, происходит растворение оксидной пленки титана в жидкой фазе, возникающей на поверхности частиц, подвергшихся разогреву при импульсном лазерном воздействии в вакууме или в аргоне [363].

Таблица 4.6

Значения коэффициентов отражения поверхности образцов из сферических порошков титана VT1-00 с различной морфологией поверхности после импульсного лазерного воздействия

Состояние поверхности	Размер частиц, мм	Коэффициент отражения R , %
В состоянии поставки	$-0,315+0,2$	20,3
	$-0,4+0,315$	22,7
Окисленная поверхность	$-0,315+0,2$	20,5
	$-0,4+0,315$	22,5
Протравленная поверхность	$-0,315+0,2$	20,1
	$-0,4+0,315$	22,9

Как показывают металлографические исследования, при импульсном лазерном воздействии контактообразование между частицами порошка каждого отдельного слоя идет по механизму жидкофазного спекания. Под действием энергии лазерного излучения поверхность частиц порошка оплавляется и происходит их слияние друг с другом, сопровождаемое растеканием жидкой фазы в горизонтальном направлении. При этом преимущественное образование контактных шеек происходит на глубину проникновения лазерного луча в просветы между частицами порошка (рис. 4.26, *а*). Измельчение зерна в контактных зонах частиц говорит о быстром разогреве-остывании материала. В то же время механизм контактообразования между слоями порошка скорее диффузионный, о чем свидетельствуют сравнительно небольшие размеры контактных шеек между частицами верхнего и нижнего слоев и рост зерна внутри частиц порошка (рис. 4.26, *б*).

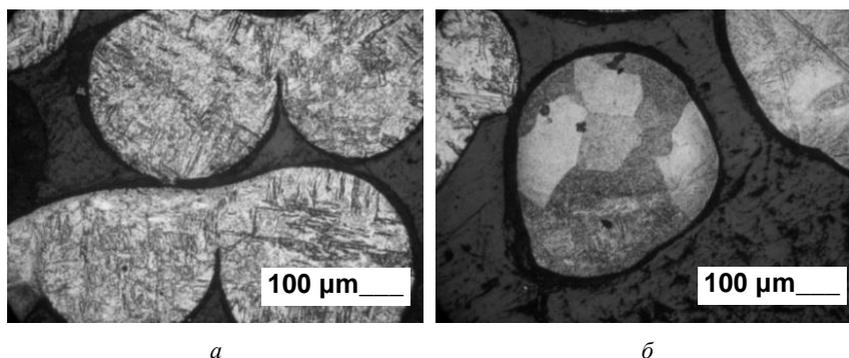


Рис. 4.26. Контактные шейки и микроструктура частиц в различных сечениях двухслойного образца из сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава (-0,4+0,315) мм после импульсного лазерного воздействия:
а – поперечное сечение; *б* – продольное сечение нижнего слоя

Установлено, что чем меньше размер частиц порошка, тем более сильному оплавлению подвергается их поверхность при одних и тех же технологических режимах импульсного лазерного воздействия (рис. 4.27).

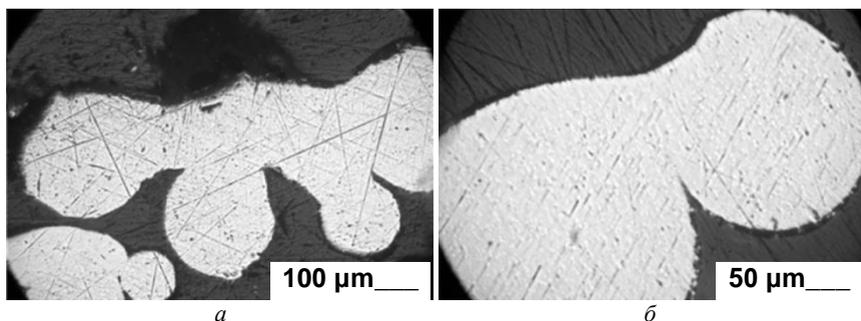


Рис. 4.27. Структура поперечного сечения двухслойных образцов из сферического порошка титана ВТ1-00 разного гранулометрического состава после импульсного лазерного воздействия (не травленая):

$a - (-0,315+0,2)$ мм; $b - (-0,4+0,315)$ мм

Эксперименты выявили существенный эффект влияния частоты следования импульсов лазерного излучения на процесс контактообразования частиц. Фактически частота следования импульсов определяет количество импульсов излучения, приходящихся на единицу площади порошкового слоя при заданной скорости сканирования лазерного луча, т. е. определяет количество подведенной энергии в порошковый слой. При этом необходимо учитывать, что изменение частоты следования импульсов оказывает влияние на распределение генерируемой мощности лазерного излучения в течение импульса. С уменьшением частоты резко возрастает пиковое значение мощности лазерных импульсов, что приводит к перегреву области фокального пятна и интенсивному испарению материала с поверхности частиц порошка, при котором наблюдается существенное снижение доли образовавшейся жидкой фазы. Увеличение частоты следования импульсов приводит к более равномерному разогреву порошкового слоя, при этом резко сокращаются скорости нагрева и охлаждения частиц. Количество жидкой фазы на поверхности частиц сокращается, так как тепловая энергия эффективно отводится в объем материала.

Скорость сканирования лазерного луча в совокупности с частотой следования импульсов определяет величину коэффициента перекрытия фокальных пятен на поверхности порошкового слоя. Эксперименты показали, что увеличение скорости сканирования от 1 до 9 мм/с при частоте следования импульсов 10 Гц и мощности излуче-

ния 90–120 Вт приводит к уменьшению глубины расплавленного слоя на поверхности образца в 2,5 раза. При этом ширина трека на поверхности порошкового слоя уменьшается в 1,6 раза. Таким образом, изменяя скорость сканирования лазерного луча, можно эффективно управлять структурой и свойствами получаемого порошкового ФГМ, поскольку это позволяет изменять скорость нагрева частиц порошка и, соответственно, скорость кристаллизации, оказывая влияние на окончательную макро-, микроструктуру и свойства получаемого образца.

Морфология поверхности частиц порошка, главным образом ее коэффициент отражения, влияет на глубину проникновения лазерного излучения в верхний слой порошка. Коэффициент отражения, в конечном счете, определяет кинетику контактообразования между частицами верхнего и нижнего слоев или между частицами верхнего слоя и подложкой. По мере движения луча вдоль поверхности верхнего слоя порошка нижний порошковый слой или подложка постепенно прогреваются и между ними и частицами порошка верхнего слоя возникают контактные шейки. Глубина зоны контактообразования увеличивается, что позволяет создавать порошковые слои с заданной структурой и свойствами, как на поверхности нижнего слоя, так и на поверхности компактной подложки.

Кроме коэффициента отражения глубина проникновения лазерного излучения в верхний слой порошка зависит от его пористости, размера и формы пор, коэффициента поглощения лазерного излучения поверхностью частиц нижнего слоя порошка и т. д. Эти параметры могут значительно изменяться в различных партиях порошка, плохо регулируются и должны оцениваться экспериментально в каждом отдельном случае.

Анализ процесса контактообразования порошка при импульсном лазерном воздействии позволил выделить из набора технологических параметров несколько основных, наиболее сильно влияющих на структуру и свойства получаемого ФГМ. В качестве основных управляющих параметров процесса лучше использовать среднюю мощность одиночного импульса и скорость сканирования лазерного луча, а изменение длительности и частоты следования импульсов применять в качестве дополнительного. Важным параметром является глубина проникновения лазерного излучения, которая, в отличие от основных параметров, не является легко регулируемой, поскольку

зависит от способов подготовки порошка перед обработкой. Тем не менее, учет этого параметра необходим при задании основных технологических параметров импульсного лазерного воздействия.

Установлено, что при скоростях сканирования лазерного луча менее 5 мм/с и средней мощности лазерного излучения 120–150 Вт при длительности импульса более 6 мс в верхнем слое спекаемого порошка могут возникать деформации и трещины (рис. 4.28). Это объясняется тем, что формирование каждого слоя представляет собой кристаллизацию части материала частиц из жидкой фазы в условиях высокого градиента температуры, сопровождающуюся возникновением значительных растягивающих напряжений.

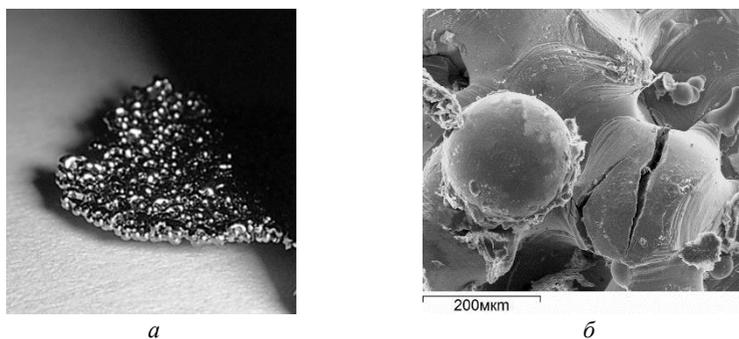


Рис. 4.28. Дефекты спеченного монослоя сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм после импульсного лазерного воздействия:
a – деформация спеченного монослоя; *б* – возникновение микротрещин

Попытка уменьшения градиента термических полей путем предварительного подогрева порошка перед осуществлением импульсного лазерного воздействия не принесла видимых результатов. Некоторое снижение внутренних напряжений было получено при средней мощности импульса лазерного излучения 60–120 Вт и скорости сканирования лазерного луча 5–9 мм/с при значении длительности импульса 3 мс. Увеличение количества наращиваемых слоев препятствует деформации получаемого пористого материала, однако не позволяет устранить до конца причины возникновения внутренних напряжений, снять которые возможно при проведении финишной термообработки.

Проведенное исследование позволило установить диапазоны регулирования технологических параметров импульсного лазерного воздействия, при которых происходит жидкофазное спекание частиц порошка титана ВТ1-00 при сохранении твердого ядра.

Исследование влияния технологических параметров импульсного лазерного воздействия на структуру и свойства порошковых ФГМ проводили в диапазонах средней мощности $P = 60\text{--}120$ Вт и скорости сканирования $V = 5\text{--}9$ мм/с при частоте следования импульсов $f = 10$ Гц и длительности импульса $\tau = 3$ мс. В заданном диапазоне скорости сканирования при диаметре лазерного пятна $D = 1$ мм коэффициент перекрытия лазерных пятен k составлял от 0,1 до 0,5 при шаге сканирования $t = 0,8$ мм. В указанных диапазонах из исследуемых порошков титана ВТ1-00 были получены пористые экспериментальные образцы диаметром 10 мм и высотой 12 мм (рис. 4.29) однородные и с чередующимися по высоте слоями из порошков с разным фракционным составом. В качестве подложки использовали титановый лист марки ВТ1-00 толщиной 2 мм.



Рис. 4.29. Многослойный пористый образец из сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм:
a – внешний вид; *б* – поперечный излом

Полученные зависимости относительной пористости образцов от средней мощности импульса лазерного излучения при разных значениях скорости сканирования (рис. 4.30) и от скорости сканирования лазерного луча при разных значениях средней мощности импульса лазерного излучения (рис. 4.31) позволили определить диапазоны регулирования основных параметров процесса спекания с целью получения требуемого градиента относительной пористости.

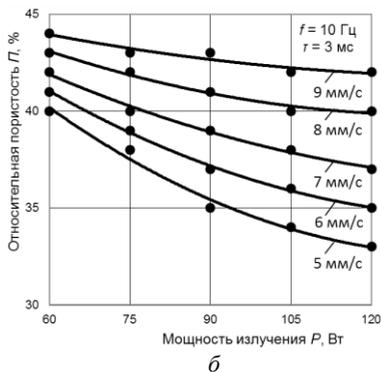
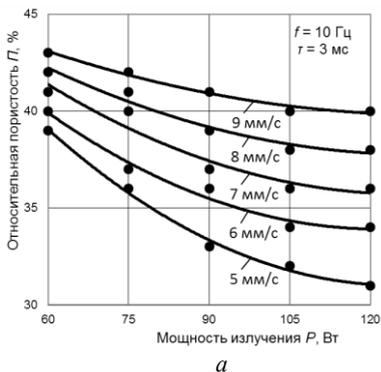


Рис. 4.30. Зависимости относительной пористости образцов из сферического порошка титана ВТ1-00 различного гранулометрического состава от мощности импульса лазерного излучения с диаметром фокального пятна 1 мм при разных скоростях сканирования:
 $a - (-0,315+0,2)$ мм; $b - (-0,4+0,315)$ мм

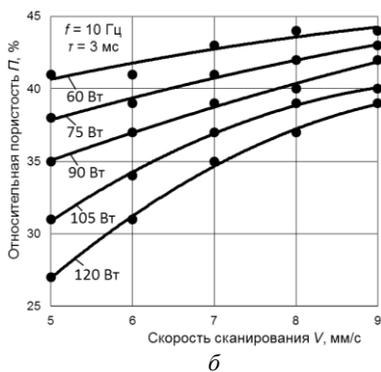
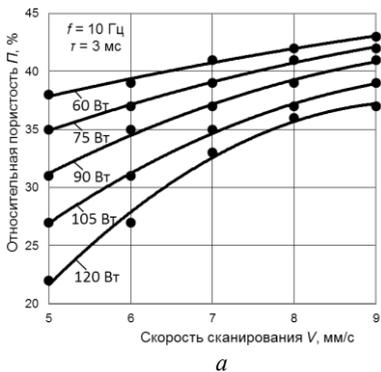


Рис. 4.31. Зависимости относительной пористости образцов из сферического порошка титана ВТ1-00 разного гранулометрического состава от скорости сканирования лазерного луча с диаметром фокального пятна 1 мм при разной мощности импульса лазерного излучения:
 $a - (-0,315+0,2)$ мм; $b - (-0,4+0,315)$ мм

Анализ полученных зависимостей показывает, что повышение средней мощности импульса лазерного излучения P от 60 до 120 Вт при фиксированных значениях частоты следования лазерных импульсов $f = 10$ Гц и их длительности $\tau = 3$ мс приводит к уменьшению

величины относительной пористости образцов из сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм с 43 до 40 % при скорости сканирования лазерного луча $V = 9$ мм/с и с 39 до 31 % при скорости сканирования лазерного луча $V = 5$ мм/с. Аналогичная картина наблюдается при получении образцов из сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,4+0,315)$ мм. При повышении средней мощности импульса лазерного излучения величина относительной пористости уменьшается с 44 до 42 % при скорости сканирования лазерного луча $V = 9$ мм/с и с 40 до 33 % при скорости сканирования лазерного луча $V = 5$ мм/с. При этом величина относительной пористости образцов из порошка более крупного размера изменяется в меньших пределах, что объясняется необходимостью больших энергозатрат на разогрев порошкового слоя и более эффективным теплоотводом с поверхности крупных частиц по сравнению с мелкими.

Увеличение скорости сканирования, наоборот, приводит к повышению пористости образцов из порошков обоих исследуемых гранулометрических составов. Это объясняется уменьшением коэффициента перекрытия фокальных пятен k с 0,5 до 0,1 при фиксированном значении частоты следования лазерных импульсов $f = 10$ Гц, что приводит к уменьшению удельной энергии импульса лазерного излучения, снижению интенсивности разогрева поверхности порошкового слоя и препятствует протеканию процесса контактообразования.

Исследование механических свойств позволило установить зависимости предела прочности на сжатие пористых образцов из сферического порошка титана ВТ1-00 различного гранулометрического состава от мощности импульса лазерного излучения (рис. 4.32, *а*) и скорости сканирования (рис. 4.32, *б*) лазерного луча с диаметром фокального пятна 1 мм.

Из полученных результатов видно, что с увеличением средней мощности импульса лазерного излучения и с уменьшением скорости сканирования лазерного луча в исследуемых диапазонах значения предела прочности на сжатие увеличиваются на 50–76 %, причем это увеличение не является монотонным. При значениях средней мощности импульса лазерного излучения 120–150 Вт и значениях скорости сканирования 0–5 мм/с наблюдалось даже некоторое снижение прочности, объясняемое коагуляцией расплавленных частиц в крупные капли, температурной деформацией и растрескиванием получаемых образцов.

Вызванные этими явлениями нарушения геометрической формы и размеров не всегда позволяло определить прочностные свойства образцов.

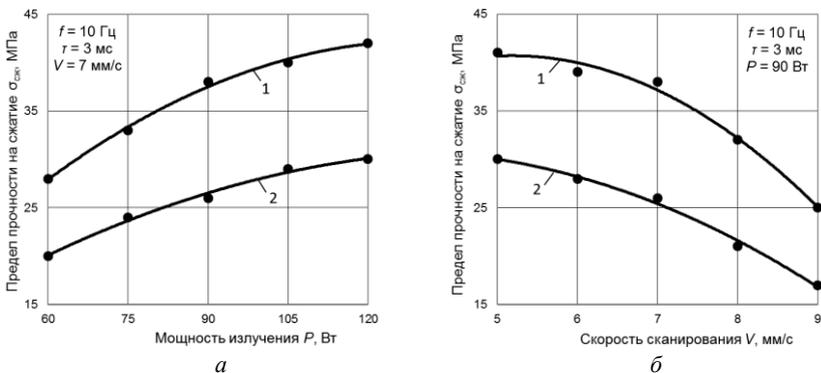


Рис. 4.32. Зависимости предела прочности на сжатие пористых образцов из сферического порошка титана ВТ1-00 различного гранулометрического состава от мощности импульса лазерного излучения и скорости сканирования лазерного луча с диаметром фокального пятна 1 мм:

a – мощность импульса; b – скорость сканирования

1 – $(-0,315+0,2)$ мм; 2 – $(-0,4+0,315)$ мм

Изучение прочности сцепления порошкового слоя с подложкой из компактного титана ВТ1-00 после импульсного лазерного воздействия позволило установить, что применяемые для получения порошковых ФГМ технологические параметры не могут быть использованы для надежного закрепления порошкового слоя на титановой подложке. Прочность контактов между частицами порошка первого слоя и титановой подложкой оказалась значительно меньше, чем между частицами порошка лежащих выше слоев (рис. 4.33, кривые 1 и 2). По-видимому, это объясняется недостаточным образованием жидкой фазы из-за быстрого отвода тепловой энергии лазерного излучения с поверхности вглубь подложки. Обозначенные пунктиром зоны на кривых говорят о разрушении образцов ФГМ при их извлечении из технологической камеры установки СЛС. Попытки усиления интенсивности процесса тепловыделения путем изменения оптических свойств, макро- и микроструктуры поверхности подложки не дали положительного результата.

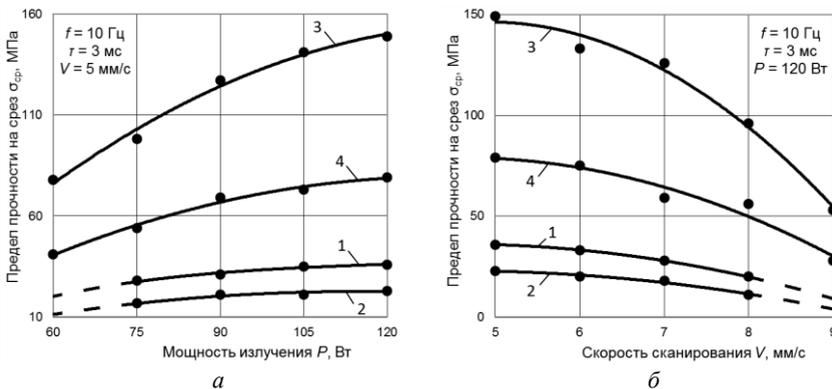


Рис. 4.33. Зависимости предела прочности на срез образцов ФГМ из сферического порошка титана ВТ1-00 разного гранулометрического состава на компактной подложке от мощности импульса лазерного излучения и скорости сканирования лазерного луча с разным диаметром фокального пятна:
a – мощность импульса; *б* – скорость сканирования
 1, 3 – $(-0,315 \pm 0,2)$ мм; 2, 4 – $(-0,4 \pm 0,315)$ мм
 1, 2 – диаметр фокального пятна 1 мм; 1, 2 – диаметр фокального пятна 0,5 мм

Увеличение средней мощности импульса лазерного излучения до 120-150 Вт и уменьшение скорости сканирования лазерного луча до менее 5 мм/с привело к полному расплавлению частиц порошкового слоя на поверхности подложки (рис. 4.34), не расплавив ее поверхность.

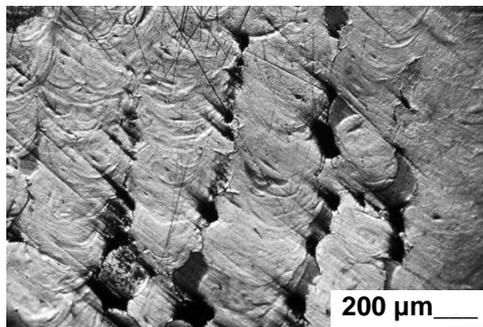


Рис. 4.34. Расплавление поверхности монослоя сферических частиц титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315 \pm 0,2)$ мм на подложке из титана ВТ1-00

Решить проблему позволила фокусировка лазерного луча до диаметра пятна 0,5 мм. Образующиеся при этом дефекты (кратеры) на поверхности частиц порошка первого слоя можно перекрыть путем нанесения последующих слоев, спекаемых расфокусированным до диаметра 1 мм лазерным лучом.

Экспериментальные образцы ФГМ, полученные путем сканирования первого слоя частиц лазерным лучом с диаметром фокального пятна $D = 0,5$ мм, а последующих слоев – лазерным лучом с диаметром фокального пятна $D = 1$ мм, показали повышение предела прочности на срез в 2–4 раза (рис. 4.33, кривые 3 и 4).

Повышенная прочность сцепления с подложкой более мелких частиц порошка объясняется большим относительным количеством жидкой фазы, образующимся в результате импульсного лазерного воздействия с одной и той же удельной энергией импульса. Эту закономерность можно использовать при создании слоистых ФГМ на компактной подложке путем последовательного нанесения слоев с все более крупным размером частиц по мере удаления от подложки.

4.2.3. Исследования микроструктуры порошковых материалов, полученных импульсным лазерным воздействием

С целью изучения кинетики образования и роста межчастичных контактов при импульсном лазерном воздействии был проведен электронографический и металлографический анализ образцов пористого и компактно-пористого материала.

При изучении результатов импульсного лазерного воздействия на монослой частиц порошка титана хорошо видно (рис. 4.35), что большинство частиц порошка сохранили свою сферическую форму и соединены друг с другом контактными шейками, образовав пористую структуру, что подтверждает идею поверхностного нагрева и оплавления лучом лазера.

Механизм такого образования контактов между частицами подтверждается сравнительными исследованиями микроструктуры исходных порошков и пористых образцов (рис. 4.36). В отличие от микроструктуры сферических частиц исходного порошка титана ВТ1-00, состоящей из тонких первичных зерен α -фазы (темные), заключенных в матрице из мартенситных зерен β -фазы (светлые), микроструктура поверхности частиц пористых образцов состоит из более грубых

первичных зерен α -фазы игольчатой формы. Большая часть зерен β -фазы в центре частиц сохраняется, а часть, на поверхности, трансформируется через мартенситное превращение в α' -фазу. Эта так называемая видманштеттова микроструктура соответствует охлаждению с высокой скоростью в области температур полиморфного превращения.

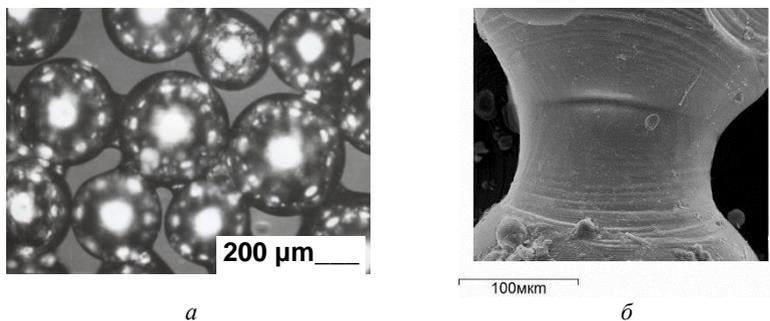


Рис. 4.35. Контактные шейки между сферическими частицами титана ВТ1-00 после импульсного лазерного воздействия:
a – структура порошкового слоя; *б* – контактная шейка между частицами

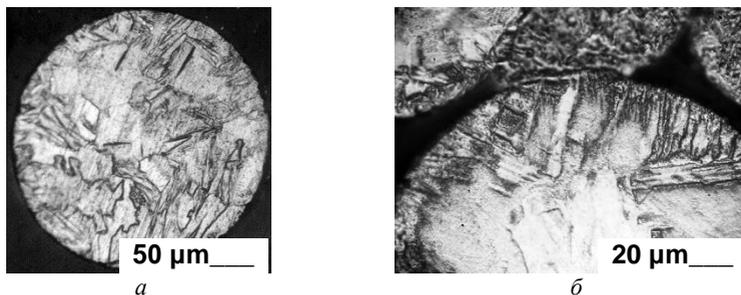


Рис. 4.36. Микроструктура сферических частиц порошка титана ВТ1-00 до и после импульсного лазерного воздействия:
a – исходная частица; *б* – частица после воздействия

В результате оплавления поверхности частиц лучом лазера и последующей рекристаллизации происходит измельчение зёрненной структуры титана на поверхности частиц порошка (рис. 4.36, *б*), что свидетельствует о том, что образование контактной шейки при им-

пульсном лазерном воздействии происходит за счет поверхностного оплавления частиц порошка с сохранением твердой фазы в центре.

Проведенные электронографические и металлографические исследования позволили получить информацию об изменениях структуры и свойств исходных материалов при воздействии импульсного лазерного излучения на частицы порошка и подложку. Показано, что в результате воздействия импульсного лазерного излучения на первый слой частиц порошка, расположенный на поверхности подложки, в результате подвода высокой плотности тепловой энергии происходит поверхностное расплавление частиц при сохранении твердого ядра (рис. 4.37, *a*).

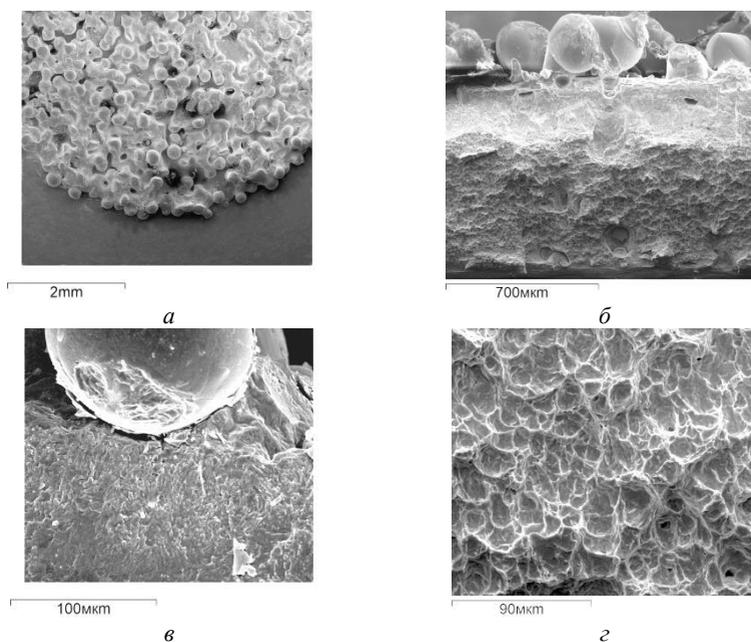


Рис. 4.37. Поверхность и структуры излома слоя сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм на подложке из титана ВТ1-00 после импульсного лазерного воздействия:
a – поверхность порошкового слоя; *б* – градиентная переходная зона между порошковым слоем и подложкой; *в* – мелкозернистая структура переходной зоны подложки; *г* – исходная структура подложки

Часть лазерного излучения, проникающего в просветы между частями, разогревает и расплавляет локальные участки поверхности подложки, что приводит к образованию жидкометаллических шеек между частицами и подложкой (рис. 4.37, б). При этом на глубину примерно равную диаметру частиц от поверхности подложки образуется зона термического воздействия, имеющая более мелкозернистую неравновесную структуру (рис. 4.37, в), сильно отличающуюся от исходной ячеистой структуры титановой подложки (рис. 4.37, г).

Поверхность частиц порошка под воздействием сфокусированного до диаметра 0,5 мм лазерного луча сильно оплавляется и теряет свою первоначальную форму, на ней образуются кратеры (рис. 4.38, а). Расплавленный материал частиц проникает в материал подложки, образуя зоны проплавления иногда на глубину, равную диаметру частиц (рис. 4.38, б).

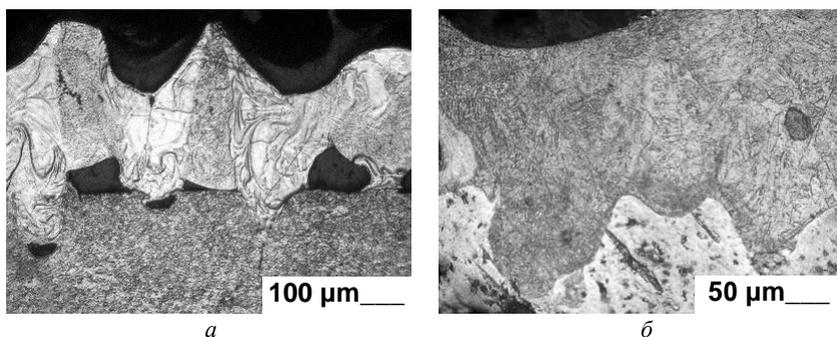


Рис. 4.38. Микроструктура зоны контактов частиц монослоя сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм на подложке из титана ВТ1-00 после импульсного лазерного воздействия сфокусированным до диаметра 0,5 мм лазерным лучом:
а – изменение формы частиц; *б* – зона контакта частицы с подложкой

В дополнение к исследованиям микроструктуры были проведены измерения микротвердости по Виккерсу при нагрузке 100 г частиц исходных сферических порошков титана ВТ1-00 и образцов ФГМ. Исходный порошок показал значения микротвердости H_V 1,87–2,21 ГПа, компактная подложка – 1,63–1,83 ГПа, что близко совпадает с известными значениями 1,8–2,0 ГПа [364]. Измеренные значения микротвердости частиц порошкового материала и контактных шеек между

ними (рис. 4.39), а также значения микротвердости компактно-пористого материала в различных зонах (рис. 4.40) сведены в табл. 4.7.

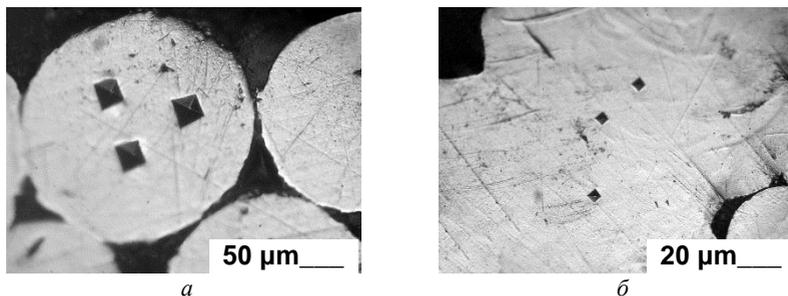


Рис. 4.39. Измерения микротвердости сферических частиц титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм и зоны контакта между ними после импульсного лазерного воздействия расфокусированным до диаметра 1 мм лазерным лучом:

а – частица порошкового слоя; *б* – зона контакта между частицами

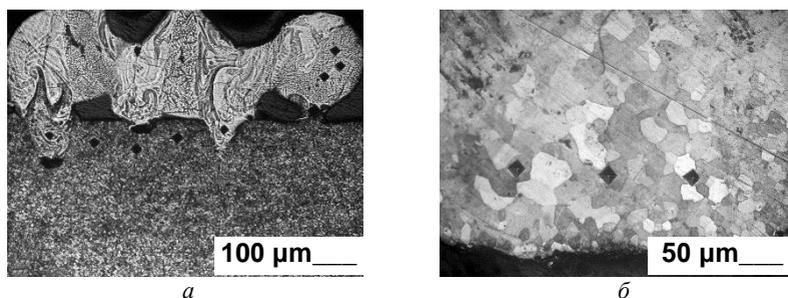


Рис. 4.40. Измерения микротвердости сферических частиц титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм на подложке из титана ВТ1-00 после импульсного лазерного воздействия сфокусированным до диаметра 0,5 мм лазерным лучом:

а – зона контактов частиц и подложки; *б* – нижняя часть подложки

Значения микротвердости различных структурных зон, указанные в табл. 4.7, подтверждают предложенный механизм контактообразования при импульсном лазерном воздействии. Существенное увеличение микротвердости отдельных структурных зон материала, подвергшихся полному расплавлению и быстрому остыванию, и сохранение ее исходных значений в зонах, избежавших высокотемпе-

ратурного воздействия, подтверждает существование механизма контактообразования в условиях поверхностного оплавления частиц порошка при сохранении твердой центральной части, что приводит к образованию межчастичных контактов в присутствии жидкой фазы. Увеличение микротвердости материала контактных шеек между частицами на 32–44 % по сравнению с микротвердостью материала исходных частиц порошка и образование мелкозернистой субструктуры с повышенной микротвердостью на поверхности частиц в результате импульсного лазерного воздействия говорит о возможности получения метастабильных структур. Сохранение относительного количества жидкой фазы на поверхности частиц и образование переходной зоны с градиентом микротвердости 6,1–6,3 ГПа/мм между частицами и компактной подложкой позволяет целенаправленно создавать зоны с повышенными физико-механическими свойствами, что открывает дополнительные перспективы для разработки новых ФГМ.

Таблица 4.7

Значения микротвердости исходных материалов и образцов ФГМ в различных структурных зонах

Зона измерения	Величина микротвердости Hv, ГПа
Частица порошка	1,87-2,21
Подложка	1,63-1,83
Частица порошкового ФГМ: - на поверхности;	2,64-2,96
- в центре	1,83-2,24
Зона контакта между частицами порошкового ФГМ	2,82-3,11
Частица порошкового слоя на подложке ФГМ	2,39-2,76
Подложка ФГМ: - под пористым слоем;	1,74-1,98
- снизу	1,59-1,76
Зона контакта между частицей и подложкой ФГМ	2,85-2,99
Зона контакта между частицами ФГМ	2,44-2,75

Изложенные результаты убедительно показывают, что реализация процесса СЛС в условиях расфокусированного луча позволяет не только получать ФГМ с заданным комплексом эксплуатационных характеристик, но и существенно снизить временные и энергетические затраты при изготовлении из них изделий.

5. ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМ ПЛАЗМЕННЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ

5.1. Технологическое оборудование, методики контроля параметров импульсного плазменного воздействия и свойств экспериментальных образцов

Экспериментальные исследования процесса импульсного плазменного модифицирования (ИПМ) поверхностных слоев материалов проводили на специально разработанной и изготовленной установке (рис. 5.1), в основу которой положен способ [160] генерации импульсной плазмы в воздухе при атмосферном давлении, заключающийся в электродинамическом ускорении непрерывного плазменного потока в кольцевом канале коаксиального плазменного ускорителя.

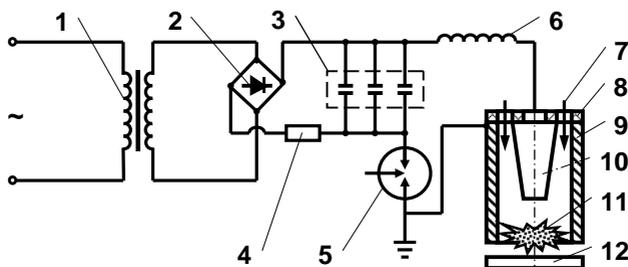


Рис. 5.1. Функциональная схема установки ИПМ:

1 – повышающий трансформатор; 2 – выпрямитель; 3 – емкостный накопитель энергии; 4 – ограничивающий резистор; 5 – вакуумный разрядник; 6 – катушка индуктивности; 7 – ионизированный воздушный поток; 8 – диэлектрическое кольцо; 9 – анод; 10 – катод; 11 – плазменный сгусток; 12 – обрабатываемое изделие

Генерация импульсной плазмы в установке ИПМ осуществляется следующим образом. Емкостные накопители энергии 3 через повышающий трансформатор 1 и выпрямитель 2 заряжаются до заданного напряжения, при этом вакуумный разрядник 5 закрыт и разрядная цепь разомкнута. Ионизированный воздушный поток 7, создаваемый плазмотронами непрерывного действия, поступает через отверстия в диэлектрическом кольце 8 в кольцевой зазор между анодом 9 и ка-

тодом 10 плазменного ускорителя. При достижении заданной величины напряжения на емкостных накопителях энергии 3 вакуумный разрядник 5 открывается, разрядная цепь замыкается и через катушку индуктивности 6 подается высокое напряжение, вызывающее периодический радиальный пробой межэлектродного промежутка между анодом 9 и катодом 10 в наиболее узком месте, сопровождающийся осевым ускорением образующегося плазменного сгустка 11 в межэлектродном промежутке. Возникший плазменный сгусток 11 направляется на поверхность обрабатываемого изделия 12 в виде плазменной струи практически цилиндрической формы.

Разработанная для проведения исследований установка ИПМ (рис. 5.2) включает постоянно действующий источник воздушной плазмы 1 (дуговой плазматрон 1.1 с автономным блоком питания 1.2), высоковольтный разрядный блок с модулем управления 2 и плазменный ускоритель 3. Плазменный ускоритель 3 состоит из ионизатора 3.1, внутрь которого направлена струя воздушной плазмы от дугового плазматрона 1.1, и ускорительной камеры 3.2. Выход высоковольтного разрядного блока 2 соединен с коаксиальными электродами ускорительной камеры 3.2.

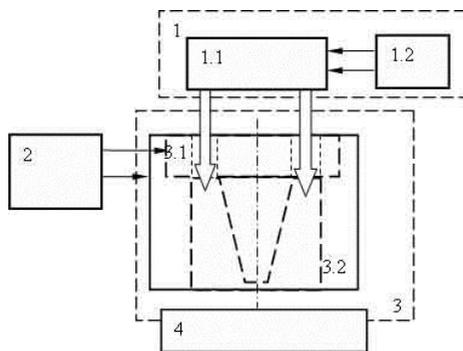


Рис. 5.2. Структурная схема установки ИПМ:

1 – постоянно действующий источник воздушной плазмы (1.1 – электродуговой плазматрон; 1.2 – автономный блок питания); 2 – высоковольтный разрядный блок с модулем управления; 3 – плазменный ускоритель (3.1 – ионизатор; 3.2 – ускорительная камера); 4 – модифицируемая поверхность

При работе установки в ионизатор 3.1 с помощью электродугового плазматрона 1.1 постоянно подается ионизированный воздуш-

ный поток. На коаксиальные электроды ускорительной камеры 3.2 периодически подается импульсное напряжение от высоковольтного разрядного блока 2, в результате чего в ней возникает переменное электромагнитное поле с азимутальной магнитной составляющей. Благодаря специальной конструкции ускорительной камеры 3.2 потоки воздушной плазмы разогреваются и ускоряются, обеспечивая импульсное плазменное воздействие на модифицируемую поверхность 4. Электронный модуль управления высоковольтного разрядного блока 2 обеспечивает задание требуемых значений напряжения, амплитуды, количества и частоты электрических импульсов.

Конструктивно установка ИПМ [365–367] состоит из двух основных блоков: технологического блока 1 и высоковольтного разрядного блока 2 с модулем управления (рис. 5.3).



Рис. 5.3. Основные конструктивные блоки установки ИПМ:
1 – технологический блок; 2 – высоковольтный разрядный блок
с модулем управления

Технологический блок включает звукоизоляционный модуль с плазменным ускорителем [368–370], постоянно действующий источник ионизированного воздушного потока, состоящий из трех воздушных плазмотронов непрерывного действия, устройство охлаждения плазменного ускорителя и устройство перемещения обрабатываемого изделия.

Высоковольтный разрядный блок с модулем управления (рис. 5.4) является важнейшим элементом установки ИПМ и предназначен для периодической подачи импульсов высокого напряжения до 3 кВ

с частотой до 10 Гц на коаксиальные электроды ускорительной камеры, обеспечения оптимального режима разряда накопителя и управления режимами воздействия плазменного потока на материалы.

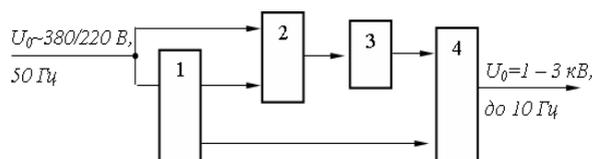


Рис. 5.4. Структурная схема высоковольтного разрядного блока с модулем управления:

- 1 – модуль управления; 2 – высоковольтный преобразователь;
 3 – емкостной накопитель; 4 – коммутатор; U_0 – действующее напряжение сети переменного тока; U – амплитуда высоковольтного напряжения

В конструкции высоковольтного разрядного блока реализована схема [371], согласующая между собой взаимодействие таких функциональных элементов, как модуль управления 1, высоковольтный преобразователь напряжения 2, емкостной накопитель 3, коммутатор 4. При этом модуль управления 1 обеспечивает не только синхронизацию работы конструктивных элементов высоковольтного разрядного блока, но и с их помощью задает алгоритм подачи импульсов высокого напряжения на коаксиальные электроды плазменного ускорителя установки ИПМ. В процессе работы высоковольтного разрядного блока модуль управления 1 и высоковольтный преобразователь 2 обеспечивают преобразование сетевого напряжения переменного тока промышленной частоты в высоковольтное напряжение и регулировку его амплитуды, частоты и длительности. Кроме того, модуль управления 1 с учетом длительности зарядки емкостного накопителя 3 производит переключение коммутатора 4, что обеспечивает получение на коаксиальных электродах плазменного ускорителя установки ИПМ импульсов высокого напряжения с предельными для разрядной цепи частотами повторения импульсов.

Известные [372] высоковольтные блоки питания плазменных ускорителей, как правило, содержат один высоковольтный источник питания накопителя электрической энергии, что ограничивает энергетические и особенно частотные характеристики ускорителей. При скоростях зарядки около 1 кДж/с частота генерации импульсных плазменных потоков не превышает 0,1 Гц при напряжениях разряда

3–5 кВ и энергиях разряда около 10 кДж. Создание более мощных источников питания при выходных напряжениях 3 кВ и более представляет сложную техническую задачу.

Разработанный высоковольтный разрядный блок с модулем управления позволяет достичь скорости зарядки 12 кДж/с, для чего применен параллельный принцип зарядки батареи конденсаторов накопителя до 3 кВ с использованием нескольких малогабаритных промышленных источников питания лазеров типа 5753 фирмы «Analog Modules» (США). Это обеспечивает хорошие массогабаритные характеристики блока, а также создает предпосылки для масштабирования системы. Накопитель состоит из 16 конденсаторов К75-40а-60 емкостью 60 мкФ каждый, составляющих 4 параллельные линии. Запасаемая энергия накопителя регулируется в пределах 0,5–4,5 кДж. Каждая линия накопителя развязана с соседней индуктивностью. Суммарная индуктивность разрядного контура составляет 5 мкГн, что обеспечивает получение импульсов тока на нагрузке около 0,1 Ом с длительностью первой полуволны приблизительно 300 мкс. В качестве коммутатора использован мощный тиратрон ТДИ 150/25 с характеристиками, приведенными в табл. 5.1.

Таблица 5.1.

Технические характеристики тиратрона ТДИ 150/25

Наименование параметра	Значение
Напряжение на аноде, кВ	1-20
Амплитуда тока анода, кА	150
Частота повторения импульсов, Гц	0,5-10
Длительность полупериода импульса тока анода, мкс	100
Напряжение накала, В, не менее/не более	3,0/7,0
Ток накала (при $U_{нк} = 4$ В), А, не более	2,5
Напряжение импульса поджига, кВ, не менее/не более	1,5/6,0
Амплитуда тока поджига, А, не менее/не более	80/150
Длительность импульса поджига, мкс	5

Высоковольтный разрядный блок с модулем управления работает в автоматическом режиме с плавной регулировкой частоты от 0,1 до 10 Гц или в ручном режиме с запуском от внешнего генератора или дистанционного пульта.

Для исследования особенностей формирования и взаимодействия потоков генерируемой плазмы с модифицируемой поверхностью,

а также для определения технологических параметров установки ИПМ, предусмотрен аппаратно-диагностический комплекс [25–А], включающий в себя высокоскоростной фоторегистратор, спектрометр, датчик яркостной температуры (рис. 5.5).



Рис. 5.5. Приборы аппаратно-диагностического комплекса:

а – высокоскоростной регистратор; *б* – спектрометр; *в* – датчик яркостной температуры

В комплект датчика яркостной температуры входят сменные полосовые фильтры с максимумом пропускания в спектральной области 500 нм и 700 нм. Для регистрации давления потока плазмы и разрядного тока используются пьезоэлектрический датчик давления и датчик Холла ДТПХ-30000. Технические характеристики аппаратно-диагностического комплекса представлены в табл. 5.2.

Таблица 5.2

Технические характеристики аппаратно-диагностического комплекса

Наименование параметра	Значение
Диапазон измерения давления потока плазмы, МПа	0,1-10
Диапазон измерения яркостной температуры, К	$(1-15) \cdot 10^3$
Диапазон измерения тока, кА	1-30
Временное разрешение, мкс	0,05-0,1
Диапазон выходных напряжений, В	0,01-10
Выходное сопротивление, Ом	50

Для регистрации разрядного тока в ускорительной камере установки ИПМ датчик тока закрепляли на токопроводе, ведущем к катоду ускорительной камеры. Датчик яркостной температуры, спектрометр и высокоскоростной фоторегистратор размещали на удалении от зоны истечения потоков воздушной плазмы на расстоянии

0,1 м. При измерении давления потока импульсной плазмы пьезоэлектрический датчик устанавливали напротив выхода ускорительной камеры на расстоянии от 20 мм до 160 мм от его среза. Сигналы с унифицированных выходов датчиков регистрировали с помощью двухканального запоминающего осциллографа С8-14.

Фото- и видеосъемку потоков воздушной плазмы на выходе из плазменного ускорителя осуществляли с помощью цифровой камеры «Nikon Coolpix SQ» с использованием светофильтра типа С-3, который устанавливали перед объективом фотокамеры. Для определения длины плазменной струи при кадровом просмотре отснятого цифровой камерой «Nikon Coolpix SQ» видеоматериала, использовали растровую сетку с ценой деления 10 мм. Скорость струи фиксировали с помощью ждущего фоторегистратора ЖФР-2 [373], позволяющего получить развертку перемещения плазменного потока во времени.

Для измерения шума, возникающего при генерации импульсной плазмы, использовали шумомер микропроцессорного устройства регистрации быстропротекающих процессов (Институт порошковой металлургии, Беларусь), позволяющий производить замеры уровней импульсного шума с учетом требований МЭК 61260 в звуковом диапазоне 25–10 000 Гц с использованием 1/3 октавных полосовых фильтров. Измерение величины шума производили с частотой 500 кГц, а амплитудные значения определяли путем анализа уровня граммы, записываемой устройством регистрации.

Для экспериментальной проверки возможностей ИПМ использовали образцы (табл. 5.3) из углеродистой стали марок сталь 45 ГОСТ 1050-88, сталь 40Х ГОСТ 4543-2016 и сталь 40Х13 ГОСТ 5949-75 в виде дисков диаметром 30 мм и толщиной 6 мм. Часть образцов подвергали объемной термической обработке (закалке), часть – поверхностной химико-термической обработке (борированию). Плоскую поверхность всех образцов подвергали финишной механической обработке (шлифовке и полировке).

Для визуального контроля поверхности исходного образца и образца после импульсной обработки использовали оптический микроскоп «МИКРО-200» («Планар», Беларусь).

Действительные профили поверхности и значения шероховатости образцов получали с помощью профилографов-профилометров «Rugosurf 20» («TESA», Швейцария) и «Surftest SJ-210» («Mitutoyo»,

Япония) при измерительном усилии 0,75 мН, с радиусом закругления алмазного наконечника 2 мкм и углом 60° на базовой длине 0,25 мм по ГОСТ 2789-73.

Таблица 5.3

Характеристики экспериментальных образцов

Материал образцов	Вид термической (химико-термической) обработки	Параметр шероховатости поверхности Ra, мкм	Твердость, HRC
Сталь 45 ГОСТ 1050-88	нет	0,1-0,2	20-22
Сталь 45 ГОСТ 1050-88	объемная закалка		48-50
Сталь 40X ГОСТ 4543-2016	борирование с объемной закалкой		50-52
Сталь 40X13 ГОСТ 5949-75	нет		25-27
Сталь 40X13 ГОСТ 5949-75	объемная закалка		50-52

Морфологию поверхности образцов исследовали на атомно-силовом микроскопе НТ-206 (Беларусь) в контактном режиме с использованием стандартных кремниевых кантилеверов типа CSC38 («Микромаш», Эстония) с радиусом закругления острия 10 нм, с жесткостью консоли 0.08 Н/м. Шероховатость методом атомно-силовой микроскопии исследовали на полях 20×20 мкм, 15×15 мкм и 10×10 мкм.

Микроструктура поверхностного слоя изучалась на металлографическом микроскопе «MeF-3» («Reichert», Австрия) и электронном сканирующем микроскопе «Mira» («Tescan», Чехия), микротвердость измерялась на цифровом микротвердомере «Micromet» («Bueher Met», Германия).

5.2. Исследование особенностей генерации импульсной плазмы в воздухе при атмосферном давлении

Анализ результатов фоторегистрации генерируемого установкой ИПМ одиночного импульса плазмы, полученных с помощью цифровой камеры «Nikon Coolpix SQ» (рис. 5.6, а), показал, что на выходе ускорительной камеры плазменный поток имеет неоднородное по цвету и интенсивности свечение в форме цилиндрической струи диаметром 30 мм, протяженность которой составляет 120–

160 мм. В направлении перемещения струи условно можно выделить три характерных участка. Первый участок, наблюдаемый на выходе из ускорительной камеры, имеет наиболее интенсивное свечение ярко-белого цвета. Протяженность этого участка составляет 40–50 мм. Второй участок имеет менее яркое белое свечение, и его длина также составляет 40–50 мм. Третий участок представляет собой периферийную корону, длина лучей которой в видимой части спектра может составлять 40–60 мм. По мере удаления от выхода ускорительной камеры интенсивность свечения лучей короны падает, а их цвет изменяется от белого до оранжевого. По изменению цвета плазменного потока можно качественно судить об изменении температуры – более интенсивное белое свечение на выходе из ускорительной камеры говорит о самой высокотемпературной зоне плазменного импульса, снижение интенсивности свечения и изменение его цвета – о постепенном снижении температуры. В результате скоростной фоторегистрации одиночного импульса плазмы с помощью ждущего фоторегистратора ЖФР-2 (рис. 5.6, б) установлено, что струя импульсной плазмы в воздухе при атмосферном давлении имеет неоднородную структуру, представляющую собой плазменные сгустки, перемещающиеся с максимальной скоростью 4 км/с.

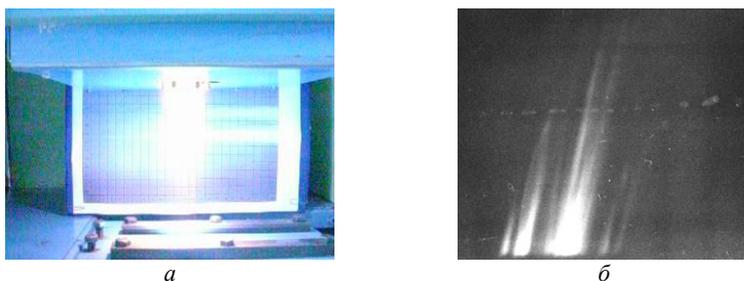


Рис. 5.6. Регистрация размеров и скорости струи воздушной импульсной плазмы:
а – на выходе из ускорительной камеры;
б – на щелевой развертке фоторегистратора

Результаты измерений давления струи одиночного импульса плазмы, фиксируемого пьезоэлектрическими датчиками в плоскости, перпендикулярной направлению ее перемещения, показали, что дли-

тельность импульса давления составила ~ 100 мкс. Что касается амплитуды импульса давления, то ее максимальное значение достигало 6,5 МПа в области интенсивного свечения на первом участке и снижалось до 5,0 МПа в области менее интенсивного свечения на втором участке до границы с периферийной короной (рис. 5.7). В пределах 150–160 мм от среза ускорительной камеры изменений амплитуды импульса давления зарегистрировано не было.

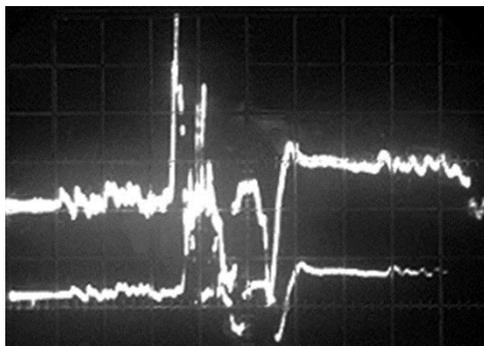


Рис. 5.7. Оциллограмма давления струи одиночного импульса плазмы в области интенсивного свечения (верхняя кривая) и в области менее интенсивного свечения на границе с периферийной короной (нижняя кривая)

При измерении яркостной температуры струи одиночного импульса плазмы с использованием полосового светофильтра на 700 нм (рис. 5.8, *а*) установлено, что ее величина в первые 800–1000 мкс монотонно возрастала до 10^4 К с небольшой пульсацией (период пульсации 150–200 мкс, амплитуда ± 400 –500 К), а затем в последующие 600–800 мкс без видимых пульсаций монотонно убывала. При измерении с использованием полосового светофильтра на 500 нм (рис. 5.8, *б*) зарегистрированное изменение яркостной температуры носило ярко выраженный импульсный характер. Длительность импульсов составляла 800–1000 мкс, их период – 400–600 мкс, а максимальное значение яркостной температуры составило 12 000 К. Из характера оциллограмм яркостной температуры плазменной струи следует, что ее свечение в области частот спектра 700 нм является более однородным и длительным во времени, в то время как в области частот спектра 500 нм свечение плазмы является менее длительным.

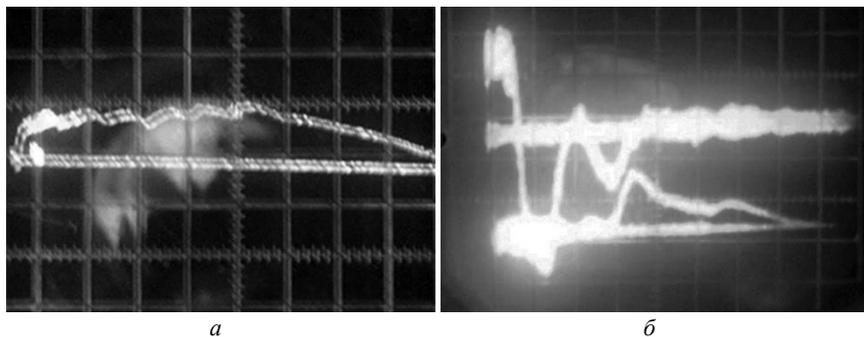


Рис. 5.8. – Осциллограммы яркостной температуры струи одиночного импульса плазмы в области интенсивного свечения с использованием разных светофильтров: *а* – светофильтр 700 нм; *б* – светофильтр 700 нм

На основании анализа осциллограмм, зарегистрированных датчиком тока (рис. 5.8, *б*), установлено, что формирующий одиночный импульс плазмы разрядный ток содержит два двухполярных ярко выраженных периода колебаний длительностью по 500 мкс. Плотность тока достигает своего максимального значения 10^3 – 10^4 А/см² в первом полупериоде. Исходя из длины канала ускорительной камеры, составляющей 250 мм, а также величины 800 мкс задержки сигнала с датчика яркостной температуры относительно сигнала с датчика тока (рис. 5.8, *б*), можно сделать вывод, что скорость струи одиночного импульса плазмы в несколько раз превышает скорость звука в воздухе (0,34 км/с). С другой стороны, длительность стадии ускорения плазменной струи всегда меньше длительности импульса разрядного тока из-за сдвига фаз между импульсами тока и напряжения и должна приблизительно соответствовать длительности импульса давления (рис. 5.7), что приводит к оценке скорости плазменной струи на уровне ~ 1 км/с. Такая оценка скорости плазменной струи вполне соответствует результатам измерений скорости плазменных сгустков ~ 4 км/с, полученным скоростной фоторегистрацией.

При измерении уровня акустического шума (рис. 5.9, *а*), возникающего при генерации одиночного импульса плазмы, установлено, что его максимальное значение 110 дБ достигалось за первые 1000 мкс после пропускания импульса разрядного тока. Зарегистрированное пиковое значение виброколебаний (рис. 5.9, *б*) за первые

100 мкс достигало 570 мкм с периодом колебаний 400–600 мкс. Полное затухание колебаний происходило в течение 1000 мкс.

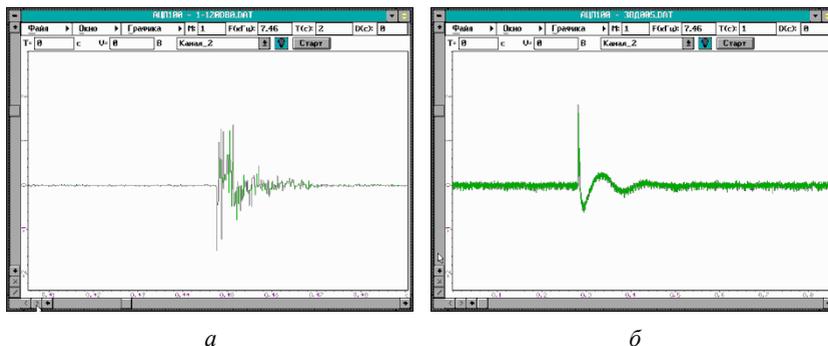


Рисунок 5.9. – Результаты изменения шума и вибрации, возникающих в результате генерации одиночного импульса плазмы:
a – шум; *б* – вибрация

Технические характеристики установки ИПМ, полученные с использованием аппаратно-диагностического комплекса, приведены в табл. 5.4.

Таблица 5.4

Технические характеристики установки ИПМ

Наименование параметра	Значение
Напряжение высоковольтных разрядов, кВ	1-3
Частота следования высоковольтных разрядов, Гц	0,1-10
Длительность высоковольтных разрядов, мс	0,5-1,5
Диаметр плазменного потока на выходе, мм	30-40
Температура плазменного потока на выходе, $\times 10^3$ К	10-12
Давление плазменного потока на выходе, МПа, не более	6,5
Скорость плазменного потока на выходе, м/с	$(1-4) \cdot 10^3$
Уровень шума, дБ, не более	110
Потребляемая мощность от сети переменного тока 380В / 50 Гц, кВт, не более	25

Результаты измерений показывают, что замена плазмообразующей смеси газов с воздушно-пропановой детонационной на воздушную, генерируемую постоянно действующим электродуговым источником плазмы, значительно повышает безопасность работы обслу-

живающего персонала на установке за счет снижения риска утечек и взрыва воздушно-пропановой газовой смеси и снижения уровня шума при работе. Однако такая замена приводит к уменьшению температуры плазменной струи до 10 000–12 000 К при максимальных значениях скорости истечения до 1–4 км/с, что снижает удельную тепловую мощность установки ИПМ. Тем не менее, установки, генерирующие импульсную воздушную плазму, по такому показателю, как частота следования импульсов плазмы, до десяти раз превышают дтонационные и могут применяться для модифицирующей обработки поверхностей материалов с более высокой производительностью.

5.3. Исследование закономерностей модифицирования поверхностных слоев углеродистой стали в воздухе при атмосферном давлении

Использование установки ИПМ позволило в широком диапазоне исследовать влияние различных энергосиловых параметров импульсного плазменного воздействия на структуру и свойства поверхности обрабатываемых материалов [374–380]. ИПМ поверхности экспериментальных образцов осуществлялось в следующих диапазонах изменения энергосиловых параметров: напряжение высоковольтных разрядов 3 кВ, частота высоковольтных разрядов 1–10 Гц, длительность импульсного плазменного воздействия 1–10 секунд. В течение одного высоковольтного разряда характер свечения при взаимодействии потока воздушной импульсной плазмы с поверхностью обрабатываемого материала изменялся от начальной фазы, характеризующейся плотным интенсивным свечением, до конечной фазы, в течение которой поток плазмы распался на части и затухал (рис. 5.10).

Предварительные исследования показали, что уже после первых секунд импульсного плазменного воздействия блестящая шлифованная поверхность исследуемых экспериментальных образцов приобретала матовый оттенок. При дальнейшем увеличении напряжения и частоты высоковольтных разрядов, а также длительности их пропускания, начинали появляться цвета побежалости, что свидетельствует о возникновении на поверхности образцов оксидных пленок различной толщины. Так как визуальная оценка степени модифицирования поверхности не является объективным параметром, было ре-

шено в качестве наиболее простого и оперативного метода регистрации результатов импульсного плазменного воздействия использовать результаты измерений шероховатости и микротвердости поверхности обрабатываемых экспериментальных образцов.

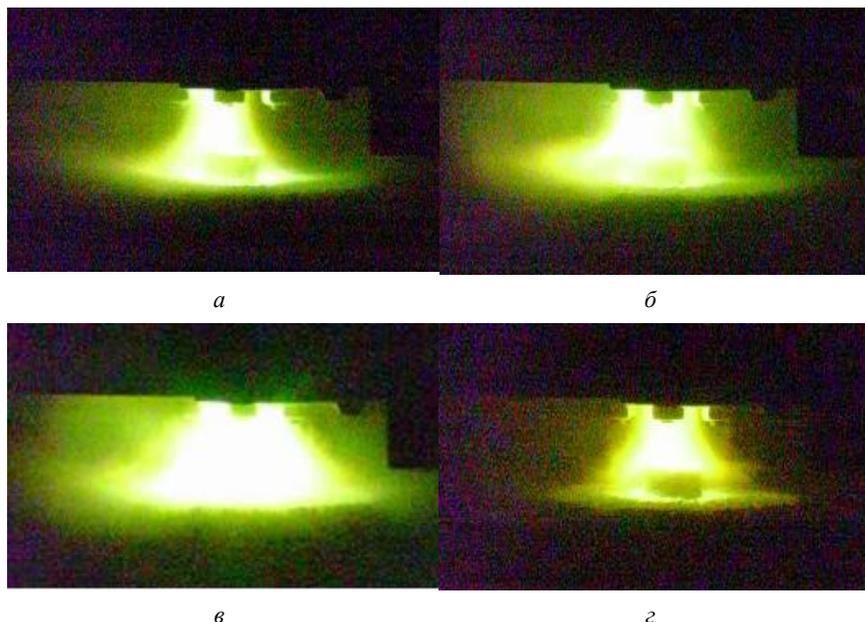


Рис. 5.10. Фазы взаимодействия потока воздушной импульсной плазмы с обрабатываемой поверхностью образца:
а – через 0,1 мс; *б* – через 0,2 мс; *в* – через 0,3 мс; *г* – через 0,4 мс

Такой подход позволил определить значения длительности и частоты импульсного плазменного воздействия, при которых регистрировались изменения свойств поверхности экспериментальных образцов по сравнению с исходными образцами. Сравнение измеренных значений среднего арифметического отклонения профиля R_a поверхности экспериментальных образцов из стали 45 и стали 40Х13 в состоянии поставки и после объемной термообработки (рис. 5.11–5.12) показало, что после первых 2–4 секунд импульсного плазменного воздействия значения R_a начинают плавно уменьшаться. С увеличением частоты импульсов наклон кривых заметно растет, причем от-

носительное уменьшение значений параметра Ra не зависит от предварительно проведенной термообработки образцов и составляет 13–14 % для стали 45 и 15–16 % для стали 40X13.

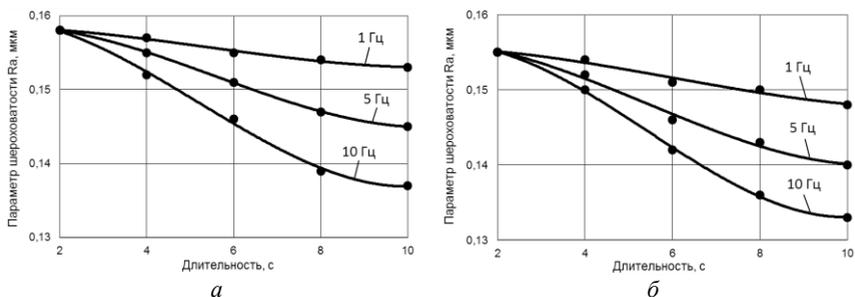


Рис. 5.11. Зависимость среднего значения параметра шероховатости Ra образцов из стали 45 от длительности ИПМ при разной частоте импульсов и термообработке: а – незакаленная; б – закаленная

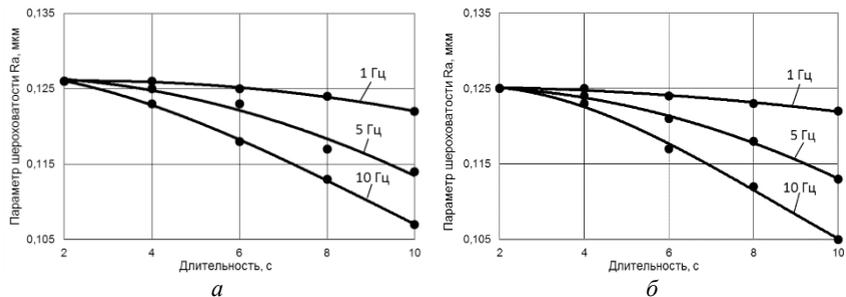


Рис. 5.12. Зависимость среднего значения параметра шероховатости Ra образцов из стали 40X13 от длительности ИПМ при разной частоте импульсов и термообработке: а – незакаленная; б – закаленная

Особенностью образцов из стали 45 является большая степень окисления поверхности по сравнению с образцами из стали 40X13 при одинаковой длительности импульсного плазменного воздействия. Появление окалины, по-видимому, является причиной прекращения снижения шероховатости при продолжительном воздействии с более высокой частотой импульсов (рис. 5.11).

В связи с тем, что при длительном импульсном плазменном воздействии не наблюдалось значительных изменений состояния поверхности (оплавления, раковины, трещины, разрушения и т. д.) всех

экспериментальных образцов, был сделан вывод о невозможности достижения критических значений технологических параметров из-за ограниченной мощности установки ИПМ.

Измерение микротвердости поверхности экспериментальных образцов из стали 45 и стали 40X13 по диаметру (рис. 5.13) позволило установить, что после импульсного плазменного воздействия характер ее распределения практически не изменяется, однако значения возрастают. У предварительно термообработанных (закаленных) образцов увеличение значений микротвердости составляет в среднем 5 % для стали 45 и 12 % для стали 40X13. У незакаленных образцов из стали 45 среднее значение микротвердости повышается в 3,8 раза, из стали 40X13 – в 3,0 раза. В то же время, как видно из рис. 5.13, более высокие абсолютные средние значения микротвердости зарегистрированы после ИПМ незакаленных образцов по сравнению с образцами, подвергнутыми объемной закалке – 6,5 и 6,0 ГПа соответственно для стали 45 и 7,8 и 6,5 ГПа соответственно для стали 40X13. Предположительно это связано с более сложным механизмом мартенситных превращений в предварительно закаленных структурах.

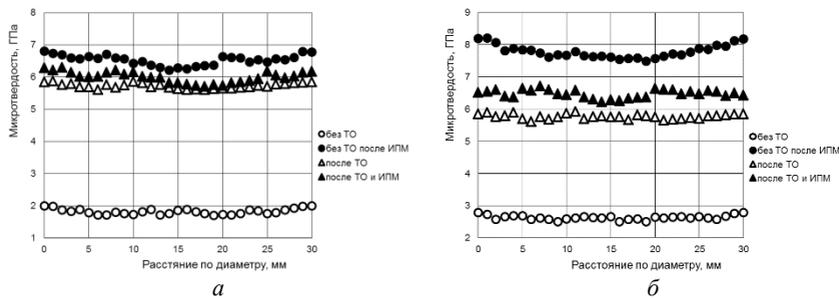


Рис. 5.13. Распределение значений микротвердости поверхности по диаметру образцов из разных марок стали:
a – сталь 45; *б* – сталь 40X13

Результаты измерения микротвердости экспериментальных образцов незакаленной стали 45 в поперечном сечении показали (рис. 5.14), что после ИПМ микротвердость в тонком (~60 мкм) поверхностном слое возрастает в 2–3 раза (до 6,5–6,9 ГПа) и по мере удаления от поверхности монотонно снижается до 1,7–2,0 ГПа на расстоянии 100 мкм от поверхности.

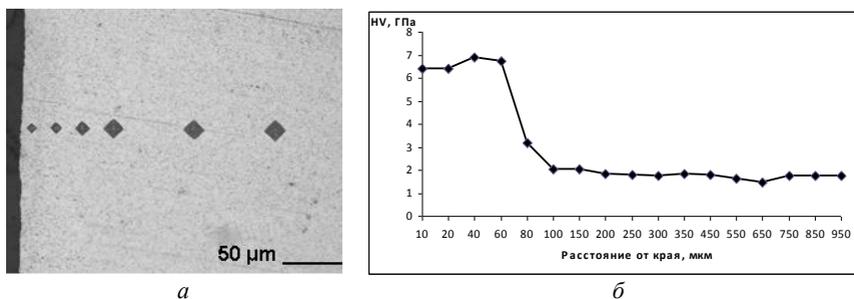


Рис. 5.14. Распределение микротвердости образца из незакаленной стали 45 в направлении от поверхности к центру поперечного сечения после ИПМ: *а* – изменение размеров отпечатка индентора; *б* – распределение микротвердости

По результатам проведенных исследований ИПМ поверхности экспериментальных образцов можно сделать вывод, что в тонких поверхностных слоях материала возникают мартенситные превращения, сопровождающиеся увеличением значений микротвердости в 3–4 раза на глубину до 60 мкм с плавным снижением до практически неизменных исходных значений во внутренней части материала.

5.4. Исследование влияния импульсного плазменного воздействия на свойства и морфологию поверхности углеродистой стали

В связи с тем, что процесс ИПМ затрагивает только поверхностные слои обрабатываемых материалов толщиной до 100 мкм, представляет интерес определить, как именно изменяется морфология поверхности экспериментальных образцов из углеродистой стали после импульсного плазменного воздействия. В результате проведенных исследований установлено [375, 377–382], что процесс ИПМ, проводимый на воздухе при атмосферном давлении, сопровождался появлением на шлифованной поверхности экспериментальных образцов из углеродистой стали цветов побежалости, интенсивность и оттенок которых изменялись при увеличении напряжения и частоты высоковольтных разрядов, а также длительности воздействия. Появление цветов побежалости наблюдалось у всех исследуемых образцов при напряжении 3 кВ уже после 6–8 импульсов. При увеличении времени воздействия на поверхностях образцов цвета побежалости

изменялись от соломенного к серому после серий из 35–50 импульсов у стали 45 и после 60–65 импульсов – у стали 40Х13. При дальнейшем увеличении числа импульсов на обрабатываемой поверхности экспериментальных образцов образовывалась окалина. После проведения ИПМ поверхность образцов исследовали с помощью металлографической и сканирующей электронной микроскопии (рис. 5.15, 5.16).

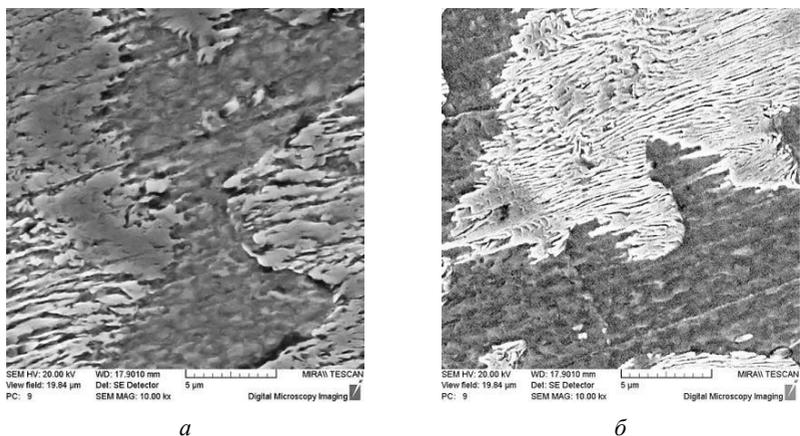


Рис. 5.15. Поверхность незакаленных образцов из стали 45:
а – до ИПМ; *б* – после ИПМ

Анализ результатов металлографического исследования поверхности экспериментальных образцов из стали 45 показал, что кроме эффекта микрополировки, сопровождающегося снижением параметров шероховатости (рис. 5.11–5.12), ИПМ приводит также к расщеплению находящегося в ферритной матрице пластинчатого перлита (светлые участки) на более мелкие пластины игольчатого типа (рис. 5.15), строение которых аналогично строению мартенситных структур. Структура исходных образцов стали 45 представляет собой преимущественно крупные зерна феррита размером 60–100 мкм, разделенные прослойками перлитной фазы (рис. 5.16, *а*). Кроме того, крупные зерна феррита содержат небольшие вкрапления перлитной фазы. Имеются и более крупные, преимущественно продолговатые участки перлитной фазы с поперечными размерами чаще всего до

10 мкм, иногда и до 40 мкм. Микротвердость поверхности образцов составляет 1,7–2,0 ГПа. После проведения ИПМ заметно изменение строения границ между зернами ферритной фазы (рис. 5.16, б). Происходит дробление протяженных перлитных прослоек на мелкие зерна размерами 5–10 мкм. Структура остается двухфазной, но распределение фаз становится более равномерным. Микротвердость вблизи поверхностного слоя увеличивается до 5,7–6,8 ГПа.

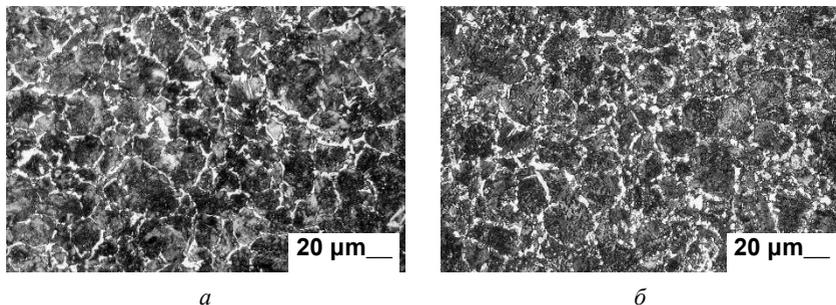


Рис. 5.16. Микроструктура поверхности незакаленных образцов из стали 45:
a – до ИПМ; *б* – после ИПМ

Поверхность исходных образцов из стали 40X13 в состоянии поставки (рис. 5.17, *a*) имеет зернистую структуру, состоящую из ферритной матрицы, зернистого перлита и мелких светлых зерен карбида. Твердость образцов составляет 25–27 HRC, микротвердость поверхности – 2,5–2,8 ГПа. Структура поверхности образцов из стали 40X13 после ИПМ (рис. 5.17, *б*) представляет собой матрицу исходного феррита с выделившимися светлыми частицами карбида. Перлит выявляется в виде темной сетки, он образуется преимущественно по границам аустенитных зерен и окружает более светлые участки вырожденного зернистого перлита. Микротвердость поверхности после ИПМ составляет 7,5–8,2 ГПа.

Исследование поперечного сечения исходных и модифицированных экспериментальных образцов из стали 40X13 (рис. 5.18) показало, что кратковременное высокотемпературное воздействие импульсов плазмы в сочетании с относительно высокими скоростями теплоотвода формируют в поверхностных слоях стали несколько характерных зон структурно-фазового модифицирования. К первой из

них следует отнести зону контакта модифицируемой поверхности с импульсной плазмой. Для этой зоны характерна структура, которая в поперечном сечении образцов имеет вид белой плохо протравленной полоски (рис. 5.18, б-в).

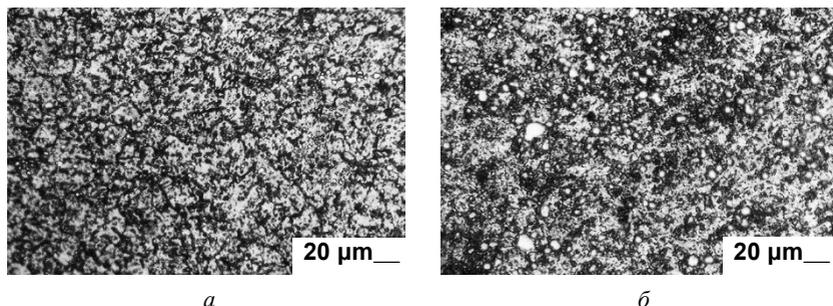


Рис. 5.17. Микроструктура поверхности образцов из стали 40X13:
а – до ИПМ; *б* – после ИПМ

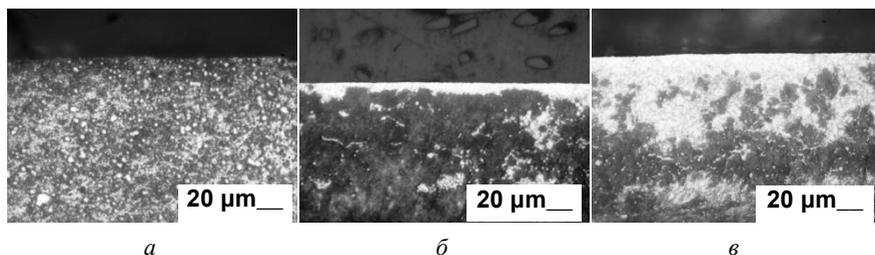


Рис. 5.18. Микроструктура поверхностного слоя образца из стали 40X13:
а – до ИПМ; *б* – после 10 импульсов; *в* – после 60 импульсов

Толщина контактной зоны в определенной степени зависит от длительности и частоты импульсного плазменного воздействия, а также от размеров образца, которые влияют на скорость отвода тепла с его поверхности. Характерное для высоких скоростей охлаждения при закалке столбчатое строение отсутствует, однако в этой зоне содержатся мартенситные зерна игольчатой формы. В зависимости от соотношения содержания углерода и хрома микротвердость может составлять 8,2–11,2 ГПа и монотонно убывать до значений 6,1–6,3 ГПа (табл. 5.5).

Таблица 5.5

Микротвердость отдельных участков образцов
из стали 40X13 до и после ИПМ

Участок	Микротвердость образца, МПа		
	<i>a</i>	<i>б</i>	<i>в</i>
Светлый	-	10504	8416
Темный	2695	3412	3274

Ниже контактной зоны расположена переходная зона, отличающаяся повышенной травимостью, что делает ее более темной. Эта зона представляет собой мартенсито-карбидную смесь с микротвердостью 5,6–6,1 ГПа, сформировавшуюся при более низких температурах. Завершающей является зона, представляющая собой перлитно-мартенситную смесь с наличием на глубине участков не растворившегося феррита. Микротвердость в этой зоне монотонно снижается от 5,6 ГПа до уровня, соответствующего микротвердости образцов в исходном состоянии.

Исследование изменений структурно-фазового состояния экспериментальных образцов из стали 45 и стали 40X13 показало, что общей наиболее существенной особенностью ИПМ углеродистой стали является высокая скорость нагрева и охлаждения. Это обуславливает измельчение зерна, сдвиг стадии α - γ превращения к более высоким температурам, наследование дефектов исходной структуры. При высоких скоростях нагрева из-за инерционности процессов перераспределения дислокационной структуры полигонизация в полном объеме не успевает произойти. Уменьшение внутренних напряжений осуществляется путем рекристаллизации, приводящей к измельчению ферритных зерен. При последующем α - γ превращении образуется мелкозернистая аустенитная структура, которая после охлаждения дает высокодисперсный мартенсит с повышенными механическими свойствами. Это приводит к существенному упрочнению (в 2–4 раза) поверхностных слоев материала при сохранении исходного состояния сердцевины. Особенностью ИПМ является то, что упрочняющему воздействию можно подвергать поверхность предварительно объемно-закаленных сталей без изменения структуры и свойств более глубоколежащих слоев.

Для оценки влияния импульсного плазменного воздействия на шероховатость поверхности экспериментальных образцов из стали

40X13 были использованы методы контактной профилометрии. Параметры шероховатости определялись по профилограммам путем измерения размеров, перпендикулярных поверхности действительных профилей сечения на базовой длине 0,25 мм при суммарной длине измерений 1,25 мм (рис. 5.19).

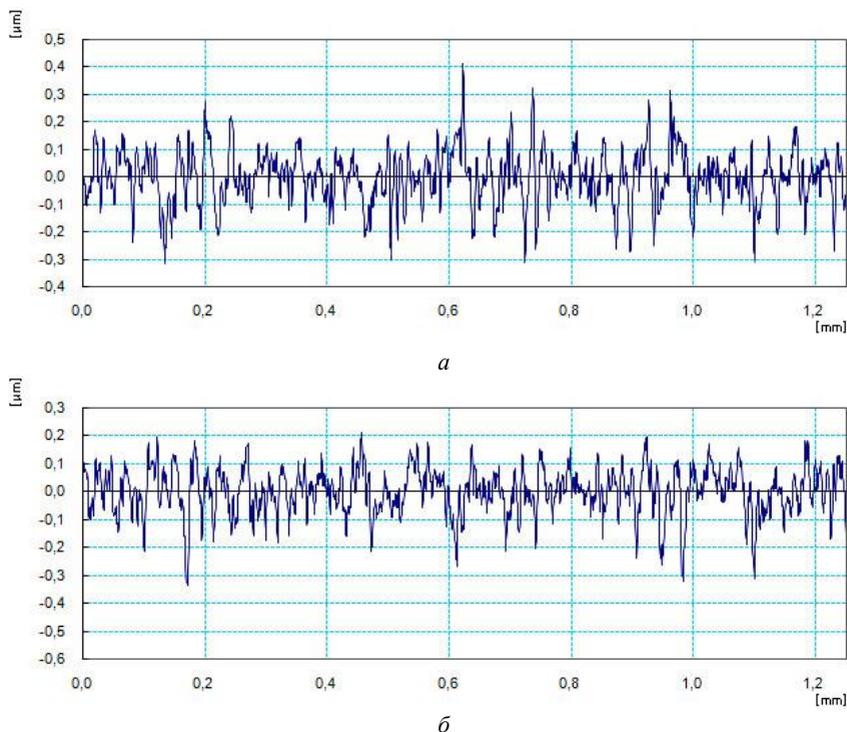


Рис. 5.19. Профилограммы поверхности образца до и после ИПМ:
a – до ИПМ; *б* – после ИПМ

Как видно из профилограмм, амплитуда неровностей на поверхности образца после импульсной обработки уменьшается, а вершины выступов – сглаживаются. Данные о шероховатости поверхности, приведенные в табл. 5.6, содержат усредненные значения по трем профилям сечения для каждого из образцов.

Результаты сканирующей электронной микроскопии визуально подтверждают данные контактной профилометрии (рис. 5.20). Полу-

ченные изображения поверхности исходного образца и образца после ИПМ позволили обнаружить, что риски, образовавшиеся на поверхности исходного образца в результате механической обработки, после ИПМ стали более сглаженными, а их количество уменьшилось.

Таблица 5.6

Значения шероховатости поверхности образца до и после ИПМ

Параметр шероховатости	Профиль 1	Профиль 2	Профиль 3	Среднее значение
	Исходный образец			
Ra, мкм	0,074±0,006	0,077±0,006	0,075±0,006	0,075±0,006
Rq, мкм	0,095±0,006	0,099±0,006	0,098±0,006	0,097±0,006
Образец после ИПМ				
Ra, мкм	0,065±0,006	0,066±0,006	0,065±0,006	0,065±0,006
Rq, мкм	0,087±0,006	0,089±0,006	0,088±0,006	0,088±0,006

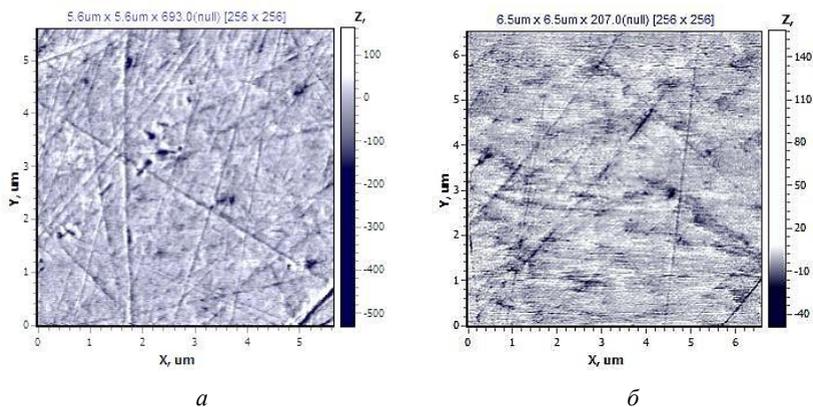
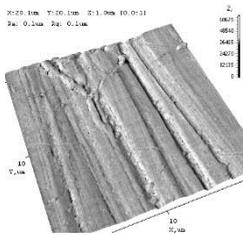
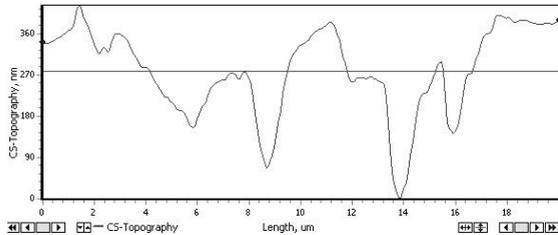


Рис. 5.20. Морфология поверхности экспериментальных образцов из стали 45 до и после ИПМ:
a – до ИПМ; *б* – после ИПМ

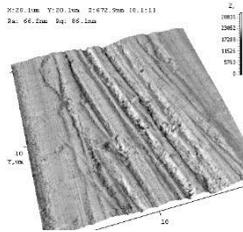
Морфология поверхности образцов до и после импульсного плазменного воздействия исследовалась на атомно-силовом микроскопе (АСМ) на полях сканирования 20×20 мкм, 15×15 мкм, 10×10 мкм и 2×2 мкм (рисунки 5.21–5.23). Профили поверхности, полученные из АСМ-изображений, подтверждают как уменьшение количества отдельных рисок, так и уменьшение их глубины.



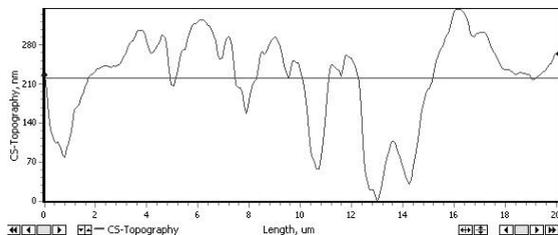
a



б

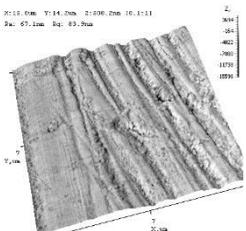


в

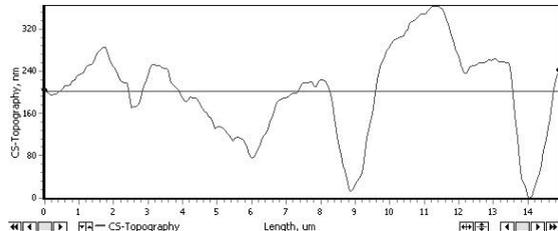


г

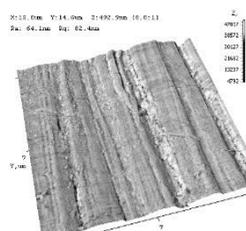
Рис. 5.21. Поверхность образцов из стали 40X13, поле сканирования 20×20 мкм:
a, б – исходный образец и его профиль поверхности;
в, г – образец после ИПМ и его профиль поверхности



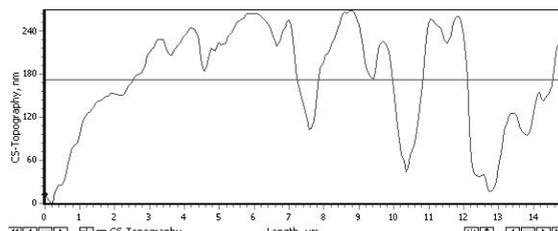
a



б



в



г

Рис. 5.22. Поверхность образцов из стали 40X13, поле сканирования 15×15 мкм:
a, б – исходный образец и его профиль поверхности;
в, г – образец после ИПМ и его профиль поверхности

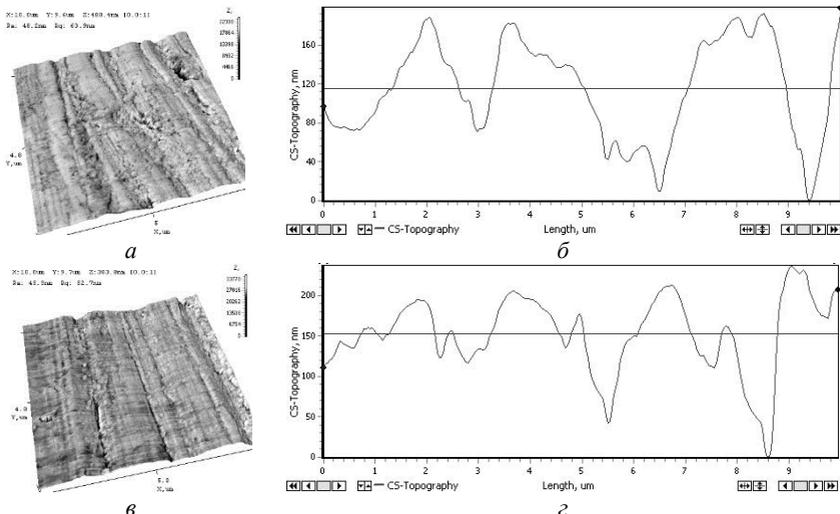


Рис. 5.23. Поверхность образцов из стали 40X13, поле сканирования 10×10 мкм
 а, б – исходный образец и его профиль поверхности;
 в, г – образец после ИПМ и его профиль поверхности

Данные измерений среднего арифметического отклонения профиля R_a и среднего квадратичного отклонения профиля R_q , приведенные в табл. 5.7, подтверждают, что шероховатость поверхности образца на поле 20×20 мкм после импульсной обработки уменьшается на 11–16 %.

Таблица 5.7

Параметры шероховатости поверхности образцов, полученные на АСМ

Параметр шероховатости	Исходный образец			Образец после ИПМ		
	Поле сканирования, мкм			Поле сканирования, мкм		
	20×20	15×15	10×10	20×20	15×15	10×10
R_a , мкм	0,079	0,063	0,045	0,066	0,067	0,048
R_q , мкм	0,097	0,082	0,052	0,086	0,084	0,064

Среди особенностей микроструктуры после импульсного плазменного воздействия можно отметить периодичность рельефа на поле 2×2 мкм, выявленную АСМ в режиме латеральных сил (или *Torsion*) (рис. 5.24). Режим *Torsion* (или латеральных сил) представляет собой величину торсионного закручивания зонда АСМ, записанный

одновременно с режимом топографии, где фиксируется вертикальное отклонение зонда, связанное с рельефом. Данный режим наиболее чувствителен к границам зерен и позволяет их выявлять, если по полученной топографии границы зерен не очевидны.

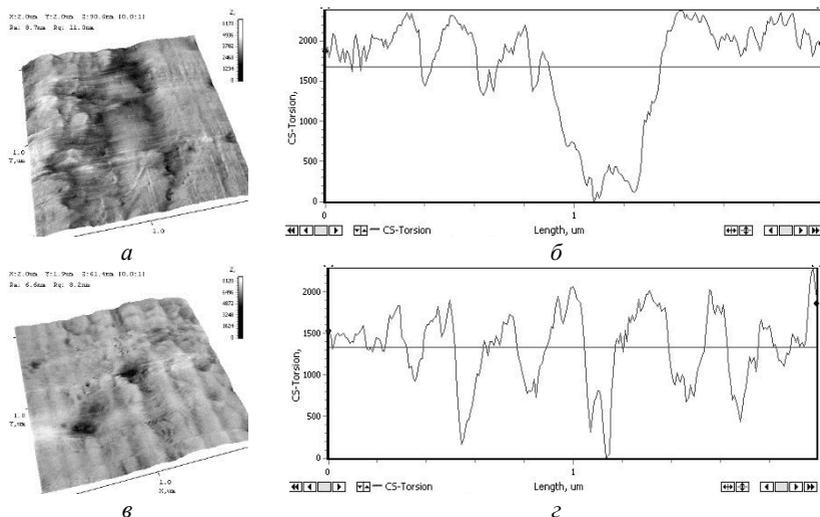


Рис. 5.24. Поверхность образцов из стали 40X13 в режиме *Torsion*, поле сканирования 2×2 мкм:

a, б – исходный образец и его профиль поверхности;
в, г – образец после ИПМ и его профиль поверхности

У исходного образца на поверхности наблюдаются линии (риски) глубиной около 20 нм и ширина их произвольно изменяется от 200 до 600 нм. Кроме линий обработки на поверхности исходного образца присутствуют частицы и остатки пластически деформированного либо окисленного материала (рис. 5.24, *a*). В сравнении с ним образец после ИПМ имеет правильный периодичный рельеф (рис. 5.24, *в*) с шириной периода 100–200 нм (средняя ширина 150 нм). Глубина рисок между линиями составляет 2–5 нм. Можно предположить, что импульсное плазменное воздействие при использованных режимах равномерно залечивает линии скопления дислокаций, образовавшиеся после механической полировки.

Проведенные эксперименты показывают, что при импульсном плазменном воздействии возникает эффект микрополировки моди-

фицируемой поверхности, причины которого изучены еще недостаточно. Можно предположить существование комплексного механизма снижения шероховатости модифицируемой поверхности, заключающегося в оплавлении отдельных случайных неровностей, находящихся на выступах профиля, под действием суммарного термического воздействия отдельных импульсов плазмы и испарении материала выступов в результате воздействия периодических дуговых электрических разрядов между поверхностью металла и катодом ускорительной камеры установки ИПМ.

5.5. Особенности импульсного плазменного воздействия на борированную поверхность углеродистой стали

Эффективным и экономичным путем повышения долговечности деталей, работающих в условиях повышенных контактных нагрузок, абразивного износа и высоких температур, является создание на их поверхностях прочных, долговечных и коррозионностойких слоев. Решение этой проблемы может основываться на химико-термической обработке поверхности углеродистой стали борированием. Борирование привлекает специалистов различных отраслей промышленности сравнительной простотой и экономичностью осуществления, широкой номенклатурой обрабатываемых марок стали, отсутствием необходимости в специальном оборудовании. Поверхности, подвергшиеся борированию, обладают повышенной (до 800 °С) окалиностойкостью и теплостойкостью (до 900–950 °С). В зависимости от режимов химико-термической обработки, твердость борированного слоя может изменяться в пределах 13–21 ГПа. Единственным ограничением, препятствующим широкому распространению борирования, является низкая пластичность борированного слоя, которая затрудняет его применение для упрочнения поверхности деталей, работающих в условиях знакопеременного нагружения, а также работающих в условиях динамических и термических ударов [110].

Составляющие слой бориды имеют, как правило, игольчатую форму и ориентированы перпендикулярно поверхности углеродистой стали. Такая структура борированного слоя ограничивает его прочность при повышенных переменных нагрузках. Повышение прочностных свойств путем измельчения боридов игольчатой формы

может снять это ограничение. Измельчить игольчатую форму боридов можно путем импульсного высокотемпературного воздействия, например, при импульсном плазменном воздействии, осуществляемом в условиях атмосферного давления [383, 384]. В неравновесных условиях нагрева и охлаждения при воздействии концентрированных потоков импульсной плазмы происходит формирование принципиально иной структуры диффузионного слоя, нежели в случае традиционной химико-термической обработки.

Исследованиям особенностей модифицирования борированной поверхности при импульсном плазменном воздействии подвергались экспериментальные образцы из стали 40Х. Сформированный путем химико-термической обработки борированный слой имел четкую границу с основным металлом без переходной зоны. Известно, что при традиционном борировании после насыщения α - или γ -твердых растворов железа атомы бора и железа образуют первые участки боридного слоя (Fe_2B) [110]. При температуре химико-термической обработки вследствие постоянной активности насыщающей среды и накопления атомов бора их концентрация в местах флуктуаций оказывается достаточной для образования боридов FeB , обладающего высокой твердостью. Такое строение обуславливает ряд существенных недостатков, основным из которых является то, что твердость по слою меняется ступенчато, вследствие чего происходит скол высокотвердой и хрупкой фазы FeB в процессе эксплуатации изделия. Известно [110], что при традиционном диффузионном борировании фаза FeB в сочетании с фазой Fe_2B образует концентраторы остаточных механических напряжений, вызывая при эксплуатации изделия растрескивание диффузионного слоя. Таким образом, присутствие фазы FeB в борированных сталях следует ограничивать.

Микроструктурный анализ показал, что первоначальная толщина борированного слоя составляла 100–150 мкм. Основу его структуры (рис. 5.25, *a*) составляли бориды игольчатой формы, когерентно связанные со стальной матрицей. Микротвердость борированного слоя составляла 13,2–14,3 ГПа, а стальной матрицы на границе с борированным слоем – 1,93–2,13 ГПа (рис. 5.26).

Экспериментальные образцы были подвергнуты импульсному плазменному воздействию при напряжении высоковольтных разрядов 3 кВ с частотой 2 Гц в течение 5 секунд. После проведения ИПМ увеличения толщины борированного слоя установлено не было.

При этом зафиксировано образование переходной зоны от борированного слоя к стальной матрице (рис. 5.25, б) с градиентом микротвердости 32–33 ГПа/мм и превращение игольчатой формы боридов в округлую, что связано с перекристаллизацией боридов в результате нагрева и быстрого охлаждения поверхности [385]. Результаты измерения микротвердости показали (рис. 5.26), что значения микротвердости борированного слоя после ИПМ увеличились до 15,9–16,8 ГПа (на 17–20 %), а стальной матрицы на границе с борированным слоем – до 4,9–5,3 ГПа (в 2,5 раза).

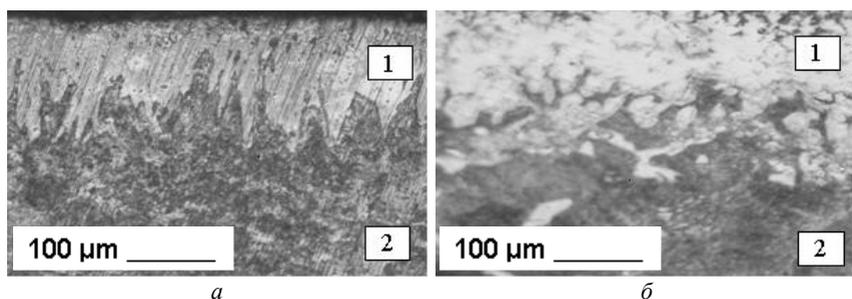


Рис. 5.25. Микроструктура борированного слоя на поверхности образцов из стали 40X до и после ИПМ:
a – до ИПМ; *б* – после ИПМ

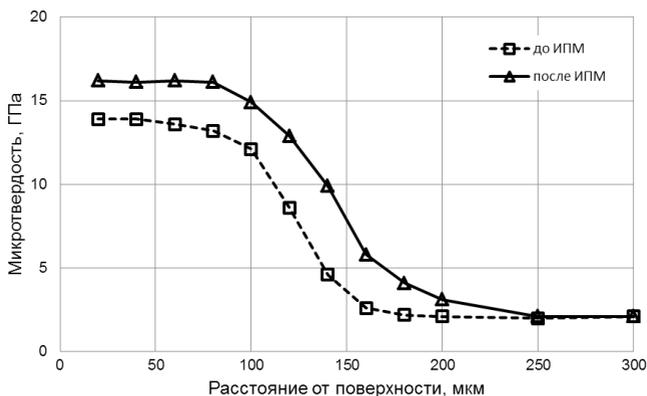


Рис. 5.26. Распределение значений микротвердости образцов из борированной стали 40X в направлении от поверхности к центру поперечного сечения до и после ИПМ

Известно, что бориды игольчатой формы, образовавшиеся в результате химико-термической обработки с малыми скоростями охлаждения, имеют повышенное содержание бора – 10–11 мас.% [386]. В неравновесных условиях нагрева и охлаждения при воздействии концентрированных потоков импульсной плазмы происходит рекристаллизация боридов. Моноборид железа FeB кристаллизуется в виде полиэдров, на которых, вследствие быстрого теплоотвода в сторону сердцевины, зарождается слой Fe₂B. Кристаллы FeB оказываются заключенными в оболочку Fe₂B, образуя изолированные друг от друга включения округлой формы, окруженные более вязким материалом стальной матрицы. Микроструктура борированной поверхности после ИПМ с градиентным распределением боридов по толщине диффузионного слоя имеет явные преимущества перед микроструктурой слоя, полученного традиционным диффузионным борированием и имеющего ярко выраженное игольчатое строение с четкой границей с основным металлом без переходной зоны. Результаты применения ИПМ борированной поверхности углеродистой стали [387, 388] свидетельствуют о повышении ее физико-механических свойств и эксплуатационных характеристик изделий, работающих при знакопеременном нагружении, а также в условиях динамических и термических ударов.

6. РАЗРАБОТКА НОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ПЕРСПЕКТИВЫ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМИ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

6.1. Рекомендации по практическому использованию результатов исследований

В основу разработанных технологических процессов положены результаты теоретических и экспериментальных исследований процессов контактообразования частиц порошков, режимов упрочнения материалов под действием локального, поверхностного и объемного высокоэнергетического воздействия, особенностей и природы структурных и фазовых превращений при термическом и термомеханическом воздействии импульсного электрического тока, лазерного и плазменного излучения. Полученные результаты исследований явились базой для разработки новых технологических процессов получения ФГМ и изделий из них, создания условий для адаптации функциональных характеристик получаемых изделий к требуемым условиям эксплуатации. При разработке новых технологических процессов учитывались потребности промышленности и нужды здравоохранения. Разработанные технологические процессы обладают высокой экономической и энергоэффективностью, производительностью, возможностью автоматизации, экологической чистотой. Эффективность использования импульсных электрофизических методов обработки материалов, применяемых при разработке новых технологий получения ФГМ, обусловлена рядом особенностей, основными из которых являются: высокая плотность энергии, передаваемой в обрабатываемый материал за короткое время воздействия, использование при получении изделий исходных компонентов с повышенными физико-механическими свойствами, использование малопластичных и трудноформируемых порошков и композиций, создание метастабильных состояний и высокой плотности дефектов, простота конструкции и удобство в эксплуатации оснастки и оборудования.

Для многих разработанных технологических процессов отсутствует промышленно выпускаемое оборудование, поэтому рекомен-

дации, положенные в основу разработки лабораторных установок, были проверены при выпуске опытных партий ФГМ и изделий на их основе. Применение для реализации методов электроимпульсного воздействия серийно выпускаемых установок магнитно-импульсной сварки «Импульс-БМ», магнитно-импульсной штамповки «Импульс», машины контактной точечной сварки МТ2101 показало, что при соответствующей конструктивной доработке такое оборудование может быть успешно использовано для осуществления отдельных операций технологических процессов получения ФГМ. Это справедливо и по отношению к серийно выпускаемому термовакуумному оборудованию, смесителям и мельницам для подготовки порошковых смесей. В то же время низкие скорости нагрева и охлаждения электрических печей не позволяют рассматривать их в качестве основного технологического оборудования при осуществлении операций, связанных, например, с консолидацией разнородных материалов или получением метастабильных структур. Для реализации методов импульсного лазерного и импульсного плазменного воздействия были впервые разработаны и изготовлены оригинальные технологические установки, позволившие провести экспериментальные исследования, получить образцы ФГМ и разработать технологические процессы получения изделий. Созданные средства и методы контроля технологических параметров, быстро изменяющихся во времени, в том числе для измерения температуры с временным разрешением ~ 1 мкс или для измерения амплитудных величин импульсных токов в десятки килоампер, могут быть успешно применены для контроля осуществления технологических операций в режиме реального времени, что позволит повысить качество получаемых изделий.

Новизна разработанных способов получения ФГМ, изделий на их основе и конструкций технологического оборудования защищена рядом патентов Республики Беларусь, Российской Федерации и Евразийской патентной организации. Экономическая и социальная эффективность разработанных технологических процессов подтверждена зарегистрированными техническими условиями, разрешениями на применение получаемых ФГМ и изделий на их основе в практическом здравоохранении и актами внедрения в производство.

6.2. Разработка технологии получения изделий биомедицинского назначения на основе титана

6.2.1. Требования к градиентным имплантационным биоматериалам

Основной областью применения ФГМ на основе титана является медицина, в частности один из разделов хирургии – имплантология. Имплантатом принято считать предмет (изделие, продукт специализированного производства), изготовленный из материала небиологического происхождения, который хирургическим путем вводят в организм для выполнения каких-либо функций в течение длительного времени [389]. Имплантаты применяют для замещения утраченных фрагментов костных тканей, фиксации переломов, косметической коррекции в травматологии, челюстно-лицевой и пластической хирургии. Они используются в качестве эндопротезов суставов в ортопедии, опор для протезирования в стоматологии и офтальмологии, для восстановления и стимуляции утраченных функций сердечно-сосудистой системы в кардиохирургии. Считается, что поверхности имплантатов должны объединить преимущества биохимического и биомеханического взаимодействия с костной тканью при одновременном исключении недостатков, характерных для каждого вида взаимодействия в отдельности [390].

Бурное развитие имплантации за последние десятилетия поставило задачу выбора оптимального материала для изготовления имплантатов. На основе накопленного в мире опыта применения имплантатов разработаны критерии, которым должны отвечать такие материалы. Основные из них это – *биологическая совместимость*, т. е. способность материала при ограниченном взаимодействии с тканями и жидкостями организма не оказывать на них токсического влияния, а также сохранять максимально длительное время свои собственные физико-механические и иные свойства, необходимые для исполнения функций; *механическая совместимость*, т. е. адекватность механического поведения материала имплантата с механическим поведением здорового органа человека, для замены которого предназначен данный имплантат; *ресурс работы*; *стоимость*.

Первостепенное значение при имплантации имеет проблема биологической совместимости организма и имплантата. Перечень мате-

риалов, удовлетворяющих критерию биологической совместимости, существенно ограничен. Из металлов это платина, тантал, ниобий, цирконий, титан и некоторые титановые сплавы [391]. В практике современной имплантации используют также такие материалы, как оксидная и кремниевая керамики, графит, некоторые полимеры и др.

Внедрению титана в медицинскую технику содействовало открытие явления *остеоинтеграции*, т. е. приживание титана в костной ткани, а также научно-исследовательские работы, проводимые ведущими научно-исследовательскими центрами медицинской техники и технологии. Титан и его сплавы являются оптимальным материалом с точки зрения механической совместимости, которая определяет решающее преимущество перед другими материалами для медицинских имплантатов. Стандартом ISO 5832 разрешены для изготовления имплантатов шесть марок технически чистого титана (отечественный аналог – ВТ1-00), а также сплавы титана состава Ti6Al4V, Ti6Al7Nb и Ti15Mo5Zr3Al. Понятие механической совместимости титановых сплавов, объединяет в себе состояние поверхности имплантата (ее макро- и микрогеометрию, смачиваемость биологическими жидкостями и т. п.), механическую прочность и модуль упругости (модуль Юнга), что обеспечивает необходимый ресурс работы изделий в условиях действия знакопеременных нагрузок при сравнительно низкой стоимости.

Эффективность взаимодействия имплантата с окружающими тканями, стабильность его функционирования определяются *макрогеометрией* поверхности, т. е. такими параметрами выступов и впадин, которые обеспечивают первоначальную фиксацию в организме. Скорость и надежность остеоинтеграции стимулируется *микрогеометрией* поверхности, шероховатость и пористость которой должны быть сопоставимы с размерами и структурой соответствующих клеток окружающих тканей, смачиваемостью, электрическим потенциалом и многими другими факторами [392].

Очевидно, что *механическая прочность* материала имплантата должна соответствовать условиям его работы, т. е. имплантат не должен разрушаться под воздействием статических и циклических нагрузок, обусловленных анатомическими особенностями организма человека и тех биологических тканей, в которые он установлен. Костная ткань человека по своему строению различна и эти различия

определяются теми функциональными нагрузками, которые воспринимают отдельные части тела. Различают два основных вида структуры костной ткани – губчатую и кортикальную [393], образующих в организме естественный биологический ФГМ (рис. 6.1).

Губчатая кость – внутренний, основной слой костной ткани. Более чем наполовину он состоит из костных трабекул (перекладин и перегородок), образующих ячеистую структуру, которые соединены кровеносными сосудами и заполнены костным мозгом.

Кортикальный слой – наружная твердая оболочка костной ткани, образованная множеством остеонов, состоящих из концентрических плотно расположенных костных пластинок, внутри которых находятся кровеносные сосуды и нервы. Это самая прочная, состоящая на 95 % из минеральных солей, костная структура. Она плотнее губчатой в 10–20 раз.

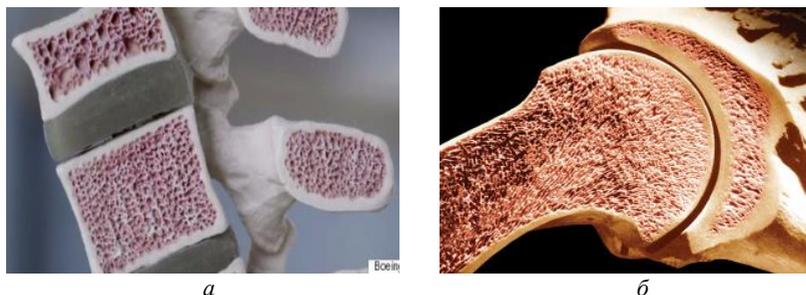


Рис. 6.1. Строение кости человека:
а – позвоночник; *б* – тазобедренный сустав

При упругих деформациях системы «имплантат-кость» нагрузка на костную ткань зависит от соотношения модулей упругости материала имплантата и костной ткани. Для материалов, используемых при изготовлении циклически нагружаемых имплантатов, важно, чтобы их модуль упругости (модуль Юнга) был близок к модулю упругости кости. В этом случае упругое смещение имплантата на границе раздела «имплантат-кость» под действием функциональной нагрузки не приведет к пластической деформации кости, и, следовательно, уменьшает вероятность ее повреждения и разрушения. Модуль упругости технически чистого титана равен 110 ГПа [394]. Это в 2 раза меньше, чем у стали, однако почти на порядок больше, чем

у самой прочной кортикальной костной ткани – 7–30 ГПа [395]. На практике передача функциональной нагрузки может быть реализована применением ФГМ с пониженным модулем упругости на поверхности [396]. Снизить модуль упругости материала на границе раздела «имплантат-кость» можно путем применения технологий структурирования [397–402], позволяющих получить пористую поверхность имплантата. Постепенное изменение модуля упругости от имплантата к кости обеспечивается за счет переходной зоны с меньшей жесткостью, изменяя толщину которой в отдельных частях конструкции имплантата можно поддерживать одинаковые напряжения при разной степени деформации.

Для внутрикостных имплантатов важным фактором, определяющим стабильность фиксации и влияющим на характер трансформации нагрузки, является площадь взаимодействия поверхности имплантата с окружающей его костью. Увеличение площади контактной поверхности имплантата без увеличения его геометрических размеров достигают разными путями: методами механической (накатанная, винтовая или рельефная поверхности) и абразивно-струйной обработки, плазменным и химическим нанесением покрытий, химическим, электрохимическим травлением и оксидированием, а также их комбинациями [399]. Перечисленные технологии не всегда эффективны, в некоторых случаях имеют высокую трудоемкости и стоимость производства. Однако их основным недостатком является то, что в процессе функционирования используется только наружная поверхность имплантата, имеющая ограниченные размеры и не позволяющая реализовать принцип нежесткой фиксации.

Пористые материалы в отличие от механически структурированных поверхностей и тонких покрытий имеют объемную (трехмерную) макроструктуру, обладающую значительно большей суммарной площадью поверхности (рис. 6.2). Проведенные исследования взаимодействия пористых структур из порошков, проволок или волокон различных материалов в широком диапазоне форм и размеров показали [397–402], что поведение пористого титана при физиологическом и механическом воздействиях наиболее адекватно поведению биологических тканей. Вращение костной ткани в пористую структуру титановых ФГМ способствует прочной фиксации имплантата, образуя единую биокompозитную конструкцию с окружающей костью. Компактный несущий каркас отвечает за высокие физико-ме-

ханические характеристики конструкции, а пористый слой, образующий трехмерную проницаемую структуру, определяет биосовместимость материала имплантата (рис 6.3). Кроме того, возможность осуществления транспорта биологических жидкостей через пористую проницаемую структуру титана способствует быстрому врастанию кости.

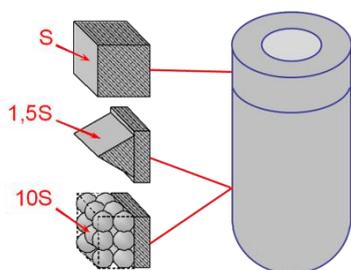


Рис. 6.2. Соотношение удельных площадей поверхности различной морфологии



Рис. 6.3. Пористый слой из сферических частиц титана на поверхности имплантата

Пористый слой, изготовленный из порошков титана с частицами сферической формы приблизительно одного размера (рис. 6.4, *a*), образует на поверхности имплантата градиентную проницаемую структуру открытых к поверхности взаимосвязанных пор, в которую эффективно прорастает костная ткань (рис. 6.4, *b*), что подтверждено многочисленными исследованиями [399, 401, 402]. Однако сложность технологий получения градиентных пористых слоев из сферических порошков титана с помощью традиционных методов порошковой металлургии обуславливает ограниченное применение таких имплантатов. В этом случае использование методов электроимпульсного воздействия значительно упрощает и удешевляет процесс получения имплантационных ФГМ [123].

Как показывают исследования, *форма пор* не оказывает существенного влияния на биологическую реакцию организма на имплантат [403], а вот *размер пор* является одним из важнейших факторов для интеграции костной ткани, что подтверждается исследованиями разнообразных пористых структур [401, 404–408]. Оптимальным для фиксации имплантата считается средний размер пор, необходимый для врастания минерализованной кости, составляющий 100–400 мкм

[409]. Тем не менее, некоторые исследования [410] показали, что костные структуры могут формироваться в порах размером до 50 мкм. С другой стороны, при увеличении размера пор свыше 1 мм усиливается тенденция к образованию волокнистой фиброзной, а не костной ткани [411].

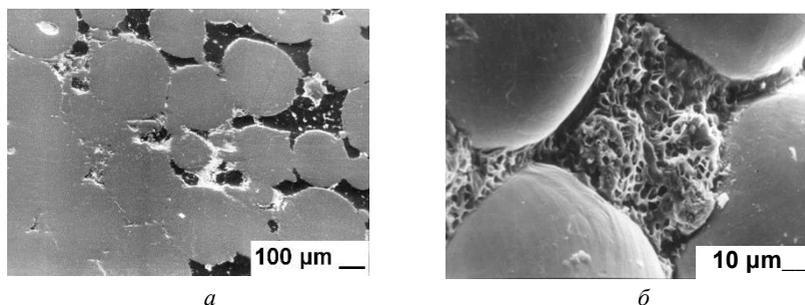


Рис. 6.4. Прорастание костной ткани в градиентный пористый слой имплантата: а – градиентная структура слоя; б – прорастание костной ткани

Пористость большинства имплантационных материалов, как правило, определяется как компромисс между сохранением достаточной механической прочности имплантата и обеспечением адекватного для врастания костной ткани размера пор. Пористый материал из сферического титана имеет один существенный недостаток – низкую прочность, обусловленную пористостью на уровне 30–40 %. Поэтому наибольший интерес как с точки зрения получения необходимых прочностных свойств, так и с точки зрения повышения биосовместимости материала имплантата, представляют ФГМ на основе компактного титана с пористой поверхностью из сферического порошка титана с размером пор 100–500 мкм [412].

6.2.2. Исследования физических и биомеханических свойств функционально-градиентных материалов из титана

Для исследования физических и биомеханических свойств имплантационных ФГМ, полученных по технологии ЭИС с последующей ЭРМ в защитной атмосфере аргона [347], из сферического порошка титана ВТ1-00 ГОСТ 19807-91 с размером частиц трех-

гранулометрических составов (-0,2+0,16) мм, (-0,315+0,2) мм, (-0,4+0,315) мм изготовили экспериментальные образцы пористого материала (рис. 3.44, а) и экспериментальные образцы ФГМ (рис. 3.44, б-з), в состав которых кроме сферического порошка титана входил компактный титан ВТ1-00 ГОСТ 19807-91. Исследования свойств экспериментальных образцов проводили с использованием методик, описанных в п. 3.1.2, и методик, изложенных в стандартах на испытания отдельных видов медицинских изделий ISO 1099:2006, ISO 9585:1990, ISO 12189:2008, ISO 14801:2007. Измерения предела прочности на сдвиг имплантата в кости проводили по разработанной оригинальной методике [413] с учетом методик ГОСТ 30399-95 и ГОСТ 31615-2012.

При создании внутрикостных имплантатов различных конструкций и назначения важной характеристикой, определяющей их потребительские свойства, является размер пор, обеспечивающий прорастание костной ткани и хорошую фиксацию имплантата, который должен быть не менее 50–100 мкм [409, 410]. Это определило выбор трех вышеперечисленных гранулометрических составов порошков для проведения исследований (табл. 6.1).

Таблица 6.1

Структурные свойства пористой поверхности ФГМ

Размер частиц, мм	Пористость, %		Средний размер пор, мкм	
	после ЭИС	после упрочнения	после ЭИС	после упрочнения
0,16-0,2	35-39	32-35	50-70	40-60
0,2-0,315	35-39	32-35	70-100	60-90
0,315-0,4	36-41	34-36	100-150	90-140

Компактный титан и его сплавы по модулю упругости (110–112 ГПа) наиболее близки к модулю упругости кости (10–30 ГПа) [394, 395]. Пористый слой из сферических титановых порошков имеет более низкие по сравнению с компактным титаном прочностные характеристики, однако обладает при этом практически одинаковыми с костью диапазонами модуля упругости и прочности при сжатии (табл. 6.2), что открывает широкие возможности для оптимизации биомеханических свойств разрабатываемых конструкций хирургических имплантатов.

Таблица 6.2
Механические свойства порошкового слоя и кости [395]

Размер частиц, мм	Модуль упругости, ГПа			Прочность при сжатии, МПа		
	Пористый слой	Губчатая кость	Кортикальная кость	Пористый слой	Губчатая кость	Кортикальная кость
0,16-0,2	39-43			194-198		
0,2-0,315	27-30	0,5-0,05	7-30	145-149	2-12	100-230
0,315-0,4	17-21			47-51		

Использование ФГМ, сочетающих свойства компактного и пористого титана, позволяет подбирать упругие и прочностные характеристики имплантатов в соответствии с имеющейся структурой кости. Модуль упругости таких имплантатов может изменяться в зависимости от величины s/S , определяемой отношением площади поперечного сечения компактной части имплантата s ко всей площади поперечного сечения имплантата S (рис. 6.5).

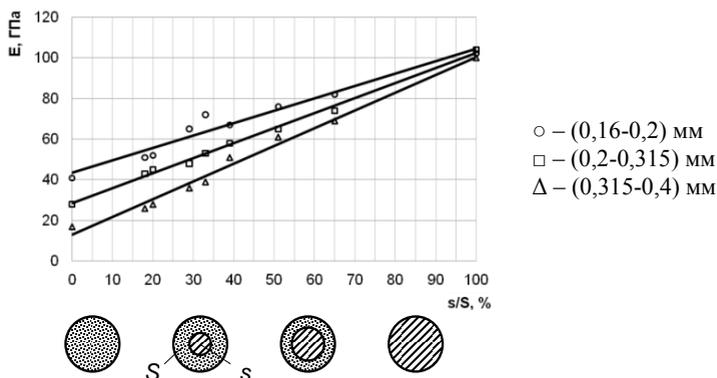


Рис. 6.5. Зависимость модуля упругости титановых ФГМ от соотношения площади поперечного сечения компактной части s ко всей площади поперечного сечения S

Полученные в результате исследований данные [414, 415] показывают, что пористый слой толщиной в 2–3 диаметра частиц позволяет на порядок увеличить эффективную площадь взаимодействия поверхности имплантата с окружающими тканями без увеличения его геометрических размеров. Модуль упругости пористого слоя составляет 17–41 ГПа, что сопоставимо с модулем упругости кости (10–30 ГПа). При этом модуль упругости всего ФГМ может изменяться в зависимости от толщины пористого слоя и гранулометриче-

ского состава порошка от 26 до 81 ГПа (рис. 6.5), что на 28–77 % меньше модуля упругости компактного титана (рис. 6.6, а). Предел прочности на сжатие такого ФГМ почти в 2 раза выше прочности кости и в 3,1–4,3 раза выше прочности пористого материала из порошков исследуемого гранулометрического состава (рис. 6.6, б).

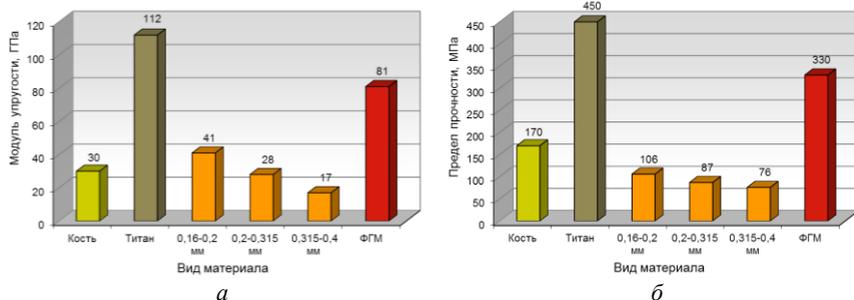


Рис. 6.6. Гистограммы результатов испытаний кости и имплантационных материалов из титана: а – модуль упругости; б – предел прочности на сжатие

Результаты сравнительных малоцикловых испытаний на усталостную прочность при кручении с изгибом (рис. 6.7) показали, что ФГМ, имеющий на поверхности пористый слой толщиной в один-два диаметра частиц, выдерживает $320 \cdot 10^6$ циклов нагружения, что сопоставимо с усталостной прочностью компактного титана марки ВТ1-00 и в 3 раза выше, чем у кости.

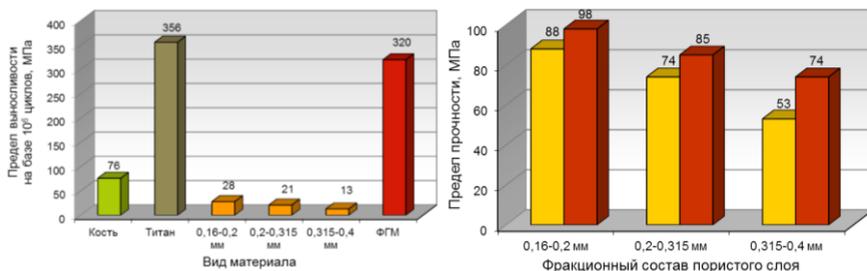


Рис. 6.7. Результаты сравнительных испытаний на усталостную прочность кости, компактного титана, пористых материалов и ФГМ

Рис. 6.8. Результаты испытаний на отрыв и на срез образцов ФГМ с различным гранулометрическим составом пористого слоя

Оценку качества сцепления пористого слоя из сферического порошка титана различного гранулометрического состава и компактного титана проводили путем испытаний на отрыв и на срез (рис. 6.8). Результаты испытаний показали, что наибольшие значения предела прочности на отрыв 88 МПа и на срез 98 МПа имеет ФГМ с пористым слоем, состоящим из сферического порошка титана ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,2+0,16)$ мм, а наименьшие 53 и 74 Мпа – из сферического порошка гранулометрического состава $(-0,4+0,315)$ мм.

Важным показателем для биомеханической оценки прочности связи имплантата с костью (остеосинтеза) является усилие сдвига имплантата, находящегося в контакте с костной тканью, которое приводит к отрыву имплантата от кости [413, 416]. Этот показатель равен отношению силы отрыва имплантата от кости к единице площади его боковой поверхности и определяет выносливость к функциональным нагрузкам, например, к максимальному жевательному усилию. Для оценки усилия сдвига проводили эксперименты с одновременным использованием трех образцов цилиндрической формы из компактного титана с разной структурой поверхности (гладкой, с накатанным сетчатым рельефом и резбовой) и тремя образцами ФГМ с пористым слоем толщиной в 2-3 диаметра частиц из сферического порошка титанового сплава марки ВТ1-00 трех исследуемых гранулометрических составов. Определение предела прочности на сдвиг проводили через один, три и шесть месяцев после имплантации (рис. 6.9).

Полученные данные необходимы для прогнозирования максимальной выносливости к функциональной нагрузке имплантатов любого назначения и размера с различной структурой поверхности. Кроме того, указанные эксперименты позволили установить фактические сроки завершения процесса остеоинтеграции. Результаты экспериментов показали, что наибольшие значения усилия сдвига, т. е. полного разрушения функционирующей системы «имплантат-опорная кость», были зафиксированы через шесть месяцев после имплантации и составили для имплантата с гладкой поверхностью – 1210 Н, с поверхностью «накат» – 1660 Н, резбового имплантата – 2180 Н, для имплантатов с пористым слоем из порошка гранулометрического состава $(-0,2+0,16)$ мм – 2280 Н, из порошка гранулометрического состава $(-0,315+0,2)$ мм – 2450 Н, из порошка гранулометрического состава $(-0,4+0,315)$ мм – 3590 Н.

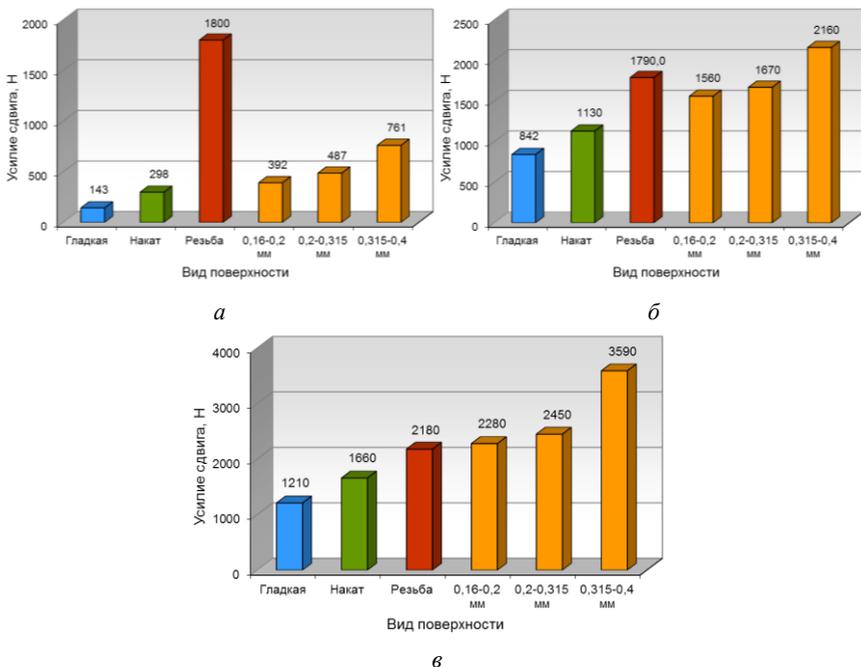


Рис. 6.9. Результаты сравнительных испытаний на сдвиг в кости образцов имплантационных материалов на основе титана с различной структурой поверхности после имплантации
а – через 1 месяц; *б* – через 3 месяца; *в* – через 6 месяцев

Исходя из средних усилий, необходимых человеку для дробления пищи, составляющих по разным источникам от 500 до 1000 Н [417], можно предположить, что ФГМ с пористым слоем толщиной в 2–3 диаметра частиц должны успешно противостоять силам жевательного давления. Прочность их интеграции с костной тканью превышает необходимый трехкратный запас прочности, рекомендованный для механических конструкций. Все три образца ФГМ с пористым слоем из частиц исследуемых гранулометрических составов показали биомеханические свойства, превышающие свойства контрольных образцов с механически обработанной поверхностью. Максимальное значение давления сдвига в кости для образцов ФГМ с пористым слоем из порошка гранулометрического состава (-0,4+0,315) мм составило 59,9 МПа, что превосходит значения дав-

ления сдвига имплантатов с гладкой поверхностью (20,2 МПа) в 3,0 раза, с рифленой (27,7 МПа) – в 2,2 раза, с резьбовой (36,3 МПа) – в 1,7 раза.

Полученные результаты испытаний позволили рекомендовать разработанный ФГМ на основе титана и технологию его получения к широкому использованию в медицине [418, 419]. Применение для создания градиентных структур методов электроимпульсного воздействия, не вносящих в получаемый материал посторонних примесей и не приводящих к существенной температурной деформации несущего каркаса, является перспективным в области производства имплантатов. Разработанная технология, основанная на применении ЭИС и ЭРМ [344], позволяет получать ФГМ биомедицинского применения с открытой сквозной пористостью 36–39 % и с размером пор не менее 100 мкм, обеспечивающих свободное проникновение окружающих тканей и надежную пожизненную фиксацию имплантатов в организме. Как показано выше, пористый слой из сферических титановых порошков имеет более низкие по сравнению с компактным титаном прочностные характеристики, однако обладает при этом практически одинаковыми с костью диапазонами модуля упругости и прочности при сжатии. Поэтому рекомендовано при разработке новых конструкций имплантатов применять ФГМ, содержащие участки с пористой поверхностью и несущий каркас из компактного титана. Различные варианты технологии позволяют получать имплантаты с геометрическими размерами от 2 до 200 мм и наносить пористые слои толщиной в один-два диаметра частиц порошка на несущей подложке с минимальной толщиной 0,2 мм из компактного титана.

Обобщенный технологический процесс состоит из основных операций, показанных на рис. 6.10.

Проведенные технические, медико-биологические и клинические испытания подтвердили, что ФГМ с поверхностью из сферических титановых порошков обладают оптимальными с точки зрения биомеханики прочностными и структурными характеристиками, не оказывают общетоксического, раздражающего и аллергенного воздействия на организм, проявляют высокую степень биосовместимости и остеointegrации.



Рис. 6.10. Основные операции технологии получения ФГМ биомедицинского применения

6.2.3. Получение изделий биомедицинского назначения

Дентальные имплантаты служат для создания полноценной функциональной опоры для фиксации зубных протезов в челюстных костях при частичных или полных дефектах зубного ряда. Совместно со специалистами кафедры челюстно-лицевой хирургии Минского государственного медицинского университета (МГМУ) из ФГМ на основе титана марки ВТ1-00 разработаны два вида дентальных имплантатов – корневидной и цилиндрической формы [420-423]. Дентальные имплантаты корневидной формы полностью удовлетворяют требованиям создания наибольшей поверхности контакта с костной тканью при немедленной имплантации в лунку удаленного зуба, что позволяет сократить сроки последующего ортопедического лечения. Дентальные имплантаты цилиндрической формы применяются при отсроченной имплантации в случае длительного полного или частичного отсутствия зубов.

Дентальный имплантат корневидной формы (рис. 6.11) состоит из компактного стержня из титана ВТ1-00 с пористым слоем из сферического порошка титана ВТ1-00. Компактный стержень снабжен осевым резьбовым отверстием, внутрикостная часть имплантата имеет сложную уплощенно-коническую форму, приближающуюся к форме корня зуба.

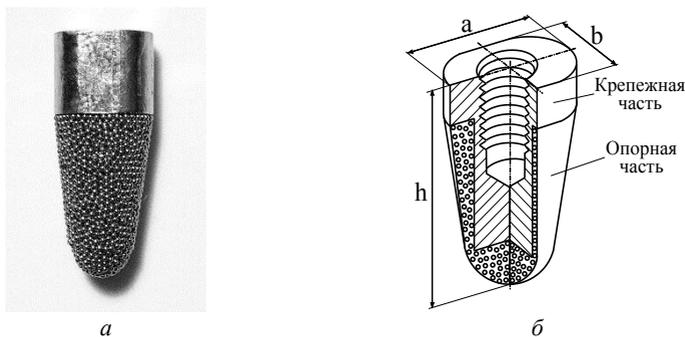


Рис. 6.11. Дентальный имплантат корневидной формы:
a – внешний вид; *б* – основные размеры

С учетом анатомических и функциональных особенностей зубочелюстной системы различных групп пациентов разработан типовой ряд (табл. 6.3), включающий двенадцать типоразмеров дентальных имплантатов корневидной формы, отличающихся друг от друга по длине и размерам поперечного сечения [420–422].

Таблица 6.3

Типовой ряд дентальных имплантатов корневидной формы

Условное обозначение	<i>a</i> , мм	<i>b</i> , мм	<i>h</i> , мм
ИДК-3,5x5	5	3,5	10; 12; 14
ИДК-3,5x6	6	3,5	10; 12; 14
ИДК-4x5	5	4	10; 12; 14
ИДК-4x6	6	4	10; 12; 14

Типовой ряд цилиндрических дентальных имплантатов ИДЦ [423–426] включает девять типоразмеров длиной 10, 12 и 14 мм и диаметром 3,5, 4,0 и 5,5 мм (рис. 6.12).



Рис. 6.12. Дентальные имплантаты цилиндрической формы

Проведенные технические, санитарно-гигиенические и медицинские испытания показали, что дентальные имплантаты из ФГМ на основе титана обладают оптимальными с точки зрения биомеханики прочностными и структурными характеристиками, не оказывают общетоксического, раздражающего и аллергенного действия на организм, проявляет высокую степень биосовместимости и остеоинтеграции (рис. 6.13).

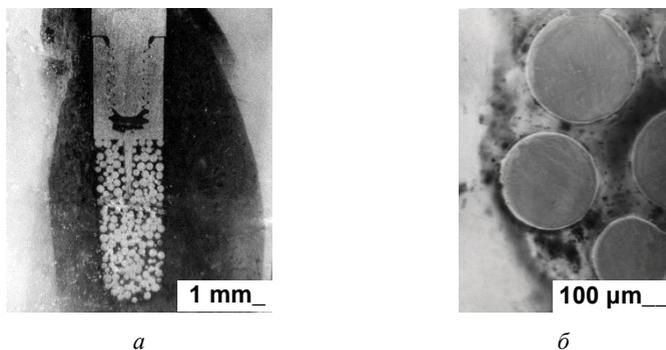


Рисунок 6.13. – Интегрированный в кости дентальный имплантат:
а – имплантат в нижнечелюстной кости; *б* – остеоинтеграция пористого слоя

Опыт практического использования дентальных имплантатов из ФГМ на основе титана показывает, что они обладают высокой биологической стабильностью в организме и могут устанавливаться пожизненно. Результаты двадцатилетних клинических исследований показывают, что за счет большой удельной поверхности при небольших геометрических размерах, высокой механической прочности, хорошей адаптации к структуре кости, биологической совместимости имплантаты из ФГМ на основе титана имеют преимущества по сроку службы перед имплантатами с механически обработанной или модифицированной различными технологиями поверхностью. На дентальные имплантаты из ФГМ на основе титана зарегистрированы ТУ РБ 100219793.313-2003, разработан технологический процесс, изделия успешно прошли сертификационные испытания и разрешены к серийному производству и применению в медицинской практике, что подтверждено регистрационным удостоверением Министерства здравоохранения Республики Беларусь ИМ-7.3990.

Проблема лечения осложненных повреждений шейного отдела позвоночника, которые относятся к категории наиболее тяжелых и сопровождаются высокой летальностью и стойкой утратой большими трудоспособности, является в настоящее время чрезвычайно актуальной, и рассматривать ее необходимо как в медицинском, так и в социальном аспекте. В результате этого заболевания фиброзное кольцо (рис. 6.14), в котором находится ядро межпозвоночного диска, становится слишком слабым, для того, чтобы выдерживать сильное давление. При большой нагрузке на позвоночник оно не выдерживает и происходит либо выпячивание (протрузия) диска, при котором кольцо не рвется, а диск «сплющивается», либо грыжа, при которой фиброзное кольцо лопається, и студенистое ядро диска выливается. В том случае, когда остеохондроз осложнен грыжей межпозвоночного диска, лечение осуществляется посредством хирургического вмешательства.

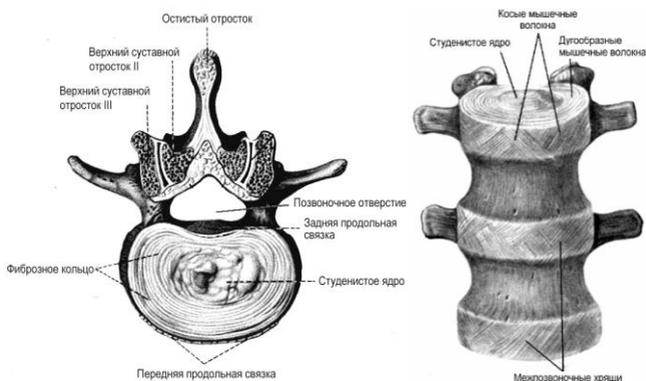


Рис. Анатомия межпозвоночного сустава

При необратимых изменениях анатомической структуры межпозвоночных дисков прибегают к их замене имплантатами [427]. Установка имплантатов производится в полость диска между телами позвонков для сохранения высоты дискового промежутка и размеров межпозвоночных отверстий, предупреждения движений в дегенерировавшем позвонковом сегменте, причем тела позвонков или их часть при этом не удаляют. Совместно с Республиканским научно-

производственным центром травматологии и ортопедии Минздрава Республики Беларусь (РНПЦ ТО МЗ РБ) разработана технология получения ФГМ [343, 344] и конструкция [428] имплантата для межтелового спондилодеза шейного отдела позвоночника, форма и размеры которого соответствует анатомическим особенностям межпозвонкового пространства (рис. 6.15). Имплантат представляет собой полую компактную титановую втулку высотой 10–14 мм, на торцовые поверхности которой нанесен пористый слой толщиной 2 мм из сферического порошка титана марки ВТ1-00 гранулометрического состава (-0,4+0,315) мм, что обеспечивает открытую пористость и требуемый средний размер пор 80–160 мкм [429].

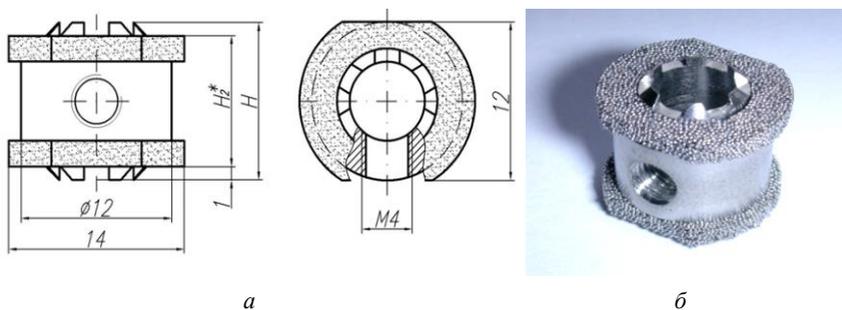


Рис. 6.15. Имплантат для межтелового спондилодеза шейного отдела позвоночника: *а* – основные размеры; *б* – внешний вид

Пожизненная фиксация имплантата в теле пациента достигается вращением (остеоинтеграцией) кости в пористый слой, который обеспечивает максимальную площадь опорной поверхности с губчатой костью тел позвонков и полноценное питание интегрированной в поры костной ткани. Функциональная нагрузка на имплантат воспринимается несущим каркасом в виде полый компактной титановой втулки с фиксирующими элементами в виде зубцов с двух сторон. На начальном этапе остеоинтеграции эти элементы внедряются в губчатую кость прилегающих позвонков, обеспечивая тем самым надежную первоначальную фиксацию имплантата в межпозвонковом пространстве. В дальнейшем центральная полость имплантата заполняется костной тканью, обеспечивая неподвижность тел позвонков и анатомически необходимое расстояние между ними (рис. 6.16).

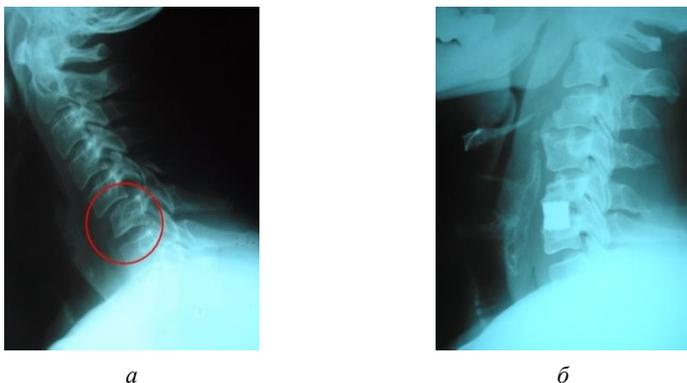


Рис. 6.16. Рентгенограмма шейного отдела позвоночника с установленным в межпозвонковом пространстве имплантатом для межтелового спондилодеза: *а* – до имплантации; *б* – после имплантации

На имплантаты для межтелового спондилодеза шейного отдела позвоночника зарегистрированы технические условия ТУ ВУ 100219793.373-2010, разработаны технологические процессы, изделия успешно прошли сертификационные испытания и разрешены к серийному производству и применению в медицинской практике, что подтверждено регистрационным удостоверением Министерства здравоохранения Республики Беларусь ИМ-7.96841.

В последние десятилетия среди оперативных методов лечения переломов костей лицевого скелета особое место занимает чрезочаговый остеосинтез, относящийся к наиболее стабильным видам фиксации отломков кости [430]. Применяемые в настоящее время минипластины для остеосинтеза костей лицевого скелета из компактного титана, предназначенные для использования в качестве фиксаторов костных отломков лицевого скелета, обладают высокой пластичностью, что позволяет моделировать их изгиб в соответствии с анатомической кривизной травмированной кости и значительно сокращает время проведения операции. Однако клиническое применение таких минипластин выявило один существенный недостаток – их гладкая полированная поверхность препятствует интеграции с окружающей костью, поэтому, вследствие микроперемещений под действием функциональных нагрузок, минипластины постепенно окружаются плотной фиброзной капсулой [430]. Такие минипластины

требуется удалять, что требует повторного оперативного вмешательства, дополнительно травмирует пациентов, а также увеличивает общие сроки восстановительного лечения.

В случае использования пористых пластин происходит быстрая интеграция костной ткани с пористой структурой, что повышает биологическую значимость такого сращения по сравнению с инкапсуляцией [431, 432]. Однако пористые пластины менее прочны и не обладают пластичностью, поэтому необходимо препарировать для них специальное костное ложе, что повышает травматичность операции. В процессе проведения совместных исследований с кафедрой челюстно-лицевой хирургии МГМУ разработаны конструкции, технологический процесс и изготовлены опытные образцы компрессионных минипластин из функционально-градиентного титана (рис. 6.17, *а*) [433].

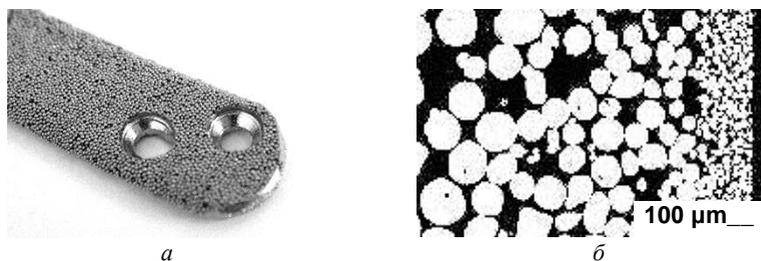


Рис. 6.17. Компрессионная минипластина из функционально-градиентного титана
а – внешний вид; *б* – структура поперечного сечения

Градиентная пористая структура из сферического порошка титанового сплава ВТ1-00, относительный объем и размеры пор которой увеличиваются в направлении от опорной поверхности пластины к ее наружной поверхности (рис. 6.17, *б*), обладает хорошей способностью к интеграции с окружающей костной тканью (надкостницей). После завершения процесса остеоинтеграции обеспечивается надежная долговременная фиксация пластиной отломков кости. Опорная поверхность пластины, имеющая более низкие величины относительной пористости и размера пор, способствует увеличению пластичности и прочности, позволяя изгибать пластину по месту установки, не требует создания воспринимающей площадки на фиксируемых костных отломках, снижая сложность, трудоемкость и травматизм операционного вмешательства. Повышенная проч-

ность пластины позволяет надежно зафиксировать отломки кости в зоне перелома, что сокращает сроки реабилитации пациентов.

Минимальные величины относительной пористости и размера пор градиентно-пористой структуры вблизи боковых поверхностей пластины и поверхностей отверстий под костные шурупы позволяют придать пластине дополнительную жесткость и прочность в поперечном сечении, особенно в случаях применения компрессионных нагрузок в зоне перелома. Клинические испытания показали, что первоначальная фиксация и остеоинтеграция пластины для остеосинтеза с градиентом пористой структуры по срокам и гистологической картине практически не отличаются от аналогичных пластин с равномерной пористой структурой при более высокой прочности и пластичности.

Конструкция минипластин из ФГМ на основе компактно-пористого титана [434] построена на модульном принципе увеличения длины (рис. 6.18, *а*). Технология изготовления минипластин, включающая использование методов ЭИС и ЭРМ [343, 344], позволяет значительно уменьшает реакцию отторжения организмом человека и соответствует современной концепции пожизненной имплантации с полной остеоинтеграцией. Разработанные методики проведения операции остеосинтеза [434] и созданный типовый ряд, включающий пять типоразмеров минипластин (рис. 6.18, *б*) длиной 22, 28, 34, 46 и 94 мм с одинаковым поперечным сечением 1×4 мм, позволили разработать групповой технологический процесс, упростить производство и значительно снизить себестоимость их получения. Изготовленное технологическое оборудование позволяет получать до 160 минипластин в смену.



Рис. 6.18. Минипластины для остеосинтеза костей лицевого скелета:
а – внешний вид; *б* – минипластины типового ряда

Проведенные специалистами МГМУ клинические исследования показали, что использование системы минипластин для остеосинтеза костей лицевого скелета из компактно-пористого титана позволяет упростить выполнение операции и снизить травматичность хирургического вмешательства, что позволяет сократить сроки временной утраты трудоспособности и значительно уменьшить количество послеоперационных осложнений. Проведенные в послеоперационном периоде рентгеновские исследования (рис. 6.19) подтверждают эффективность применения разработанной системы минипластин.



Рис. 6.19. Рентгенограмма травмированной нижней челюсти:
а – до операции; *б* – после операции

На систему минипластин для остеосинтеза костей лицевого скелета зарегистрированы технические условия ТУ РБ 100219793.314-2003, изделия успешно прошли сертификационные испытания и разрешены к серийному производству и применению в медицинской практике, что подтверждено регистрационным удостоверением Министерства здравоохранения Республики Беларусь ИМ-7.3989.

Устранение дефектов нижней челюсти с восстановлением нарушенной непрерывности является часто встречающейся задачей челюстно-лицевой хирургии. Такие дефекты, как правило, возникают вследствие перенесенных тяжелых травматических повреждений, постлучевого остеомиелита, после удаления участков, пораженных доброкачественными или злокачественными опухолями, и приводят к нарушению функции жевания и речи. Применение титановых минипластин из-за малых размеров сечения не позволяет обеспечить стабильную фиксацию сохранившихся фрагментов нижней челюсти в анатомически правильном положении, сохранение нормальных

контуров лица и функции височно-нижнечелюстных суставов. Наилучшие результаты могут быть получены при использовании компактных титановых пластин толщиной 2–3 мм с контактными поверхностями, покрытыми слоем пористого титана. Так как размеры и форма контактных поверхностей в каждом конкретном случае зависят от протяженности дефекта и анатомических особенностей удаленной части челюсти, основной целью разработки являлось создание конструкции и изготовление индивидуальных имплантатов для реконструкции нижней челюсти с использованием новой технологии импульсного лазерного нанесения пористого слоя из сферического порошка титана на компактный титановый каркас.

Разработанные совместно со специалистами Республиканского научно-практического центра онкологии и медицинской радиологии имени Н.Н. Александрова (РНПЦ ОиМР им. Н.Н. Александрова) индивидуальные имплантаты для протезирования нижней челюсти предназначены для восстановления непрерывности нижней челюсти, стабильной фиксации сохранившихся фрагментов в анатомически правильном положении, сохранения нормальных контуров лица и функции височно-нижнечелюстных суставов [435–437]. Имплантаты состоят из компактного несущего каркаса сечением 3×7 мм, изготовленного из титана марки ВТ1-00 и имеющего опорные элементы, на поверхность которых методом СЛС нанесен пористый слой из сферического порошка титанового сплава этой же марки [438–440]. Опорные элементы размером 10×25 мм позволяют неподвижно закрепить имплантат с помощью костных шурупов к кости по обе стороны дефекта, а пористый слой, форма поверхности которого изготавливается с учетом анатомических особенностей утраченных фрагментов кости, способствует лучшей остеоинтеграции (рис. 6.20). Конструкция имплантатов построена на модульном принципе, позволяющем наращивать длину от 100 до 190 мм с кратностью 10 мм и моделировать необходимый радиус изгиба.

Результаты реконструктивно-восстановительных операций, проведенных в РНПЦ ОиМР им. Н.Н. Александрова с использованием разработанных имплантатов у больных злокачественными новообразованиями и постлучевым остеомиелитом нижней челюсти, подтвердили целесообразность их применения, которое позволило улучшить функциональные и косметические результаты, снизить количество и стоимость применяемого хирургического инструмента, уменьшить опера-

ционную травму и сократить сроки медицинской реабилитации больных. На индивидуальные имплантаты для протезирования нижней челюсти зарегистрированы технические условия ТУ ВУ 100219793.368-2010, разработан технологический процесс, изделия успешно прошли сертификационные испытания и разрешены к серийному производству и применению в медицинской практике, что подтверждено регистрационным удостоверением Министерства здравоохранения Республики Беларусь ИМ-7.96843.

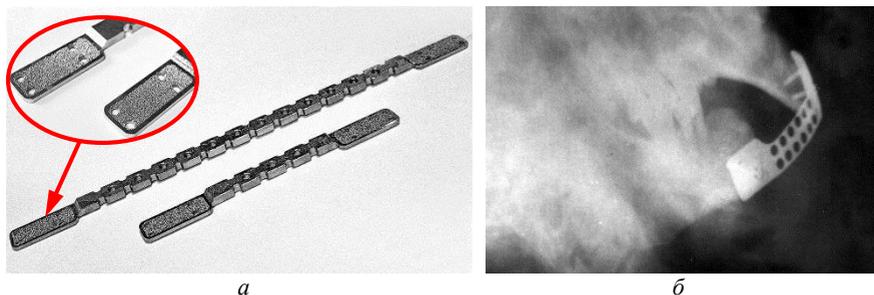


Рис. 6.20. Индивидуальные имплантаты для протезирования нижней челюсти: *а* – внешний вид; *б* – рентгенограмма устраненного дефекта

В последнее время развитие такого направления медицины как электротерапия сердца привело не только к появлению новых кардиостимуляторов, но и созданию более эффективных проводов-электродов. С помощью электродов не только осуществляют стимуляцию сердечной мышцы, кроме того, они выполняют детектирующие функции, что сделало возможной реализацию огромного числа терапевтических и диагностических методов [441]. Современные исследования по эндокардиальной электростимуляции сердечной деятельности направлены на оптимизацию контактной части электрода и параметров импульса, как наиболее важных факторов, определяющих эффективность электростимуляции, и, следовательно, экономию энергии кардиостимулятора. Материал контактной части электродов, вступающей в непосредственное соприкосновение с тканями эндокарда, должен способствовать надежной фиксации, обладать высокой биосовместимостью, иметь низкое пороговое электрическое сопротивление для осуществления электростимуляции. В улучшении электрических параметров электростимуляции

сердца помимо материала, важную роль играет также площадь и форма контактной головки эндокардиального провода-электрода [442]. При уменьшении площади контакта и радиуса кривизны плотность тока увеличивается, а порог стимуляции кардиостимулятора снижается. Сферическая поверхность имеет наименьшую площадь и создает равномерное радиальное электрическое поле, за счет которого можно повысить плотность тока, а значит, усилить эффект электростимуляции при минимальных энергетических затратах. Большое значение имеет рельеф и структура поверхности головки провода-электрода. По сравнению с гладкой, пористая поверхность контактных головок обладает рядом преимуществ, таких как незначительные поляризационные потери, более быстрая и надежная фиксация к эндокарду, тонкая приэлектродная капсула, формирующаяся вокруг головки, малый порог электростимуляции [443]. Пористая структура увеличивает активную поверхность соприкосновения (до трех раз) и емкость контактной головки, уменьшая потери энергии на границе электрод-эндокард. Тонкая капсула вокруг пористой головки электрода формируется в течение первых 2-х недель и в дальнейшем практически не изменяется, в то время как вокруг гладкой головки утолщается в последующем в 3–4 раза. Пористый слой прорастает коллагеновыми волокнами, что предотвращает тромбообразование. Все изложенное убедительно доказано проведенными клиническими исследованиями.

Разработанная совместно с АО «Специальное конструкторское бюро медицинской электротехники» (г. Каменец-Подольский, Украина) головка эндокардиального провода-электрода (рис. 6.21) с градиентной структурой состоит из пористой полусферы 1 из сферического порошка титана ВТ1-00 и корпуса 2 из компактного титана этой же марки [444]. Технологический процесс получения градиентной пористой структуры головки включает операцию формирования на поверхности корпуса пористой полусферы из сферического порошка титана гранулометрического состава $(-0,16+0,1)$ мм. Электроимпульсное воздействие позволяет наносить пористый порошковый слой на тонкостенный корпус контактной головки без нарушения его прочностных свойств [445, 446]. Дальнейшее получение эндокардиальных электродов заключается в соединении контактной головки с гибким спиральным проводником, заключенным в силиконовую изоляцию, для подключения к кардиостимулятору.

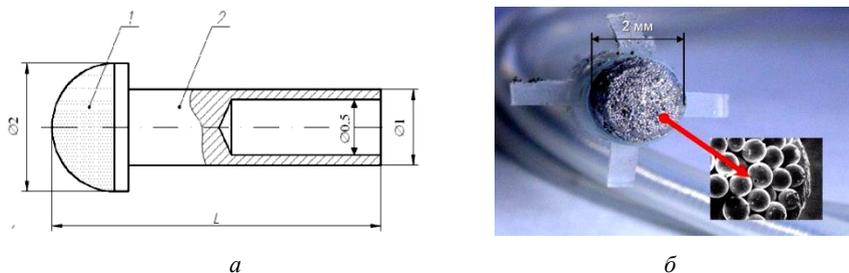


Рис. 6.21. Пористая контактная головка эндокардиального провода-электрода:
 1 – пористая полусфера; 2 – корпус из компактного титана
 а – конструкция; б – внешний вид

Проведенные в Институте хирургии им. Л.В. Вишневого (г. Москва), НИИ трансплантации и искусственных органов (г. Москва), НИИ клинической и экспериментальной хирургии (г. Киев) клинико-экспериментальные исследования опытной партии эндокардиальных проводов-электродов для стимуляции сердечной деятельности с пористой контактной головкой позволили разработать и утвердить технические условия на эндокардиальный провод-электрод марки ПЭЭД. Исследования показали, что благодаря пористой структуре контактной поверхности электрод имеет низкий порог стимуляции сердца, хорошую чувствительность к кардиосигналу, тонкую приэлектродную капсулу и возможность введения через тонкие вены, что позволяет повысить эффективность кардиостимуляции и продлить срок работы кардиостимулятора. Эндокардиальный провод-электрод для стимуляции сердечной деятельности с контактной головкой из порошка титана внедрен в АО «Специальное конструкторское бюро медицинской электротехники» (г. Каменец-Подольский, Украина). Изготовленная по разработанной технологии градиентная структура контактной головки имеет повышенную механическую прочность, что позволило сократить количество брака при сборке эндокардиального провода-электрода. На разработанные эндокардиальные провода-электроды с пористой контактной головкой из порошка титана после проведения испытаний получено разрешение на применение в медицинской практике, что подтверждено регистрационными удостоверениями Министерств здравоохранения Украины № 396/97 и России № 98/935.

Широкое применение новых высокоэффективных лекарственных и биологических препаратов привело в последнее время к загрязнению ими окружающей среды, продуктов питания и организмов людей, увеличило число различных аллергических заболеваний и отравлений. Концентрация этих препаратов, как правило, крайне незначительна и требует применения высокочувствительных методов контроля. Одним из таких перспективных методов является твердотельная аналитическая система контроля с помощью клеточных электрохимических биосенсоров [447]. Система предназначена для контроля биологических жидкостей (крови, мочи, слюны и т. п.), продуктов питания, культуральных сред биологических производств, а также экологической обстановки. Основным элементом системы является измерительная электродная матрица, выполненная в виде длинномерного пористого стержня с контактным выводом. Электродная матрица пропитывается гелем, содержащим клетки индикаторных микроорганизмов (тест-препаратов электрохимических биосенсоров). В процессе измерения происходит разрушение клеток индикаторных микроорганизмов контролируемым химическим веществом и выделение цитоплазмы клеток в поровое пространство электродной матрицы, что приводит к снижению ее электросопротивления, регистрируемого измерительным прибором. По степени изменения электросопротивления судят о концентрации контролируемого химического вещества. Условия эксплуатации электродных матриц требуют применения материала пористого стержня с повышенной коррозионной стойкостью и прочностью, биологической толерантностью, малой токсичностью. Технология получения должна исключать деформирование поверхностного слоя частиц порошка, обеспечить открытую пористость и высокую проницаемость пористого тела, низкое электросопротивление в месте его соединения с контактным выводом.

Разработана конструкция (рис. 6.22, *a*) и технологический процесс получения электродных матриц для клеточных электрохимических биосенсоров [123, 448] из сферического порошка титанового сплава марки ВТ1-00 гранулометрического состава $(-0,2+0,16)$ мм, материал контактного вывода – компактный титан марки ВТ1-00. Проведенные исследования показали, что тело полученных электродных матриц обладает пористостью 37–39 %, средний размер пор составляет 38–45 мкм.

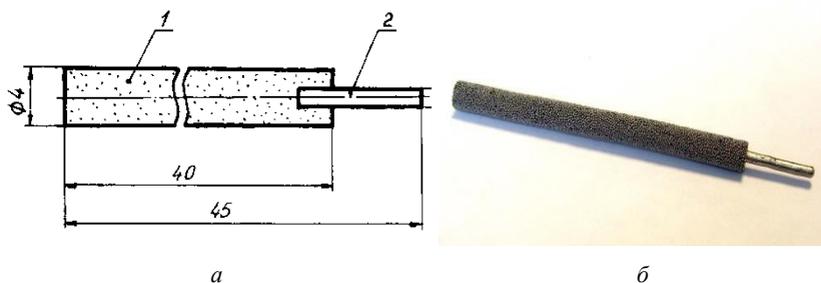


Рис. 6.22. Электродная матрица для клеточных электрохимических биосенсоров:
 1 – пористое тело из сферического порошка титана;
 2 – титановый контактный вывод
 а – конструкция; б – внешний вид

Опытная партия титановых электродных матриц с градиентом пористой структуры внедрена в производство клеточных электрохимических биосенсоров высокой чувствительности во ВНИИ микробиологических производств г. Минск.

6.3. Разработка технологии получения контактных узлов электрокоммутационных устройств

В современной электротехнике широко используется электрооборудование (реле, сирены, регуляторы напряжений, контакторы и т. п.), снабженные электроконтактными прерывателями для периодической коммутации среднеточных (1–10 А) электрических цепей с частотой коммутации 10–400 Гц. К термо- и электроэрозионной стойкости контактных узлов этих устройств предъявляют повышенные требования. Наиболее распространенной [449] является конструкция электроконтактных прерывателей (рис. 6.23), в которую входят подвижный и неподвижный контактные узлы, к которым присоединены контактные элементы. Упругое взаимодействие коммутирующих между собой с заданной частотой контактных элементов достигается применением подпружиненных подвижных контактодержателей. Для того чтобы электрический ток проходил только через контактные элементы, контактодержатели устанавливаются в изолирующем корпусе или разделяются диэлектрической пластиной.

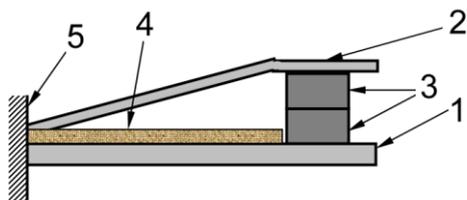


Рис. 6.23. Конструкционная схема электроконтактного прерывателя:
 1 – неподвижная пластина-контактодержатель; 2 – подвижная пластина-контактодержатель из пружинной стали; 3 – контактный элемент;
 4 – диэлектрическая пластина; 5 – жесткое крепление

Контактные элементы изготавливаются, как правило, в виде дисков толщиной 0,5-3 мм из вольфрама или серебра. Вольфрам характеризуется высокой температурой плавления, твердостью и стойкостью к электрической эрозии. Серебро обладает низким удельным электро-сопротивлением и хорошей теплопроводностью, что предотвращает расплавление поверхностей контактных элементов при воздействии высоких температур дуги [450]. При сборке контактных узлов используется промежуточная деталь-подложка из стали или латуни в виде грибка, на шляпку которого напаивается вольфрамовый или серебряный диск, после чего вся композиция соединяется с контактодержателем путем развальцовывания или с помощью резьбы. Такая технология изготовления контактных узлов характеризуется высокой сложностью, трудоемкостью, себестоимостью и не обеспечивает надежности соединения деталей. Использование припоя для соединения контактного элемента и подложки ограничивает прочность контактного узла и увеличивает его электро-сопротивление, что приводит к уменьшению срока службы электроконтактного прерывателя в целом.

Предложенная технология получения контактных узлов, включающая прессование и спекание порошка вольфрама с последующим соединением порошковых вольфрамовых дисков напрямую с контактодержателями путем ЭРС [294, 451–454], позволяет упростить конструкцию контактного узла, исключить операцию пайки, повысить производительность и снизить материалоемкость.

Для исследования технологических режимов ЭРС, исследований структуры и свойств получаемых ФГМ, а также для исследования эксплуатационных характеристик электроконтактных прерывателей были изготовлены элементы контактных узлов звуковых сигналов,

включающие порошковые вольфрамовые контактные элементы ($W + 0,5 \% Ni$) в виде дисков диаметром 4,0 мм и высотой 1,6 мм с относительной плотностью 95–98 %, а также подвижные и неподвижные контактодержатели толщиной 0,7 и 2,0 мм из сталей марок 65Г и 20 соответственно.

Для оценки прочности соединения стальных контактодержателей и порошковых вольфрамовых контактных элементов проводили испытания на срез на разрывной машине Р-05 (рис. 6.24) с использованием разработанных с учетом требований ГОСТ 25997-83, СТБ ЕН 970-2002 и СТБ ЕН 1320-2005 приспособлений. Металлографические исследования структуры материалов проводили с помощью металлографического микроскопа «Поливар» («Райхерт», Австрия). Исследование элементного состава проводилось на аттестованном сканирующем электронном микроскопе «Нанолаб-7» («Оптон», ФРГ) с микрорентгеноспектральным анализатором AN 10000 («Линк Аналитикл», Великобритания) по программе количественного анализа ZAF4-FLS с погрешностью метода 3–5 %.

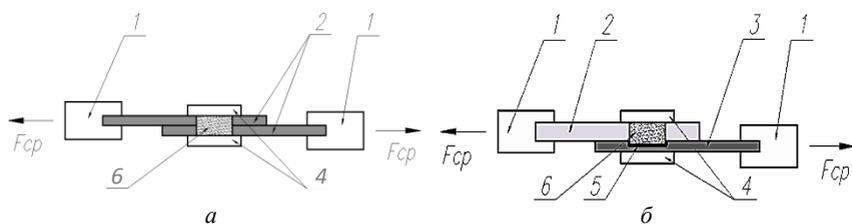


Рис. 6.24. Схемы испытаний на срез

1 – захваты; 2 – тяга с отверстием; 3 – контактодержатель; 4 – накладки;
 5 – зона соединения; 6 – контактный элемент; $F_{ср}$ – усилие среза
 а – испытание контактного элемента; б – испытание контактного узла

Эксплуатационные испытания электроконтактных прерывателей проводили в составе автомобильных звуковых сигналов в испытательной лаборатории Механического производства ОАО «Горизонт» (г. Минск) по методикам ТУ РБ 100085/49.130-2001. В результате испытаний установлено, что, в зависимости от режима ЭРС, прочность на срез соединений порошковых вольфрамовых контактных элементов с контактодержателями из стали 20 находится в диапазоне 182–205 МПа, а с контактодержателями из стали 65Г – в диапазоне 147–200 МПа (рис. 6.25).

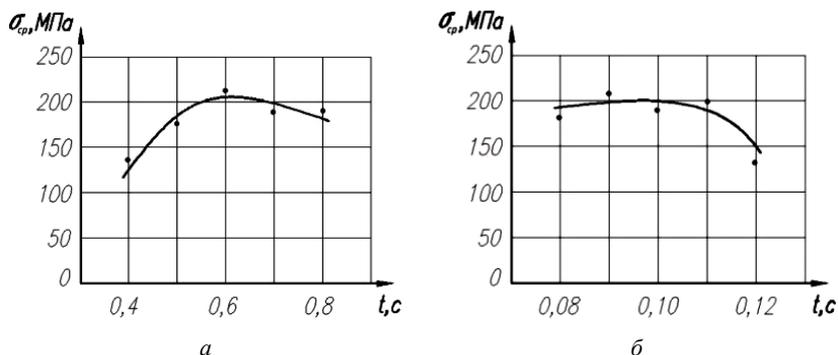


Рис. 6.25. Зависимость предела прочности на срез соединений порошковых вольфрамовых контактных элементов и контактодержателей из разных марок стали от длительности электроимпульсного воздействия: *a* – сталь 20; *б* – сталь 65Г

В процессе испытаний контактных узлов на срез установлено, что наибольшая прочность соединения достигается при длительности электроимпульсного воздействия 0,6 с для стали 20 и 0,1 с – для стали 65Г (рис. 6.26, *a*). С увеличением длительности электроимпульсного воздействия наблюдается разупрочнение и разрушение стальных контактодержателей по зоне термического влияния, в результате чего предел прочности контактных узлов начинает резко снижаться (рис. 6.26, *б*, *в*). Принимая во внимание тот факт, что до определенного момента с увеличением длительности импульсного тока происходит увеличение предела прочности на срез (рис. 6.25) и разрушение происходит не по зоне соединения, а по материалу контактного элемента, можно предположить, что в процессе ЭРС происходит упрочнение материала контактного элемента.

Для проверки этого предположения спеченные порошковые вольфрамовые контактные элементы из той же партии подвергли электроимпульсному воздействию, величина и длительность которого была аналогична значениям, обеспечившим максимальную прочность на срез соединений контактных узлов. Установлено, что в процессе ЭРС осевая усадка порошковых вольфрамовых контактных элементов составила 40–60 мкм, что соответствует уменьшению относительной пористости на 2–4 %.

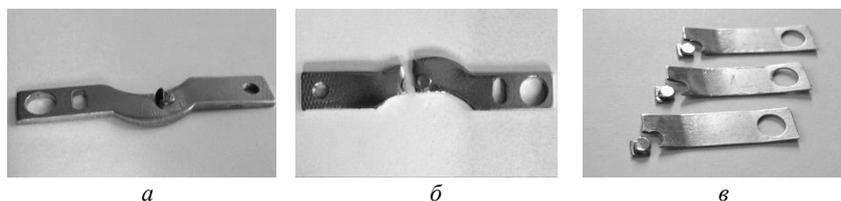


Рис. 6.26. Виды разрушения при испытаниях на срез контактных узлов с контактодержателями из сталей разных марок:
a – разрушение контактного элемента; *б* – разрушение контактодержателя из стали 20; *в* – разрушение контактодержателя из стали 65Г

Исходные и подвергнутые электроимпульсному воздействию контактные элементы испытывали на срез по схеме, показанной на рис. 6.24, *a*, в результате чего установлено, что предел прочности на срез исходных контактных элементов составил 50–55 МПа, а после электроимпульсного воздействия их прочность повысилась в 1,5–1,6 раза до 130–140 МПа. Металлографические исследования показали, что в результате электроимпульсного воздействия происходит уменьшение количества пор и измельчение зеренной структуры материала порошкового вольфрамового контактного элемента (рис. 6.27), т. е. его модифицирование.

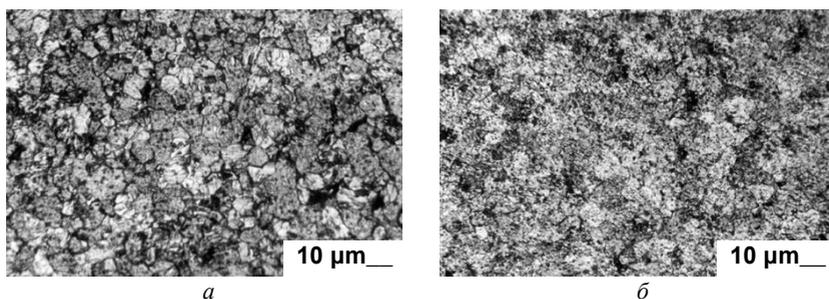


Рис. 6.27. Структура материала порошкового вольфрамового контактного элемента:
a – до электроимпульсного воздействия;
б – после электроимпульсного воздействия

Следует отметить, что результаты испытаний на срез отдельных подвергнутых электроимпульсному воздействию контактных элементов и соединений контактных элементов со стальными контактодержателями значительно отличаются. Значения прочности на срез

контактных элементов после ЭРС в составе полученных контактных узлов составили 200–210 МПа, что можно объяснить разной скоростью теплоотвода из зоны воздействия. Металлографическими исследованиями установлено, что в результате ЭРС между порошковыми вольфрамовыми контактными элементами и стальными пластинами-контактодержателями из стали 65Г образуется переходный слой (рис. 6.28) шириной 40–60 мкм.

Исследование элементного состава материала переходного слоя показало, что в его состав входят следующие химические элементы: 88,3 % Fe, 4,7 % W, 1,3 % Mn и 5,7 % Ni. Наличие в переходном слое химических элементов всех материалов соединения: порошкового вольфрамового контактного элемента (W + 0,5 % Ni) и стальной пластины-контактодержателя (Fe + 1 % Mn), позволяет сделать вывод о том, что в процессе ЭРС происходит массоперенос материалов исходных слоев с образованием градиента химических свойств [455].

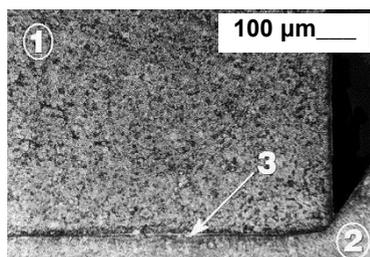


Рис. 6.28. Структура соединения порошкового вольфрамового контактного элемента и контактодержателя из стали 65Г:

1 – порошковый вольфрамовый контактный элемент;
2 – контактодержатель; 3 – переходный слой



Рис. 6.29. Звуковой сигнал с контактными узлами из ФГМ

Проведенные на Механическом производстве ОАО «Горизонт» (г. Минск) эксплуатационные испытания показали, что электроконтактные прерыватели с контактными узлами, изготовленными из ФГМ, имеют ресурс работы не менее 50 000 циклов коммутации, обеспечивающий срок службы звукового сигнала (рис. 6.29) при непрерывной работе до 69 часов при громкости звука 105–118 дБ, что соответствует требованиям ТУ РБ 100085/49.130-2001.

Разработанная технология позволяет формировать без защитной атмосферы, припоя и подложки надежное неразъемное соединение

порошковых вольфрамовых контактных элементов с контактодержателями из стали 20 и стали 65Г с переходным градиентным слоем, дополнительно упрочнять материал порошкового вольфрамового контактного элемента на 10–15 %, увеличив прочность соединения на срез до 200–210 МПа, снизить энергоемкость получения контактных узлов на 15–20 % и трудоемкость – на 10–15 %.

Разработанный технологический процесс и опытная партия контактных узлов внедрены в производство автомобильных звуковых сигналов на Механическом производстве ОАО «Горизонт».

Кулачковые контакторы КЭ-153 (рис. 6.30) предназначены для коммутации цепей управления постоянного тока силой до 16 А напряжением до 110 В и применяются в низковольтном железнодорожном оборудовании и командоаппаратах (контроллерах машиниста, блокировочных переключателях, блоках выключателей и т. п.). Коммутационная износостойкость контактора составляет 50,0 тыс. циклов, механическая износостойкость – 1,0 млн. циклов.

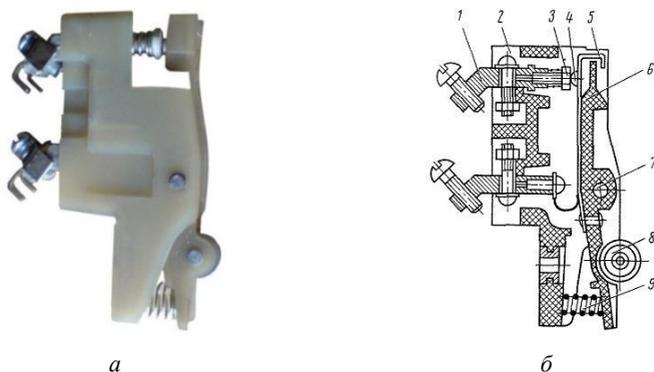


Рис. 6.30. Кулачковый контактор КЭ-153:

- 1 – электрический вывод; 2 – изолирующий корпус; 3 – неподвижный контактный узел; 4 – подвижный контактный узел; 5 – пружина-контактодержатель;
 6 – рычаг управления; 7 – ось; 8 – ролик; 9 – пружина
 а – внешний вид; б – конструкция

Традиционно контактные узлы контактора КЭ-153 получали по технологии печной высокотемпературной пайки в защитной атмосфере, обладающей такими недостатками, как малая производительность, вы-

сокая энергоемкость, материалоемкость и большой процент брака. Разработанная технология [294] позволила осуществлять процесс соединения контактных элементов из серебра к латунному основанию путем воздействия электрических импульсов переменного тока силой 1–20 кА, частотой 50 Гц, и длительностью 0,02–1 с без применения защитной атмосферы. Полученное надежное неразъемное соединение «серебро-латунь» хорошо зарекомендовало себя при эксплуатации контактных узлов (рис. 6.31), входящих в конструкцию контакторов.



Рис. 6.31. Контактный узел кулачкового контактора КЭ-153

Внедрение новой технологии получения контактных узлов в ЧУП «ЭНВА» ОО «БелТИЗ» (г. Молодечно) позволило снизить трудоемкость и энергоемкость изготовления контактов на 35–40 %, отказаться от использования защитной атмосферы и высокотемпературного серебрясодержащего припоя, увеличить ресурс работы контактов КЭ-153 на 15–20 % и отказаться от их импорта.

6.4. Разработка технологии получения порошковых электродов из тугоплавких металлов

Танталовые и ниобиевые оксидно-полупроводниковые конденсаторы находят широкое применение в электронной аппаратуре. Миллионы штук в год оксидно-полупроводниковых конденсаторов, выпускаемых во всем мире, требует применения более производительных и экологически чистых технологий их получения. Для применяемых в настоящее время технологий характерна малая степень автоматизации, большой выход брака, недостаточная экономия материалов и нестабильность характеристик готовых изделий. Это во

многим связано с процессом получения порошковых объемно-пористых анодов [456, 457], которые являются основным элементом оксидно-полупроводникового конденсатора (рис. 6.32).

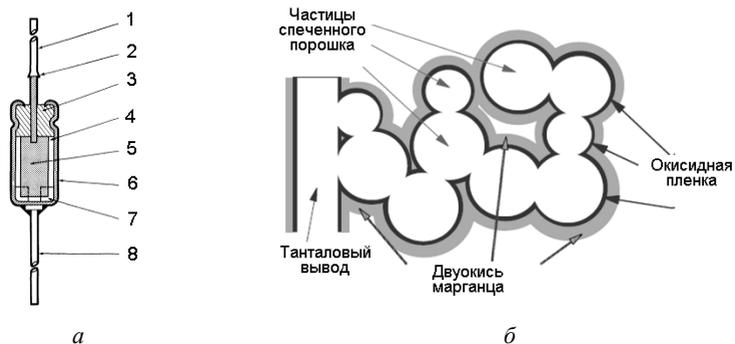


Рис. 6.32. Устройство оксидно-полупроводникового конденсатора:
 1 – провод анода; 2 – стыковой сварной шов; 3 – уплотнение;
 4 – электролит; 5 – объемно-пористый анод; 6 – металлический корпус;
 7 – крепление анода; 8 – провод катода
 а – конструкция конденсатора; б – схема объемно-пористого анода

Материал объемно-пористого анода должен обладать не только градиентом структуры, но и градиентами физических и химических свойств. Для получения большой площади поверхности при малых габаритах конденсатора в качестве анода используют пористое тело, получаемое спеканием в вакууме предварительно спрессованного со связующим веществом порошка тантала или ниобия. Внутри объемно-пористого анода запрессован расплюснутый на конце проволочный танталовый вывод, являющийся основой для подвода электрического напряжения к пористому телу. В качестве диэлектрика служит оксидная пленка, покрывающая частицы спеченного порошка, а катодом является двуокись марганца, которой пропитывают пористое тело. Электрические характеристики оксидно-полупроводникового конденсатора напрямую связаны с параметрами структуры объемно-пористого анода. Величина электрической емкости конденсатора зависит от площади поверхности пор, на токи утечки влияют дефекты оксидной пленки и качество электрического контакта между пористым телом и выводом, на диэлектрические потери –

равномерность оксидной пленки по толщине. Для достижения полной пропитки объемно-пористого анода электролитом его поры должны быть сообщающимися между собой и с поверхностью пористого тела.

Традиционные технологии получения объемно-пористых анодов имеют ряд недостатков, таких как высокая степень брака и трудоемкость получения, связанные с использованием связующих веществ при прессовании для увеличения механической прочности прессовок. Продукты разложения связующих веществ после спекания прессовок приводят к дефектам оксидной пленки, закрытая пористость и наличие тупиковых пор препятствуют пропитке спеченного объемно-пористого анода электролитом, высокая температура и длительность спекания ведут к уменьшению площади поверхности пор и к уменьшению емкости оксидно-полупроводникового конденсатора, плохой электрический контакт спеченного объемно-пористого анода с танталовым выводом является причиной увеличения электрических потерь и нагрева оксидно-полупроводникового конденсатора в процессе работы.

На основании проведенных исследований [458] разработаны технологии ЭИС объемно-пористых анодов оксидно-полупроводниковых конденсаторов из порошков тантала и ниобия [123, 297, 459–464], позволившие получить прочную прессовку, исключив трудоемкие операции подготовки порошка со связующим, подготовки вывода, утильного отжига заготовок, снизить в 4,5 раза длительность и на 400 °С температуру спекания в вакууме, при увеличении емкости конденсаторов на 30 % и снижении материалоемкости на 40 %. Возникающий в процессе электроимпульсного воздействия пинч-эффект [284] способствует получению объемно-пористого анода с открытой пористостью и высоким значением удельной поверхности, не загрязненной посторонними примесями. Качество электрического контакта пористого тела анода с танталовым выводом позволило значительно уменьшить длину его запрессовки и отказаться от операции расплющивания (рис. 6.33).

Учитывая большую потребность в оксидно-полупроводниковых конденсаторах с ниобиевыми и танталовыми объемно-пористыми анодами, была сконструирована и изготовлена автоматизированная установка ЭИС (рис. 6.34) производительностью до 1 000 объемно-пористых анодов в час [123, 297, 465].

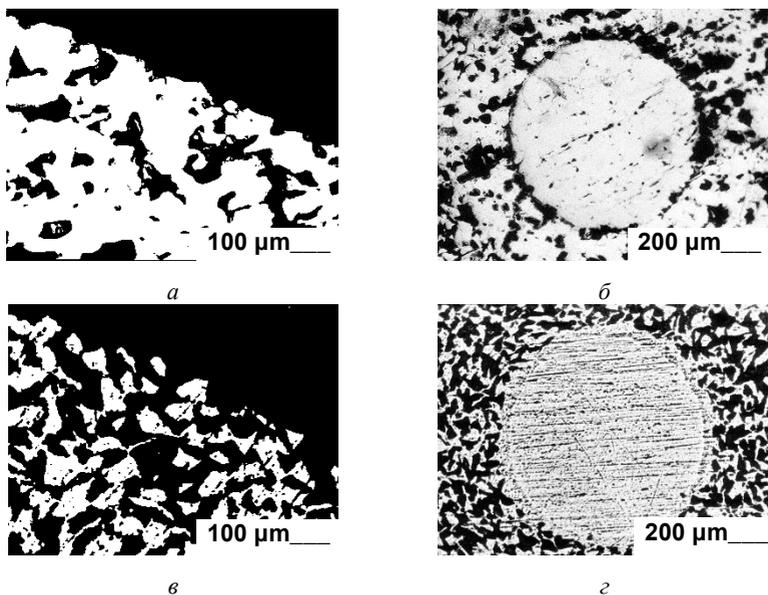


Рис. 6.33. Структура поперечного сечения объемно-пористых анодов, полученных по традиционной (вверху) и разработанной (внизу) технологиям: *а, в* – наружный пористый слой; *б, г* – центральная часть с выводом

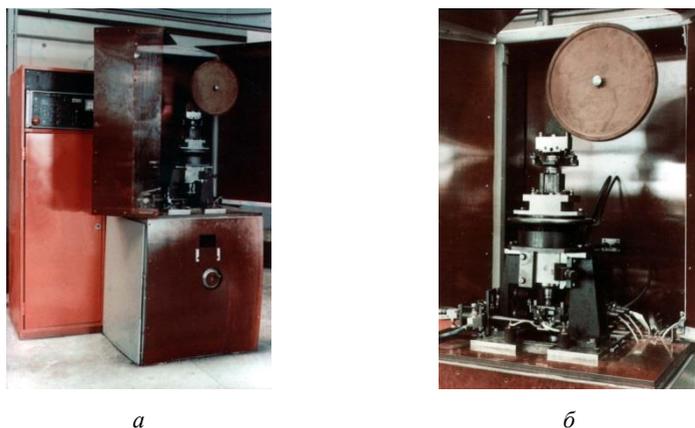


Рис. 6.34. Автоматизированная установка для ЭИС объемно пористых анодов: *а* – внешний вид; *б* – прессующее устройство

Разработанные технологические процессы [344, 362, 466] получения объемно-пористых анодов (рис. 6.35) оксидно-полупроводниковых конденсаторов внедрены на заводе радиодеталей г. Новосибирск и в ОАО «Элеконд» г. Сарapul.

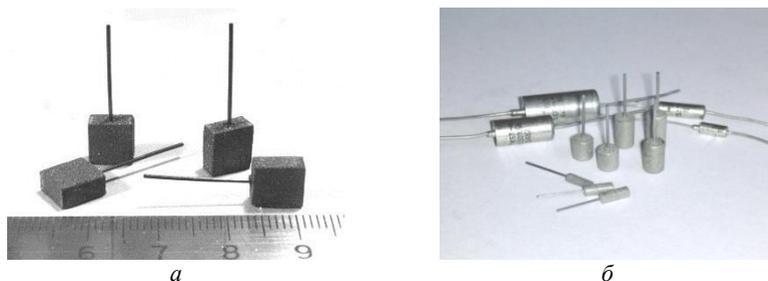


Рис. 6.35. Объемно-пористые аноды оксидно-полупроводниковых конденсаторов: *а* – призматические; *б* – цилиндрические

Важнейшим элементом конструкции газоразрядных ламп является катод, служащий источником эмиссии электронов в вакууме [467]. Тяжелые условия работы предъявляют к материалу и конструкции катода ряд специфических требований. Он должен являться источником эмиссии определенной величины потока электронов, в течение всего срока службы лампы быть устойчивым к бомбардировке нейтральными или положительно заряженными частицами. Материал катода в процессе работы не должен изменять своих физико-химических свойств, должен обладать необходимой тепло- и электропроводностью, иметь низкую скорость испарения. В настоящее время в качестве материала для изготовления катодов служит вольфрам. Конструктивное исполнение катодов может быть различным, чаще всего это навитая на вольфрамовый сердечник спираль из вольфрамовой проволоки с расположенным между витками эмиссионным веществом – окислами тугоплавких металлов (W, Ва, Y и др.). Такая конструкция катода увеличивает площадь поверхности, с которой осуществляется эмиссия электронов, однако не всегда отвечает потребностям производства с точки зрения технологичности, ресурса работы и экономии дефицитного вольфрама. Более эффективно применение порошкового вольфрамового катода с эмиссионным веществом, помещенным в порах. Получение таких изделий

из порошка вольфрама путем прессования и спекания затруднены, т. к. требует применения мощного прессового оборудования, дорогостоящей технологической оснастки, высокотемпературных вакуумных или водородных печей.

Более перспективным с точки зрения дальнейшей разработки и промышленного внедрения порошковых вольфрамовых катодов является использование методов электроимпульсного воздействия, позволяющих при минимальных усилиях прессования в течение короткого промежутка времени и с минимальными энергозатратами получить изделия необходимой формы и размеров с заданным распределением эмиссионного вещества по объему пористого тела [344, 362, 466, 468].

Разработанная технология получения порошковых катодов для газоразрядных ламп заключается в разряде емкостного накопителя через прессовку смеси электропроводного порошка вольфрама марки ВЧДК с размером частиц 5–10 мкм и диэлектрического порошка Ba_2CaWO_6 (эмиссионное вещество) с размером частиц 10–20 мкм в количестве до 10 об.% с расположенным внутри вольфрамовым сердечником – керном диаметром 1–3 мм. Протекание мощного импульса электрического тока в зонах контактов между вольфрамовыми частицами, а также между частицами и поверхностью керна, приводит к образованию прочного вольфрамового каркаса, в поровом пространстве которого распределены частицы порошка эмиссионного материала. Длительность процесса исчисляется десятками микросекунд, что позволяет осуществлять его на воздухе без применения защитных атмосфер. Технология получения ФГМ с использованием метода электроимпульсного воздействия позволяет достичь необходимой прочности вольфрамового катода и равномерного распределения эмиссионного материала в его структуре. Каркас из спеченного вольфрамового порошка образует прочный контакт с вольфрамовым керном, имеет равномерно распределенный в поровой структуре эмиссионный материал и открытую пористость на поверхности (рис. 6.38, *a-в*), что позволяет увеличить удельную эмиссию ФГМ в 2,6–3,2 раза.

Разработанный технологический процесс получения порошковых функционально-градиентных катодов для газоразрядных ламп по сравнению с традиционно применяемой технологией на 20 % снижает

потребление вольфрама, существенно сокращает трудозатраты и длительность технологического процесса при изготовлении катодов без снижения эксплуатационных характеристик газоразрядных ламп.

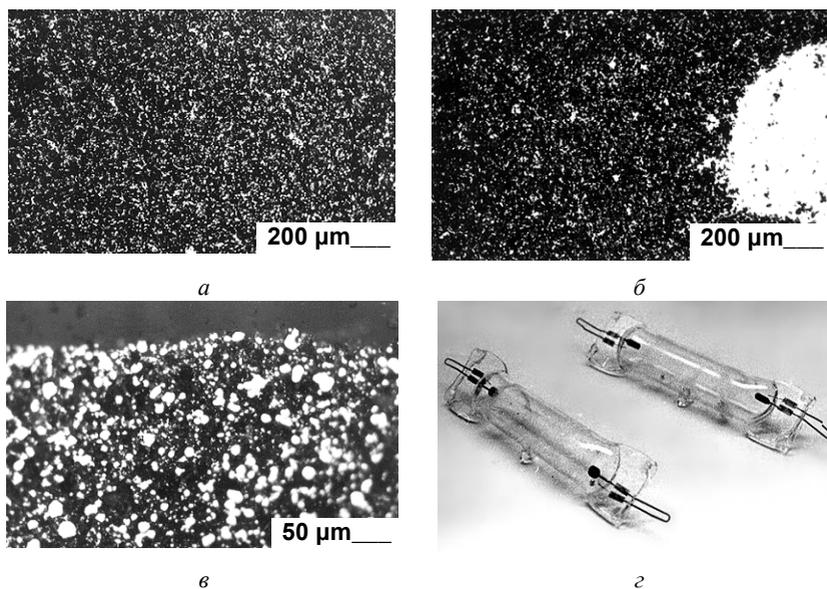


Рис. 6.38. Структура поперечного сечения вольфрамового катода с частицами эмиссионного материала и опытные образцы газоразрядных ламп: *а* – среднее сечение; *б* – центральная часть с керном; *в* – поверхностный слой; *г* – опытные образцы газоразрядных ламп

Технология получения газоразрядных ламп с порошковыми вольфрамовыми катодами (рис. 6.38, г), полученными с использованием метода электроимпульсного воздействия, внедрена в серийное производство на опытном заводе ОАО «ЛИСМА-ВНИИИС» г. Саранск.

6.5. Разработка технологии получения биметаллических втулок

Разработана технология изготовления биметаллических втулок, которая позволяет получать многослойные износостойкие порошковые покрытия на внутренней поверхности стальных заготовок при электроимпульсном воздействии. Технология позволяет получать покрытия переменной вдоль оси отверстия толщины с высокой точностью

и чистой поверхности. В качестве материала покрытия использованы порошки и отходы обработки вольфрамсодержащих твердых сплавов, а также порошки самофлюсующихся Fe-Cr-B-Si-сплавов.

По разработанной технологии изготовлены биметаллические втулки правильно-отрезных станков с наружным диаметром 30 мм и длиной 50 мм (рис. 6.36), используемые для правки арматурной проволоки в производстве железобетонных изделий [469]. Внутренние рабочие поверхности стальных втулок диаметром 10–18 мм упрочняли порошком сплава Fe-Cr-B-Si с размерами частиц от 0,063 до 0,315 мм путем многократного электроимпульсного воздействия. Твердость упрочненных рабочих поверхностей втулок составила 68–74 HRC. Внедрение изготовленной опытно-промышленной партии втулок правильно-отрезных станков на комбинате железобетонных изделий Министерства обороны Республики Беларусь показало увеличение их срока службы в 10–12 раз по сравнению с применяемыми втулками из стали 6Х2ВС, имеющими твердость 57-61 HRC.



Рис. 6.36. Биметаллическая втулка для правки арматурной проволоки



Рис. 6.37. Биметаллические сопла для подачи технической воды под давлением

Разработанная технология успешно применена для получения износостойких сопел и распылителей для работы в условиях высокого давления воздуха, воды, пара, газов, дезинфицирующих и моющих растворов, жидких полимеров, краски, топлива, средств пожаротушения, растворов химикалий в металлургической, химической, автомобильной, целлюлозно-бумажной и пищевой промышленности, машиностроении [470, 471]. По разработанной технологии изготовлены сменные сопла каналопромывочных насадок для подачи технической воды под давлением до 20 МПа (рис. 6.37) с корпусом из коррозионностойкой стали и с внутренним износостойким покрытием переменной толщины из отходов обработки

твердого сплава ВК8. Сопла прошли эксплуатационные испытания в УП «ГорремЛивнесток» (г. Минск), которое осуществляет очистку дождевых коллекторов г. Минска. По результатам испытаний на машинах для промывки ливневых коллекторов установлено, что изготовленные по разработанной технологии сопла выдержали нормированный для керамических сопел импортного производства срок эксплуатации, что позволит отказаться от их закупок за рубежом.

Разработанный технологический процесс нанесения упрочняющих покрытий может применяться при изготовлении, восстановлении и упрочнении покрытиями стальных деталей автотракторной, строительной, сельскохозяйственной, мелиоративной, коммунальной, буровой техники; железнодорожного транспорта; оборудования нефтехимической, перерабатывающей, станкостроительной и инструментальной промышленности.

6.6. Перспективные направления исследований получения функционально-градиентных материалов

6.6.1. Исследования получения твердосплавных и абразивных функционально-градиентных материалов

Эффективную работу современных металлообрабатывающих и породоразрушающих инструментов в технологиях обработки материалов давлением, резания, добычи и обработки камня, строительных материалов, бурения газа и нефти, георазведки твердых полезных ископаемых и горного дела обеспечивают функциональные элементы, изготовленные из твердых сплавов или композитов, содержащих алмазы. Эти функциональные элементы работают в экстремальных условиях динамических или циклических термомеханических нагрузок, поэтому к их физико-механическим свойствам предъявляют особые требования. Приоритетной в указанной области применения является износостойкость, которая определяется вязкостью разрушения при значительной твердости, термо- и ударопрочности. Повышение эксплуатационных характеристик инструментальных материалов, работающих в условиях жестких режимов нагружения, и создание новых экономичных и производительных технологий получения ФГМ является актуальной задачей инструментальной промышленности.

На сегодняшний день лучшими инструментальными материалами являются твердые сплавы, эффективность применения которых обусловлена удачным сочетанием высоких уровней твердости, износостойкости, с одной стороны, прочности при изгибе и ударной вязкости – с другой. Как известно, на прочность вольфрамсодержащих твердых сплавов, состоящих из монокарбида вольфрама и кобальтовой связки, значительное влияние оказывают дефекты (поры, включения графита, нежелательная η -фаза, представляющая собой сложные кубические карбиды вольфрамкобальта Co_xW_yC и др.), которые появляются при использовании традиционной технологии спекания в вакууме [472]. Определенные достижения в улучшении качества твердых сплавов получены благодаря снижению остаточной пористости, повышению прочности связки, а также использованию разнообразных способов термического воздействия. Ограниченная растворимость карбида вольфрама в кобальте [472, 473], состав и свойства связующей фазы, которые в значительной степени определяют прочностные и деформационные характеристики твердых сплавов, а также существование различных химических соединений системы W–C–Co [472], указывают на возможность изменения параметров структуры двумя способами: либо регулированием скорости охлаждения после спекания, либо дополнительной термической обработкой после спекания. Используя определенные режимы термообработки, можно достичь повышения прочности, ударной вязкости, абразивной износостойкости твердосплавного инструмента [473–477], что связано с изменением состава связующей фазы и её напряженного состояния. Установлено, что после термообработки в связке дополнительно растворяется 1,0–2,5 % W [473], а также происходит изменение внутризеренной структуры монокарбида вольфрама [477].

Для повышения эффективности технологических процессов, связанных с получением порошковых твердых сплавов, в последние годы начали применяться методы электроимпульсного воздействия, обеспечивающие быстрое протекание металлургических процессов на границе контактных зон порошковых частиц [478], снижение сопротивления материала деформированию и повышение его пластичности под влиянием импульсов токов высокой плотности [479]. Воздействуя на электронную систему металла электрическим током большой плотности, можно управлять необходимыми структурой

и физико-механическими свойствами обрабатываемых материалов. Представляют интерес исследования, связанные с изучением воздействия на находящуюся в замкнутом объеме при повышенном давлении (до 100 МПа) шихту токов повышенной плотности (100–3000 А/см²), действующих на протяжении некоторого времени (от нескольких секунд до нескольких минут) [478]. Методы электроимпульсного воздействия на твердосплавную шихту позволяют обеспечить высокую скорость протекания металлургических высокотемпературных процессов на границе раздела карбид - связующая фаза, что позволяет получать твердые сплавы с повышенным комплексом эксплуатационных характеристик.

Проведенные исследования [480] показывают, что дополнительную модифицирующую термообработку с помощью электроимпульсного воздействия на твердосплавную заготовку целесообразно проводить либо после отжига пластификатора, либо после окончательного спекания. В первом случае структурные изменения проводят на стадии изготовления твердосплавного материала, оказывая влияние на ход процесса окончательного спекания и получения заданных свойств твердого сплава. Во втором случае электроимпульсное воздействие на готовый твердосплавный материал позволяет изменять условия нагрева-охлаждения. Для изучения структурно-фазовых изменений в спеченном твердом сплаве марки ВК8 при ЭРМ использовали экспериментальные образцы в форме цилиндров диаметром 10 мм и высотой 10 мм. Исследования микроструктуры экспериментальных образцов до и после ЭРМ проводили по методикам, описанным в п. 3.1.2. Рентгенофазовый анализ экспериментальных образцов проводили с помощью дифрактометра общего назначения «Дрон-3». Испытания экспериментальных образцов на износостойкость проводили на машине трения МТ-2.

Система WC-Co является примером систем, в которых сплав формируется в результате спекания в присутствии жидкой фазы, образующейся на основе легкоплавкого компонента (кобальта). Жидкая фаза по перитектической реакции с W₂C образует двойной карбид вольфрама и кобальта, так называемую эта-фазу (η-фаза), которая является неустойчивым соединением, образующимся при быстром охлаждении и разлагающимся при нагревании [472]. Присутствие η-фазы в промышленных твердых сплавах приводит к их повышенной хрупкости, при этом твердость повышается. Так, прочность на

изгиб сплава с ВК8, содержащего η -фазу по сравнению с двухфазным сплавом снижается почти в два раза [472]. Электроимпульсное воздействие на спеченный твердый сплав не приводит к перекристаллизации карбида вольфрама через жидкую фазу (кобальт), однако, при определенных условиях, может вызывать разложение η -фазы, особенно в присутствии дополнительного углерода, что способствует повышению физических свойств и эксплуатационных характеристик твердосплавного инструмента.

Процесс ЭРМ экспериментальных образцов осуществляли в защитной атмосфере аргона. В результате проведенных экспериментов установлен оптимальный диапазон технологических режимов ЭРМ, при котором сохраняются исходные геометрическая форма и размеры экспериментальных образцов твердого сплава: давление сжатия электродов – 10–20 МПа, плотность тока $\sim 10^8$ А/м², количество импульсов – 1–10, длительность обработки – 10–10² с.

Стереологический анализ полученных микроструктур экспериментальных образцов твердого сплава марки ВК8 (рис. 6.38) с помощью программного комплекса обработки и анализа изображений показал, что в процессе ЭРМ происходит количественное увеличение WC-фазы (белые зерна) в 1,5–1,8 раза и уменьшение η -фазы (темные границы зерен) в 2–3 раза. При этом, как показывает анализ изображения, размер зерен WC-фазы до и после ЭРМ практически не изменяется и составляет 1,5–3,0 мкм.

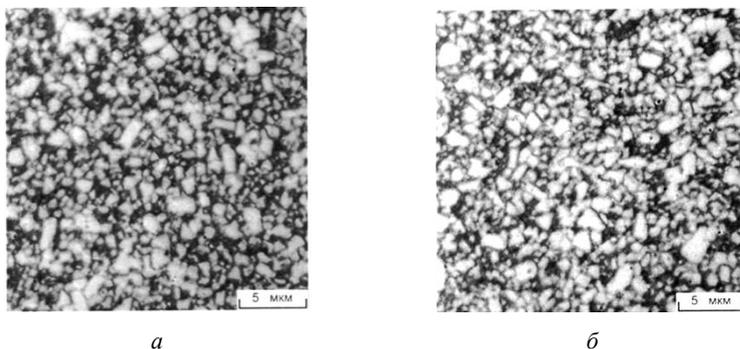
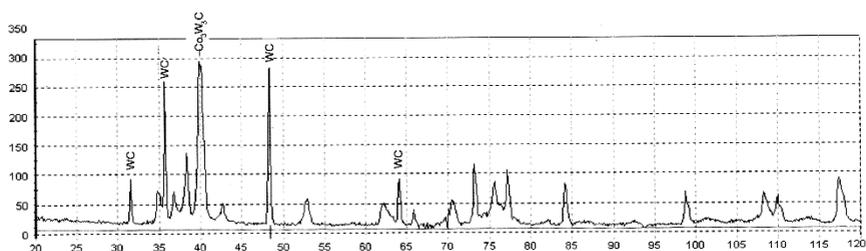
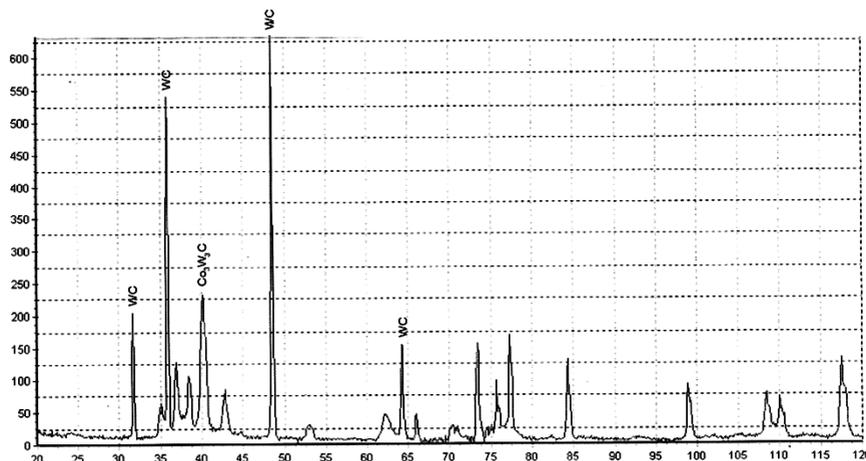


Рис. 6.38. Микроструктура экспериментальных образцов из ВК8 до и после ЭРМ: *а* – до ЭРМ; *б* – после ЭРМ

Для проверки утверждения об увеличении доли WC-фазы и уменьшении количества η -фазы проведен рентгенофазовый анализ образцов твердого сплава марки ВК8 до и после проведения ЭРМ (рис. 6.39). В результате исследований фазового состава экспериментальных образцов установлено, что ЭРМ позволяет уменьшить количество η -фазы за счет ее разложения с переходом в двухфазную систему WC-Co₃W₃C. Проведенный количественный рентгенофазовый анализ показал, что концентрация WC-фазы после ЭРМ увеличивается в два раза, а доля хрупкой η -фазы уменьшается примерно в четыре раза (табл. 6.4).



a



б

Рис. 6.39. Результаты количественного рентгенофазового анализа экспериментальных образцов из ВК8 до и после ЭРМ
a – до ЭРМ; *б* – после ЭРМ

Таблица 6.4

Количественные результаты рентгенофазового анализа

Фаза	WC	W ₂ C	Co ₃ W ₃ C
Условная концентрация фазы в материале образцов до ЭРМ, %	40-45	14-16	38-40
Условная концентрация фазы в материале образцов после ЭРМ, %	84-86	3-4	9-11

Проведенные исследования позволили разработать технологический процесс получения порошкового твердосплавного материала на основе карбида вольфрама, включающий подготовку, прессование и спекание шихты, отжиг и модифицирование структуры и свойств спеченного твердого сплава путем электроимпульсного воздействия [469].

Шарошечными долотами бурильного инструмента осуществляется свыше 90 % объёма бурения на нефть и газ, эти долота наиболее производительны при бурении геологоразведочных и взрывных скважин в горных породах. На наружной поверхности шарошки имеют породоразрушающие элементы – запрессованные твердосплавные зубки с конической или полусферической рабочей поверхностью. С целью определения влияния электроимпульсного воздействия на эксплуатационные характеристики спеченного твердого сплава в СП «Букар» (г. Минск) проведены испытания износостойкости рабочих элементов (зубков) шарошечных долот бурового инструмента (рис. 6.40), полученных методом прессования и последующего спекания в вакууме порошковой шихты, компонентный состав которой соответствовал составу твердого сплава марки VT8 [469], и этих же зубков, подвергнутых дополнительному ЭРМ в защитной атмосфере аргона. Испытания на износостойкость проводили по методу Нибердинга [481], когда образцы твердосплавного материала под нагрузкой двигаются по вращающемуся стальному или чугунному диску от середины к краю. В результате этого образец совершает по спирали путь определенной длины. На испытуемом образце возникают полосы, по которым определяют степень износа. В результате испытаний на износостойкость установлено, что электроимпульсное воздействие на материал зубков шарошечных долот из твердого сплава VT8 позволяет повысить их износостойкость на 10–15 %.



Рис. 6.40. Зубки шарошечных головок бурового инструмента
а – твердосплавные зубки; *б* – головки бурового инструмента

Алмазодержащие материалы с металлической матрицей находят применение при изготовлении камнеобрабатывающего и шлифовального инструмента, так как обладают достаточно высокими показателями вязкости разрушения при значительной жесткости и прочности [482]. При применении традиционной технологии получения алмазодержащих ФГМ с твердосплавной матрицей – горячем прессовании – в результате длительного воздействия высоких температур (до 1 400 °С) в процессе спекания происходит уменьшение прочности алмазов в 2–3 раза, что в конечном итоге ведет к снижению физико-механических свойств материала и, как следствие, к снижению эксплуатационных характеристик инструмента в целом [483]. Еще более продолжительное воздействие высоких температур, присущее используемой в настоящее время технологии изотермического спекания алмазодержащих материалов на металлических связках, также обуславливает разупрочнение значительной части алмазов вплоть до их разрушения.

Понимание закономерностей негативного воздействия этих факторов легло в основу исследований, направленных на разработку технологии ЭИС, альтернативной горячему прессованию и изотермическому спеканию, при которой в отличие от горячего прессования тепловыделение происходит только в контактных зонах между электропроводящими составляющими шихты, вызывая компактирование проводящей связки без существенного разогрева диэлектрических алмазных зерен. Скоростной нагрев при повышенных давлениях позволяет компенсировать внутренние температурные напряжения в материале, предотвращает окисление и структурные

изменения [484]. Исследование процесса получения алмазосодержащих ФГМ, заключающегося в прямом пропускании импульсов электрического тока плотностью до 100 А/мм^2 продолжительностью 10^{-3} – 10^1 с через находящуюся в замкнутом объеме при повышенном давлении (до 100 МПа) шихту, показали, что он существенно отличается от известных методов получения алмазосодержащих материалов высокой производительностью, низкой удельной энергоемкостью и потребляемой мощностью. Для определения режимов ЭИС разработана математическая модель [485], представляющая тугоплавкий материал в виде пористой среды, состоящей из структурных электропроводящих и диэлектрических элементов, разделенных между собой переходными контактными зонами таким образом, что формируется система электроимпульсного нагрева «металл-диэлектрик» (рис. 6.41, а).

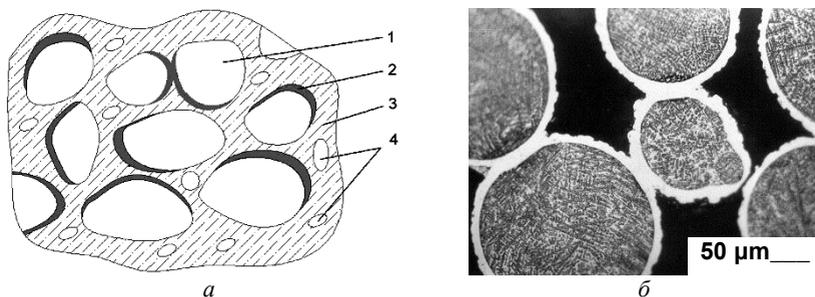


Рис. 6.41. Модель и структура спеченного образца системы «металл-диэлектрик»: 1 – диэлектрик; 2 –эвтектика «металл-диэлектрик»; 3 – металлическая матрица; 4 – поры
а – модель; б – структура

Модель позволяет теоретически описать эффект влияния электропереноса как на процесс роста жидкой фазы при электроимпульсном нагреве, так и на ее кристаллизацию протекающего через жидкую фазу. Проведенная на основе моделирования структуры ФГМ оптимизация технологических параметров, показала, что эксплуатационные показатели алмазосодержащих материалов, при прочих равных условиях могут быть на 20–30 % выше, чем спеченных по традиционной технологии горячего прессования. Применение ЭИС будет способствовать сохранению исходной прочности зерен алмазов, увеличению интегральной прочности, теплопроводности, режущей спо-

собности и износостойкости алмазосодержащих ФГМ, предназначенных для производства абразивного инструмента с повышенными эксплуатационными характеристиками. Получение модельных образцов ФГМ из плакированных никелем порошков корунда (рис. 6.41, б) позволяет говорить о перспективности разработки технологии ЭИС для промышленного производства абразивного инструмента на металлургических связках.

6.6.2. Исследование получения стеклокерамических и керамических функционально-градиентных материалов

Разработка и производство стеклокерамических и керамических ФГМ является приоритетным направлением научных исследований в мире. Несмотря на то, что объектом исследований в последние годы являются полимерно-матричные и гибридные композиты, используемые в различных жидкокристаллических устройствах [486], интерес к разработке композитных материалов с неорганической матрицей, в т. ч. стеклянной, остается достаточно высоким [487]. Оптически прозрачные стеклокерамические ФГМ могут быть использованы в производстве таких изделий, как автоматически затемняемые зеркала и линзы, незапотевающие стекла, преобразователи спектра излучений, оптические трансформаторы, детекторы ионизирующего и инфракрасного излучений, люминесцентные материалы в осветительной и лазерной технике. Все эти материалы должны обладать высокой прозрачностью для определенных волн спектра, которые передаются либо от внешнего источника, либо генерируются в стеклокерамическом ФГМ входящим в его состав люминофором. Стеклокерамические ФГМ, получаемые методами порошковой металлургии, как правило, обладают низкой прозрачностью, что обусловлено наличием рассеивающих световые волны пузырьков воздуха, остающихся заключенными между отдельными частицами шихты при спекании. Традиционные методы удаления пузырьков, применяемые при производстве стекла [488], неприемлемы, т. к. требуют механического перемешивания расплава и длительного воздействия высоких температур, приводящих к деградации некоторых составляющих шихты, в частности – нанокристаллических и наноразмерных.

Исследование процесса получения порошковых стеклокерамических ФГМ показало, что путем электроимпульсного воздействия

в вакууме [489–491] можно уплотнить смесь стекла и люминофора до состояния, при котором размер рассеивающих пор не превышает 100 нм. Такой размер пор устраняет условия для рассеивания световых волн видимого диапазона при толщине композита до 10 мм, что достаточно для создания оптически прозрачного материала, пригодного для получения большинства изделий. Малая длительность и высокая энергоэффективность процесса позволяет избежать фазовых превращений при спекании композиционных и нанокристаллических порошков. Для осуществления электроимпульсного воздействия разработано и изготовлено устройство (рис. 6.42), позволяющее обеспечить разогрев шихты в вакууме ~ 100 Па со скоростью до 150 °С/мин в контролируемом диапазоне температур от 20 °С до $1\,000$ °С путем пропускания импульсного электрического тока через графитовый пресс-инструмент при приложении давления прессования от $0,1$ до 100 МПа [492].

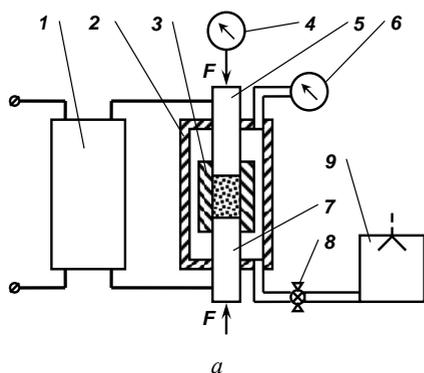


Рис. 6.42. Устройство получения стеклокерамических ФГМ в вакууме:
 1 – импульсный генератор с блоком управления; 2 – вакуумная камера;
 3 – пресс-форма с шихтой; 4 – индикатор перемещения; 5 – электрод верхний;
 6 – вакуумметр; 7 – электрод нижний; 8 – кран; 9 – насос вакуумный
 а – функциональная схема; б – внешний вид

Температурный режим в процессе исследования контролировали с помощью хромель-алюмелевой термопары, рабочий спай которой находился в стенке пресс-формы. Текущее значение температуры поддерживали с точностью ± 1 °С. Усадку шихты в процессе получе-

ния измеряли при помощи индикатора часового типа ИЧ-10 с ценой деления 0,01 мм. Необходимую степень разряжения в вакуумной камере контролировали при помощи вакуумметра ВП2-УФ. Размер частиц порошков, морфологию их поверхности и поверхности экспериментальных образцов определяли с помощью сканирующего электронного микроскопа ЛЕО-1420. Для проведения измерения фотометрических характеристик экспериментальные образцы стеклокомпозиционного материала разрезались на пластины размером 10×10 мм толщиной 0,5 мм. Измерение цвета источника света проводили спектрофотометрическим методом по распределению энергии спектрального распределения излучения. При этом использовали спектроколориметр ТКА-ВД, предназначенный для измерения координат цветности и коррелированной цветовой температуры источников света в международной колориметрической системе. Для измерений освещенности использовался фотометр цифровой LMT S 1000 с фотометрической головкой SP 30 S0T диаметром 30 мм с кремниевым фотоэлементом. Допустимые значения относительной погрешности измерений составляли ±5 %. Измерительные тракты приборов калибровались по синему светодиоду.

Для проведения исследования использовали стекло марки ДС10 производства ОАО «Оптик» г. Лида, применяемое для изготовления оптического волокна. Активным компонентом шихты являлся высокодисперсный порошок алюмо-иттриевого граната, активированного церием (YAG:Ce), который широко используется в люминофорных преобразователях светоизлучающих диодов синего цвета. Исследование исходных материалов показало, что порошок стекла в состоянии поставки имел белый цвет, осколочную форму частиц 1–10 мкм (рис. 6.43, *a*), порошок люминофора состоял из плотных, хорошо очерченных конгломератов размером 0,5–5 мкм, образованных округлыми плотноупакованными частицами размером не более 100 нм (рисунок 6.43, *б*). Подготовленная шихта включала 5 % порошка люминофора и состояла из плотных агрегатов произвольной формы размером до 100 мкм (рис. 6.43, *в*). В составе агрегатов имелись частицы порошка стекла размером 1–5 мкм осколочной формы и частицы порошка люминофора размером 50–100 нм, образующие конгломераты размером от 100 до 500 нм.

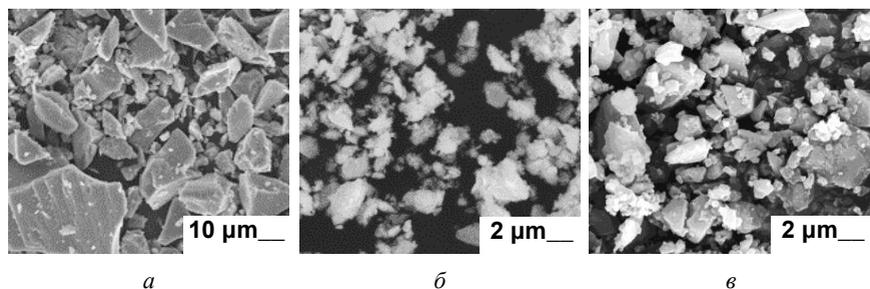


Рис. 6.43. Морфология поверхности исходных материалов:
a – порошок стекла ДС10; *б* – порошок люминофора YAG:Ce; *в* – шихта

В результате проведенного исследования установлено, что увеличение давления прессования в диапазоне от 0,1 до 1 МПа при температурах от 500 °С до 600 °С, длительности выдержки 10–15 минут и остаточном давлении воздуха порядка 100 Па приводит к уменьшению среднего размера пузырьков воздуха от 3–10 мкм до 0,05–0,1 мкм, снижению их количества и равномерному распределению по объему (рис. 6.44). Определены параметры электроимпульсного воздействия, при которых материал частиц стекла становится достаточно пластичным для того, чтобы количество и размеры воздушных пузырьков были минимизированы, но при этом еще не переходит в жидкофазное состояние, при охлаждении из которого возможно зарождение центров кристаллизации вокруг наноразмерных компонентов шихты.

Фотометрические исследования показали, что при освещении полученных образцов стеклокерамического ФГМ синим светодиодом происходит возбуждение свечения в диапазоне волн, близких к длинам волн белого цвета. Сопоставление результатов измерения координат цветности люминесцентного излучения полученного стеклокерамического ФГМ ($X_{cp} = 0,308$ и $Y_{cp} = 0,303$) с диаграммой цветности позволяет сделать вывод, что их средние значения достаточно близки к координатам белого цвета ($X = 0,33$ и $Y = 0,33$). Коэффициент пропускания, рассчитанный по ослаблению величины освещенности от источника излучения на расстоянии 0,3 м от фотометрической головки, составил 0,45, что позволяет оценить прозрачность полученного стеклокерамического ФГМ в 45 %.

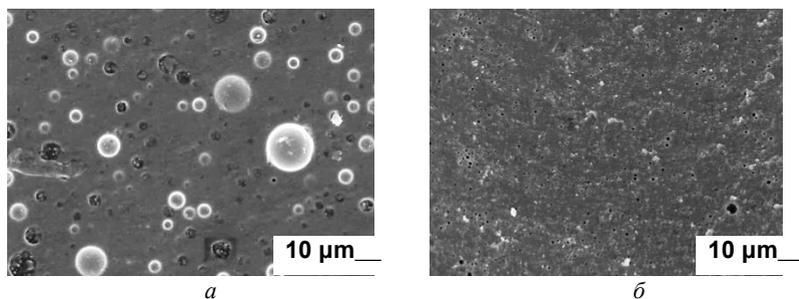


Рис. 6.44. Структура стеклокерамических ФГМ, полученных при разных значениях давления прессования: *а* – 0,1 МПа; *б* – 1 МПа

Появление на рынке мощных инфракрасных технологических лазеров, включая волоконные, вызвало необходимость создания широкоапертурных люминесцирующих экранов с высокой лучевой прочностью для визуализации невидимого человеческим глазом инфракрасного излучения. Использование таких экранов для настройки и наведения излучения лазера на обрабатываемую поверхность деталей машин позволит существенно повысить производительность и качество термической обработки. Кроме того, для многих промышленных, медицинских и исследовательских работ остаются актуальными вопросы индивидуальной защиты и предотвращения производственных травм пользователя при работе с лазерами инфракрасного диапазона. В этой связи большой интерес вызывают ФГМ в виде керамической матрицы с добавкой люминофора в виде оптически активных компонентов на основе хлоридов редкоземельных элементов. Выбор метода электроимпульсного воздействия для получения люминесцирующих ФГМ обусловлен таким несомненным преимуществом, как быстрое действие и возможность разработки высокоэффективной энергосберегающей технологии производства преобразователей инфракрасного излучения. Полученные в результате электроимпульсного воздействия в вакууме шихты экспериментальные образцы преобразователя представляли собой таблетки светло-серого цвета диаметром 10–15 мм и толщиной 2 мм (рис. 6.45).

Использование наполнителя на основе хлоридов редкоземельных элементов при импульсном воздействии температуры, вакуума и давления прессования показали возможность получения условий,

при которых шихта может быть уплотнена до минимальных размеров рассеивающих пор, что создает хорошие перспективы для получения однородного, оптически качественного керамического ФГМ для люминофорных преобразователей инфракрасного излучения. Проведенные совместно с Институтом прикладных физических проблем им. А.Н.Севченко (г. Минск) исследования [493] показали, что керамические ФГМ на основе оксихлорида гадолиния, активированного ионами иттербия и эрбия, могут быть рекомендованы для использования в качестве преобразователей для визуализации инфракрасного лазерного излучения. Для практической реализации метода и повышения эффективности преобразования пока остаются нерешенными некоторые проблемы оптимизации технологических режимов для получения особо чистых однородных наполнителей с высоким квантовым выходом фотолюминесценции.

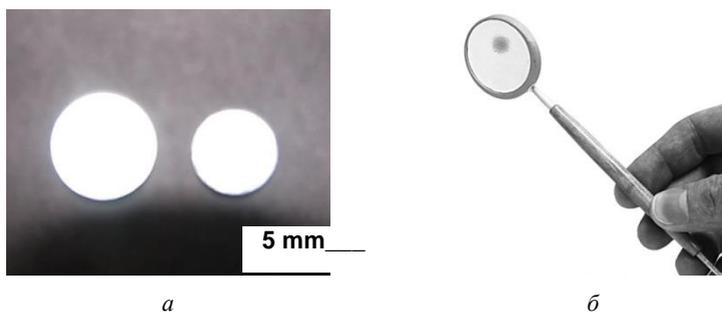


Рис. 6.45. Экспериментальные образцы керамического ФГМ для изготовления визуализаторов инфракрасного излучения: *а* – экспериментальные образцы; *б* – визуализаторы инфракрасного излучения

6.6.3. Исследование получения функционально-градиентных материалов из порошков аморфизированных сплавов

При разработке технологий компактирования порошков аморфных и наноструктурных материалов чаще всего приходится сталкиваться с трудностями, основными из которых являются образование в процессе консолидации значительного количества кристаллической фазы и низкая прочность спеченного материала. Для сохранения исходного состояния и получения высокого уровня физико-механических свойств получаемых ФГМ необходимо, чтобы темпе-

ратура компактирования была достаточной для образования контактов между частицами, но не превышала температуру кристаллизации материала частиц, а скорость охлаждения образующейся жидкой фазы была выше критической скорости кристаллизации.

Исследование ЭИС порошков аморфных сплавов $\text{Fe}_{42}\text{Ni}_{42}\text{B}_{16}$ и $\text{Fe}_{72}\text{Co}_8\text{Si}_5\text{B}_{15}$, полученных методом спиннингования расплава с последующей атриторной обработкой [494], проводили в кварцевой матрице при давлении 10 МПа путем пропускания одиночного импульса тока плотностью 10^6 кА/м² длительностью 30 мкс [201]. Порошок сплава $\text{Fe}_{42}\text{Ni}_{42}\text{B}_{16}$ состоял из чешуек толщиной 30-50 мкм, частицы порошка сплава $\text{Fe}_{72}\text{Co}_8\text{Si}_5\text{B}_{15}$ имели вид тонких волокон диаметром до 50 мкм. Структурно-фазовые изменения в полученных образцах отслеживали с помощью методов металлографии (рис. 6.46), просвечивающей электронной микроскопии и массбауэровской спектроскопии.

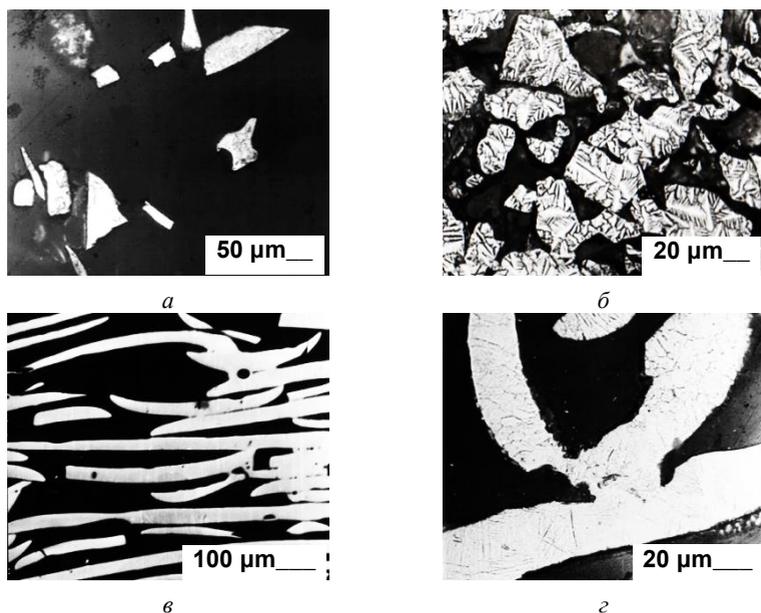


Рис. 6.46. Частицы, волокна и микроструктуры образцов из аморфных материалов: *а, б* – частицы чешуйчатой формы из сплава $\text{Fe}_{42}\text{Ni}_{42}\text{B}_{16}$ и микроструктура образца; *в, г* – волокна из сплава $\text{Fe}_{72}\text{Co}_8\text{Si}_5\text{B}_{15}$ и микроструктура образца

Перед электронно-микроскопическим исследованием образцы подвергали электролитической полировке с каждой стороны. Съемка проводилась на просвечивающем сканирующем микроскопе TEM-SCAN200CX при ускоряющем напряжении 200×10^3 В. Массбауэровские спектры снимались в геометрии прохождения излучения при комнатной температуре и при 78 °С. Исследованиями установлено, что при электроимпульсном воздействии структура исследуемых сплавов остается аморфной. Специфика, структура и высокий уровень служебных свойств ФГМ из порошков и волокон аморфных сплавов перспективны для применения в качестве фильтрующих элементов, тепловых труб, теплообменников с повышенной коррозионной стойкостью, электротехнических изделий с высокой магнитной проницаемостью, жаропрочных термоизоляционных элементов, систем защиты от электромагнитного излучения, демпферов механических и звуковых колебаний в точных электронных приборах и компьютерах.

6.6.4. Исследование получения волокнуво-сетчатых функционально-градиентных материалов из титана и жаростойкой стали

При создании уплотнительных материалов и звукопоглощающих конструкций современных газотурбинных двигателей (ГТД) используются тонкие волокна длиной 1–5 мм и толщиной 10–30 мкм на основе жаростойкого сплава Х23Ю5ВИ, полученные методом экстракции висящей капли расплава (ЭВКР) [495]. В процессе получения волокон формируется заготовка в виде ленты шириной 200 мм и длиной до 10 метров, пористость которой составляет более 95 %. Для придания заготовке необходимой механической прочности используется дополнительная технологическая операция – иглопробивание, заключающаяся в создании механического зацепления волокон [496]. Получаемый пористый волокнувый материал (ПВМ) в виде войлока может быть использован как исходный материал для изготовления звукопоглощающих конструкций, элементов уплотнений, катализаторов и др. На основе ПВМ, полученных методом ЭВКР, разработаны звукопоглощающие конструкции с эффективными поглощающими свойствами, которые практически не зависят от уровня звукового давления в потоке и обеспечивают снижение

шума в широких диапазонах частот, имеющие высокие характеристики температурной стойкости, пожаробезопасности, вибростойкости и мало абсорбирующие различные жидкости. Рабочие температуры таких конструкций, где в качестве исходного материала используются волокна из жаростойкого сплава Х23Ю5ВИ, составляют 400–500 °С.

Для повышения механических свойств ПВМ и получения волоконных и волоконно-сетчатых ФГМ предложено при формировании изделий использовать электроимпульсное воздействие, которое позволит создать контакты между отдельными участками волокон без значительного уменьшения пористости материала. В качестве исходных материалов использовали пластины толщиной 5–10 мм размером 200×200 мм с диаметром волокон 30–40 мкм из титана марки ВТ1-00 и жаростойкой стали Х23Ю5 (рис. 6.47, *а*). Полученный волоконный материал (рис. 6.47, *б*) проверяли в ФГУП «ВИАМ», г. Москва на истирание при использовании в качестве уплотнительного материала для газотурбинных двигателей.

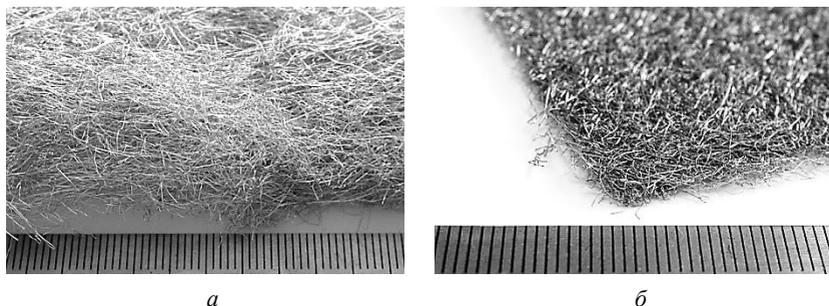


Рис. 6.47. Волокновая заготовка и ПВМ после электроимпульсного воздействия:
а – волокновая заготовка; *б* – ПВМ

Полученные в результате исследования образцы волоконно-сетчатых ФГМ (рис. 6.48) и фильтрующих элементов диаметром 100 мм из волоконно-сетчатых ФГМ (рис. 6.49) испытывали в ООО «Стальные фильтрующие материалы» г. Москва на эффективность очистки газов от полидисперсной пыли. Полученные результаты планируется использовать при разработке технологии производства пористых волоконных материалов из титана и жаростойких сталей и сплавов.

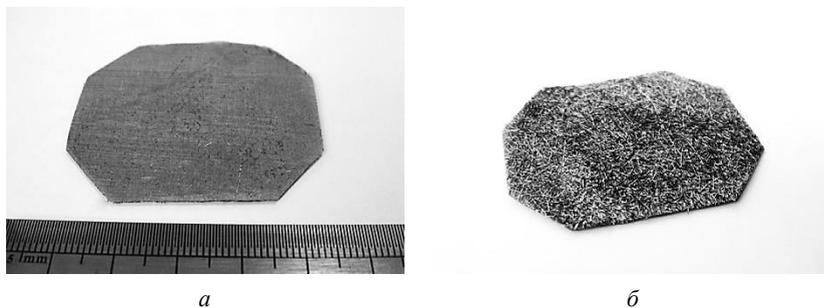


Рис. 6.48. Образец волокно-сетчатого ФГМ
a – со стороны сетки; *б* – со стороны волокна

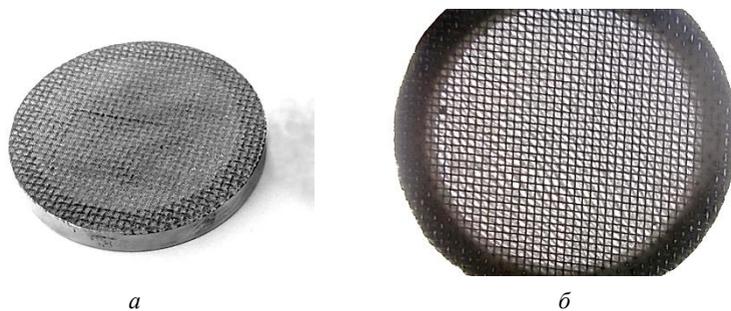


Рис. 6.49. Фильтрующий элемент из волокно-сетчатого ФГМ:
a – со стороны сетки; *б* – на просвет

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Создание новых ФГМ с уникальными эксплуатационными характеристиками, наряду с направленным модифицированием свойств традиционно применяемых однородных материалов, является важнейшей научно-технической задачей современного материаловедения, для решения которой необходима разработка передовых энерго- и ресурсосберегающих технологий. Перспективным направлением в разработке таких технологий является поиск новых методов энергетического воздействия, позволяющих осуществлять одновременное формирование и сохранение градиента состава, структуры и свойств будущего ФГМ.

В работе сформулированы общие принципы применения импульсных электрофизических методов для получения ФГМ и определена концепция формирования градиентов структуры и свойств порошковых и компактных материалов, заключающаяся в создании направленных взаимосвязанных силовых и тепловых потоков, различающихся по плотности, скорости и глубине проникновения вводимой энергии, позволяющих обеспечить локальное изменение структуры и свойств обрабатываемого материала. Отмечено, что наиболее эффективными и перспективными для получения ФГМ являются электроимпульсные, импульсные лазерные и импульсные плазменные методы, основанные на воздействии концентрированных потоков тепловой энергии, выделяемой при прямом пропускании импульсов электрического тока или возникающей в результате физических явлений, создаваемых импульсным электрическим током.

В результате математического моделирования распределения тепловой энергии, выделяющейся при пропускании импульса электрического тока через порошок, находящийся в цилиндрической пресс-форме при осевом двухстороннем сжатии, установлено, что ее количество зависит от параметров электрического импульса, структурных характеристик, электрического сопротивления и теплофизических свойств порошка. Показано, что суммарное действие осевых сил сжатия и электромагнитных сил, возникающих при прохождении импульсов электрического тока, приводит к появлению градиента электрического сопротивления порошка по объему пресс-формы и неравномерному выделению тепловой энергии в контактах между

частицами, способствуя формированию градиента структуры и свойств порошкового материала. Определена величина градиента температуры в зоне контакта сферических частиц титана, достигающая $\sim 10^7$ К/м после пропускания импульса электрического тока, что позволило предположить существование механизма структурно-фазовых превращений в порошковом материале, заключающемся во взаимодействии конденсированной фазы материала частиц порошка и плазмы электрического дугового разряда, приводящем к плавлению и жидкофазному вязко-пластичному течению материала контактных зон с увеличением их размера под действием внешних сил и образованию неравновесных микрокристаллических структур при охлаждении. Установлено, что при величине удельной энергии 130–190 кДж/см³ модифицирующего электроимпульсного воздействия по сечению однородного спеченного порошкового материала возможно формирование градиента прочности 20–50 МПа/мм.

Математическое моделирование распределения тепловой энергии в контактных зонах между частицами и слоями частиц при импульсном лазерном воздействии позволило получить зависимости для определения граничных значений мощности импульсов лазерного излучения, необходимой для формирования и разрушения жидкофазных контактов. Установлен механизм контактообразования частиц в двух верхних слоях порошка в условиях многократного отражения лазерного излучения, заключающийся в поверхностном оплавлении частиц с образованием жидкофазных контактов под действием сил поверхностного натяжения, позволивший описать связь структурных характеристик слоев и относительного распределения энергии между ними. Показано, что разность температур на поверхностях верхнего и нижнего слоя сферических частиц титана не должна превышать 935 К, а на поверхностях слоя частиц и компактной титановой подложки – 600 К, что позволяет обеспечить контактообразование между ними без полного расплавления частиц верхнего слоя. Путем компьютерного моделирования показано, что изменяя размер фокального пятна, интенсивность лазерного излучения и длительность импульса, можно изменять степень нагрева поверхности частиц верхнего и нижнего слоя и управлять процессом контактообразования для формирования градиента структуры и свойств порошкового материала.

Разработаны оборудование, технологическая оснастка, методики и средства измерения технологических параметров различных методов электрофизического воздействия, позволяющие в процессе получения ФГМ задавать и регистрировать напряжение, силу тока, среднюю мощность, энергию и длительность воздействия, измерять усадку, удельное электрическое сопротивление, количество и частоту следования импульсов, температуру.

Экспериментальные исследования изменения температуры при ЭИС порошков титана, тантала и ниобия, основанные на регистрации возникающего светового излучения с временным разрешением ~ 1 мкс, обеспечившие диапазон измерений от 1 200 °С до 6 500 °С с относительной погрешностью 5–10 %, позволили уточнить механизм структурно-фазовых превращений, заключающийся в возникновении в контактных зонах между частицами, преимущественно в направлении пропускания импульсов электрического тока, микродуговых плазменных разрядов, приводящих к образованию жидкой фазы, вязко-пластичном скольжении частиц под действием усилия прессования и быстром отводе тепла от контактных зон к центру частиц с образованием твердой фазы, позволивший определить необходимое соотношение между параметрами электрического импульса и усилием прессования в процессе формирования и направленного изменения структуры и свойств порошкового функционально-градиентного материала. Показано, что за время одного импульса электрического тока происходит быстрый разогрев материала частиц до температуры 5 400–5 600 °С со скоростью 10^8 – 10^9 °С/с, сопровождающийся образованием жидкой фазы, и быстрое охлаждение до 2 000–3 000 °С со скоростью 10^6 – 10^7 °С/с, что предполагает появление неравновесных градиентных структур в спеченном порошковом материале.

Установлена анизотропия прочностных свойств спеченного порошкового материала из сферических частиц титана одного размера, полученного при однократном электроимпульсном воздействии в направлении приложения усилия прессования и пропускания импульса электрического тока, выражающаяся в увеличении предела прочности при изгибе в среднем на 56 % и предела прочности на срез в среднем на 38 % при равномерном распределении относительной пористости. Показана возможность устранения анизотропии путем

повторного пропускания импульсов электрического тока в поперечных первоначальному направлениях, что вызывает дополнительный эффект повышения прочности порошкового материала на 10–15 %. Установлено, что в результате электроимпульсного воздействия на однородный спеченный порошковый материал наблюдается повышение прочности на срез на 65–110 % в направлении пропускания импульсов электрического тока при уменьшении значений относительной пористости на 3–5 % и возникновение градиента удельного электросопротивления 100–150 Ом·м/мм, что объясняется активацией процессов ускоренного массопереноса в этом направлении, сопровождающихся ростом размера контактных зон и повышением их прочности при сохранении исходной мелкозернистой структуры материала частиц порошка.

Установлено влияние структуры и морфологии поверхности сферических частиц в слое порошка титана при импульсном лазерном воздействии на распределение тепловой энергии. Показано, что предварительная химическая пассивация порошка снижает величину коэффициента отражения поверхности частиц на 39–43 %, приводя к повышению температуры на 30–100 К и существенно влияя на интенсивность образования жидкой фазы. Установлено, что при постоянной мощности лазерного излучения скорость сканирования лазерного луча и частота следования импульсов, наряду с размером частиц и коэффициентом отражения поверхности, влияют на глубину расплавленного слоя. Показано, что количество жидкой фазы в размере 10–20 % объема частиц обеспечивает устойчивое контактообразование и быстрое остывание расплава за счет теплоотвода, не приводя к перегреву и испарению материала частиц, а ускоренная рекристаллизация расплава способствует измельчению зёрненной структуры титана и повышению прочности на сжатие порошкового материала на 50–76 %.

Доказана возможность получения градиентной переходной зоны между сферическими частицами титана и компактной титановой подложкой с градиентом микротвердости 6,1–6,3 ГПа/мм, позволившей за счет сохранения относительного количества жидкой фазы на поверхности частиц обеспечить повышение прочности сцепления порошковых слоев в 2–4 раза.

Установлен эффект градиентного упрочнения и структурно-фазовых изменений в поверхностных слоях толщиной 50–100 мкм угле-

родистых сталей, позволивший обеспечить повышение микротвердости поверхности в 3–4 раза при уменьшении на 13–16 % значений среднего арифметического отклонения профиля поверхности. Установлено образование плавного перехода от борированного слоя толщиной 100–150 мкм к стальной матрице с повышением микротвердости поверхности на 17–20 % за счет преобразования формы и распределения боридов в структуре слоя.

В результате исследований эксплуатационных характеристик ФГМ из тугоплавких металлов, вольфрамсодержащего твердого сплава и углеродистой стали показано, что градиентная пористая структура поверхности материала, полученного ЭИС из сферических частиц титана, позволяет без увеличения геометрических размеров на порядок повысить эффективность взаимодействия имплантируемых в организм человека изделий медицинского назначения с окружающими тканями. При этом модуль упругости в зависимости от структурных характеристик ФГМ составляет от 26 до 81 ГПа, что сопоставимо с модулем упругости кости, прочность на сжатие в 2 раза выше, а усталостная прочность в 3 раза выше, чем у кости. Установлено увеличение прочности на срез спеченных порошковых вольфрамовых контактных элементов звуковых сигналов после ЭРМ в 1,5–1,6 раза в результате уменьшения количества пор и измельчения зеренной структуры материала. Показано, что полученный ЭИС ФГМ из порошков тантала и ниобия позволяет увеличить емкость оксидно-полупроводниковых конденсаторов на 30 % и снизить материалоемкость на 40 %, а ФГМ из порошка вольфрама с градиентным распределением по объему эмиссионного материала – увеличить удельную эмиссию катодов газоразрядных ламп в 2,6–3,2 раза, снизить материалоемкость на 20 % без уменьшения прочности. Установлено, что снижение примерно в 4 раза количества хрупкой η-фазы в спеченном твердом сплаве ВТ8 после ЭРМ позволило повысить его износостойкость на 10–15 %. Показано, что ИПМ штампового инструмента из углеродистых сталей за счет создания градиентных поверхностно-упрочненных слоев способствует повышению его эксплуатационных характеристик.

На основании проведенных теоретических и экспериментальных исследований разработано новое технологическое оборудование: автомат для ЭИС объёмно-пористых анодов конденсаторов, установки для ЭИС челюстно-лицевых и дентальных имплантатов, контактных

головок эндокардиального провода-электрода, установка СЛС, установка ИПМ. Разработаны и внедрены в практическую медицину восемь новых технологических процессов, зарегистрированы технические условия на получение различных изделий медицинского назначения: дентальных имплантатов, минипластин для остеосинтеза костей лицевого скелета, имплантатов позвоночника, индивидуальных имплантатов для протезирования нижней челюсти, контактных головок эндокардиального провода-электрода. Технологии, оборудование и опытные партии изделий медицинского назначения внедрены в Беларуси, России и Украине. Технологии электроимпульсного модифицирования, сварки, спекания, импульсного лазерного получения объемных порошковых изделий внедрены в производство изделий из ФГМ с повышенными эксплуатационными характеристиками: втулок правильно-отрезных станков, контактов автомобильных звуковых сигналов, контактов железнодорожных локомотивов, объемно-пористых анодов конденсаторов, катодов газоразрядных ламп. Технология ИПМ используется для упрочнения рабочих поверхностей штампового и медицинского инструмента.

Определены перспективные направления дальнейших исследований: ЭРМ рабочих элементов твердосплавного металло- и деревообрабатывающего, прессового, штампового, породоразрушающего инструмента; электроимпульсное получение алмазосодержащих, стеклокерамических, аморфных, наноструктурных, волокнуво-сетчатых ФГМ.

Разработанные изделия, технологическое оборудование, устройства и способы получения ФГМ защищены 19 патентами Республики Беларусь, двумя патентами Российской Федерации и одним патентом Евразийской патентной организации.

Полученные на основе разработанных теоретических моделей, в результате компьютерного моделирования и экспериментальных исследований данные показывают, что импульсные электрофизические методы являются уникальным инструментом для получения ФГМ с высоким уровнем эксплуатационных свойств. Физическая природа импульсного электрофизического воздействия, связанная с высокой концентрацией энергии и одномерной направленностью протекания электрического тока и воздействия тепловых и силовых потоков, позволяет сравнительно легко управлять структурной неоднородностью материалов, создавать и регулировать градиент их свойств в зависимости от функционального назначения, что откры-

вает перспективы широкого использования разработанных технологий во многих отраслях техники.

Высокие градиенты температуры, малая длительность процесса воздействия, совмещение операций формования и консолидации позволяют получать ФГМ из порошков на основе тугоплавких металлов, химически активных металлов и сплавов, склонных к быстрому окислению, плохо формуемых сферических порошков. Особо следует отметить перспективность применения импульсного электрофизического воздействия для ФГМ из порошков разнородных химических составов и формы, сложных механически легированных порошков, металлов с включениями из сверхтвердых материалов, металлических стекол.

Необходимо отметить также существенное повышение свойств ФГМ за счет формирования микро- и нанокристаллической структуры в зоне импульсного электрофизического воздействия, что становится возможным благодаря высоким скоростям нагрева и охлаждения.

На основании всего вышесказанного можно сделать вывод о том, что импульсные электрофизические методы являются весьма перспективными для получения ФГМ и требуют дальнейшего развития на новой элементной и материальной базе. Разработанные технологии электроимпульсного, импульсного лазерного и импульсного плазменного получения ФГМ и модифицирования свойств однородных материалов позволяют создать альтернативу традиционным технологиям порошковой металлургии и термообработки в области повышения эксплуатационных характеристик материалов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Koizumi, M. The concept of FGM / M. Koizumi // *Ceramic Transactions*. – 1993. – Vol. 34. – P. 3–11.
2. Niino, M. The functionally gradient materials / M. Niino, T. Hirai, R. Watanabe // *J. Jpn. Soc. Compos. Mater.* – 1987. – Vol. 13. – P. 257–264.
3. Kieback, B. Processing techniques for functionally graded materials / B. Kieback, A. Neubrand, H. Riedek // *Mater. Sci. Eng.* – 2003. – Vol. A362. – P. 81–105.
4. Theoretical study of fabrication of functionally graded material with density gradient by a centrifugal material with density gradient by a centrifugation solid-particle method / T. Ogawa [et al.] // *Composites: Part A*. – 2006. – Vol. 37. – P. 2194–2200.
5. Microstructure and mechanical properties of $ZrO_2/NiCr$ functionally graded materials / X. Jin [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. – 2009. – Vol. 509. – P. 63–68.
6. Saiyathibrahim, A. Processing techniques of functionally graded materials – a review / A. Saiyathibrahim, N.S.S. Mohamed, P. Dhanapal // *International Conference on Systems, Science, Control, Communication, Engineering and Technology*. – 2015. – P. 98–105.
7. Mahamood, R.M. *Functionally Graded Materials. Topics in Mining, Metallurgy and Materials Engineering* / R.M. Mahamood, E. Titilayo Akinlabi // Springer International Publishing AG, 2017. – 102 p.
8. Dwivedi, R. Field feature detection and morphing-based process planning for fabrication of geometries and composition control for functionally graded materials / R. Dwivedi, S. Zekovic, R. Kovacevic // *Journal Indexing and Metrics*. – 2006. – Vol. 220(10). – P. 1647–1661.
9. Martínez-Pañeda, E. On the Finite Element Implementation of Functionally Graded Materials / E. Martínez-Pañeda // *Materials*. – 2019. – Vol. 12(287). – P. 1–14.
10. Neubrand, A. *Functionally graded materials* / A. Neubrand // *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*; second ed. -Elsevier, Oxford, 2001. – P. 3407–3413.
11. Bharti, I. Novel applications of functionally graded nano, optoelectronic and thermoelectric materials / I. Bharti, N. Gupta, K.M. Gupta // *Int. J. Mater. Mech. Manuf.* – 2013. – Vol. 1. – P. 221–224.

12. Mahamood, R.M. Laser-metal deposition of functionally graded Ti6Al4V/TiC / R.M. Mahamood, E.T. Akinlabi // Mater. Des. – 2015. – Vol. 84. – P. 402–410.

13. Miao, X. Graded/Gradient Porous Biomaterials / X. Miao, D. Sun // Materials. – 2010. – Vol. 3(1). – P. 26–47.

14. Fabrication of a porous material with a porosity gradient by a pulsed electric-current sintering process / M.J. Suk [et al.] // Met. Mater. Int. – 2003. – Vol. 9. – P. 599–603.

15. Schneider, M.J. Introduction to surface hardening of steels / M.J. Schneider // Steel Heat-Treating Fundamentals and Processes. 4 Vol. / Dossett, J., Totten, G.E. (eds). – ASM Handbook, 2013. – Vol. 4. – P. 389–398.

16. Fiber texture and mechanical graded structure of bamboo / S. Amada [et al.] // Composites Part B: Engineering. – 1997. – V. 28 (1-20). – P. 13–20.

17. Берлин, А.А. Природные и искусственные конструкционные материалы / А.А. Берлин // Вестник Московского университета. Серия 2. Химия. – 2005. – Т. 46. – № 3. – С. 131–139.

18. Orthopedic Biomechanics: Mechanics and Design in Musculoskeletal Systems / by Donald L. Bartel, Dwight T. Davy, Tony M. Keaveny // Upper Saddle River, N.J: Pearson / Prentice Hall, 2006. – 384 p.

19. Uysal, M. Investigation of Thermal and Mechanical Loading on Functional Graded Material Plates / M. Uysal // International Journal of Mechanical, Aerospace, Industrial and Mechatronics Engineering. – 2013. – V. 7(11). – P. 2283–2289.

20. Niino, M. Feasibility study of FGM technology in space solar power systems (SPSS) / M. Niino, K. Kisara, M. Mori // Mater Sci Forum. – 2005. – V. 492. – P. 163–168.

21. Михлюк, А.И. Новый подход к объемно-поверхностной закалке тяжело нагруженных зубчатых деталей мобильных машин / А.И. Михлюк // Литье и металлургия. – 2010. – № 1(54) – № 2(55). – С. 131–139.

22. Cho, J.R. High strength FGM cutting tools: finite element analysis on thermoelastic characteristics / J.R. Cho, H.J. Park // J. Mater. Process. Technol. – 2002. – V. 130–131. – P. 351–356.

23. Chin, E.S.C. Army focused research team on functionally graded armor composites / E.S.C. Chin // Mater. Sci. Eng.: A. – 1999. – V. 259. – P. 155–161.

24. Application of functionally graded material for solid insulator in gaseous-insulation systems / K. Kato [et al.] // IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul. – 2006. – Vol. 13(2). – P. 362–372.

25. Applications of functionally graded materials in optoelectronic devices / M. Wośko [et al.] // Optica Applicata. – 2005. – Vol. 35(4). – P. 663–667.

26. Мулдер, М. Введение в мембранную технологию / М. Мулдер; пер. с англ. – М.: Мир, 1999. – 513 с.

27. Functionally graded materials for sensor and energy applications / E. Müller [et al.] // Materials Science and Engineering: A. – 2003. – Vol. 362 (1-2). – P. 17–39.

28. Bohidar, S.K. Functionally Graded Materials: A critical Review / S.K. Bohidar, R. Sharma, P.R. Mishra // International journal of research. – 2014. – Vol. 1(7). – P. 289–301.

29. Miyamoto, Y. The applications of functionally graded materials in Japan / Y. Miyamoto // Mater. Technol. – 1996. – Vol. 11(6). – P. 230–236.

30. Aboudi, J. Higher-Order Theory for Functionally Graded Materials / J. Aboudi, M.J. Pindera, S.M. Arnold // Composites Part B: Engineering. – 1999. – Vol. 30(8). – P. 777–832.

31. Wang, H. A meshless model for transient heat conduction in functionally graded materials / H. Wang, Q.H. Qin, Y.-L. Kang, // Computational Mechanics. – 2006. – Vol. 38(1). – P. 51–60.

32. Hernik, S. New concept of finite element method for FGM materials / S. Hernik // Technical transaction. Biblioteka Cyfrowa Politechniki Krakowskiej, 2010. – Iss. 8. – P. 99–109.

33. Пашков, В.П. Моделирование механических систем с неопределенными свойствами материала с применением метода конечных элементов и компьютерной томографии / В.П. Пашков, И.Н. Зотов, А.А. Пыхалов // Современные технологии. Системный анализ. Моделирование. – 2014. – № 2(42). – С. 44–50.

34. Применение метода конечных элементов при исследовании композиционных материалов. Подходы, методики, программные средства / Е.Н. Князева [и др.] // Механика машин, механизмов и материалов. – 2013. – № 3(24). – С. 69–76.

35. Гегузин, Я.Е. Физика спекания / 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Наука, 1984. – 312 с.

36. Ивенсен, В.А. Феноменология спекания. – М.: Metallurgy, 1985. – 247 с.
37. Watanabe, R. Powder processing of functionally gradient materials / R. Watanabe // *MRS Bull.* – 1995. – Vol. XX(1). – P. 32–34.
38. Residual stress and thermal properties of zirconia/metal (nickel, stainless steel 304) functionally graded materials fabricated by hot pressing / Y.G. Jung [et al.] // *Journal of Materials Science.* – 1997. – Vol. 32(14). – P. 3841–3850.
39. Hot isostatic pressing of single-crystal nickel-base superalloys: Mechanism of pore closure and effect on Mechanical properties / A.I. Epishin [et al.] // *MATEC Web of Conferences.* – 2014. – Vol. 14. – P. 08003.1–08003-6.
40. Hybrid-Microwave Sintering of Hardmetals and Graded Oxide Composites / J. Vleugels [et al.] // 15th International Plansee Seminar. – Plansee Holding AG, Reutte, 2001. – Vol. 2. – P. 204–215.
41. Eso, O. Kinetics of cobalt gradient formation during the liquid phase sintering of functionally graded WC–Co / O. Eso, Z. Zak Fang, A. Griffo // *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials.* – 2007. – Vol. 25. – P. 286–292.
42. Temperature gradient sintering of PSZ/Mo functionally gradient material by laser beam sintering / M. Yuki [et al.] // *Proceedings of the 1st International Symposium on Functionally Gradient Materials, Sendai, 1990, FGM Forum.* – Tokyo, 1990. – P. 203–208.
43. Olevsky, E.A. Impact of Thermal Diffusion on Densification During SPS / E.A. Olevsky, L. Froyen // *J. Am. Ceram. Soc.* – 2009. – Vol. 92(S1). – P. S122–S132.
44. Functionally Graded Material Fabricated by a Centrifugal Method from ZK60A Magnesium Alloy / Y. Watanabe [et al.] // *Materials Transactions* – 2005. – Vol. 46(5). – P. 944–949.
45. Гранкин, С.С. Применение метода направленной кристаллизации для получения новых материалов / С.С. Гранкин // *Вопросы атомной науки и техники. Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники* (16). – 2007. – № 4. – С. 192–197.
46. Марукович, Е.И. Непрерывно-циклическое литье намораживанием трубчатых заготовок / Е.И. Марукович, В.Ф. Бевза, В.П. Груша // *Литье и металлургия.* – 2014. – № 2(75). – С. 30–36.

47. Рафальский, И.В. Получение литейных композиционных материалов из алюминиевых сплавов в гетерофазном состоянии с дисперсными наполнителями / И.В. Рафальский // *Литье и металлургия*. – 2011. – № 3(61). – С. 26–31.

48. Мэллой Р.А. Конструирование пластмассовых изделий для литья под давлением / пер. с англ. под ред. В.А. Брагинского, Е.С. Цобкалло, Г.В. Комарова. – СПб.: Профессия, 2006. – 512 с.

49. Effects of platelet size and mean volume fraction on platelet orientation and volume fraction distributions in functionally graded material fabricated by a centrifugal solid-particle method / P.D. Sequeira [et al.] // *Mater. Technol.* – 2007. – Vol. 129(2). – P. 304–312.

50. Watanabe, Y. Wear behavior of Al-Al₃Ti composite manufactured by centrifugal method / Y. Watanabe, N. Yamanaka, Y. Fukui // *Metall. Mater. Trans. A*. – 1999. – Vol. 30(12). – P. 3253–3261.

51. Processing of mullite-molybdenum graded hollow cylinders by centrifugal molding technique / R. Sivakumar [et al.] // *J. Eur. Ceram. Soc.* – 2003. – Vol. 23. – P. 765–772.

52. Дьячкова, Л.Н. Структура и свойства слоистых композиционных материалов антифрикционного назначения / Л.Н. Дьячкова, Н.П. Гребнев // *Слоистые композиционные материалы*. – Волгоград: Политехник, 2001. – С. 153–154.

53. Highly interconnected and functionally graded porous bioceramics / X. Miao [et al.] // *Key Eng. Mater.* – 2003. – P. 595–598.

54. Functionally graded metal/ceramic composites by tape casting, lamination and infiltration / S.F. Corbin [et al.] // *Mater. Sci. Eng. A*. – 1999. – Vol. 262. – P. 192–203.

55. Cichocki, F.R., Jr. Tailored porosity gradients via colloidal infiltration of compression-molded sponges / F.R., Jr. Cichocki, K.P. Trumble, J. Rodel // *J. Amer. Ceram. Soc.* – 1998. – Vol. 81. – P. 1661–1664.

56. Preparation of porous hydroxyapatite materials with a continuous porosity profile by use of a filtration method / M. Iwata [et al.] // *J. Jpn. Inst. Metal.* – 1998. – Vol. 62. – P. 1088–1094.

57. Fabrication of Al₂O₃-W Functionally Graded Materials by Slip casting Method / T. Katayama [et al.] // *IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering*. – 2011. – Vol. 18 / doi:10.1088/1757-899X/18/20/202023.

58. Porosity-graded hydroxyapatite ceramics to replace natural bone / A. Tampieri [et al.] // *Biomaterials*. – 2001. – Vol. 22. – P. 1365–1370.

59. Zeng, Y.P. Fabrication and properties of tape-casting laminated and functionally gradient alumina-titanium carbide materials / Y.P. Zeng, D.L. Jiang, T. Watanabe // *J. Am. Ceram. Soc.* – 2000. – Vol. 83. – P. 2999–3003.

60. Mechanical properties and in vitro cell compatibility of hydroxyapatite ceramics with graded pore structure / J.P. Werner [et al.] // *Bio-materials.* – 2002. – Vol. 23. – P. 4285–4294.

61. Fabricating tubular scaffolds with a radial pore size gradient by a spinning technique / B.A. Harley [et al.] // *Biomaterials.* – 2006. – Vol. 27. – P. 866–874.

62. Wong, L.H. Functionally graded tricalcium phosphate/fluoroapatite composites / L.H. Wong, B. Tio, X. Miao // *Mater. Sci. Eng.* – 2002. – Vol. 20. – P. 111–115.

63. A graded composite material for use in the area of the cranial and facial skull / S. Weihe [et al.] // *Biomed. Tech.* – 2002. – Vol. 47. – P. 488–491.

64. Muthantri, A. Novel preparation of graded porous structures for medical engineering / A. Muthantri, J. Huang, M. Edirisinghe // *J. R. Soc. Interface.* – 2008. – Vol. 5. – P. 1459–1467.

65. Амосов, А.П. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов: Учеб. пособ. / А.П. Амосов, И.П. Боровинская, А.Г. Мержанов // Под научн. ред. В.Н. Анциферова. – М.: Машиностроение, 2007. – 567 с.

66. Neubrand, A. Gradient materials: An overview of a novel concept / A. Neubrand, J. Neubrand // *Zeitschrift für Metallkunde.* – 1997. – V. 88. – P. 358–371.

67. Titanium powder sintering for preparation of a porous functionally graded material destined for orthopaedic implants / M. Thieme [et al.] // *J. Mater. Sci.* – 2001. – V. 12. – P. 225–231.

68. Fabrication of a porous material with a porosity gradient by a pulsed electric current sintering process / M.J. Suk [et al.] // *Met. Mater. Int.* – 2003. – V. 9. – P. 599–603.

69. Willert-Porada, M.A. Microwave sintering of metal-ceramic FGM / M.A. Willert-Porada, R. Borchert // *Functionally Graded Materials*; eds. I. Shiota and Y. Miyamoto. – Elsevier, 1996. – P. 349–354.

70. $\text{MoSi}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ FGM: elaboration by tape casting and SHS / A.L. Dumont [et al.] // *J. Eur. Ceram. Soc.* – 2001. – V. 21. – P. 2353–2360.

71. Hsu, Y.H. Fabrication of porous bioceramics with porosity gradients similar to the bimodal structure of cortical and cancellous bone / Y.H. Hsu, I.G. Turner, A.W. Miles // *J. Mater. Sci.: Mater. Med.* – 2007. – V. 18. – P. 2251-2256.

71. Li, L. Progress in cold roll bonding of metals / L. Li, K. Nagai, F. Yin // *IOP Publishing Science and Technology of Advanced Materials.* – 2008. – V. 9(2). – 11 p.

72. Штрикман, М.М. Состояние и развитие процесса сварки трением линейных соединений (аналитический обзор). Ч.1 / М.М. Штрикман // *Сварочное производство.* – 2007. – № 9. – С. 35–40.

73. Peculiarities of weld seams and adjacent zones structures formed in process of explosive welding of sheet steel plates / I.A. Bataev [et al.] // *Materials Science Forum.* – 2011. – V. 673. – P. 95–100.

74. Исследование и выбор оптимальных технологических режимов сварки для автоматизации монтажа гибких алюминий-полиамидных микрокабелей / В.Н. Борщов [и др.] // *Технология приборостроения.* – 2011. – № 1. – С. 3–8.

75. Волков, С.С. Технологические особенности ультразвуковой сварки композиционных материалов на полимерной основе / С.С. Волков, М.А. Прилуцкий // *Известия высших учебных заведений. Машиностроение.* – 2016. – № 3(672). – С. 39–48.

76. Люшинский, А.В. Диффузионная сварка разнородных материалов. – М.: Издат. центр «Академия», 2006. – 208 с.

77. Диффузионная сварка стали с оловянной бронзой через пористые прослойки никеля и меди / А.И. Устинов [и др.] // *Автоматическая сварка,* 2015. – № 9. – С. 15–21.

78. Гибсон, Я. Технологии аддитивного производства / Я. Гибсон, Д. Розен, Б. Стакер; пер. с англ. И.В. Шишковского. – М.: Техносфера, 2016. – 656 с.

79. 316L Stainless steel with gradient porosity fabricated by selective laser melting / R. Li [et al.] // *Journal of Materials Engineering and Performance.* – 2010. – V. 19(5). – P. 666–671.

80. Технология неорганических порошковых материалов и покрытий функционального назначения. Учебное пособие. / Ю.П. Удалов [и др.]. – С-Пб.: Янус, 2001. – 428 с.

81. Переплетчиков, Е.Ф. Плазменная наплавка / Е.Ф. Переплетчиков // *Ремонт, восстановление, модернизация.* – 2005. – № 12. – С. 35–40.

82. Kim, J.H. Evaluation of functionally graded thermal barrier coatings fabricated by detonation gun spray technique / J.H. Kim, M.C. Kim, C.G. Park // *Surf. Coat. Technol.* – 2003. – V. 168. – P. 275–280.

83. Алхимов, А.П. Холодное газодинамическое напыление. Теория и практика. – М.: ФИЗМАЛИТ, 2010. – 536 с.

84. Исследование температуры потока в процессе холодного газодинамического напыления функциональных покрытий / Д.А. Герашенков [и др.] // *Вопросы материаловедения.* – 2014. – № 2(77). – С. 87–96.

85. Структура и свойства покрытий, нанесенных газодинамическим напылением / В.Е. Архипов [и др.] // *Упрочняющие технологии и покрытия.* – 2015. – № 4. – С. 18–24.

86. Нанесение износостойких покрытий с регулируемой твердостью с помощью сверхзвукового холодного газодинамического напыления / Т.И. Бобкова [и др.] // *Металлообработка.* – 2012. – № 5–6. – С. 45–49.

87. Impact of hot isostatic pressing on microstructures of CMSX-4 Ni-base superalloy fabricated by selective electron beam melting / B. Ruttert [et al.] // *Materials & design.* – 2016. – V. 110. – P. 720–727.

88. Градиенты структуры и фазового состава поверхности аустенитной стали 20X23H18 после электронно-пучковой обработки / С.В. Воробьев [и др.] // *Вестник Сибирского государственного индустриального университета.* – 2012. – № 1. – С. 11–13.

89. Structural, mechanical and tribological investigations of pulsed laser deposited titanium nitride coatings / J. Lackner [et al.] // *Thin Solid Films.* – 2004. – V. 453/454. – P. 195–202.

90. Ouyang, J.H. Rapid prototyping and characterization of a WC-(NiSiB alloy) cermet/tool steel functionally graded material (FGM) synthesized by laser cladding / J.H. Ouyang, H. Mei, R. Kovacevic // *Proceedings of the Symposium on Rapid Prototyping of Materials in Proceedings of the TMS Fall Meeting, Columbus OH.* – 2002. – P. 77–93.

91. Laser-assisted direct manufacturing of functionally graded 3D objects / A. Yakovlev [et al.] // *Surf. Coat. Technol.* – 2005. – V. 190(1). – P. 15–24.

92. Mumtaz, K.A. Laser melting functionally graded composition of waspaloy and zirconia powders / K.A. Mumtaz, N. Hopkinson // *J. Mater. Sci.* – 2007. – V. 42. – P. 7647–7656.

93. Сенчишин, В.С. Современные методы наплавки рабочих органов почвообрабатывающих и уборочных сельскохозяйственных машин (обзор) / В.С. Сенчишин, Ч.В. Пулька // Автоматическая сварка. – 2012. – № 9. – С. 48–54.

94. Ярошевич, В.К. Электроконтактное припекание порошковых покрытий и обеспечение стабильности их свойств / В.К. Ярошевич // Наука и техника. – 2009. – № 1. – С. 18–21.

95. Белоцерковский, М.А. Теоретический анализ процесса индукционной центробежной наплавки покрытий с наноразмерными модификаторами / М.А. Белоцерковский, А.А. Куриленок, И.А. Сосновский // Механика машин, механизмов и материалов. – 2016. – № 2(35). – С. 68–74.

96. Bulbul, F. The effect of TiC transient layer on a DLCbased functionally gradient coating prepared by closed field unbalanced magnetron sputtering plating system / F. Bulbul, I. Efeoglu // Met. Mater. Int. – 2010. – V. 16(4). – P. 573–580.

97. New progress of ceramic-based functionally graded plasma-facing materials in China / С.С. Ge [et al.] // Key Eng. Mater. – 2002. – V. 224(2). – P. 459–464.

98. Besra, L. A review on fundamentals and applications of electrophoretic deposition (EPD) / L. Besra, M. Liu // Progress in Materials Science. – 2007. – V. 52. – P. 1–61.

99. Fabrication and mechanical properties of $Al_2O_3/SiC/ZrO_2$ functionally graded material by electrophoretic deposition / E. Askari [et al.] // J. Mech. Behav. Biomed. Mater. – 2012. – V. 12. – P. 144–150.

100. Целуйкин, В.Н. Композиционные электрохимические покрытия: получение, структура, свойства / В.Н. Целуйкин // Физико-химия поверхности и защита материалов. – 2009. – Т. 45. – № 3. – С. 287–301.

101. Яковлев, С.П. Штамповка анизотропных заготовок / С.П. Яковлев, В.Д. Кухарь. – М.: Машиностроение, 1986. – 136 с.

102. Арышенский, Ю.М. Теория и расчеты пластического формоизменения анизотропных материалов / Ю.М. Арышенский, Ф.В. Гречников // Под. ред. Ф.В. Гречникова. – М.: Металлургия, 1990. – 304 с.

103. Korotaev, A.D. Defect structure and stress field in the zones of deformation localization in high strength metallic alloys / A.D. Korotaev,

A.N. Tyumentsev, I.Yu. Litovchenko // Phys. Met. Metall. – 2000. – V. 90. – Suppl. 1. – P. 36–47.

104. Экономнолегированные стали с наномодифицированной структурой для эксплуатации в экстремальных условиях / И.В. Горынин [и др.] // Вопросы материаловедения. – 2008. – № 2. – С. 7–19.

105. Коновалов, С.В. Индуцированный усталостными испытаниями градиент фазового состава и дефектной структуры в стали 45Г17ЮЗ / С.В. Коновалов, Ю.Ф. Иванов, В.Е. Громов // Вестник ЮУрГУ. Серия «Математика. Механика. Физика». – 2010. – № 9. – Вып. 2. – С. 67–75.

106. Ультразвуковое модифицирование поверхности и его влияние на свойства покрытий / В.А. Клименов [и др.] // Физическая мезомеханика. – 2004. – № 7. – Спецвыпуск. – Ч. 2. – С. 157–160.

107. Исследование оптических и структурных свойств оксидных пленок на InP методом спектральной эллипсометрии / В.А. Швец [и др.] // Журнал технической физики. – 2013. – Т. 83. – Вып. 11. – С. 92–99.

108. Антонюк, В.С. Выбор параметров покрытий с дискретной структурой при упрочнении поверхности режущего инструмента // В.С. Антонюк, Б.А. Ляшенко, Е.Б. Сорока // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2005. – № 3. – С. 21–27.

109. Фазовый анализ и тонкая структура стали 9ХФ после высокотемпературной цементации / В.В. Ветер [и др.] // Изв. вузов. Физика. Приложение. – 2002. – № 3. – С. 18–27.

110. Крукович, М.Г. Пластичность борированных слоев / М.Г. Крукович, Б.А. Прусаков, И.Г. Сизов. – М.: Физматлит, 2010. – 235 с.

111. Вас, Гэри С. Основы радиационного материаловедения. Металлы и сплавы / Гэри С. Вас; пер. А.Г. Ланин; под ред. Н.М. Власова, О.И. Челябиной. – М.: Техносфера, 2014. – 991 с.

112. Новиков, Л.С. Радиационные воздействия на материалы космических аппаратов: учебное пособие / Л.С. Новиков. – М.: Университетская книга, 2010. – 192 с.

113. Iwaki, M. Metal surface modification by ion implantation / M. Iwaki // Journal Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences. – 1989. – V. 15(5). – P. 473–508.

114. Создание композиционных покрытий на основе карбида титана электроискровым легированием / Ф.И.Пантелеенко [и др.] // Электронная обработка материалов. – 2011. – Т. 47(4). – С. 106–115.
115. Астрова, Е.В. Электрохимическое травление макропор в кремнии со щелевыми затравками / Е.В. Астрова, А.А. Нечитайлов // Физика и техника полупроводников. – 2008. – Т. 42. – Вып. 6. – С. 762–767.
116. Titanium oxide nanotubes prepared in phosphate electrolytes / A. Ghicov [et al.] // Electrochem. Comm. – 2005. – № 7. – P. 505–509.
117. Spedding, T.A. Parametric optimization and surface characterization of wire electrical discharge machining process / T.A. Spedding, Z.Q. Wang // Precis. Eng. – 1997. – V. 20(1). – P. 5-15.
118. Петров, С.Ю. Влияние электроконтактного упрочнения колесной стали на коэффициент трения / С.Ю. Петров, А.И. Костюкович, А.А. Рябов // Вестник ВНИИЖТ. – 2012. – № 2. – С. 56–58.
119. Повышение эффективности и долговечности импульсных машин для сооружения протяженных скважин в породных массивах / Б.Н. Смоляницкий [и др.]; отв. ред. Б.Ф. Симонов. – Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2013. – 204 с.
120. Grasso, S. Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906–2008 / S. Grasso, Y. Sakka, G. Maizza // Science and Technology of Advanced Materials. – 2009. – V. 10. – P. 1–24.
121. Райченко, А.И. Основы процесса спекания порошков пропусанием электрического тока. – М.: Металлургия, 1987. – 128 с.
122. Григорьев, Е.Г. Электроимпульсная технология формирования материалов из порошков: Учебное пособие / Е.Г. Григорьев, Б.А. Калинин. – М.: МИФИ, 2008. – 152 с.
123. Теория и практика электроимпульсного спекания пористых порошковых материалов / К.Е. Белявин [и др.] – Минск: Ремико, 1997. – 180 с.
124. Баланкин, С.А. Тепловые процессы при электроимпульсном прессовании порошков / С.А. Баланкин, Л.П. Горбачев, Е.Г. Григорьев // Физика и химия обработки материалов. – 1984. – № 2. – С. 124–129.
125. Alp, T. The Electrical Discharge Compaction of Powder: Mechanics and Material Structure / T. Alp, S.T.S. Al-Hassani, W. Johnson // Journal Engineering Materials and Technology. – 1985. – V. 107(3). – P. 186–194.

126. Fabrication of ultra-fine grained and dispersion-strengthened titanium materials by spark plasma sintering / D. Handtrack [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – Vol. 437(2). – P. 423–429.

127. Surface oxide debonding in field assisted powder sintering / K.R. Anderson [et al.] // *Materials Science and Engineering A270*. – 1999. – P. 278–282.

128. Diffusion Bonding of Boron Nitride on Metal Substrates by Plasma Activated Sintering (PAS) Process / S. Yoo [et al.] // *Scr. Met.* – 1996. – Vol. 43. – P. 1383–1386.

129. Apparatus for Making Hard Metal Compositions: pat. US 1896854A / G.F. Taylor. – Publ. date 1933.

130. Powder Metallurgy: pat. US 2355954A / G.D. Cremer. – Publ. date 1944.

131. Lenel, F.V. Resistance sintering under pressure / F.V. Lenel // *Journal of Metals*. – 1955. – V. 7(1). – P. 158–167.

132. Белявин, К.Е. Моделирование процесса электроимпульсного спекания металлических порошков / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик // *Инженерно-физический журнал*. – 2004. – Т. 77. – № 3. – С. 136–143.

133. Microstructure of WC in WC–Co cemented carbides consolidated by electric discharge / X.Y. Wu [et al.] // *Materials Science and Technology*. – 2007. – V. 23(5). – P. 627–629.

134. Evaluation of different consolidation methods for nanomaterials / S. Kar [et al.] // *Indian Journal of Engineering and Materials Sciences*. – 2008. – V. 15. – P. 343–346.

135. Харанжевский, Е.В. Лазерное спекание нанокompозитов Fe–Ni / Е.В. Харанжевский, М.Д. Кривилев // *Физика металлов и металловедение*. – 2011. – Т. 111. – № 1. – С. 54–63.

136. Перспективные методы модификации поверхности металлов лазерной обработкой / В.Е. Архипов [и др.] // *Упрочняющие технологии и покрытия*. – 2008. – № 12. – С. 26–31.

137. Лазерное спекание ультрадисперсных порошковых материалов на основе железа / Е.В. Харанжевский [и др.] // *Физика металлов и металловедение*. – 2009. – Т. 108. – № 5. – С. 534–540.

138. Шатульский, А.А. Применение методов прототипирования для изготовления изделий машиностроения / А.А. Шатульский, М.А. Шаповалова // *Наукоёмкие технологии в машиностроении*. – 2011. – № 1. – С.24–29.

139. Лазерное спекание порошковых слоев в процессах «выращивания» изделий / К.Е. Белявин [и др.] // Республиканский межведомственный сборник научных трудов «Порошковая металлургия». – 2007. – Вып. 30. – С.250–251.

140. Deckard, C.R. Recent advances in selective laser sintering / C.R. Deckard, J.J. Beaman // Proceedings of the 14th Conference on Production Research and Technology. Michigan, 1987. – P. 447–451.

141. Способ лазерного спекания изделий из порошковых материалов и устройство для его осуществления: пат. ЕАРО 007448 / Ю.А. Чивель, К.Е. Белявин, В.К. Павленко, С.В. Медведев. – Опубл. 27.10.2006.

142. New Technology of Selective Laser Sintering / К.Е. Belyavin [et al.] // EURO PM2005 Congress and Exhibition. Proceedings. 2-5 October 2005, Prague, Czech Republic. – Prague, 2005. – V. 3. – P. 67–72.

143. Бровер, А.В. Особенности лазерной упрочняющей обработки деталей машин и инструмента / А.В. Бровер // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2008. – № 6. – С. 13–16.

144. Импульсное лазерное осаждение тонкопленочных покрытий с применением капельной заслонки / В.Ю. Фоминский [и др.] // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2008. – № 12. – С. 41–47.

145. Толочко, Н.К. Закономерности формирования порошковых покрытий под действием лазерного излучения / Н.К. Толочко, М.К. Аршинов, И.А. Ядройцев // Перспективные материалы. – 2004. – № 6. – С. 63–69.

146. Шишковский, И.В. Эффект памяти формы в пористых объемных изделиях из никелида титана, синтезированных методом СЛС / И.В. Шишковский // Письма в ЖТФ. – 2005. – Т. 31. – Вып. 5. – С. 15–18.

147. Лазерный синтез металлополимерных фильтрующих элементов с заданными свойствами / В.И. Щербаков [и др.] // Известия РАН. Серия физическая. – 2002. – Т. 66. – № 9. – С. 1371–1373.

148. Фролов, В. Светолучевые технологии тепловой обработки материалов / В. Фролов, С. Федоров, А. Бажанов // Фотоника. – 2010. – № 3. – С. 22–25.

149. Модифицирование и легирование поверхности лазерными, электронными и ионными пучками / Под ред. Дж.М. Поута. – М.: Машиностроение, 1987. – 424 с.

150. Электронно-лучевая обработка материалов / В.Н. Алехнович [и др.]. – Минск: Белорусская наука, 2006. – 318 с.
151. Белый, А.В. Инженерия поверхностей конструкционных материалов концентрированными потоками ионов азота / А.В. Белый, В.А. Кукареко, А. Патеюк. – Минск: Белорусская наука, 2007. – 244 с.
152. Гусев, А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии / А.И. Гусев. – М.: Физматлит, 2007. – 416 с.
153. Капцов, Н.А. Электрические явления в газах и вакууме / Н.А.Капцов. – М.: Техничко-техническая литература, 1950. – 836 с.
154. Хасуи, А. Наплавка и напыление / А. Хасуи, О. Моригаки; пер. с яп. – М.: Машиностроение, 1985. – 240 с.
155. Бардусов, С.В. Плазменные СВЧ технологии в производстве изделий электронной техники / С.В. Бардусов; под ред. А.П. Достанко. – Мн.: Бестпринт, 2002. – 452 с.
156. Осколкова, Т.Н. Импульсная плазменная обработка поверхности сплава ВК10КС / Т.Н. Осколкова, Е.А. Будовских // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2011. – № 12. – С. 38–41.
157. Изменение микроструктуры и механических свойств железа в результате воздействия компрессионного плазменного потока / В.В. Углов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2004. – № 4. – С. 37–42.
158. Погребняк, А.Д. Модификация свойств материалов и осаждение покрытий с помощью плазменных струй / А.Д. Погребняк, Ю.Н. Тюрин // Успехи физических наук. – 2005. – Т. 175. – № 5. – С. 515–544.
159. Тюрин, Ю.Н. Импульсно-плазменное упрочнение инструмента / Ю.Н. Тюрин, О.В. Колисниченко, Н.Г. Цыганков // Автоматическая сварка. – 2001. – № 1. – С. 38–44.
160. Способ получения высокоэнергетических импульсно-периодических плазменных потоков в газах атмосферного и повышенного давления: пат. RU 2462007 / Ю.А. Чивель. – Опубл. 27.01.2012.
161. Чигринова, Н.М. Перспективы интенсификации микроплазменного упрочнения и восстановления металлических изделий повышенной точности энерго-механическим воздействием / Н.М. Чигринова // 50 лет порошковой металлургии Беларуси. История, достижения, перспективы. – Минск, 2010. – Гл. 22. – С. 517–540.

162. Киселев, М.Г. Применение ультразвука для формирования алмазосодержащего слоя на рабочей поверхности ограниченного диска / М.Г. Киселев, В.Т. Минченя. // Инструментальный світ. – 2002. – № 1(13). – С. 30–31.

163. Миронов, В.А. Магнитно-импульсное прессование порошков / В.А. Миронов. – Рига: Зинатне, 1980. – 196 с.

164. Challenges and Opportunities for Spark Plasma Sintering: A Key Technology for a New Generation of Materials / М. Suárez [et al.] // Sintering Applications / Ed. by Burcu Ertuğ. – InTech, 2013. – Chapter 13. – P. 319-342. DOI: 10.5772/53706.

165. Kieback, B. Grundlegende Prozesse beim Spark-Plasma-Sintern / B. Kieback, J. Trapp // Ausschuss für Pulvermetallurgie: Sintern - der zentrale Prozess der Pulvermetallurgie: Vorträge und Ausstellerbeiträge des Hagener Symposiums am 24. und 25. November 2011. – Hagen: Heimdall, 2011. – P. 47–75.

166. Анненков, Ю.М. Физический механизм искрового плазменного спекания керамики / Ю.М. Анненков, С.А. Акарачкин, А.С. Ивашутенко // Бутлеровские сообщения. – 2012. – Т. 31. – № 9. – С. 130–137.

167. Olevsky, E.A. Multi-Scale Analysis of Sintering Shrinkage Anisotropy / E.A. Olevsky, B. Kushnarev, A.L. Maximenko // PM2004. Powder Metallurgy World Congress and Exhibition. Proceedings. 17-21 October 2004, Vienna, Austria, 2004. – V. 2. – P. 227–232.

168. The absence of plasma in “Spark Plasma Sintering” / D.M. Hulbert [et al.] // J. Appl. Phys. – 2008. – V. 104. – P. 033305 (7 p.).

169. Saunders T. Plasma formation during electric discharge (50 V) through conductive powder compacts / T. Saunders, S. Grasso, M.J. Reece // J. Eur. Ceram. Soc. – 2015. – V. 35. – P. 871–877.

170. Graziani, T. Densification and characteristics of TiN ceramics / T. Graziani, A. Bellosi // Journal of Materials Science Letters. – 1995. – V. 14–15. – P. 1078–1081.

171. Spark plasma sintering of $Ti_yNb_{1-y}C_xN_{1-x}$ monolithic ceramics obtained by mechanically induced self-sustaining reaction / A. Borrell [et al.] // Materials Science and Engineering A. – 2012. – V. 543. – P. 173–179.

172. Jin, X. Highly Transparent Alumina Spark Plasma Sintered from Common-Grade Commercial Powder: The Effect of Powder Treatment /

X. Jin, L. Gao, J. Sun // Journal of The American Ceramic Society. – 2010. – V. 93(5). – P. 1232–1236.

173. O'Brien, R.C. Spark Plasma Sintering of simulated radioisotope materials within tungsten cermets / R.C.O'Brien [et al.] // Journal of Nuclear Materials. – 2009. – V. 393. – P. 108–113.

174. García-Moreno, O. Conventional sintering of LAS–SiC nanocomposites with very low thermal expansion coefficient / O. García-Moreno, A. Fernández, R. Torrecillas // Journal of The European Ceramic Society. – 2010. – V. 30(15). – P. 3219–3225.

175. Sintering characteristics of in situ formed low expansion ceramics from a powder precursor in the form of hydroxyl hydrogel / S. Mandal [et al.] // Ceramic International. – 2004. – V. 30(80). – P. 2147–2155.

176. Alumina reinforced eucryptite ceramics: Very low thermal expansion material with improved mechanical properties / O. García-Moreno [et al.] // Journal of the European Ceramic Society. – 2011. – V. 31(9). – P. 1641–1648.

177. Носов, Г.В. Бесконтактный импульсный компрессионный генератор / Г.В. Носов // Известия Томского политехнического университета. – 2012. – Т. 321. – № 4. – С. 84–88.

178. Кнопфель, Г. Сверхсильные импульсные магнитные поля / Г. Кнопфель; пер. с англ. – М.: Мир, 1972. – 392 с.

179. Ландау, Л.Д. Электродинамика сплошных сред / Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. – М.: Наука, 1982. – 621 с.

180. Clyens, S. The Compaction of P/M bars using high voltage electrical discharges / S. Clyens, S.T.S. All-Hassani, W. Johnson // II International Journal of Mechanical Sciences. – 1976. – V. 18. – 371 p.

181. Аль-Хассани. Электроразрядное уплотнение порошков / Аль-Хассани // Прогрессивные технологические процессы в порошковой металлургии. – Минск: Высшая школа, 1982. – С. 83–91.

182. Райченко, А.И. Теория спекания металлического порошка импульсным электрическим разрядом / А.И. Райченко // Порошковая металлургия. – 1985. – № 1. – С. 29–33.

183. Рыбаулин, В.С. Теоретические основы создания технологии электроимпульсного спекания высокоплотных изделий из порошков жаропрочных сплавов: автореф. ... дис. канд. техн. наук: 05.16.06 / В.С. Рыбаулин. – М., 1981. – 20 с.

184. Самосогласованная теория спекания металлического порошка импульсным электрическим разрядом / В.М. Капцевич

[и др.] // Порошковая металлургия. – Минск: Выш. школа, 1986. – Вып. 10. – С. 58–62.

185. Модель процесса контактообразования при электроимпульсном спекании металлических порошков / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия. – Мн.: Выш. школа, 1992. – Вып. 16. – С. 3–6.

186. Белявин, К.Е. Теоретические основы электроимпульсного спекания металлических порошков / К.Е. Белявин. – Минск: НИИПМ с ОП, 1998. – 52 с.

187. Belyavin, K.E. Influence of the plasma phenomena on process of formation of contacts at electric discharge sintering powders / K.E. Belyavin, D.V. Minko, O.O. Kuznechik // Plasma Physics and Plasma Technology: IV International Conference. Septembre 15-19.2003, Minsk, Belarus. Contributed Papers. In two volumes. – Minsk: “Kovcheg”, 2003. – V. II. – P. 957–960.

188. Пейн, З.Г. Физика колебаний и волн / З.Г. Пейн. – М.: Мир, 1979. – 389 с.

189. Райченко, А.И. Об устойчивости жидкого проводника с током в поле тяжести / А.И. Райченко // Доклады АН СССР. – 1982. – Т. 261. – № 1. – 86 с.

190. Powder materials sintering by electric discharge / V.M. Kapzvezich [et al.] // X Intern Conf High Energrurate Fabrication, Lublyana, Yugoslavia, 1989. – P. 104–111.

191. Исследования условий устойчивости межчастичных контактов при электроимпульсном спекании / А.И. Райченко [и др.] // Электрофизические технологии в порошковой металлургии. Сб. науч. трудов. – Киев: ИПМ АН УССР, 1989. – С. 72–78.

192. Неустойчивости процессов электроимпульсного спекания порошков / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия. – Минск: Выш. школа, 1990. – Вып. 14. – С. 73–77.

193. Влияние пинч- и скин-эффектов на формирование структуры пористых порошковых материалов при электроимпульсном спекании / В.М. Капцевич [и др.] // Порошковая металлургия. – 1990. – № 11. – С. 40–44.

194. Влияние электросопротивления порошка на процесс получения длинномерных пористых проницаемых материалов методом электроимпульсного спекания / В.М. Капцевич [и др.] // Порошковая металлургия. – Минск: Выш. школа, 1991. – Вып. 15. – С. 81–84.

195. Влияние давления на процесс электроимпульсного спекания сферических порошков титанового сплава ВТ9 / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия. – Минск: Выш. школа, 1989. – Вып. 13. – С. 98–101.

196. Statistical description in porous media / К.Е. Belyavin [et al.] // Materials Letters. – 1989. – V. 8(8). – P. 329–334.

197. Закономерности процесса контактообразования при электроимпульсном спекании / В.М. Капцевич [и др.] // Электрофизические технологии в порошковой металлургии. Сб. науч. трудов. – Киев: ИПМ АН УССР, 1989. – С. 78–82.

198. Кипарисов, С.С. Порошковая металлургия / С.С. Кипарисов, Г.А. Либенсон. – М.: Металлургия, 1978. – 528 с.

199. Белявин, К.Е. Исследование теплообмена в порошковых частицах при электроимпульсном спекании / К.Е. Белявин, В.В. Мазюк, Д.В. Минько // Порошковая металлургия. – Мн.: Кибер, 1995. – Вып. 18. – С. 52–55.

200. Основные закономерности теплообмена в частицах порошка при электроимпульсном спекании / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, В.В. Мазюк, О.О. Кузнечик // Машиностроение: Сб. научн. трудов. Под ред. И.П. Филонова. – Мн.: УП «Технопринт», 2001. – Вып. 17. – С. 157–161.

201. О возможности сохранения аморфной структуры при электроимпульсном спекании / К.Е. Белявин [и др.] // Электрофизические технологии в порошковой металлургии. Материалы V Республ. науч.-техн. семинара, Москва, 1990. – С. 22.

202. Особенности нагрева порошковых частиц при электроимпульсном спекании / В.М. Капцевич [и др.] // Порошковая металлургия и композиционные материалы: под ред. С.С. Ермакова: Материалы краткосрочного семинара. – Ленинград, 1988. – С. 15–19.

203. Белявин, К.Е. Электроимпульсное спекание порошковых материалов / К.Е. Белявин // Порошковая металлургия. – Минск: Кибер, 1996. – Спецвып. 19. – С. 47–50.

204. Electric pulse consolidation: an alternative to spark plasma sintering / M.S. Yurlova [et al.] // J Mater Sci. – 2014. – V. 49. – P.952–985.

205. Анисимов, А.Г. Исследование возможности электроимпульсного спекания порошковых наноструктурных композитов / А.Г. Анисимов, В.И. Мали // Физика горения и взрыва. – 2010. – Т. 46. – № 2. – С. 135–139.

206. Rock, C. Electro-discharge consolidation of nanocrystalline Nb-Al powders produced by mechanical alloying / C. Rock, Jun Qiu, K. Okazaki // *Journal of Materials Science*. – 1998. – V. 33(1). – P. 241–246. DOI10.1023/A:1004386822343.
207. Спекание металлических порошков серий сильноточных импульсов / Н.Н. Заводов [и др.] // *Теплофизика высоких температур*. – 1999. – Т. 37. – Вып. 1. – С. 135–141.
208. Grigoryev, E.G. Kinetics of densification processes of powder materials under electropulse sintering / E.G. Grigoryev // *The Arabian Journal for Science and Engineering*. – 2009. – V. 34(1C). – P. 29–33.
209. Wu, X. Effect of liquid phase on densification in electric-discharge compaction / X. Wu, J. Guo // *J Mater Sci*. – 2007. – V. 42. – P. 7787–7793.
210. Астапчик, С.А. Фазовые и структурные превращения в сталях и сплавах при лазерном нагреве / С.А. Астапчик // *Известия АН БССР. Сер. Физ. техн. наук*. – 1982. – № 4. – С. 31–35.
211. Meteinick, J. The technology of rapid prototyping / J. Meteinick // *Innovatoin Summer*. – 1992. – P. 30–32.
212. Гибсон, Я. Технологии аддитивного производства / Я.Гибсон, Д.Розен, Б.Стакер; пер. с англ. И.В.Шишковского –М.: Техносфера, 2016. –656 с.
213. Sintering of commercially pure titanium powder with a Nd:YAG laser source / P. Fischer [et al.] // *Acta Materialia*. – 2003. – V. 51. – P. 1651–1662.
214. Influence of processing parameters on the evolution of melt pool, porosity, and microstructures in Ti-6Al-4V alloy parts fabricated by selective laser melting / J.J.S. Dilip [et al.] // *Progress in Additive Manufacturing*. – 2017. – V. 2. – P. 157–167.
215. Илларионов, А.Г. Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов: учебное пособие / А.Г. Илларионов, А.А. Попов. – Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. – 137 с.
216. The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V / S.S. Al-Bermani [et al.] // *Metall Mater Trans A*. – 2010. – V. 41(13). – P. 3422–3434.
217. Analysis of defect generation in Ti-6Al-4V parts made using powder bed fusion additive manufacturing processes / H. Gong [et al.] // *Addit Manuf*. – 2014. – V. 1–4. – P. 87–98.

218. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V / L. Thijis [et al.] // *Acta Mater.* – 2010. – V. 58(9). – P. 3303–3312.

219. Formation and control of martensite in Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting / J. Yang [et al.] // *Mater Des.* – 2016. – V. 108. – P.308–318.

220. Oxman, N. Variable Property Rapid Prototyping / N. Oxman // *Journal of Virtual and Physical Prototyping.* – 2011. – V. 6(1). – P. 3–31.

221. 3D Printed Multimaterial Microfluidic Valve / S.J. Keating [et al.] // *PLoS ONE.* – 2016. – V. 11(8). – P. 1–12. doi:10.1371/journal.pone.0160624.

222. Keating, S. Beyond 3D Printing: The New Dimensions of Additive Fabrication. Designing for Emerging Technologies: UX for Genomics, Robotics, and the Internet of Things / S. Keating // *O'Reilly Media.* – 2014. – P. 379–405.

223. Fabrication of x-graded H13 and Cu powder mix using high power pulsed Nd:YAG laser / V.E. Beal [et al.] // *Proceedings of Solid freeform fabrication symposium, Austin, Texas, USA, 2004.* – V. 9. – P. 187–197.

224. Nagano, T. Fabrication of zirconia-alumina functionally gradient material by superplastic diffusion bonding / T. Nagano, F. Wakai, // *Journal of Materials Science.* – 1993. – V. 28. – P. 5793-5799.

225. SLS processing of functionally gradient materials / L. Jepson [et al.] // *Proceedings of Solid freeform fabrication symposium, Austin, Texas, USA, 1997.* – P. 67–79.

226. Электропроводящие структуры в лазерно-модифицированных пленках алмазоподобного углерода / А.Н. Чумаков [и др.] // *Вестці Нацыянальнай акадэміі навук Беларусі. Серыя фізіка-матэматычных навук.* – 2014. – № 4. – С. 72–75.

227. Multipulse nanosecond laser modification of steel surface / A.N. Chumakov [et al.] // *Physica Scripta.* – 2014. – T. 162. – P. 14–16.

228. Formation of microstructures and oxides on structural steel by nanosecond laser irradiation / A.N. Chumakov [et al.] // *High Temperature Material Processes.* – 2014. – V. 18(3). – P. 197–203.

229. *Материаловедение* / Б.Н. Арзамасов [и др.]. – 8-е изд., стереотип. – М.: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2008. – 648 с.

230. Попова, Н.В. Действие плазмы взрыва на железоуглеродистые сплавы / Н.В. Попова, И.П. Федорова, Е.Г. Попов // *Физика горения и взрыва.* – 1980. – № 4. – С. 23–28.

231. Формирование покрытий из смеси порошков хрома и графита при ударно-волновой обработке / А.М. Каунов [и др.] // Порошковая металлургия. – 1985. – № 15. – С. 25-28.

232. Воздействие импульсного высокоэнтальпийного потока плазмы на титан и титан с платиновым покрытием / С.С. Кацнельсон [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2005. – № 2. – С. 42–48.

233. Модификация структуры и свойств поверхностных слоев углеродистых сталей при воздействии компрессионного плазменного потока / В.В. Углов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2002. – № 3. – С. 23–28.

234. Структура и состав покрытий, сформированных при обработке материалов компрессионными плазменными потоками / В.В. Углов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2005. – № 4. – С. 28–32.

235. Богуславский, Л.З. Оптические исследования переходного слоя плазма–жидкость при импульсном коронном разряде в сильных водных электролитах / Л.З. Богуславский, С.А. Хайнацкий, А.Н. Щербак // Журнал технической физики. – 2001. – Т. 71. – Вып. 2. – С. 43–47.

236. Лебедев, В.К. Импульсная дуговая термическая обработка поверхности металлов / В.К. Лебедев, Д.М. Калеко // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1998. – № 6. – С. 8–12.

237. Персидская, А.Ю. О влиянии импульсного магнитного поля на механические свойства волокон / А.Ю. Персидская, И.Р. Кузеев, В.А. Антипин // Химическая физика. – 2002. – Т. 21. – № 2. – С. 90–93.

238. Достанко, А.П. Модификация поверхности твердых тел в неравновесной газоразрядной плазме / А.П. Достанко, М.Н. Босяков, С.А. Кухарев. – Мн.: Армита, 1996. – 95 с.

239. Бурцев, В.А. Электрический взрыв проводников и его применение в электрофизических установках / В.А. Бурцев, Н.В. Калинин, А.В. Лучинский. – М.: Энергоиздат, 1990. – 289 с.

240. Арцимович, Л.А. Плазменные ускорители / Л.А. Арцимович; под ред. Л.А. Арцимовича [и др.]. – М.: Высшая школа, 1973. – 372 с.

241. Асташинский, В.М. Исследование динамики взаимодействующих с преградой компрессионных плазменных потоков /

В.М. Асташинский, Г.И. Баканович, Л.Я. Минько // Физика плазмы. – 1984. – Т. 10. – № 5. – С. 1058–1063.

242. Комар, Е. Г. Основы ускорительной техники / Е.Г. Комар. – М.: Атомиздат, 1975. – 396 с.

243. Морозов, А.И. Физика и применение плазменных ускорителей / А.И. Морозов. – Минск: Наука и техника, 1974. – 400 с.

244. Изменение микроструктуры и механических свойств железа в результате воздействия компрессионного плазменного потока / В.В. Углов [и др.] // Физика и химия обработки материалов. – 2004. – № 4. – С. 37–42.

245. Выбор режимов работы и параметры плазмы магнитоплазменного компрессора / В.М. Асташинский [и др.] // Инженерно-физический журнал. – 1992. – Т. 62. – № 3. – С. 386–390.

246. Модификация материалов компрессионными плазменными потоками / В.В. Углов [и др.]. – Минск: БГУ, 2013. – 248 с.

247. Тюрин, Ю.Н. Плазменные упрочняющие технологии / Ю.Н. Тюрин, М.Л. Жадкевич. – Киев: Наукова думка, 2008. – 216 с.

248. Лебедев, А.Д. Импульсные ускорители плазмы высокого давления / А.Д. Лебедев, Б.А. Урюков. – Новосибирск: Наука, 1990. – 280 с.

249. Буренин, Ю.А. Исследование коаксиального МГД-генератора взрывного типа / Ю.А. Буренин, Г.А. Швецов // Физика горения и взрыва. – 1977. – Т. 13. – № 1. – С. 32–34.

250. Савельев, И.В. Основы теоретической физики: в 2 томах / И.В. Савельев. – М.: Наука, 1991. – Т. 1. – 496 с.

251. Контактобразование при электроимпульсном спекании порошка титанового сплава / П.А. Витязь [и др.] // Порошковая металлургия. – Минск: Выш. школа, 1990. – Вып. 7. – С. 20–23.

252. Контактобразование при электроимпульсном спекании полидисперсных титановых гранул / К.Е. Белявин [и др.] // Цветные металлы. – 1991. – № 10. – С. 53–55.

253. Теребушко, О.И. Основы теории упругости и пластичности / О.И. Теребушко. – М.: Наука, 1984. – 320 с.

254. Справочник по сопротивлению материалов / Е.Ф. Винокуров [и др.]. – Минск: Наука и техника, 1988. – 464 с.

255. Выгодский, М.Я. Справочник по высшей математике / М.Я. Выгодский. – М.: АСТ Астрель, 2006. – 991 с.

256. Айзенкольб, Ф. Успехи порошковой металлургии / Ф. Айзенкольб. – М.: Металлургия, 1969. – 540 с.

257. Ковальченко, М.С. Установившаяся и неуставившаяся ползучесть при спекании / М.С. Ковальченко // Теория и технология спекания. – Киев: Наукова думка, 1974. – С.71-79.

258. Теоретические исследования формирования межчастичных контактов при электроразрядном спекании порошковых материалов / К.Е. Белявин [и др.] // Вестник Полоцкого государственного университета. Серия С. Фундаментальные науки. – 2009. – № 3. – С. 139–145.

259. Лыков, А.В. Теория теплопроводности / А.В. Лыков. – М.: Высшая школа, 1967. – 600 с.

260. Справочник по специальным функциям с формулами, графиками и математическими таблицами / Под ред. М. Абрамовица и И. Стиган. – М.: Наука, 1979. – 832 с.

261. Корн, Г. Справочник по математике для научных работников и инженеров. Определения, теоремы, формулы / Г. Корн, Т. Корн. – М.: Наука, 1970. – 720 с.

262. Hanninen, J. Direct metal laser sintering / J. Hanninen // Advanced Materials & Processes. – 2002. – V. 160(5). – P. 33-35.

263. Beese, A.M. Review of Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Made by Laser-Based Additive Manufacturing Using Powder Feedstock / A.M. Beese, B.E. Carroll // JOM. – 2015. – V. 68(3). – P. 724–734.

264. Исследование влияние мощности импульсно-периодического лазерного излучения на устойчивость жидкометаллических контактов между частицами порошка при селективном лазерном спекании / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2006. – Вып. 29. – С. 268–272.

265. Электроимпульсное прессование порошковых материалов. / С.А. Баланкин [и др.]. – Киев: ИПМ, 1985. – 30 с. – (Препринт / ИПМ; № 6).

266. Физическое металловедение: в 3-х т. / Под ред. Р.У. Канна, П. Хаазена. Т. 2: Фазовые превращения в металлах и сплавах с особыми физическими свойствами: Пер. с англ. – М.: Металлургия, 1987. – С.477.

267. Теория тепломассообмена / Под ред. А.И. Леонтьева. – М.: Высшая школа, 1979. – 495 с.

268. Investigation of influence of Pulse-periodical laser radiation power on stability of liquid-metal contacts between powder Particles during selective laser sintering / K.E. Belyavin [et al.] // Extended Abstracts of 2006 Powder Metallurgy World Congress, September 24-28, 2006. BEXCO, Busan, Korea. Part 1. – Busan, 2006. – P. 518–519.

269. Моделирование процесса наплавки при импульсно-периодическом лазерном воздействии на порошок титана / К.Е. Белявин [и др.] // Сварка и родственные технологии: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2006. – Вып. 8. – С. 13–16.

270. Fabrication of Metallic Porous Media by Semisolid Processing Using Laser Irradiation / H. Yasuda [et al.] // Materials Transactions. – 2001. – V. 42(2). – P. 309–315.

271. Смуров, И.Ю. Тепловые процессы при плавлении и абляции / И.Ю. Смуров // Воздействие концентрированных потоков энергии на материалы: Сб. статей. – М.: Наука, 1985. – С. 108–136.

272. Пористые проницаемые материалы: справ. изд. / Под ред. С.В. Белова – М.: Metallurgia, 1987. – 335 с.

273. Процессы послойного синтеза и сборки изделий сложной формы из композиционных порошковых и листовых материалов / П.А. Витязь [и др.] // Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе. Материалы докладов Международного симпозиума, 21-22 октября 2008 г. – Минск: Институт порошковой металлургии ГНПО ПМ НАН Беларуси, 2008. – С. 196–206.

274. Лазерное селективное послойное спекание порошков: проблемы и перспективы / Н.К. Толочко [и др.] // Порошковая металлургия. – 1995. – № 3/4. – С. 32–37.

275. Исследование процесса селективного лазерного спекания сферического порошка титана / К.Е. Белявин [и др.] // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия: 6-я междунар. науч.-техн. конф., Минск, 6-7 апреля 2004 г.: Материалы докл. / Ред. кол. А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск, 2004. – С. 324–325.

276. Новая лазерная технология получения пористых порошковых изделий / К.Е. Белявин [и др.] // Современное материаловедение: достижения и проблемы. MMS–2005. Тезисы докладов международной конференции, Киев, Украина, 26-30 сентября 2005 г. / под ред. В.В. Скорохода. – Киев, 2005. – Т. 1. – С. 178–179.

277. Development of technologies for layer-by-layer laser synthesis of 3D parts in Russia and Belarus / V.V. Vasiltsov [et al.] // International Conference on Lasers, Applications, and Technologies 2007: Advanced Lasers and Systems, Proc. SPIE 6731. (August 09, 2007); doi:10.1117/12.752839.

278. LS-DYNA. Theoretical manual. – Livermore software technology corp., 1998. – 498 p.

279. Капцевич, В.М. Электроимпульсное спекание длинномерных изделий из порошков титанового сплава ВТ9 / В.М. Капцевич, К.Е. Белявин, Д.В. Минько // Технология легких сплавов. – М.: ВИЛС, 1991. – ДСП. – С. 113–117.

280. Жданович, Г.М. Теория прессования металлических порошков / Г.М. Жданович. – М.: Metallurgia, 1969. – 262 с.

281. Градштейн, И.О. Таблицы интегралов, сумм, рядов и произведений / И.О. Градштейн, И.М. Рыжих. – М.: Наука, 1971. – 1108 с.

282. Statistical description of particle correlations in porous media / K.E. Belyavin [et al.] // II Mat. Letters. – 1989. – V. 8. – № 8. – P. 329–334.

283. Балеску, Р. Равновесная и неравновесная статистическая механика. Т. 1 / Р. Балеску. – М.: Мир, 1978. – 387 с.

284. Minko, D.V. Theoretical and experimental estimation of influence skin and pinch effects on spark plasma sintering process of powders / D.V. Minko, K.E. Belyavin, O.O. Kuznechik // VII International Conference “Plasma Physics and Plasma Technology”. Contributed papers, vol. I. Minsk, Belarus, September 17-21, 2012. – Minsk, 2012. – P. 164–167.

285. Оценка характера распределения давления в порошке при электроимпульсном спекании в условиях одноосной двухсторонней упругой подпрессовки / О.О. Кузнецик [и др.] / Инженерно-физический журнал. – 2013. – Т 86. – № 5. – С. 1163–1173.

286. Электроконтактная установка для электроимпульсной обработки порошковых материалов: полез. модель ВУ 2620 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнецик, Н.В. Решетников. – Опубл. 30.04.2006.

287. Машина контактной сварки: полез. модель ВУ 3242 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Ю.Н. Гафо, О.О. Кузнецик, Н.В. Решетников, Р.П. Быков, И.Н. Власенко, А.О. Товпик. – Опубл. 30.12.2006.

288. Belyavin, K. Adaptive control of process of powder materials sintering and surfacing by electric discharge / K. Belyavin, D. Minko, O. Kuznechik // PM2004. Powder Metallurgy World Congress and Exhibition. Proceedings. 17-21 October 2004, Vienna, Austria. – 2004. – V. 5. – P. 407–414.

289. Белявин, К.Е. Применение системы адаптивного управления при электроконтактной наплавке порошков самофлюсующихся сплавов / К.Е. Белявин [и др.] // Сварка и родственные технологии: Республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск: ГУ НИКТИ СП с ОП, 2006. – Вып. 8. – С. 26–31.

290. Кузнецик, О.О. Устройство диагностики быстропротекающих процессов электроконтактной сварки и наплавки порошковых материалов / О.О. Кузнецик [и др.] // Сварка и родственные технологии: мат. докл. Междунар. симп., Минск, 26 марта 2008 г. / Ред. кол. А.Ф.Ильющенко [и др.]. – Минск: ГУ НИКТИ СП с ОП, 2008. – С. 75–77.

291. Сараев, Ю.Н. Разработка принципов адаптивного управления электротехнологическими процессами наплавки порошковыми материалами / Ю.Н. Сараев [и др.] // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: Материалы докладов 8-й международной научно-технической конференции, Минск, Беларусь, 27-28 мая 2008 г. – Минск: Институт порошковой металлургии ГНПО ПМ, 2008. – С. 221–222.

292. Кузнецик, О.О. Использование устройства регистрации быстропротекающих высокотемпературных процессов в системе адаптивного управления электроконтактной наплавкой порошковых материалов самофлюсующихся сплавов / О.О. Кузнецик [и др.] // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: Материалы докладов 9-й международной научно-технической конференции, Минск, Беларусь 29-30 сентября 2010 г. – Минск: Институт порошковой металлургии ГНПО ПМ, 2010. – С. 217–219.

293. Кузнецик, О.О. Система регистрации быстропротекающих высокотемпературных процессов при электроконтактной сварке и наплавке порошковых материалов / О.О. Кузнецик [и др.] // Инженерия поверхностного слоя деталей машин: Сборник материалов

II Международ. научно-практической конференции. – Минск: БНТУ, 2010. – С. 125–127.

294. Применение технологии и оборудования конденсаторной сварки для получения изделий из порошков тугоплавких металлов / К.Е. Белявин [и др.] // Сварка и родственные технологии: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2005. – Вып. 7. – С. 34–36.

295. Электроконтактная установка для электроимпульсной обработки порошковых материалов: полез. модель ВУ 2620 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнецик, Н.В. Решетников. – Оpubл. 30.04.2006.

296. Belyavin, K. Use of Adaptive Control System in Processes of Electrodischarge Sintering of Titanium Powders / K. Belyavin [et al.] // International Powder Metallurgy Congress Et Exhibition EURO PM2007. 15-17 October 2007, Toulouse, France. Proceedings. – 2007. – V. 3. – P. 211–214.

297. Исследования процесса получения ниобиевых объемно-пористых анодов конденсаторов методом электроимпульсного спекания / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия. – Минск: Вышш. школа, 1992. – Вып. 16. – С. 61–63.

298. Рябинина, О.П. Структурные изменения в спеченных объектах и материалах оснастки при электроразрядном спекании смесей металлических порошков / О.П. Рябинина, А.И. Зайченко, Г.Л. Буренков // Порошковая металлургия. – 1981. – № 11. – С. 16–21.

299. Райченко, А.И. Стойкость материалов электродов-пуансонов и матриц в процессе электроразрядной обработки металлических порошков / А.И. Райченко, О.П. Рябинина // Электронная обработка материалов. – 1977. – № 23. – С. 38–41.

300. Самсонов, Г.В. Горячее прессование / Г.В. Самсонов, М.С. Ковальченко. – Киев: Гос. изд-во технической литературы, 1962. – 212 с.

301. Кабанов, Н.С. Сварка на контактных машинах / Н.С. Кабанов. – М.: Высшая школа, 1985. – 271 с.

302. Способ очистки токопроводящих поверхностей: а.с. SU 1602588 / В.М. Капцевич, К.Е. Белявин, Д.В. Минько. – Оpubл 1990.

303. Елютин, В.П. Высокотемпературные материалы / В.П. Елютин, Ю.Я. Павлов. – М.: Металлургия, 1972. – 300 с.

304. Самсонов, Г.В. Нитриды / Г.В. Самсонов. – Киев.: Наукова думка, 1969. – 380 с.

305. Трофимов, В.И. Физические основы прочности тугоплавких соединений / В.И. Трофимов, Ю.В. Мильман, С.А. Фирстов. – Киев: Наукова думка, 1975. – 852 с.

306. Окунь, И.З. Измерение разрядных токов поясами Роговского / И.З. Окунь // Приборы и техника эксперимента. – 1968. – № 6. – С. 120–126.

307. Раковский, В.И. Физические основы коммутации электрического тока в вакууме / В.И. Раковский. – М.: Наука, 1970. – 536 с.

308. Эдельс, Х. Определение температуры электрического разряда в газе / Х. Эдельс // Оптическая пирометрия плазмы / Под. ред. Н.Н. Соболева. – М.: Иностранная литература, 1960. – С. 51–81.

309. Бурхорн, Ф. Температура и термическое равновесие в дуге между железными электродами / Ф. Бурхорн // Оптическая пирометрия плазмы / Под. ред. Н.Н. Соболева. – М.: Иностранная литература, 1960. – С. 212–223.

310. Испытательная техника: Справочник. В 2-х книгах / Под ред. В.В. Ключева. – М.: Машиностроение, 1982. – Кн. 2. – 560 с.

311. Белявин, К.Е. Распределение температуры в порошковом материале при электроимпульсном спекании / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнецик // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2002. – Вып. 25. – С. 95–99.

312. Болтон, У. Карманный справочник инженера-метролога / У. Болтон. – М.: Издательский дом «Додэка-XXI», 2002. – 384 с.

313. Иванова, Г.М. Теплотехнические измерения и приборы: Учеб. для вузов / Г.М. Иванова, Н.Д. Кузнецов, В.С. Чистяков. – М.: Издательство МЭИ, 2005. – 460 с.

314. Кириллов, В.М. Применение метода двухцветной пирометрии для измерения температуры поверхности тела при ее активации импульсным лазерным излучением / В.М. Кириллов, Л.А. Скворцов // Квантовая электроника. – 2006. – Т. 36. – № 8. – С. 797–800.

315. Kuznechik, O.O. Registration of spark plasma sintering temperature of titanium powders / O.O. Kuznechik, D.V. Minko, K.E. Belyavin // VII International Conference “Plasma Physics and Plasma Technology”. Contributed papers, vol. I. Minsk, Belarus, September 17-21, 2012. – Minsk, 2012. – P. 80–83.

316. Регистрация температуры микроплазменных процессов при ЭИС порошков титана / О.О. Кузнечик, Д.В. Минько, К.Е. Белявин, Е.Г. Григорьев // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2013. – № 36. – С. 49–54.

317. Kasparov, K.N. Heated body temperature measurement by spectrometry of photoelectrons / K.N. Kasparov // Measurement Science and Technology. – 1998. – V. 9. – P. 1388–1399.

318. Kasparov, K.N. Measurement of the Temperature of High-Speed Processes / K.N. Kasparov, A.V. Belozarov // Measurement Technique. – 2002. – V. 45(12). – P. 1256–1263.

319. Фотоэмиссионный пирометр для измерения температуры поверхности нагретого тела: пат. ВУ 10993 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик, К.Н. Каспаров, А.Б. Краснобаев. – Оpubл. 30.08.2008.

320. Фотоэмиссионное устройство для измерения температуры поверхности нагретого тела при быстропротекающих тепловых процессах: пат. ВУ 12525 / О.О. Кузнечик, Д.В. Минько, Ю.Н. Гафо, М.В. Голяков, К.Е. Белявин. – Оpubл. 30.10.2009.

321. Фотоэмиссионное устройство для измерения температуры поверхности нагретого тела при быстропротекающих тепловых процессах: пат. ВУ 12550 / О.О. Кузнечик, Д.В. Минько, Р.П. Быков, В.В. Хроленок, К.Е. Белявин. – Оpubл. 30.10.2009.

322. Kasparov, K.N. Photoelectric Emission Measurements of the Temperature. Effective Wavelength / K.N. Kasparov // Measurement Technique. – 2004. – V. 47(6). – P. 578–584.

323. Kasparov, K.N. Photoemission Temperature Measurement. Two Approaches to the Determination of the Procedural Error / K.N. Kasparov // Measurement Technique. – 2004. – V. 47(8). – P. 835–841.

324. Каспаров, К.Н. Фотометрический метод измерения температуры / К.Н. Каспаров // Инженерно-физический журнал. – 1978. – Т. 35. – № 2. – С. 257–265.

325. Минько, Д.В. Фотоэмиссионный метод измерения температуры в процессе электроимпульсного спекания порошков тугоплавких металлов / Д.В. Минько, О.О. Кузнечик // Приборы и методы измерений. – 2012. – № 1(4). – С. 92–98.

326. Витязь, П.А. Пористые порошковые материалы и изделия из них / П.А. Витязь, В.М. Капцевич, В.К. Шелег. – Минск: Выш. школа, 1987. – 164 с.

327. Электронные измерения в нанотехнологиях и микроэлектронике / Под. ред. проф. В.П. Дьяконова. – М.: ДМК Пресс, 2011. – 688 с.

328. Дорожкин, Н.Н. Импульсные процессы нанесения порошковых покрытий / Н.Н. Дорожкин, Т.М. Абрамович, В.К. Ярошевич. – Минск: Наука и техника, 1985. – 279 с.

329. Дорожкин, Н.Н. Электрофизические методы получения покрытий из металлических порошков / Н.Н. Дорожкин, В.А. Миронов, А.А. Кот. – Рига: Зинатне, 1985. – 131 с.

330. Анго, А. Математика для энерго- и радиоинженеров / А. Анго. – М.: Наука, 1964. – 772 с.

331. Глазунов, С.Г. Установка ВГУ-2 для получения сферических порошков (гранул) из химически активных металлов и их сплавов / С.Г. Глазунов, В.Г. Говоров // Порошковая металлургия. – 1976. – № 9. – С. 84–90.

332. Витязь, П.А. Влияние формы частиц порошка бронзы на стабильность свойств пористых материалов / П.А. Витязь, В.К. Шелег, В.М. Капцевич // Порошковая металлургия. – 1985. – № 2. – С. 88–91.

333. Measurement of temperature of powder materials during electrodischarge sintering / К.Е. Belyavin [et al.] // V International Conference “Plasma Physics and Plasma Technology”. Contributed papers. Vol. II. Minsk, Belarus, September 18-22, 2006. – Minsk, 2006. – P. 623–626.

334. Исследование фотоэмиссионным методом температуры процесса электроимпульсного спекания порошков титана / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2006. – Вып. 29. – С. 263–267.

335. Измерение температуры порошков тугоплавких металлов при электроимпульсной обработке / К.Е. Белявин [и др.] // Сварка и родственные технологии: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2006. – Вып. 8. – С. 36–40.

336. Кубо, Р. Термодинамика / Р. Кубо. – М.: Мир, 1970. – С. 199–205.

337. Минько, Д.В. Анизотропия свойств пористых материалов из сферических порошков титана при электроимпульсном воздействии / Д.В. Минько, К.Е. Белявин // Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе: материалы 6-го Междунар. симп. (Минск 19-20 окт. 2017 г.) / Нац. акад. наук Беларуси [и др.]; ред. кол. А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск, 2017. – С. 218–234.

338. Белявин, К.Е. Получение пористых длинномерных изделий из порошков титана методом электроимпульсного спекания / К.Е. Белявин, В.В. Мазюк, Д.В. Минько // Порошковая металлургия. – Мн.: Кибер, 1996. – Спецвып. 19. – С. 54–60.

339. Belyavin, K.E. Production of porous titanium products by a powerful impuls of an electric current / K.E. Belyavin, D.V. Minko, N.V. Reshetnikov // V International Conference “Plasma Physics and Plasma Technology”. Contributed papers. Vol. II. Minsk, Belarus, September 18-22, 2006. – Minsk, 2006. – P. 627–630.

340. Belyavin, K.E. A New Technology of Hardening Porous Materials of Titan Powders / K.E. Belyavin, D.V. Minko, N.V. Reshetnikov // Extended Abstracts of 2006 Powder Metallurgy World Congress, September 24-28, 2006. BEXCO, Busan, Korea. Part 2. – Busan, 2006. – P. 1012–1013.

341. Белявин, К.Е. Исследование свойств пористых изделий из порошка титана, полученных методом электроразрядной обработки / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Н.В. Решетников // Сварка и родственные технологии: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2006. – Вып. 8. – С. 53–57.

342. Hardening of the Porous Powder Titanium Material of Medical Purpose by Treatment by Electrical Discharge / K.E. Belyavin [et al.] // MetFoam 2007. Conference on Porous Metals and Metallic Foams. September 5-7, 2007, Montreal, Canada. Bookabstract. – Montreal, 2007. – P. 133.

343. Investigation of Influence of Electrical Discharge Treatment on Properties of Half-Finished Parts from Titanium Powder Produced by the Method of Electrical Discharge Sintering / K.E. Belyavin [et al.] // International Powder Metallurgy Congress Et Exhibition EURO PM2007. 15-17 October 2007, Toulouse, France. Proceedings. – Toulouse, 2007. – Vol. 3. – P. 203–210.

344. Способ получения пористого порошкового материала: пат. ВУ 11257 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Н.В. Решетников, О.О. Кузнечик. – Опубл. 30.10.2008.

345. Минько, Д.В. Особенности формирования структуры и свойств порошковых материалов при электроимпульсном спекании / Д.В. Минько, К.Е. Белявин, Н.В. Решетников // Современные перспективные материалы / А.В. Алифанов [и др.]; под ред. В.В. Клубовича. – Витебск: Изд-во УО «ВГТУ», 2011. – Гл. 16. – С. 450–486.

346. Исследование влияния электроконтактного нагрева на свойства заготовок из порошка титана, полученных методом электроимпульсного спекания / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2007. – Вып. 30. – С. 258–263.

347. Сравнительные исследования микроструктуры и прочности пористых материалов из порошка титана, полученных спеканием в вакууме и методом электроконтактного нагрева в защитной атмосфере / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Н.В. Решетников, Л.Н. Дьячкова // Литье и металлургия. – 2010. – № 4. – С. 122–127.

348. Акэти, К. Микроструктура и коррозионная стойкость сплавов титана, полученных из смешанного порошка методом спекания сопротивлением / К. Акэти, Д. Хара // Сэйсан Кэнкю. – 1976. – Т. 28. – № 24. – С. 30–32.

349. Белявин, К.Е. Пористый порошковый титановый имплантационный материал с повышенными прочностными свойствами / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Н.В. Решетников // Международная конференция «HighMatTech–2007». Тезисы докладов / под ред. академика НАН Украины В.В. Скорохода. – Киев, 2007. – С. 203.

350. Deckard, C. Process and control issues in selective laser sintering / C. Deckard, J.J. Beaman // ASME, Production Engineering Division (Publication) PED. – 1988. – V. 33. – P. 191–197.

351. Установка для послойного лазерного спекания порошковых материалов: полез. модель ВУ 1757 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик, Ю.А. Чивель, В.К. Павленко. – Опубл. 30.03.2005.

352. Установка порошковой лазерной стереолитографии: пат RU 2299787 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик, Ю.А. Чивель, В.К. Павленко. – Опубл. 27.05.2007.

353. Установка порошковой лазерной стереолитографии и области ее применения / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Ю.А. Чивель,

В.К. Павленко // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2007. – Вып. 30. – С. 35–43.

354. Устройство для разравнивания поверхности порошковой засыпки: пат. модель ВУ 1664 / Ю.А. Чивель, Е.Л. Погудо, Д.В. Минько, В.К. Павленко. – Опубл. 30.12.2004.

355. Лазерная установка для высокотемпературной обработки порошковых материалов и покрытий: пат. модель ВУ 2621 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик, Р.П. Быков, Н.В. Решетников. – Опубл. 30.04.2006.

356. Гордиенко, А.И. Разработка и применение функционально-градиентных материалов / А.И. Гордиенко, В.В. Ивашко, И.И. Вегера // Вестник Гомельского ГТУ им. П.О. Сухого. – 2007. – № 2(29). – С. 51–57.

357. Шишковский, И.В. Послойный синтез объемных изделий из никелида титана / И.В. Шишковский // Перспективные материалы. – 2004. – № 6. – С.13–17.

358. Белявин, К.Е. Селективное лазерное спекание пористых материалов и покрытий из порошков титана с частицами сферической формы / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Р.П. Быков // Порошковая металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2008. – Вып. 31. – С. 200–204.

359. Селективное лазерное спекание порошковых материалов из титановых сплавов / К.Е. Белявин [и др.] // Международный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», Витебск, 25-29 мая 2009 г.: сборник тезисов / гл. ред. В.В. Рубаник. – Витебск, 2009. – С. 200–201.

360. О припекании сферических порошков титана под воздействием твердотельного лазера / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия. – 2008. – № 7/8. – С. 155–160.

361. Исследование процесса селективного припекания импульсным лазером сферических порошков титана / Р.П. Быков [и др.] // Литье и металлургия. – 2010. – № 4. – С. 137–140.

362. Белявин, К.Е. Опыт использования импульсных электрофизических технологий для получения пористых материалов и покрытий / К.Е. Белявин, Д.В. Минько // Пористые проницаемые материалы: технологии и изделия на их основе. Материалы докладов

IV Международного симпозиума, 27-28 октября 2011 г. – Минск, 2011. – С. 114–131.

363. Колачев, Б.А. Технология термической обработки цветных металлов и сплавов. Учебное пособие для вузов / Б.А. Колачев, Р.М. Габидуллин, Ю.В. Пигузов. – М.: Металлургия, 1980. – 280 с.

364. Эволюция структуры и механических свойств ультрамелкозернистого титана / И.А. Курзина [и др.] // Материаловедение. – 2010. – № 5. – С. 48–55.

365. Установка импульсно-плазменного упрочнения рабочих поверхностей деталей и инструмента / Д.В. Минько [и др.] // Материалы, технологии и оборудование в производстве, эксплуатации, ремонте и модернизации машин: сб. науч. трудов VII Междунар. науч.-техн. конф. В 3-х т. Т. III / под общ. ред. П.А. Витязя, С.А. Астапчика. – Новополоцк, 2009. – С. 60–64.

366. Установка для формирования импульсной плазмы / Д.В. Минько [и др.] // Сварка и родственные технологии: мат. докл. Междунар. симп., Минск, 26 марта 2008 г. / Ред. кол. А.Ф. Ильющенко и др. – Минск, 2008. – С. 71–72.

367. Установка для обработки материалов и покрытий воздушной импульсной плазмой / Ю.А. Чивель [и др.] // Техника машиностроения. – 2010. – № 3. – С. 50–55.

368. Ускоритель плазмы: пат. ВУ 10941 / К.Е. Белявин, О.О. Кузнечик Д.В. Минько, В.В. Хроленок. – Оpubл. 30.08.2008.

369. Импульсно-периодический плазмотрон: пат. RU 2343651 / Ю.А. Чивель, И.С. Никончук, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик. – Оpubл. 10.01.2009.

370. Импульсно-периодический плазмотрон: пат. ВУ 16022 / Д.В. Минько, О.О. Кузнечик. – Оpubл. 30.06.2012.

371. Импульсно-периодический высоковольтный генератор: пат. ВУ 7651 / Ю.А. Чивель. – Оpubл. 30.12.2005.

372. Ионные инжекторы и плазменные ускорители / Сборник статей под ред. А.И. Морозова и Н.Н. Семашко. – М.: Энергоатомиздат, 1990. – 256 с.

373. Дубовик, А.Ф. Фотографическая регистрация быстропротекающих процессов / А.Ф. Дубовик. – М.: Физматлит, 1964. – 468 с.

374. Минько, Д.В. Современные электрофизические методы получения композиционных материалов и модифицированных поверхностных слоев деталей / Д.В. Минько, К.Е. Белявин, В.К. Шелег //

Перспективные материалы и технологии / А.В. Алифанов [и др.]; под ред. В.В. Клубовича. – Витебск: Изд-во УО «ВГТУ», 2013. – Гл. 22. – С. 453–472.

375. Кузнечик, О.О. Импульсная обработка воздушной плазмой поверхности среднеуглеродистой стали / О.О. Кузнечик, Д.В. Минько, К.Е. Белявин // *Литье и металлургия*. – 2010. – № 4. – С. 133–136.

376. Импульсные электрофизические технологии получения покрытий и модифицирования поверхности материалов / Д.В. Минько [и др.] // *Металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов в 2 ч.* – Минск, 2013. – Вып. 34. – Ч. 2. – С. 58–71.

377. Импульсно-плазменная обработка поверхности медицинского инструмента / Д.В. Минько [и др.] // *Современные методы и технологии создания и обработки материалов: III Междунар. научн.-техн. конф. (Минск, 15-17 октября 2008 г.): сб. материалов. В 4 кн. Кн. 2. Высокоэнергетические технологии получения и упрочнения материалов и деталей машин / ред. коллегия: С.А. Астапчик (гл. ред.) [и др.]*. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2008. – С. 252–256.

378. Обработка поверхности конструкционной среднеуглеродистой стали импульсными потоками воздушной плазмы / О.О. Кузнечик [и др.] // *Современные методы и технологии создания и обработки материалов: V Междунар. научн.-техн. конф. (Минск, 15-17 сентября 2010 г.): сб. материалов. В 3 кн. Кн. 2. Высокоэнергетические технологии получения и обработки материалов. Технологии и оборудование инженерии поверхностей / ред. коллегия: С.А. Астапчик (гл. ред.) [и др.]*. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2010. – С. 261–265.

379. Pulsed plasma surface treatment of constructional steel in the air / I.S. Nikonchuk [et al.] // VII International Conference “Plasma Physics and Plasma Technology”. Contributed papers, vol. III. Minsk, Belarus, September 17-21, 2012. – Minsk, 2012. – P. 438–441.

380. Белявин, К.Е. Импульсно-плазменное упрочнение рабочих поверхностей формообразующего инструмента из углеродистой стали / К.Е. Белявин, Д.В. Минько // *Материалы 15-й Международной научно-технической конференции «Наука – образованию, производству, экономике»*. В 4-х томах. Т. 1. – Минск, 2017. – С. 436.

381. Импульсно-плазменная обработка поверхностей инструментальной и конструкционной стали / Д.В. Минько [и др.] // *Междуна-*

родный симпозиум «Перспективные материалы и технологии», Витебск, 25-29 мая 2009 г.: сборник тезисов / УО «ВГТУ»; гл. ред. В.В. Рубаник. – Витебск, 2009. – С. 201–202.

382. Обработка импульсными потоками воздушной плазмы поверхности среднеуглеродистой стали / О.О. Кузнечик [и др.] // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: Материалы докладов 9-й международной научно-технической конференции, Минск, Беларусь 29-30 сентября 2010 г. – Минск: Институт порошковой металлургии ГНПО ПМ, 2010. – С. 290–292.

383. Воздушно-импульсная обработка борированной поверхности легированной стали / О.О. Кузнечик [и др.] / Технология машиностроения. – 2011. – № 8. – С. 47–49.

384. Импульсно-плазменная установка и ее применение в обработке борированной поверхности легированной стали / О.О. Кузнечик [и др.] // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: Материалы докладов 9-й международной научно-технической конференции, Минск, Беларусь 29-30 сентября 2010 г. – Минск, 2010. – С. 288–290.

385. Таран, Ю.Н. Структура эвтектических сплавов / Ю.Н. Таран, В.И. Мазур. – М.: Металлургия, 1978. – 312 с.

386. Исследование фазового состава и дефектного состояния градиентных структур борированных сталей 20Л, 45, 55 и 5ХНВ / Б.Д. Лыгденов [и др.] // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. – 2012. – Т. 9. – № 4–2. – С. 681–689.

387. Быков, Р.П. Импульсно-лазерная обработка боридных слоев на конструкционных сталях / Р.П. Быков, С.В. Побережный, О.О. Кузнечик // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: матер. 11-й Междунар. науч.-техн. конф. (Минск, Беларусь, 28–30 мая 2014 г.) / НАН Беларуси [и др.]; редкол.: А.Ф. Ильющенко (гл. ред.) [и др.]. – Минск: Беларус. навука, 2014. – С. 308–310.

388. Технология химико-термической и импульсно-плазменной обработки / С.В. Побережный [и др.] // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия, сварка: матер. 11-й Междунар. науч.-техн. конф. (Минск, Беларусь, 28–30 мая 2014 г.) / НАН Беларуси [и др.]; редкол.:

А.Ф. Ильющенко (гл. ред.) [и др.]. – Минск: Беларус. навука, 2014. – С. 361–364.

389. Вильямс, Д.Ф. Имплантаты в хирургии / Д.Ф. Вильямс, Р. Роуф. – М.: Медицина, 1978. – 552 с.

390. Petty, W. Total joint replacement / W. Petty. -Philadelphia: W.B. Saunders Inc., 1991. – 814 p.

391. Kramer, K.H. Implants for Surgery – A Survey on Metallic Materials / K.H. Kramer // Materials for Medical Engineering (Euromat 99), Switzerland. – Dubendorf: Stahl-Verkaufs-AG, 1999. – V. 2. – P. 9–29.

392. Модификация поверхности титановых имплантатов и ее влияние на их физико-химические и биомеханические параметры в биологических средах / В.В. Савич [и др.]; под ред. В.В. Савича. – Минск: Беларус. навука, 2012. – 244 с.

393. Билич, Г.Л. Костная система человека / Г.Л. Билич, В.А. Крыжановский, Е.Ю. Зигалова. – М: Эсмо, 2013. – 192 с.

394. Yamanda, H. Strength of biological materials / H. Yamanda. – New York: R.E. Kriger, 1973. – 342 p.

395. Хенч, Л. Биоматериалы, искусственные органы и инжиниринг тканей / Л. Хенч, Д. Джонс. – М.: Техносфера, 2007. – 304 с.

396. Story, B.J. New enhanced coating for dental implants / B.J. Story, W.R. Wagner // Sulzer Technical Review. – 1998. – No 1. – P. 38–40.

397. Implant Fixation by Bone Ingrowth / H. Kienapfel [et al.] // Journal of Arthroplasty. – 1999. – V. 14(3). – P. 355–368.

398. The Effect of Bone Compaction on Early Fixation of Porous-Coated Implants / J.R. Green [et al.] // Journal of Arthroplasty. – 1999. – V. 14(1). – P. 91–97.

399. Simmons, G. Differences in osseointegration rate due to implant surface geometry can be explained by local tissue strains / G. Simmons, S. Meguit, R. Pillar // Journal of Ortopaedic Research. – 2001. – V. 19. – P. 187–194.

400. Ryan, G. Fabrication methods of porous metals for use in orthopaedic applications / G. Ryan, A. Pandit, D.P. Apatsidis // Biomaterials. – 2006. – V. 27. – P. 2651–2670.

401. Cameron, H.U. A porous metal system for joint replacement surgery / H.U. Cameron, I. Macnab, R.M. Pilliar // Int J Artif Organs. – 1978. – V. 1. – P. 104–109.

402. Titanium powder sintering for preparation of a porous functionally graded material destined for orthopedic implants / M. Thieme [et al.] // *J Mater Sci Mater Med.* – 2001. – V. 12. – P. 225–231.

403. A comparative study of porous coatings in a weight-bearing total hip-arthroplasty model / T. Turner [et al.] // *Journal Bone Joint Surgery American.* – 1986. – V. 68. – P. 1396–1409.

404. Cook, S.D. Interface mechanics and bone growth into porous Co–Cr–Mo alloy implants / S.D. Cook, K.A. Walsh, Jr. R.J. Haddad // *Clin Orthop.* – 1985. – P. 271–80.

405. Interface mechanics of porous titanium implants / A.J. Clemow [et al.] // *J Biomed Mater Res.* – 1981. – V. 15. – P. 73–82.

406. Mineral apposition rates of human cancellous bone at the interface of porous coated implants / R.D. Bloebaum [et al.] // *J Biomed Mater Res.* – 1994. – V. 28. – P. 537–544.

407. Schliephake, H. Influence of pore dimensions on bone ingrowth into porous hydroxyapatite blocks used as bone graft substitutes. A histometric study / H. Schliephake, F.W. Neukam, D. Klosa // *Int J Oral Maxillofac Surg.* – 1991. – V. 20. – P. 53–58.

408. The optimum pore size for the fixation of porous surfaced metal implants by ingrowth of bone / J. Bobyn [et al.] // *Clin Orthop.* – 1980. – V. 150. – P. 263–270.

409. Cameron, H.U. The rate of bone ingrowth into porous metal / H.U. Cameron, R.M. Pilliar, I. Macnab // *J Biomed Mater Res.* – 1976. – V. 10. – P. 295–302.

410. Pore diameter of more than 100 micron is not requisite for bone ingrowth in rabbits / A.I. Itala [et al.] // *J Biomed Mater Res.* – 2001. – V. 58. – P. 679–683.

411. Fibrous tissue ingrowth and attachment to porous tantalum / S.A. Hacking [et al.] // *Journal of Biomedical Materials Research.* – 2000. – V. 52(4). – P. 631–638.

412. The Effect of Bone Compaction on Early Fixation of Porous-Coated Implants / J.R. Green [et al.] // *Journal of Arthroplasty.* – 1999. – V. 14(1). – P. 91–97.

413. Исследование биомеханических свойств пористых материалов из порошка титанового сплава ВТ1-00, используемых в стоматологической хирургии / К.Е. Белявин [и др.] // *Порошковая металлургия.* – Минск: Навука і тэхніка, 1995. – Вып. 17. – С. 77–79.

414. Минько, Д.В. Физические и биомеханические свойства компактно-пористого титана / Д.В. Минько, К.Е. Белявин // Современные методы и технологии создания и обработки материалов: Сб. научных трудов. В 3 кн. Кн. 1. Материаловедение / редколлегия: А.В. Белый (гл. ред.) [и др.]. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2017. – С. 195–206.

415. Minko, D. Biomechanical properties of composite compact-porous titanium produced by electric discharge sintering / D. Minko, K. Belyavin, V. Sheleg // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 2017. – V. 218. – № 012008; doi:10.1088/1757-899X/218/1/012008.

416. Применение пористых изделий из сферических порошков титановых сплавов в медицине / К.Е. Белявин [и др.] // Тезисы докладов республиканской научно-технической конференции «Новые материалы и технологии». – Минск: БРНПО ПМ, 1994. – С. 31–32.

417. Биомеханика системы «зуб–периодонт–костная ткань»: монография / С.А. Наумович [и др.]. – Минск: БГМУ, 2009. – 279 с.

418. Technology of powder metallurgy and spraying protective coatings for implants production / A.Ph. Ilyshenko [et al.] // Proceedings of the III Symposium on Orthopedic and Prosthetic Engineering IOP 2001. – Bialystok, 2001. – P. 57–65.

419. Минько, Д.В. Применение спекания электрическим током для получения изделий медицинского назначения / Д.В. Минько, К.Е. Белявин // Перспективные технологии консолидации материалов с применением электромагнитных полей. 3-й международный научный семинар. Тезисы докладов. Москва, 12–14 мая 2014 г. – Москва, 2014. – С. 51–52.

420. Белявин, К.Е. Применение внутрикостных дентальных цилиндрических имплантатов из пористого титана для замещения дефектов зубных рядов на верхней и нижней челюсти / К.Е. Белявин, И.Ю. Федченко, Д.В. Минько // Актуальные вопросы стоматологической имплантации: Материалы межд. науч.-практ. конф. – Минск, 1996. – С. 69–74.

421. Пористый дентальный имплантат корневидной формы / К.Е. Белявин [и др.] // Материалы международной научно-технической конференции «Наука - образованию, производству, экономике». В 2-х томах. Том I. / Под ред. Б.М. Хрусталева. – Минск, 2003. – С. 130–134.

422. Дентальный имплантат для непосредственной имплантации: полез. модель ВУ 851 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.П. Чудаков, И.Ю. Федченко. – Оpubл. 30.06.2003.

423. Внутрикостный имплантат зуба: а.с. SU 1622974 / М.А. Андреев, К.Е. Белявин, П.А. Витязь, А.С. Григорьян, В.М. Капцевич, Л.Л. Максименко, Е.Я. Малорян, Д.В. Минько, Г.И. Назаров, Л.М. Пожарицкая, В.Ю. Прокушев, В.К. Шелег. – ДСП.

424. Внутрикостный зубной имплантат: а.с. SU 1806686 / К.Е. Белявин, П.А. Витязь, А.С. Дудко, В.М. Капцевич, Л.Л. Максименко, Д.В. Минько, Т.Е. Прежина, В.К. Шелег. – ДСП.

425. Внутрикостный имплантат: пат. ВУ 1213 / Л.Л. Максименко, Д.В. Минько, С.А. Смирнов. – Оpubл. 14.06.1996.

426. Внутрикостный дентальный имплантат: пат. ВУ 4346 / Ю.Н. Зубов, Д.В. Минько. – Оpubл. 30.03.2002.

427. О потере коррекции деформации шейного отдела позвоночника после межтелового спондилодеза / Н.А. Корж [и др.] // Ортопедия, травматология и протезирование. – 1990. – № 11. – С. 17–22.

428. Имплантат для межтелового спондилодеза: пат. ВУ 12746 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Н.В. Решетников, А.Н. Мазуренко. – Оpubл. 30.12.2009.

429. Спондилолистез: передние малотравматичные операции / В.В. Доценко [и др.] // Хирургия позвоночника. – 2004. – № 1. – С. 47–54.

430. Крюков, В.Н. Механика и морфология переломов / В.Н. Крюков. – М.: Медицина, 1986. – 157 с.

431. Пластины из пористого титана в остеосинтезе травматических переломов нижней челюсти в эксперименте / О.П. Чудаков [и др.] // Новые концепции в технологии, производстве и применении имплантатов в стоматологии. Тезисы докладов международной конференции. – Саратов: СГТУ, 1993. – С. 7–8.

432. Барьяш, В.В. Основные принципы использования проникаемых компрессионных пластин для остеосинтеза травматических переломов нижней челюсти / В.В. Барьяш // Актуальные проблемы биологии и медицины. – 1996. – С. 362–363.

433. Пластина для остеосинтеза: полез. модель ВУ 6880 / Д.В. Минько, В.В. Барьяш. – Оpubл. 30.12.2010.

434. Имплантат костный: полезн. модель ВУ 1508 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.П. Чудаков, И.П. Крекотнев. – Оpubл. 30.09.2004.

434. Способ фиксации отломков костей лицевого скелета при травматическом повреждении: пат. ВУ 9266 / И.В. Кречетнев, К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.П. Чудаков. – Оpubл. 30.06.2007.

435. Способ восстановления непрерывности тела нижней челюсти после резекции: пат. ВУ 5058 / И.В. Залуцкий, А.Г. Жуковец, Д.В. Овчинников, К.Е. Белявин, Д.В. Минько. – Оpubл. 30.03.2003.

436. Восстановление непрерывности тела нижней челюсти композиционными титановыми пластинами больных опухолями нижней челюсти / Д.В. Овчинников [и др.] // Материалы III Межд. конф. челюстно-лицевых хирургов и стоматологов. – Санкт-Петербург, 23-24 июня, 1998. – С. 60–61.

437. Первый опыт реконструкции нижней челюсти комбинированными титановыми пластинами / Д.В. Овчинников [и др.] // Актуальные проблемы онкологии и медицинской радиологии. – Минск, 1999. – С. 133–137.

438. Лазерная технология изготовления индивидуальных трехмерных имплантатов из композиционного титана / Н.С. Казак [и др.] // Лазерно-оптические технологии в биологии и медицине: Материалы международной конференции. Минск, 14-15 октября 2004 г. В 2-х томах. Том 1. – Минск, 2004. – С. 201–206.

439. Belyavin, K. Application of Porous Products of Spherical Titanium Powders in Implant Surgery / K. Belyavin, V. Sheleg, D. Minko // PM2004. Powder Metallurgy World Congress and Exhibition. Proceedings. 17-21 October 2004, Vienna, Austria. – Vienna, 2004. – V. 2. – P. 537–544.

440. Белявин, К.Е. Исследование процесса порошковой лазерной стереолитографии и получение объемных имплантатов из композиционного титана / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Р.П. Быков // Защитные покрытия, сварка и контроль: мат. докл. Междунар. техн. конф., Минск, 30 апреля 2006 г. / Ред. кол. А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск, 2006. – С. 53–57.

441. Киладзе, Е.С. Кардиология в ежедневной практике / Е.С. Киладзе; под ред. В.Д. Шумакова. – Москва: Эксмо, 2009. – 558 с.

442. Рангайян, Р.М. Анализ биомедицинских сигналов. Практический подход / Р.М. Рангайян; пер. с англ. под ред. А.П. Немирко. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2007. – 440 с.

443. Porous materials are using for endocardial leads / V. Makeev [et al.] // 4th European East-West Conference and Exhibition on Materials and Process. Oktober 17-21, 1993. – St-Petersburg (Russia). – P. 128.

444. Белявин, К.Е. Пористые контактные головки эндокардиальных электродов для электростимуляции сердца / К.Е. Белявин, В.В. Макеев, Д.В. Минько // Тезисы докладов V съезда кардиологов Республики Беларусь // Медицинские новости. – 2005. – № 8. – С. 29.

445. Получение пористых контактных головок эндокардиальных электродов из сферических порошков титанового сплава ВТ1-00 / К.Е. Белявин [и др.] // Тезисы докладов I Республиканской научно-практической конференции по сердечно-сосудистой хирургии. 27-28 января 1994 г. – Минск, 1994. – С. 68.

446. Эндокардиальный электрод: а.с. SU 1748329 / К.Е. Белявин, В.Н. Бровчук, П.А. Витязь, В.М. Капцевич, В.В. Макеев, Л.Л. Максименко, Д.В. Минько, Б.В. Тумилович, В.К. Шелег. – ДСП.

447. Применение элементов теории распознавания образов для определения содержания этанола в смеси при помощи микробного сенсора / А.Н. Решетилов [и др.] // Сенсорные системы. – 1998. – № 4. – С. 280–287.

448. Белявин, К.Е. Особенности получения пористых малогабаритных и тонкостенных изделий из сферических порошков титана / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик // Новые материалы и технологии: порошковая металлургия, композиционные материалы, защитные покрытия: Материалы докладов 5-й международной научно-технической конференции, Минск, 18-19 сентября 2002 г. – Минск, 2002. – С. 95–96.

449. Спеченные материалы для электротехники и электроники / Под ред. Г.Г. Гнесина. – М.: Металлургия, 1981. – 343 с.

450. Францевич, И.Н. Электрическая эрозия сильноточных контактов и электродов / И.Н. Францевич. – М.: Энергия, 1978. – 253 с.

451. Использование электроконтактной сварки для получения неразъемного соединения вольфрам-сталь при изготовлении контактных узлов звуковых сигналов / К.Е. Белявин [и др.] // Защитные покрытия, сварка и контроль: мат. докл. Междунар. техн. конф., Минск, 30 апреля 2006 г. / Ред. кол. А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск, 2006. – С. 58–61.

452. Получение неразъемного соединения вольфрам-сталь при изготовлении коммутационных устройств звуковых сигналов с использованием электроконтактной сварки / К.Е. Белявин [и др.] // Материалы докладов Международной научно-технической конференции «Соединение и резка материалов, покрытия», Минск, 29-30 марта 2006 г. – Минск: БелЭКСПО, 2006. – С. 48–49.

453. Использование электроконтактной сварки для получения неразъемного соединения вольфрам-сталь при изготовлении контактных узлов звуковых сигналов / К.Е. Белявин [и др.] // Защитные покрытия, сварка и контроль: мат. докл. Междунар. техн. конф., Минск, 30 апреля 2006 г. / Ред. кол. А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск, 2006. – С. 58–61.

454. Технология изготовления электроконтактных прерывателей автомобильных звуковых сигналов / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия в автотракторном машиностроении. Сварка и резка материалов. Материалы, технологии и оборудование для нанесения функциональных защитных покрытий: сб. докл. / ред. кол.: А.Ф. Ильющенко [и др.]. – Минск, 2007. – С. 68–69.

455. Упрочнение порошкового вольфрама при электроконтактной сварке контактных узлов звуковых сигналов / К.Е. Белявин [и др.] // Сварка и родственные технологии. – Минск: Тонпик, 2005. – Вып. 7. – С. 70–74.

456. Upadhyaya, G.S. Powder metallurgical processing and metal purity: A case for capacitor grade sintered tantalum / G.S. Upadhyaya // Bull. Mater. Sci. – 2005. – V. 28(4). – P. 305–307.

457. Freeman, Y. Reliability and Critical Applications of Tantalum Capacitors / Y. Freeman // Proceedings of the 27th Capacitors and Resistors Technology Symposium. Albuquerque: NM, 2007. – P. 111.

458. Minko, D. A porous materials production with an electric discharge sintering / D. Minko, K. Belyavin // International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. – 2016. – V. 59. – P. 67–77.

459. Анализ и пути совершенствования процесса получения объемно-пористых анодов конденсаторов / К.Е. Белявин [и др.] // Порошковая металлургия. – Мн.: Выш. школа, 1990. – Вып. 14. – С. 77–79.

460. Способ изготовления объемно-пористых анодов электролитических конденсаторов: а.с. SU 1250083 / В.К. Шелег, В.М. Капцевич, К.Е. Белявин, Д.В. Минько. – ДСП.

461. Способ изготовления объемно-пористых анодов ниобиевых оксидно-полупроводниковых конденсаторов: а.с. SU 1402179 / П.А. Витязь, В.М. Капцевич, В.К. Шелег, К.Е. Белявин, Д.В. Минько, И.И. Ткач, С.С. Соколов, Н.М. Костенко. – ДСП.

462. Способ изготовления объемно-пористых анодов оксидно-полупроводниковых конденсаторов: а.с. SU 1593491 / В.К. Шелег, С.Е. Зенькевич, Р.Р. Шумейко, К.Е. Белявин, Д.В. Минько. – ДСП.

463. Способ изготовления объемно-пористых анодов оксидно-полупроводниковых конденсаторов: а.с. SU 1697541 / К.Е. Белявин, В.М. Капцевич, Д.В. Минько, Л.Л. Максименко. – ДСП.

464. Устройство для изготовления объемно-пористых анодов конденсаторов: а.с. SU 1674663 / С.А. Смирнов, К.Е. Белявин, В.Н. Павлович, П.А. Витязь, В.К. Шелег, Д.В. Минько, В.М. Капцевич, А.Е. Дешиц, А.В. Малик, Л.Л. Максименко. – ДСП.

465. Установка для обработки порошковых материалов высоковольтным электрическим разрядом: полез. модель ВУ 2622 / К.Е. Белявин, Д.В. Минько, О.О. Кузнечик, Н.В. Решетников. – Оpubл. 30.04.2006.

466. Электроимпульсное спекание пористых порошковых материалов / Д.В. Минько, К.Е. Белявин, В.К. Шелег, О.О. Кузнечик // Перспективные технологии консолидации материалов с применением электромагнитных полей. 2-й международный научный семинар. Тезисы докладов. Москва, 20–23 мая 2013 г. – Москва, 2013. – С. 28–30.

467. Мануилов, В.Н. Введение в электронную эмиссию. Учебное пособие / В.Н. Мануилов. – Нижний Новгород: НГУ, 2017. – 48 с.

468. Способ изготовления катодов: а.с. SU 1701057 / П.А. Витязь, В.М. Капцевич, К.Е. Белявин, В.К. Шелег, Л.Л. Максименко, Ю.А. Корочков, Л.Н. Литяйкина. – ДСП.

469. Способ изготовления твердосплавных изделий на основе карбида вольфрама: пат. ВУ 13641 / С.В. Побережный, К.Е. Белявин, Д.В. Минько, Н.В. Решетников. – Оpubл. 30.10.2010.

470. Минько, Д.В. Импульсные электрофизические методы получения композиционных материалов и модифицированных структур / Д.В. Минько, К.Е. Белявин, В.К. Шелег / Инновации в машиностроении: сборник трудов VII Международной научно-практической конференции / под ред. В.Ю. Блюменштейна. – Кемерово: КузГТУ, 2015. – С. 337–341.

471. Белявин, К.Е. Особенности технологии электроконтактного нанесения износостойких покрытий на внутреннюю поверхность стальных втулок / К.Е. Белявин, Д.В. Минько // Материалы 16-й Международной научно-технической конференции «Наука – образованию, производству, экономике». В 4-х томах. Т. 1. – Минск, 2018. – С. 337.

472. Третьяков, В.И. Основы металловедения и технология производства спеченных твердых сплавов / В.И. Третьяков. – М.: Металлургия, 1976. – 283 с.

473. Лошак, М.Г. Прочность и долговечность твердых сплавов / М.Г. Лошак. – Киев: Наук. думка, 1984. – 84 с.

474. Лошак, М.Г. Упрочнение твердых сплавов / М.Г. Лошак, Л.И. Александрова. – Киев: Наук. думка, 1977. – 147 с.

475. Туманов, В.И. Свойства сплавов системы карбид вольфрама – кобальт / В.И. Туманов. – М.: Металлургия, 1971. – 95 с.

476. Дудкин, М.Е. Теплопроводность и износ твердосплавных режущих элементов после термической обработки // М.Е. Дудкин [и др.] // Сверхтвердые материалы. – 1981. – № 2. – С. 33–38.

477. О влиянии термической обработки на прочность твердого сплава ВК15 / М.Г. Лошак [и др.] // Горный породоразрушающий инструмент. – Киев: Техника, 1970. – С. 64–72.

478. Иванов, С.А. Физико-механические и функциональные свойства композиционных алмазосодержащих материалов, полученных методом интенсивного электроспекания / С.А. Иванов, В.П. Переяслов, А.Л. Майстренко // Сборник материалов Международной конференции «Современное материаловедение: достижения и проблемы» MMS-2005, 26-30 сентября 2006 г. – Киев, 2006. – С. 401–402.

479. Болгов, И.С. Получение прецизионной плющенной ленты из вольфрама / И.С. Болгов, В.Д. Мутовин, В.И. Нефедов // Электронная промышленность. -1980. – № 10. – С. 49–51.

480. Исследование влияния электроимпульсной обработки на структурно-фазовые изменения в спеченном твердом сплаве марки ВК8 / К.Е. Белявин [и др.] // Металлургия: республиканский межведомственный сборник научных трудов. – Минск, 2009. – Вып. 32. – С. 199–209.

481. Киффер, Р. Твердые сплавы. Перев. с нем. / Р. Киффер, Ф. Бенезовский. – М.: Металлургия, 1971. – 392 с.

482. Гордеев, С.К. Новые возможности применения износостойких алмазных композиционных материалов / С.К. Гордеев, С.Г. Жуков, Л.В. Данчукова // Инструментальный світ. – 2003. – № 2. – С. 4–6.

483. Новиков, Н.В. Сопротивление разрушению сверхтвердых композиционных материалов / Н.В. Новиков, А.Л. Майстренко, В.Н. Кулаковский. – Киев: Наук. думка, 1993. – 220 с.

484. Интенсивное электроспекание алмазосодержащих композиционных материалов / А.Л. Майстренко [и др.] // Сверхтвердые материалы. – 2000. – № 5. – С. 39–45.

485. Минько, Д.В. Моделирование электроимпульсного нагрева в процессах получения материалов и покрытий на основе порошков тугоплавких металлов / Д.В. Минько, О.О. Кузнецик, К.Е. Белявин // Материалы и покрытия в экстремальных условиях: исследования, применение, экологически чистые технологии производства и утилизации изделий. Тезисы докладов 5-й международной конференции МЕЕ–2008. 22-26 сентября 2008 г. Большая Ялта, Жуковка, Автономная республика Крым, Украина. – Ялта, 2008. – С. 60.

486. Полимерно-жидкокристаллические композиты, допированные нанопорошками неорганических оксидов / Г.М. Жаркова [и др.] // Российские нанотехнологии. – 2015. – Т. 10. – № 5–6. – С. 45–50.

487. Стеклокристаллические люминесцентные материалы для преобразователей светодиодных осветительных приборов / А.О. Добродей [и др.] // Вестник Гомельского ГТУ им. П.О. Сухого. – 2014. – № 1(56). – С. 71–77.

488. Шульц, Дж. Структура, свойства и технология стекла: Пер. с англ. Е.Ф. Медведева / Дж. Шульц. – М.: Мир, 2006. – 288 с.

489. Минько, Д.В. Электроимпульсное прессование в вакууме стеклокомпозиционных материалов / Д.В. Минько // Современные методы и технологии создания и обработки материалов: Сб. научных трудов. В 3 кн. Кн. 1. Материаловедение / редколлегия: С.А. Астапчик (гл. ред.) [и др.]. – Минск: ФТИ НАН Беларуси, 2016. – С. 204–212.

490. Минько, Д.В. Разработка метода электроимпульсного спекания в вакууме оптически прозрачных стеклокомпозитов / Д.В. Минько, А.В. Парханович // Приборостроение–2013: Мате-

риалы 6-й Международной научно-технической конференции. 20-22 ноября 2013 г. – Минск, 2013. – С. 342–343.

491. Минько, Д.В. Получение порошковых стеклокомпозиционных материалов электроимпульсным прессованием в вакууме / Д.В. Минько, К.Е. Белявин // Перспективные технологии консолидации материалов с применением электромагнитных полей. 4-й международный научный семинар. Тезисы докладов. Москва, 2–5 июня 2015 г. – Москва, 2015. – С. 28–31.

492. Устройство для электроимпульсного прессования порошков: пат. ЕАПО 026036 / Д.В. Минько, К.Е. Белявин, Т.В. Колонтаева. – Опубл. 28.02.2017.

493. Минько, Д.В. Преобразователи инфракрасного излучения на основе стеклокомпозитов, активированных ионами редкоземельных элементов / Д.В. Минько, К.Е. Белявин, Г.В. Шаронов // Приборостроение–2015: Материалы 8-й Международной научно-технической конференции. В 2 томах. Том 1. 25-27 ноября 2015 г. – Минск, 2015. – С. 190–191.

494. Верещагин, М.Н. Получение аморфных сплавов из расплава / М.Н. Верещагин, А.В. Степаненко. – Минск: Технопринт, 2004. – 282 с.

495. Серов, М.М. Разработка оборудования для производства металлических волокон медом экстракции висящей капли расплава / М.М. Серов // Научные труды МАТИ им. К.Э. Циолковского. – М.: Издательство «Латмэс», 2001. – Вып. 4(76). – С. 171–174.

496. Фарафонов, Д.П. Изготовление пористоволокнистого материала сверхнизкой плотности для звукопоглощающих конструкций авиационных двигателей / Д.П. Фарафонов, В.П. Мигунов // Авиационные материалы и технологии. – 2013. – № 4. – С. 26–30.

Научное издание

МИНЬКО Дмитрий Вацлавович
БЕЛЯВИН Климентий Евгеньевич
ШЕЛЕГ Валерий Константинович

**ТЕОРИЯ И ПРАКТИКА ПОЛУЧЕНИЯ
ФУНКЦИОНАЛЬНО-ГРАДИЕНТНЫХ
МАТЕРИАЛОВ ИМПУЛЬСНЫМИ
ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ**

Оформление обложки *Е. Д. Ларионовой*

Подписано в печать 04.08.2020. Формат 60×84 ¹/₁₆. Бумага офсетная. Ризография.

Усл. печ. л. 26,27. Уч.-изд. л. 20,55. Тираж 100. Заказ 421.

Издатель и полиграфическое исполнение: Белорусский национальный технический университет.

Свидетельство о государственной регистрации издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий № 1/173 от 12.02.2014. Пр. Независимости, 65. 220013, г. Минск.