

Туру Татьяна Анатольевна – ассистент кафедры научных, аналитических и экологических приборов и систем Национального технического университета Украины «Киевский политехнический институт»,

Turu Tatyana – Assistant of the Department of scientific, analytical and ecological devices and systems of the National Technical University of Ukraine "Kyiv Polytechnic Institute", email: kpi_naeps@ukr.net

Корчовий Андрій Адамович – кандидат фізико-математичних наук, старший науковий співробітник Інституту фізики напівпровідників ім. В.Є. Лашкарьова НАН України,

Korchoviy Andriy Adamovich – кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник Института физики полупроводников им. В.Е. Лашкарева НАН Украины,

Korchoviy Andriy – Candidate of Physical and Mathematical Sciences (Ph. D), senior researcher at the V. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics NAS of Ukraine, tel. +38 (044) 525-59-40; email: akorch@isp.kiev.ua.

Качур Наталья Владимировна – молодший науковий співробітник Інституту фізики напівпровідників ім. В.Є. Лашкарьова НАН України, тел.: +38 (044)525-58-30; email: natalykachur@gmail.com.

Kachur Nataliya Vladimirovna – младший научный сотрудник Института физики полупроводников им. В.Е. Лашкарева НАН Украины, тел.: +38 (044)525-58-30; email: natalykachur@gmail.com.

Kachur Nataliya – researcher at the V. Lashkaryov Institute of Semiconductor Physics NAS of Ukraine,

Гурін Андрій Володимирович – провідний інженер Інституту фізики напівпровідників ім. В.Є. Лашкарьова НАН України, тел.: +38 (044) 525-61-88; email: plyt2007@gmail.com.

Gurin Andriy Vladimirovich – ведущий инженер Института физики полупроводников им. В.Е. Лашкарева НАН Украины, тел.: +38 (044) 525-61-88; email: plyt2007@gmail.com.

Hurin Andriy – lead engineer Institute of Semiconductor Physics NAS of Ukraine

УДК 621.762

А. Т. МАМЕДОВ, Ч. А. АЛИЕВ

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КОМПОЗИЦИЙ ПОСЛЕ СПЕКАНИЯ И ГОРЯЧЕГО УПЛОТНЕНИЯ

В статье приведены результаты исследований композиций «металлы-оксиды-связующее», получаемых холодным прессованием следующих компонентов: порошок железный, частицы оксида Fe_2O_3 , смола СОРЖ-3031. После чего композиции были подвергнуты дополнительным операциям. Для достижения высокой плотности прессовок были осуществлены три технологических варианта: спекание, горячее прессование и горячая осадка. Установлено, что уплотнение прессовок в этих операциях имеет сложный характер и зависит от доли оксида в составе композиций.

Ключевые слова: структура, свойства, композиция, спекание, прессование, усадка, оксидная фаза, водород.

Введение. Изготовление из композиций типа «металл-оксид-связующее» путем холодного прессования указанных компонентов с последующим спеканием или горячим прессованием и осадкой антифрикционных деталей, например, уплотнительных колец является серьезной научно-технической задачей. Так, например, требуется рациональный выбор доли каждого составляющего композиции с учетом дисперсности их частиц. Кроме того представляет интерес изучение вклада холодного прессования композиций и дополнительных операций уплотнения прессовок на структуру и свойства материала. Наличие оксида железа и углеродсодержащего связующего в шихте композиций на основе железа может интенсифицировать процессы восстановления, уплотнения и упрочнения заготовок на операциях нагрева. Иными словами наличие оксида может привести к активированному спеканию композиции.

Поэтому исследование оксидо-углеродсодержащих порошковых композиций интересно также с точки зрения получения заготовок высоких плотности и прочности путем спекания.

С учетом публикаций [1-6], посвященных изучаемому вопросу, при планировании и проведении исследований предполагалось изучения влияния на вышеуказанные процессы специфических факторов разрабатываемой технологии. К ним относятся высокая дисперсность компонентов композиций, связанная высокой дисперсностью первичных материалов

или высокой дисперсностью фаз, образующих при реакционном размоле, а также структура материалов, получаемых в результате низкотемпературного обжига композиций.

Методика проведения экспериментов. Рациональный состав композиции состоял из следующих компонентов, масс. %: оксид железа Fe_2O_3 с размерами частиц 0,2-0,4 мкм-42; порошок железный распыленный ПЖР2.28-42, смола СФЖ 3031-15,2 и стеарат цинка 0,18 %. Шихта композиции была подвергнута холодному прессованию под давлением 400 МПа. С целью получения прессовок высокой плотности были использованы три технологических варианта: спекание, компрессионное горячее прессование и горячая осадка.

Спекание изучалось на композициях, используемых для исследования процессов деструкции связующего и низкотемпературной термической обработки, а также на композициях для изучения влияния различных факторов на спекание. В композициях менялось соотношение между количеством железного порошка и отходов, дисперсность их компонентов, а также степень наполнения их компонентов, а также степень наполнения их твердой фазой (γ_1 и γ_2).

Из исследуемых композиций изготавливались образцы с наружным диаметром 31 мм, внутренним диаметром 15 мм высотой 4,5 мм и заготовки размерами 20x20x80 мм. На круглых образцах измерялись размеры, плотность, твердость, определялась струк

© А. Т. Мамедов, Ч. А. Алиев. 2015

тура и на прямоугольных образцах -механические свойства. Образцы нагревались без доступа воздуха для деструкции связующего, после чего в течение трех часов нагревались в среде вакуума при температуре 800⁰С. Далее образцы подвергали высокотемпературному спеканию в среде водорода или эндогаза. После чего измерялись размеры, плотность, механические свойства и изучалась структура.

Предел прочности на растяжение и относительное удлинение определялись на образцах по ГОСТ 1497-84, а структурные исследования с использованием методов рентгенографии, растровой и просвечивающей электронной микроскопии, металлографии.

Обсуждение результатов. Результаты экспериментов приведены на рис. 1. По оси абсцисс отложена величина отношения массы оксида к сумме масс оксида и металлической фазы в исходных композициях, умноженная на 100 %, а по оси ординат отношение фактической плотности образца к теоретической плотности образца к теоретической плотности углеродистой стали. Из рис. 1 видно, что количество оксида заметно влияет на относительную плотность спеченного материала.

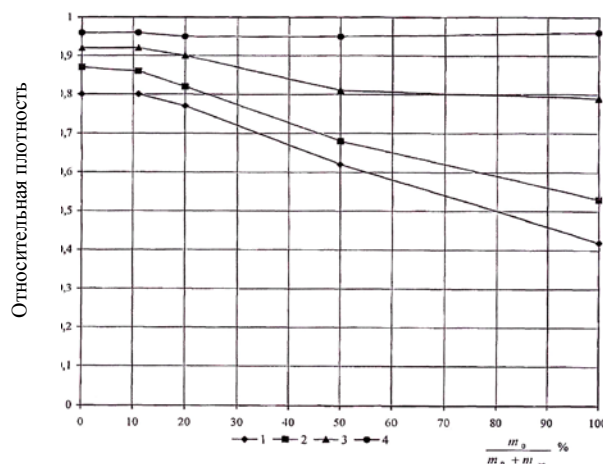


Рис. 1 – Влияние доли оксидной фазы в твердой составляющей исходных композиций на относительную плотность материалов, спеченных в водороде при температурах спекания: 1-1050⁰С; 2-1150⁰С; 3-1250⁰С; 4-1350⁰С

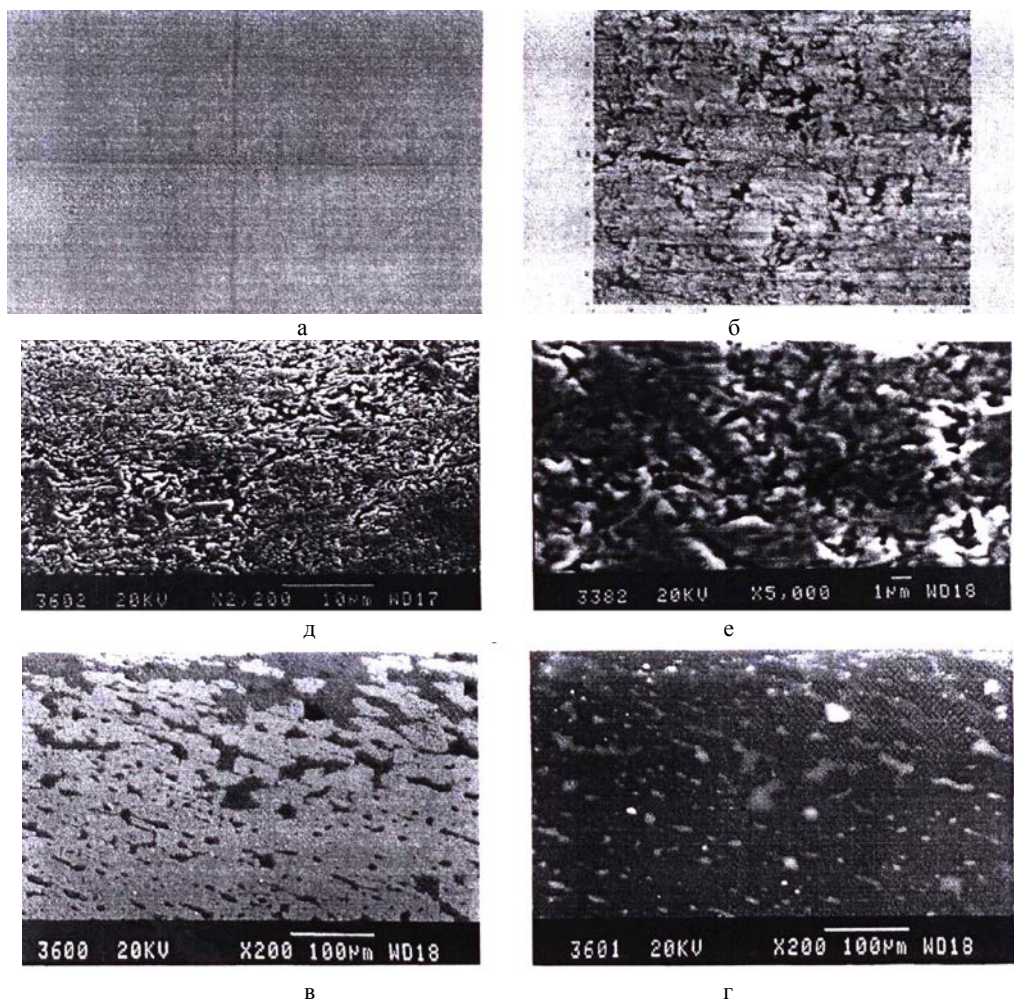


Рис. 2 – Структура композиции, спеченной в различных условиях: а - спекание в эндогазе при 1100⁰С, нетравленный; х500; б - спекание в эндогазе при 1100⁰С, травление в 5 % раствором HNO₃. Фотография на сканирующем зондовом микроскопе, площадь сканирования 100 ×100мкм² в - Спекание в водороде 1300⁰С, травление, обработка сенсibilизатором оксидирования, РЭМ×200, во вторичных электронах; г - Спекание в водороде 1300⁰С, травление, обработка сенсibilизатором оксидирования РЭМ×200 в отраженных электронах; д - спекание в водороде 1300⁰С, травление, РЭМ×2200; е - спекание в водороде 1300⁰С, травление, РЭМ×5000

Композиция состояла, % масс.: Оксид Fe₂O₃ с размерами частиц, 0,2-0,4мкм-42; порошок железный распыленный марки ПЖР2-28-42; смола СФЖ-3031-15,2; стеарат цинка-0,8.

Из рис. 1 видно, что зависимость уплотнения при спекании от состава композиций имеет сложный характер. При увеличении доли оксида от 0 до 11 % относительная плотность не меняется, а дальнейшее увеличение доли оксида она уменьшается. Это особенно заметно при относительно низких температурах изотермической выдержки (1050-1150⁰С).

Структура композиций, спеченных в этом интервале температур, представляет из себя губчатое железо, поры которого не просматриваются даже при увеличении 500 раз. После травления 5 %-ым раствором азотной кислоты и при увеличении в 1000 раз обнаруживается на сканирующем зондовом микроскопе поры размерами 1...10мкм (рис. 2, б), однако границы зерен не просматриваются. В структуре материала, спеченного при 1300⁰С, пор не обнаружены. Травление в растворе азотной и пикриновой кислоты границы зерен не обнаруживает (рис. 2, в, г). Серые пятна в отраженных электронах свидетельствуют о наличии на поверхности окисленной пленки. Границы зерен не выявлены (рис. 2, д, е).

Можно предположить, что пространство между частицами железа дополнено губчатым железом. Исходя из этого, можно рассчитывать величину объемной усадки при различных значениях γ_1 и γ_2 .

$$m_{ж} = 7,8 \cdot \gamma_1 + 5,24 (1 - \gamma_1) \cdot \gamma_2 \cdot 0,7, \quad (1)$$

где γ_1 – объемное содержание железа в композиции; γ_2 – объемное содержание оксида в связующем.

При деструкции связующего и спекании происходит суммарное изменение объема на величину ΔV , тогда объем 1см³ прессовки составит 1- ΔV .

Плотность образца после восстановления оксида и спекания будет:

$$\rho = \frac{7,8 \cdot \gamma_1 + 5,24(1 - \gamma_1) \cdot \gamma_2 \cdot 0,7}{1 - \Delta V} \quad (2)$$

Плотность губчатого железа, образовавшегося из оксидов в межчастичном пространстве:

$$\rho_{г.ж.} = \frac{5,24(1 - \gamma_1) \cdot \gamma_2 \cdot 0,7}{1 - \Delta V - \gamma_1} \quad (3)$$

Условия полного спекания ($\rho = \rho_{г.ж.}$) запишется в виде:

$$\Delta V = (1 - \gamma_1) (1 - 0,47 \gamma_2) \quad (4)$$

Результаты расчета величин ΔV приведены в табл. 1.

Таблица 1 – Теоретические значения объемной усадки, обеспечивающие равномерную плотность

$\gamma_1 \backslash \gamma_2$	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6
0,1	0,86	0,815	0,77	0,73	0,69	0,65
0,2	0,76	0,72	0,69	0,65	0,61	0,57
0,3	0,67	0,63	0,60	0,57	0,53	0,50
0,4	0,57	0,54	0,515	0,49	0,46	0,43
0,5	0,48	0,45	0,43	0,405	0,38	0,36
0,6	0,38	0,36	0,34	0,325	0,305	0,29

Исходя из табл. 1 можно сделать предположение о том, что при различных γ_2 / γ_1 механизм спекания может быть различным. При больших γ_2 / γ_1 , т. е. большом содержании оксида кинетика спекания контролируется механизмом спекания губчатого железа, а при малом уплотнение при спекании идентичен спеканию чистого порошка железа. При средних содержаниях оксида реализуется промежуточный вариант.

Для определения плотности губчатого железа после спекания композиций различного состава был проведен его расчет в зависимости от объемного содержания оксида и различной дисперсности железного порошка.

Прессовки изготавливались из распыленного, железного порошка марки ПЖР2-200 со средним размерами частиц около 100мкм и оксида (Fe₂O₃) с размерами частиц 0,2-0,4мкм путем холодного прессования.

Расчет вели в следующей последовательности:

1. Объемный состав прессовок:

$$V_{пр} = V_{ж.п.} + V_{окс} + V_{св.},$$

где $V_{ж.п.}$, $V_{окс}$ и $V_{св.}$ – соответственно объем железного порошка, оксида и связующего, см³.

$$V_{ж.п.} = \frac{m_{ж.п.}}{7,8}; \quad V_{окс} = \frac{m_{окс}}{5,24}; \quad V_{св.} = \frac{m_{св.}}{1,3},$$

где $m_{ж.п.}$, $m_{окс}$ и $m_{св.}$ – соответственно масса железного порошка, оксида и связующего.

2. Экспериментально определяли объем спеченной заготовки:

$$V_{сп} = V_{ж.п.} + \frac{V_{окс} \cdot 5,24 \cdot 0,7}{7,8} + V_{пор}.$$

Второй член уравнения есть объем железа, ($V_{ж.в.}$), полученного в результате восстановления оксида, а $V_{пор.}$ – объем пор в спеченной прессовке.

$V_{пор} + V_{ж.в.}$ – объем губчатого железа, полученного в результате восстановления оксида и последующего спекания.

3. Плотность ($\rho_{г.ж.}$) рассчитывалась по формуле:

$$\rho_{г.ж.} = \frac{m_{окс} \cdot 0,7}{V_{сп} - V_{ж.п.}}$$

Результаты расчетов приведены в табл. 2.

Из табл. 2 видно, что введение в композицию железного порошка приводит к снижению плотности губчатого железа. Это снижение увеличивается с увеличением размеров частиц порошка железа. Это противоречит результатам, приведенным на рис. 1. Одна-

ко следует различать рост плотности прессовки от роста плотности губчатого железа. Ввод железного порошка, с одной стороны, уменьшает плотность губчатого железа, а с другой повышает плотность прессовки за счет увеличения объемного содержания плотной фазы. Уменьшение плотности губчатого железа при наличии в нем частиц железа более низкой дисперсности очевидно можно объяснить тем, что они препятствуют усадке.

Обращает на себе факт наличия низкой плотности губчатого железа, не соответствующая имеющимся порам (рис. 2. а, б). Это, видимо, объясняется тем,

что частицы губчатого железа, полученные восстановлением высокодисперсного оксида, обладают высокой пористостью, не обнаруживаемой даже при увеличении в 5000 раз. Исследование тонкой структуры частиц восстановленного железа, на микроскопе ИНТЕГРА Прима показали, что размеры восстановленного железа составляют 100-300нм (рис. 3).

Между этими частицами просматриваются частицы размерами до 100нм. Наличием таковой структуры, видимо, объясняется низкая плотность губчатого железа, спеченного при температуре 1100°C.

Таблица 2 – Результаты расчетов плотности

No композиции	$\frac{Fe_2}{Fe_1 + Fe_2}$	Плотность при температурах, г/см ³	
		1050°C	1150°C
1	1	3,28 (3,28)	4,13 (4,13)
2	0,41	3,11 (4,68)	3,68 (5,07)
3	0,41	2,34 (4,06)	3,0 (4,68)

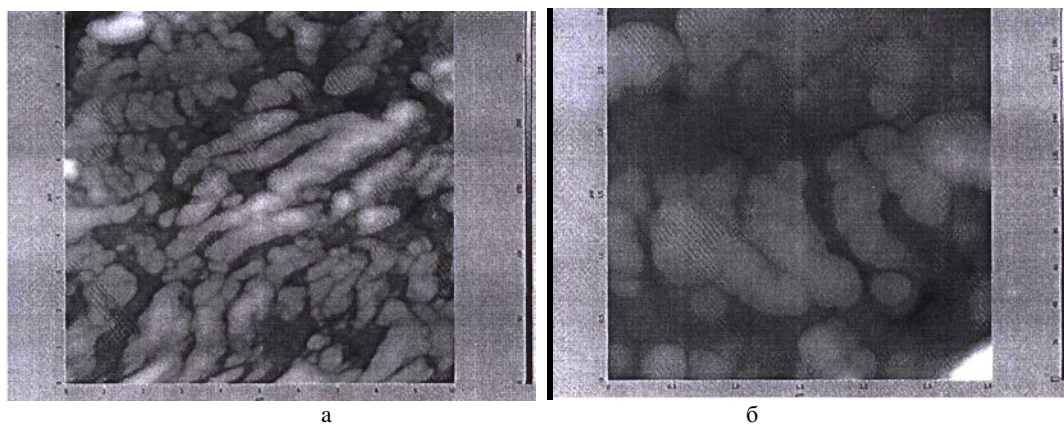


Рис. 3 – Структура частиц губчатого железа: а - площадь сканирования, 10×10 мкм; б - Площадь сканирования, 3×3 мкм

Выводы

1. Уплотнение при спекании в зависимости от состава композиций имеет сложный характер. При увеличении доли оксида в составе композиций от 0 до 11 % относительная плотность не изменяется. Дальнейшее увеличение количества оксида приводит к снижению плотности. Эта закономерность проявляется в большей мере при низких температурах изотермической выдержки (1050-1150°C).

2. Введение в состав композиций железного порошка приводит к уменьшению плотности губчатого железа. Это снижение увеличивается с увеличением размеров частичек железного порошка.

Список литературы: 1. Skorohod, V. V. Kinetic Equation for Densification, Grain Growth and Diffusion Alloying at Liquid-Phase Sintering of Multi-Component Systems [Text] / V. V. Skorohod // Proc. of PM-2004 World congress, Vienna, Oct. 17–21, 2004. – Vol. 2. – P. 87–94. 2. Кадушников, Р. Н. Компьютерное моделирование эволюции микроструктуры двухфазных полидисперсных материалов при спекании [Текст] / Р. Н. Кадушников, В. В. Скороход, О. Б. Лыкова // Порошковая металлургия. – 1983. – №4. – С. 13–20. 3. Скороход, В. В. Структурная динамика, реология и макрокинетика спекания высокодисперсных порошков [Текст] / В. В. Скороход // В кн. Свойства и применение дисперсных порошков // Киев. Наукова Думка, 1986. – С. 91–98. 4. Скороход, В. В. Реологические основы теории спекания [Текст]: Киев: Наук.думка, 1972. – 150 с. 5. Тучинский, Л. И. Спекание капиллярно-пористых материалов на основе карбонильного железа [Текст] / Л. И. Тучинский, С. А. Захаров, Н. П. Павленко

// Порошковая металлургия. –1994. – №3. – С. 24–29. 6. Гегузин, Я. Е. О взаимосвязи процессов рекристаллизации и гомогенизации в двухкомпонентных смесях ультрадисперсных порошков [Текст] / Я. Е. Гегузин, Л. Н. Парицкая // В кн. Свойства и применение дисперсных порошков. Киев: Наукова Думка, 1986. – С. 114–127. 7. Мамедов, А. Т. Конструкционные и антифрикционные порошковые материалы [Текст] / А. Т. Мамедов. – Баку, Элм, 2005. – 460 с. 8. Дорофеев, Ю. Г. Конструкционные порошковые материалы и изделия [Текст] / Ю. Г. Дорофеев, и др. – М.: Металлургия, 2006. – 244 с. 9. Шамта, В. М. Порошковая металлургия. Спеченные и композиционные материалы [Текст] / В. М. Шамта. – М.: Металлургия, 2003. – 520 с. 10. Федорченко, И. М. Композиционные спеченные антифрикционные материалы [Текст] / И. М. Федорченко, Л. И. Пузина. – Киев: Наукова думка, 1980. – 409 с.

Bibliography (transliterated): 1. Skorohod, V. V. (2004). Kinetic Equation for Densification, Grain Growth and Diffusion Alloying at Liquid-Phase Sintering of Multi-Component Systems. Proc. of PM-2004 World congress, Vienna, Oct. 17–21, Vol. 2, 87–94. 2. Kadushnikov, R. N., Skorohod, V. V., Lykova, O. B. (1983). Kompyuternoe modelirovanie evolyucii mikrostruktury dvuxfaznykh polidispersnykh materialov pri spekanii. Poroshkovaya metallurgiya, No4, 13–20. 3. Skorohod, V. V. (1986). Strukturnaya dinamika, reologiya i makrokinetika spekaniya vysokodispersnykh poroshkov. V kN. Svoystva i primeneniye dispersnykh poroshkov. Kiev. Naukova Dumka, 91–98. 4. Skorohod, V. V. (1972). Reologicheskie osnovy teorii spekaniya. Kiev: Naukova dumka, 150. 5. Tuchinskij, L. I., Zaxarov, S. A., Pavlenko, N. P. (1994). Spekanie kapillyarno-poristykh materialov na osnove karbonilnogo zheleza. Poroshkovaya metallurgiya, No3, 24–29. 6. Geguzin, Ya. E., Parickaya, L. N. (1986). O vzaimosvyazi processov rekristallizacii i gomogenizacii v dvuxkomponentnykh smesyax ultradispersnykh poroshkov. V kn. Svoystva i primeneniye dispersnykh poroshkov. Kiev: Naukova Dumka, 114–127. 7.

Mamedov, A. T. (2005). Konstrukcionnyye i antifrikcionnyye poroshkovyye materialy. Baku, Elm, 460. 8. Dorofeev, Yu. G. i dr. (2006). Konstrukcionnyye poroshkovyye materialy i izdelya. Moscow, Metallurgiya, 244. 9. Shatta, V. M. (2003). Poroshkovaya metallurgiya. Spechennyye i

kompozicionnyye materialy. Per. s nem. Pod red. Moscow, Metallurgiya, 520. 10. Fedorchenko, I. M., Pugina, L. I. (1980). Kompozicionnyye spechennyye antifrikcionnyye materialy. Kiev, Naukova dumka, 409.

Поступила (received) 20.12.2015

Відомості про авторів / Сведения об авторах / About the Authors

Мамедов Ариф Тандыг оглы – доктор технических наук, заведующий кафедрой «Конструкционные материалы» Азербайджанский Технический Университет, пр. Г. Джавида, 25, г. Баку, Азербайджан, AZ1073.

Мамедов Ариф Тандыг Огли – доктор технічних наук, завідувач кафедрою «Конструкційні матеріали» Азербайджанський технічний університет, пр. Г. Джавида, 25, м. Баку, Азербайджан, AZ1073.

Mamedov Arif Tapdig oglu – doctor of science department of Materials Konstruktion Engineering Technical University, Huseyn Djavid str. 25, Baku, Azerbaijan, AZ1073.

Алиев Чингиз Ариф оглы – докторант кафедры «Конструкционные материалы» Азербайджанский Технический Университет, пр. Г. Джавида, 25, г. Баку, Азербайджан, AZ1073.

Алиев Чингиз Ариф оглы – докторант кафедри «Конструкційні матеріали», Азербайджанський технічний університет, пр. Г. Джавида, 25, м. Баку, Азербайджан, AZ1073.

Aliyev Ch. Arif oglu – doctorant of science department of Materials Konstruktion Engineering Technical University, Huseyn Djavid str.25, Baku, Azerbaijan, AZ1073.

УДК: 621.373.826

А. М. АЛЬ-СУДАНИ ХАЙДЕР

ОСНОВНЫЕ ПРИНЦИПЫ ФОТОННО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ВОЛОКОН ГИРОСКОПОВ

Фотонно-кристаллические волокна играют главную роль в разработке новых волоконно-лазерных источников сверхкоротких световых импульсов и создания компонентов волоконного формата для контроля таких импульсов. Волоконно-оптический гироскоп – это одна из сфер применения оптических волокон, зависящая главным образом от эффекта Саньяка. Она принадлежит к важным сферам применения в области космической навигации. В этой статье мы предложили использовать фотонно-кристаллическое волокно с полым сердечником 1550nm, Ø10 мкм в оптическом гироскопе. Фотонно-кристаллические волокна демонстрируют специфические свойства и возможности, которые приводят к огромному потенциалу для использования в области измерений.

Ключевые слова: волоконно-оптический гироскоп, эффект Саньяка, фотонно-кристаллическое волокно с полым сердечником

Введение. Благодаря своей уникальной геометрической структуре фотонно-кристаллические волокна демонстрируют специфические свойства и возможности, которые приводят к огромному потенциалу для использования в области измерений. Разнообразие необычных особенностей фотонно-кристаллических волокон, сверх того, что могут предложить традиционные волокна, приводит к увеличению возможностей для новых и улучшенных датчиков. Научное сообщество проявляет огромный интерес к этой оригинальной технологии для применения в различных областях. Целью данной работы было проведение теоретических исследований условий использования фотонно-кристаллического волокна (ФКВ) как части волоконно-оптического гироскопа. С развитием оптоэлектронной технологии [1] оптические волокна интенсивно исследовались в различных полях обнаружения благодаря их уникальным характеристикам, таким как мультиплексирование, дистанционное измерение, высокая гибкость, низкая потеря сигнала, высокая чувствительность, низкая стоимость изготовления, малый форм-фактор, высокая точность, возможность одновременных измерений и устойчивость к электромагнитным помехам. Это действительно так для фотонно-кристаллических волокон (ФКВ), также называемых дырчатыми волокнами, которые содержат ряды крошечных воздушных отверстий вдоль своей структуры и позволяют, в числе других новых сфер применения, создавать новые волоконно-оптические датчики. Благодаря гибкости для кон-

струкции поперечного сечения фотонно-кристаллические волокна (ФКВ) [2] добились отличных свойств в части двойного лучепреломления [3], дисперсии [4], одиночной моды одиночной поляризации [5], нелинейности и эффективной площади мод [6], а также отличные показатели в применении волоконных датчиков [7], волоконных лазеров и нелинейной оптики [8] в течение последних нескольких лет. Большое количество научно-исследовательских работ выделяли некоторые оптические свойства ФКВ, такие как сверхвысокое двойное лучепреломление и уникальная хроматическая дисперсия, которые почти невозможны для традиционных оптических волокон. Несколько лет спустя, в 1991 году, Яблонович и его коллеги изготовили первый фотонный кристалл, механически просверливая отверстия с миллиметровым диаметром в блок материала с показателем преломления, равным 3,6 [9]. В 1995 году Биркс и др. предложили волокно с воздушными отверстиями по его длине, которое могло направлять свет сквозь эту структуру с интересными свойствами [10]. В настоящее время ФКВ стало предметом обширных исследований и открыло новый диапазон возможных сфер применения. Структура ФКВ позволяет иметь различные типы волокон, такие как бесконечное одномодовое, с двойной оболочкой, германиевое или легированное редкоземельными элементами, с высоким двойным лучепреломлением и многие другие с особыми параметрами благодаря его технологической

©А. М. Аль-Судани Хайдер. 2015