

На правах рукописи



АГУРЕЕВ ЛЕОНИД ЕВГЕНЬЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА СПОСОБА ПОЛУЧЕНИЯ АЛЮМОКОМПОЗИТОВ ВЫСОКОЙ
ПРОЧНОСТИ МОДИФИЦИРОВАНИЕМ МИКРОДОБАВКАМИ ПОРОШКОВ
НАНООКСИДОВ**

Специальность 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание учёной степени
кандидата технических наук

Москва – 2015

Работа выполнена в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования Национальный исследовательский технологический университет «Московский институт стали и сплавов» (НИТУ «МИСиС») и Государственном научном центре Российской Федерации – Федеральное государственное унитарное предприятие «Исследовательский центр имени М.В.Келдыша».

Научный руководитель:

Костиков Валерий Иванович

член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор

Официальные оппоненты:

Шляпин Сергей Дмитриевич

доктор технических наук, профессор

ФГБОУ ВПО «МАТИ» - Российский государственный технологический университет имени К.Э.Циолковского, профессор кафедры «Материаловедение и технология обработки материалов»

Капуткин Ефим Яковлевич

кандидат технических наук,

Открытое акционерное общество «Всероссийский институт лёгких сплавов» (ОАО «ВИЛС»), г. Москва, начальник лаборатории металлофизических исследований

Ведущая организация:

Институт металлургии и материаловедения имени А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН), г. Москва

Защита диссертации состоится 18 ноября 2015 года в 14:30 на заседании диссертационного совета Д212.132.05 при Национальном исследовательском технологическом университете «Московский институт стали и сплавов» (НИТУ «МИСиС») по адресу: г. Москва, ул. Крымский вал, д. 3.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС» и на сайте <http://www.misis.ru>.

Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью, просим направлять по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, 4, НИТУ «МИСиС», учёному секретарю диссертационного совета Лобовой Т.А.

Автореферат разослан « 3 » сентября 2015 года.

Ученый секретарь диссертационного совета



Т.А.Лобова

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Алюминиевые сплавы и композитные материалы на основе спечённого алюминиевого порошка (САП) широко применяются в авиации, ракетно-космической техники (РКТ) и автотранспорте, т.к. сочетают в себе низкую плотность, высокую прочность и технологичность. Однако технология литейных алюминиевых сплавов сопряжена с большими потерями материала в облой, наличием сегрегаций примесей, что может сильно ухудшить прочностные показатели, трудностью ввода дисперсных добавок (для дисперсноупрочненных микро- или наночастицами керамик сплавов) и их распределения в структуре материала, необходимостью дополнительной термообработки для проведения дисперсионного упрочнения. К недостаткам материалов на основе САП можно отнести неравномерность структуры и свойств, а также низкую пластичность.

В этой связи предпочтительным методом создания высокопрочных алюминиевых сплавов может служить порошковая технология. При этом ввод в матрицу на основе алюминиевого порошка наночастиц оксидов может открыть новые возможности для применения его в ряде отраслей промышленности. Наночастицы приводят к повышению функциональных свойств порошковых материалов по ряду причин: измельчают зёрна матрицы, препятствуют передвижению границ зёрен, формируя вокруг себя зоны упрочнения.

Неизученным остаётся вопрос о влиянии микроконцентраций (0,01-0,15 %об.) наночастиц оксидов (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2) на прочностные свойства порошкового алюминия и композитов на его основе, т.к. большинство работ в области упрочнения металлов наночастицами керамик проведены на концентрациях последних более 1 % об. Однако, повышение до такого уровня количества наночастиц приводит к худшему их распределению в матрице металла и существенной агрегации, что понижает прочностные свойства композита за счёт внесения дефектов и пористости в его структуру. Существуют некоторые работы о влиянии наночастиц на свойства материалов в концентрациях от 0,25 %об. и выше. Однако, малоизученным остаётся вопрос о влиянии микродобавок наночастиц на свойства металлов и сплавов в концентрациях менее 0,25 % об. В литературе часто отмечают, что то или иное свойство материала с повышением концентрации наночастиц до десятков процентов резко изменяется с наличием одного экстремума на диаграмме свойство/концентрация. Однако, исследования показывают существование двух и более экстремумов не только на большой концентрации наночастиц, но и на очень малой (порядка сотых и тысячных долей процента). Наличие максимума

механических свойств (пределы прочности на растяжение, изгиб, сжатие, предел текучести, модуль упругости) на малых концентрациях нанодобавок, а затем их снижение связано с обеспечением низкой адгезионной повреждённости на границе матрица/упрочнитель, которая увеличивается при повышении концентрации добавок с ростом протяжённости и дефектности межфазных слоёв, ухудшая прочностные характеристики материала, что учитывается в градиентной теории упругости Образцова-Лурье-Белова. При этом достижение оптимальной концентрации и распределения наночастиц в матрице позволяет сформировать вокруг наночастиц зоны упрочнения по форме близкие к идеальным, что существенно влияет на механические свойства композита.

В связи с вышеизложенным актуальным является создание и исследование алюмокомпозитов, упрочнённых микродобавками оксидных наночастиц (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2). В работе были использованы нанодисперсные порошки, в т.ч. синтезированные автором настоящей работы в плазме, со сферической формой частиц – Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO и SiO_2 . Работа выполнена в рамках СЧ НИР «Магистраль» (Нано).

Цель диссертационной работы

Разработка способа упрочнения алюмокомпозитов вводом микродобавок (0,01-0,15 %об.) оксидных наночастиц (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2).

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

- изучение влияния модифицирующих наночастиц на процессы статического холодного прессования и спекания алюмокомпозитов;
- изучение влияния природы и содержания модифицирующих наночастиц на структуру и механические свойства алюмокомпозитов, для определения их оптимального состава;
- определение оптимальных технологических режимов изготовления наномодифицированных алюмокомпозитов;
- разработка технической документации на изготовление алюминиевого композиционного материала с микродобавками оксидных наночастиц.

Научная новизна:

1. Обнаружен экстремальный характер зависимости механических свойств алюмокомпозитов от концентрации оксидных наночастиц (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2) 0,01-0,15%об., проявляющийся в том, что наблюдается максимум прочности на сжатие, растяжение, изгиб, обусловленный, согласно теории Образцова-Лурье, наличием напряженного поля вокруг частиц в области малых концентраций.

2. Предложена компьютерная оптимизационная микромеханическая модель, основанная на градиентной теории упругости применительно к алюмокомпозитам, модифицированным наноксидными (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2) в микроконцентрациях (0,01-0,15%об.), позволяющая проектировать состав и прогнозировать прочностные свойства алюмокомпозитов.

Практическая значимость

1. На основании результатов расчёта в программной среде ТЕРРА установлены температуры начала образования наноксидов при плазмохимическом синтезе: оксида циркония – 3427 °С, оксида алюминия – 3427 °С, оксида магния – 3027 °С, а также массовые доли образующегося после реакций молекулярного кислорода, что позволило снизить расход кислорода почти в 1,5-3 раза и повысить выход нанопорошков требуемого качества.
2. Разработан способ изготовления изделий (втулок, крыльчаток, прокладок) ракетно-космического назначения из порошковых алюмокомпозитов, модифицированных наноразмерными порошками оксида алюминия, оксида циркония, оксида магния и оксида кремния в количестве 0,01-0,15% об. и порошками меди микронного размера в количестве 3 % об., включающий смешивание (ультразвуковая гомогенизация в этаноле, сухое перемешивание в шаровой мельнице), прессование при $P=400$ МПа и спекание в вакууме при $T=650$ °С в течение 120 мин., получены образцы алюмокомпозитов с относительной плотностью 97%, заявка на патент №2015116514 от 30.04.2015.
3. Разработаны технические условия ТУ 410002-002-07365-2015 «Алюминиевый композиционный материал с микродобавками оксидных наночастиц» и технологическая инструкция ТИ ТУ 410002-002-07365-2015 «Изготовление алюминиевого композиционного материала с микродобавками оксидных наночастиц».
4. Проведено моделирование (в среде ANSYS) распределения критических нагрузок на крыльчатке из разработанного алюмокомпозита для турбокомпрессора генератора (ТКГ) ядерного реактивного двигателя (ЯРД) транспортного энергетического модуля (ТЭМ) для экспедиции на Марс, которое показало пригодность его использования.
5. На предприятии ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша» проведены стендовые испытания на сжатие втулок из алюмокомпозита Al- 1,5 % об. Cu- 0,1 % об. MgO, используемых в

узлах РКТ, которые показали целесообразность его применения в дальнейшем производстве.

На защиту выносятся:

1. Закономерности влияния микродобавок наночастиц оксидов Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO и SiO_2 на структуру и свойства алюмокомпозитов.
2. Результаты комплексных исследований фазового состава, структуры и свойств спечённых алюмокомпозитов.
3. Разработанный способ получения алюмокомпозитов, модифицированных нанооксидами.
4. Результаты моделирования распределения критических напряжений крыльчатки ТКГ ЯРД ТЭМ и стендовых испытаний втулок из них, для экспедиции на Марс.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на: Международной конференции «HighMatTech-2012», г. Киев, Пятой всероссийской конференции по наноматериалам «НАНО 2013», г. Звенигород, Международном симпозиуме, посвящённом 175-летию со дня рождения Д.И. Менделеева «Повышение ресурсо- и энергоэффективности: наука, технология, образование» 2009, г. Москва, пятой ежегодной конференции Нанотехнологического общества России 2013, г. Москва, V-ой Международной конференции «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества» 2014, г. Суздаль, XI Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» 2014, г. Москва, VI Международной научной конференции «Наноструктурные материалы - 2014», г. Минск, 9-м Международном симпозиуме: «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка», г. Минск 2015.

Публикации по теме диссертации

По материалам диссертации имеется 13 публикаций, в том числе 3 статьи в журналах из перечня ВАК, а также входящих в списки Scopus и Web of Science, 8 тезисов и докладов в сборниках трудов конференций, а также подана 1 заявка на патент.

Достоверность полученных результатов

Достоверность полученных результатов диссертационной работы подтверждается использованием современного оборудования и аттестованных методик исследований, значительным количеством экспериментальных данных и применением статистических методов обработки результатов, сопоставлением полученных результатов с работами других авторов.

Личный вклад автора

Диссертация является законченной научной работой, в которой обобщены результаты исследований, полученные лично автором и в соавторстве. Основная роль в получении и обработке экспериментальных данных, анализе и обобщении результатов принадлежит автору работы. Обсуждение и интерпретация полученных результатов проводилась совместно с научным руководителем и соавторами публикаций. Основные положения и выводы диссертационной работы сформулированы автором.

Реализация результатов работы

1. Результаты использованы в реализации работ по СЧ НИР «Магистраль» (Нано), осуществляемой по ГК ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша» с Роскосмосом.
2. Результаты исследований внедрены в учебный процесс.

Структура и объем диссертации: Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, общих выводов и приложений. Материалы диссертации изложены на 153 листах машинописного текста, содержат 91 рисунок, 26 таблиц, 4 приложения, включают список литературы из 109 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цели и задачи исследования, показана научная новизна и практическая значимость выполненной работы, приведены основные результаты, выносимые на защиту, дано краткое описание структуры и объема диссертации, приведены сведения об апробации и реализации результатов работы и степени их достоверности.

В первой главе приведен аналитический обзор опубликованных работ по теме диссертации. Проанализированы основные тенденции в порошковой металлургии и достигнутые результаты в производстве порошковых спеченных сплавов алюминия, в т.ч. с применением микро- и наночастиц керамических упрочнителей. Проанализированы механизмы упрочнения алюминия путём введения дисперсных частиц. Отмечена роль состояния межфазного слоя при формировании структуры материала, включающего наночастицы: дисперсное упрочнение по Оровану, торможение роста зёрен матрицы по Холлу-Петчу, торможение ползучести по границам зёрен, аннигиляция вакансий на дисперсных частицах при ползучести, возникновение сжимающих напряжений, препятствующих разрушению материала по границам зёрен и увеличивающих предел его прочности.

Анализ и сопоставление результатов работ отечественных и зарубежных исследователей по упрочнению алюминия и его сплавов методом порошковой металлургии показали, что значительным ограничением этого способа является технологическая трудность получения равномерно распределённой в матрице дисперсной фазы. Это связано с тем, что наночастицы, обладая высокой поверхностной энергией, склонны к формированию крупных субмикронных и микронных агрегатов. Такое поведение может привести к внесению дефектов и несплошностей в металлическую матрицу. Приготовление смесей матричных порошков с малыми концентрациями дисперсоида в виде суспензий с диспергированием при ультразвуковой обработке повышает равномерность его распределения в матрице и снижает количество внесённых дефектов.

Во многих работах изучен опыт применения дисперсных порошков для упрочнения алюминия по методу порошковой металлургии, горячей экструзии или литья, в которых концентрация дисперсоида находилась в пределах 0,25-15 %об., а размер от 15 до 3500 нм. В качестве упрочнителей различные исследователи применяли оксид алюминия, нитрид или карбид кремния и другие. Исследования подтверждают существенный прирост механических характеристик (предел прочности на растяжение, предел текучести) на 20-150 % алюминия при введении 1% об. наночастиц нитрида кремния. Многие авторы отмечают, что при дальнейшем увеличении количества наночастиц растёт пористость композита и снижаются механические свойства. Вместе с тем, даже если при содержании наночастиц оксида циркония, равном 12% об., происходил существенный рост предела прочности на сжатие алюминиевого сплава на 50%, то при этом реализуется снижение пластичности материала в 2 раза.

Приведены способы получения керамических наночастиц, проанализированы возможности плазмохимического метода, отмечен ряд его преимуществ по сравнению с другими, например, все химические реакции протекают в газовой фазе, исходное сырьё может быть подвергнуто глубокой очистке, в ходе реакции оно не соприкасается со стенками реактора и не загрязняет продукт.

В качестве метода создания алюмокомпозитов выбрана порошковая технология, которая характеризуется следующими положительными сторонами: сохранение низкого размера зерна матрицы, низкая сегрегация примесей, высокий коэффициент использования материала.

В задачи работы входило изучение закономерностей формирования порошковых алюминиевых композитов при введении микродобавок наночастиц оксидов.

Во второй главе представлено описание используемых в работе материалов и оборудования, на котором производили исследования, и методики проведения экспериментов.

Основным компонентом опытных образцов был выбран порошок алюминия АСД-4 (ТУ 48-5-226-87) (средний диаметр ~4 мкм, чистота 99,7%), получаемый методом распыления расплава на ОАО «СУАЛ» (Россия).

Для определения закономерностей упрочнения алюмокомпозитов в качестве объекта исследования был также выбран материал системы Al-1,5 % об. Cu как аналог применяемым литейным алюминиевым сплавам для изготовления детали крыльчатка. Для легирования данных алюмокомпозитов использовали порошок меди электролитический ПМС-В со средним размером частиц ~ 2-5 мкм и чистотой 99,5% (ГОСТ 4960-75), получаемый на ООО «НПП «Индустрия» (Россия).

Нанодисперсные порошки оксидов алюминия, циркония и магния получены автором и при его участии на установке для плазмохимического синтеза ПУ 2-16/10.03-004 в ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша», г. Москва. Характеристики нанодисперсных порошков оксида алюминия, циркония, магния и кремния представлены в таблице 1. Нанодисперсный порошок оксида кремния получен в компании ООО «Плазматерм» (Россия).

Таблица 1

Размерные характеристики наночастиц.

Наночастицы	Средний диаметр, нм	Удельная поверхность, м ² /г	Суммарное содержание примесей, %масс.
Al ₂ O ₃	60	27	0,5
ZrO ₂	50	32	0,2
MgO	45	40	0,5
SiO ₂	5	330	0,1

Перед использованием порошки проходили контроль на универсальном лазерном приборе измерения размера частиц модели Malvern Zetasizer Nano (ЕС) и анализаторе площади поверхности и размеров пор Nova 1000e (ЕС). Для приготовления шихты использовали верхнеприводную лопастную мешалку, ультразвуковой гомогенизатор UPS400 (ЕС), ультразвуковую ванну «Град» (Россия), барабанную мельницу (Россия), виброситовой рассеиватель фракций (Россия). Прессование проводили на гидравлическом прессе 50Т «Мекамак» (Испания) в лабораторных пресс-формах.

Металлографические исследования выполняли на оптическом микроскопе Carl Zeiss Axiovert 40 MAT (Германия). Изучение тонкого строения структуры и микрорентгеноспектральный анализ проводили с помощью растрового электронного микроскопа FEI Quanta 600 FEG (США), рентгенофазовый анализ – на рентгеновском дифрактометре общего назначения PanAlytical (Голландия). Исследование структуры наночастиц, синтезированных в плазме, проводили помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM-2100 (Япония).

Определение предела прочности на сжатие, изгиб и растяжение проводили на универсальной сервогидравлической машине для механических испытаний «LF-100KN» производства «Walter+Bai» (Швейцария) с максимальным усилием в статике 100кН с внешним цифровым контроллером (EDC) и универсальной машине для механических испытаний ВакЭто-TestSystems, твёрдость по Виккерсу - с использованием микротвердомера Micromet 5114 (Германия), твёрдость по Бринеллю - на приборе ТШ-2 (Россия).

Смешивание. Для достижения гомогенной структуры материала и высоких механических свойств необходимо, чтобы распределение компонентов в порошковой шихте было равномерным. Поскольку добиться этого для нанодисперсных добавок очень сложно, был предложен способ смешивания шихты в несколько стадий:

1. Дезагломерация матричного порошка АСД-4 при ультразвуковой обработке в этаноле.
2. Приготовление суспензии наночастиц в этаноле с их одновременной дезагломерацией под воздействием ультразвука.
3. Смешение в этаноле алюминия и наночастиц при воздействии ультразвука.
4. Сушка суспензии.
5. Усреднение высушенной шихты в мельнице с цилиндрами из ZrO_2 в режиме перехода от скольжения к перекачиванию.
6. Просев шихты и повторное ее перемешивание в барабанном смесителе.

Прессование. Прессование шихты осуществляли в цилиндрических стальных пресс-формах на прессе 50Т «Мекамак» при давлениях 100, 200, 300, 400, 500 МПа.

Спекание. Спекание проводили в автоматической вакуумной печи ВМС-22-10,5. Температуру спекания варьировали от 550 до 670°C в форвакууме ($5 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст.), время спекания составляло от 60 до 150 мин.

В третьей главе представлены результаты исследований процессов плазмохимического синтеза наночастиц оксидов циркония, алюминия и магния, прессования и изотермического спекания алюмокомпозитов.

Плазмохимический синтез осуществляется с использованием низкотемпературной плазмы дугового плазмотрона. За счет высокой температуры плазмы (до 6000 °С) и высоких скоростей реакций обеспечивается переход практически всех исходных веществ в газообразное состояние с их последующим взаимодействием и конденсацией продуктов в виде нанопорошка с частицами правильной формы, имеющими размеры от 10 до 200 нм. В программной среде ТЕРРА было проведено термодинамическое моделирование синтеза нанопорошков оксида алюминия, оксида циркония и оксида магния. Исходя из полученных результатов термодинамического расчёта, можно сделать следующие выводы:

1. Температура начала образования оксида циркония составляет 3427 °С, оксида алюминия – 3427 °С, оксида магния – 3027 °С.

2. Учитывая, что в рабочей зоне плазмохимической установки температура достигает 6000 °С, в ней создаются благоприятные условия для синтеза указанных оксидов.

3. Исходя из результатов расчёта, массовая доля молекулярного кислорода на килограмм смеси реагентов составляет 0,15 ед., что позволяет снизить расход кислорода в 1,5-3 раза и повысить выход нанопорошков требуемого качества.

Для оценки оптимальных параметров формования заготовок исследуются зависимости между работой (давлением), расходуемой на формование, и характеристиками прессовки.

На рис. 1 представлены зависимости относительной плотности от давления прессования.

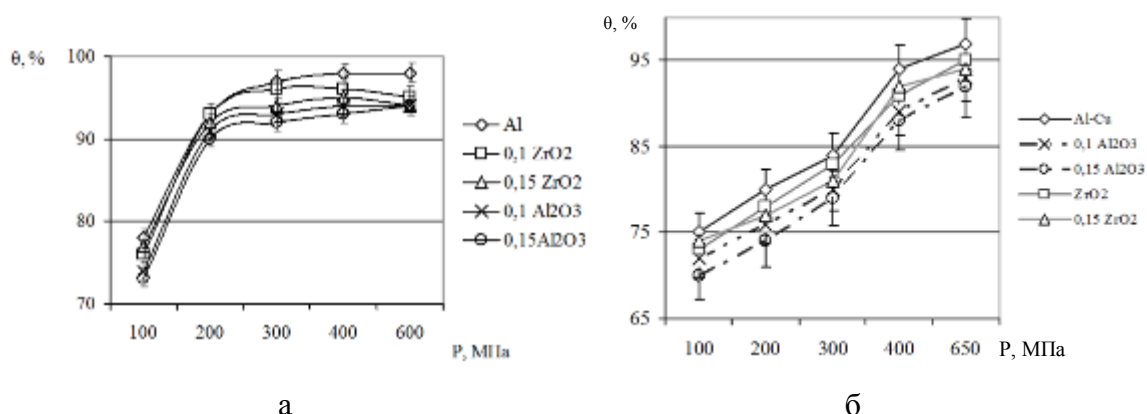


Рисунок 1 – Зависимости относительной плотности спрессованных материалов от давления прессования: а – для чистого алюминия и композитов на его основе; б – для смеси Al-Cu и композитов на ее основе.

Остальные зависимости прессования алюмокомпозитов при введении такого же количества наночастиц оксида кремния, оксида магния, оксида алюминия идентичны полученным с оксидом циркония. Из зависимости на рис. 1а видно, что, начиная с

давления 200 МПа (2 т/см^2), уплотнение чистого алюминия и композитов на его основе заметно замедляется, а в случае добавок ZrO_2 , после 400 МПа даже наблюдается разуплотнение, по-видимому вызванное упругим последствием, усиленным частицами тетрагональной модификации ZrO_2 с высоким модулем упругости (200 ГПа). Более низкие значения относительной плотности для композитов, содержащих частицы оксида алюминия, по сравнению с частицами оксида циркония, по-видимому, обусловлены бóльшим размером частиц Al_2O_3 .

Несколько иная картина зависимости относительной плотности прессовок от давления прессования и типа наночастиц наблюдается для материалов с 1,5% об. (4 %масс.) порошка меди (рис. 1б). Плотность практически монотонно возрастает с повышением давления, что связана с большим модулем упругости частиц меди в сравнении с матрицей.

Оптимальным давлением прессования было выбрано 400 МПа, т.к. при большем давлении на боковых поверхностях заготовок появлялись трещины, а при меньшем давлении снижалась относительная плотность. В дальнейших исследованиях все порошковые смеси прессовали при давлении 400 МПа.

Исследование процесса спекания проводили в температурном интервале от 550 до 670°C в форвакууме ($5 \cdot 10^{-2}$ мм рт. ст.) время спекания составляло от 60 до 150 мин., оптимальной температурой спекания алюмокомпозитов была выбрана температура 650°C, поскольку температуры 550 и 600°C не достаточны для полноты протекания процесса массопереноса и обеспечения требуемых свойств алюмокомпозитов. Спекание при температуре свыше 650°C приводило к частичному или полному оплавлению образцов.

Длительность изотермической выдержки в течение 60 и 90 мин оказалась недостаточной для полного протекания консолидации дискретной дисперсной системы в связанное твердое тело, что подтверждалось низкой прочностью спеченных заготовок, а выдержка свыше 120 мин не оказывала существенного влияния на формирование мезоструктуры алюмокомпозитов и на их физико-механические свойства. Поэтому рациональными режимами спекания алюмокомпозитов были выбраны: температура спекания 650°C, скорость нагрева 11°C/мин, время изотермической выдержки 120 мин.

При сравнении временных зависимостей усадки для образцов из чистого алюминия и смеси Al-Cu обнаружено различие, превышающее, величину доверительного интервала. Это можно объяснить тем, что при длительном спекании в системе Al-Cu образуется более плотная, чем чистый алюминий, фаза CuAl_2 с плотностью 4,34 г/см³. Сравнение

аналогичных зависимостей для композитов на основе Al и Al-Cu показало примерно такое же различие в величинах усадки при тех же выдержках.

Наименьший тормозящий эффект на усадку оказывают частицы Al_2O_3 из-за того, что кристаллические решётки плёнок на Al-матрице могут совмещаться. Различие во влиянии на усадку частиц ZrO_2 и MgO связано с размером – более мелкие частицы оксида магния являются менее эффективными стопорами объёмной диффузии (диффузионно-вязкого течения).

Аналогичное влияние наноразмерных частиц проявляется и на кривых зависимости усадки от температуры.

Для КМ с MgO и SiO_2 получены аналогичные зависимости относительной плотности от давления прессования и содержания упрочняющих частиц. При этом различия между относительными плотностями чистых матриц и композитов с упрочняющими частицами размером 40 и 5 нм, соответственно, не превышали доверительного интервала (как в случае КМ с ZrO_2).

На рис. 2 показано влияние различных наночастиц на значения относительной плотности алюмокомпозитов до и после спекания при содержании наночастиц 0,15 % об.

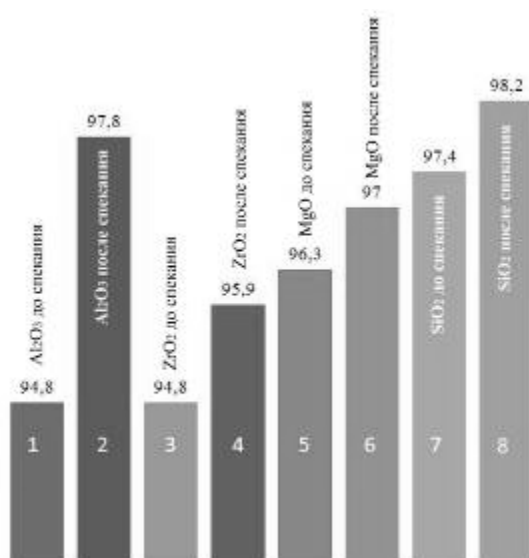


Рисунок 2 – Влияние частиц различной природы на уплотнение алюмокомпозита при спекании при постоянном содержании 0,15 %об.

На рис. 3 представлены зависимости усадки спеченных образцов от типа упрочняющих частиц и времени спекания. Давление прессования составляло 400 МПа. Концентрация нанодисперсных добавок - 0,15%. Спекание проводилось при температуре 650 °С.

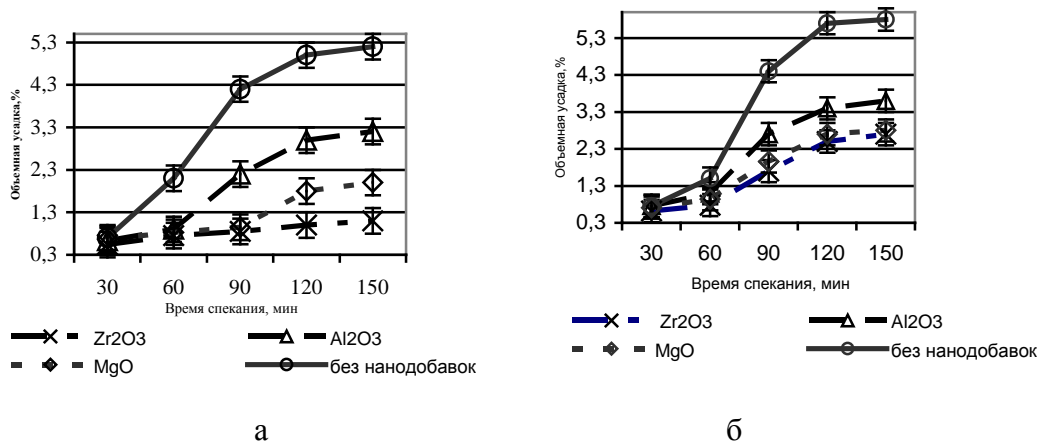


Рисунок 3 – Зависимость объемной усадки от времени спекания алюмокомпозитов: а – матрица Al, б – Al-Cu

Из полученных зависимостей видно, что при длительности спекания больше 120 минут рост усадки останавливается. Это связано с тем, что при смешивании достигается высокая равномерность распределения наноразмерных частиц и благодаря их большой поверхности наночастицы обволакивают частицы порошка алюминия и процесс спекания тормозится, т.к. наночастицы препятствуют созданию межчастичных связей между зёрнами алюминия. Сегрегация наночастиц на границах зерен алюминия будет тормозить усадку из-за торможения зернограничной диффузии.

Длительность изотермической выдержки в течение 60 и 90 мин оказалась недостаточной для полного протекания консолидации дискретной дисперсной системы в связанное твердое тело, что подтверждалось низкой прочностью спеченных заготовок, а выдержка свыше 120 мин не оказывала существенного влияния на формирование мезоструктуры алюмокомпозитов и на их физико-механические свойства.

В табл. 2 представлены зависимости усадки спеченных образцов Al-Cu от температуры спекания. Давление прессования составляло 400 МПа. Концентрация нанодисперсных добавок составляла 0,15%. Спекание длилось 120 мин.

Спекание при температуре 550 °С практически не дает усадки, а при температуре 600°С небольшую, что свидетельствует о том, что процессы массопереноса протекают не полностью как для чистого алюминия, так и для алюмокомпозита с нанодобавками. При температуре 650°С наблюдается достаточная усадка, что свидетельствует о влиянии процессов гетеродиффузии на активацию спекания.

Таблица 2

Зависимость объемной усадки от содержания и типа наночастиц, и температуры спекания

КМ	Температура спекания, °С		
	550	600	650
Матрица Al			
без добавок	0,95	2,8	4,8
ZrO ₂	0,67	0,88	1,2
Al ₂ O ₃	0,93	2,2	3
MgO	0,77	1,4	2,6
Матрица Al+Cu			
без добавок	1,2	3,3	5,8
ZrO ₂	0,74	0,98	1,6
Al ₂ O ₃	0,98	2,6	3,4
MgO	0,84	1,6	2,8

На поверхности наночастицы имеется адсорбированный газ, что вносит эффект торможения в диффузионные процессы. Также на торможение усадки оказывают влияние большое размерное несоответствие и несоответствие решеток алюминия и вводимых наночастиц.

Для алюмокомпозитов системы Al-Cu при температуре 650°С наблюдается максимальная усадка, по сравнению с материалом из порошка Al, что свидетельствует об активации уплотнения при спекании при зернограничном проникновении добавки Cu.

На рис. 4 представлены зависимости усадки спеченных образцов от концентрации нанодисперсных добавок. Давление прессования составляло 400 МПа. Спекание длилось 120 минут при температуре 650 °С.

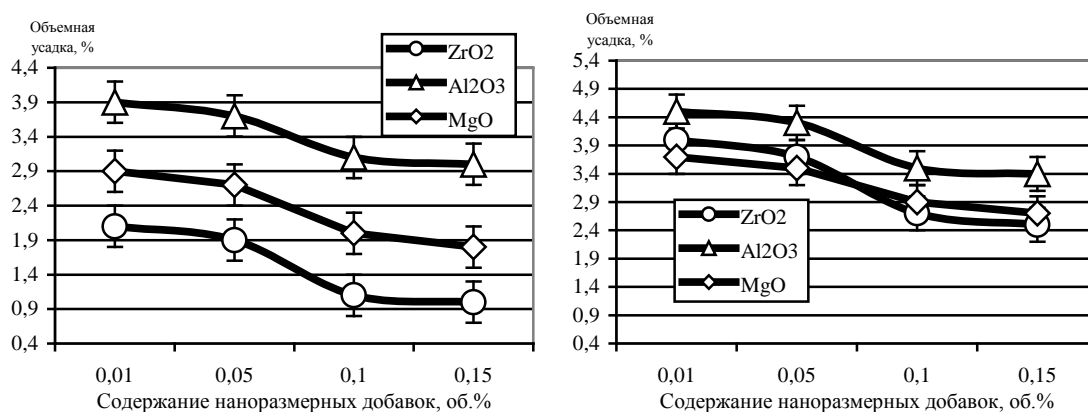


Рисунок 4 – Зависимость объемной усадки от концентрации нанодисперсных добавок:

а – матрица Al, б – матрица Al-Cu

Результаты исследований влияния оксидных нанодобавок на объемную усадку образцов после спекания показали (рис. 4), что для всех добавок усадка при спекании не превышает 4-4,5%. При концентрации наночастиц от 0,05 %об. и менее, различия между усадкой алюмокомпозитов с Al_2O_3 , MgO и ZrO_2 не наблюдаются, а при – 0,1-0,15 % об. в случае введения оксида алюминия усадка больше, что можно связать с возможным совпадением кристаллических решеток плёнок Al_2O_3 и модифицирующей наноразмерной добавки Al_2O_3 .

На рис. 5 представлены микроструктуры образцов алюмокомпозитов с добавками наночастиц оксида алюминия и оксида циркония при концентрации 0, 0,05, 0,1 и 0,15 % об. Видны мелкие немного вытянутые зёрна. Размер зёрен чистого алюминия составил 7 мкм. Средний диаметр зёрен материала с наночастицами составил 4-5 мкм (рис. 5 б-г). Причём наименьший диаметр зёрен соответствует количеству наночастиц равному 0,15 % об. (рис. 5).

Введение малых количеств наночастиц оксида алюминия препятствует рекристаллизации зёрен алюминия при спекании и сохраняет размер зёрен в спечённом материале на уровне размера частиц исходного порошка.

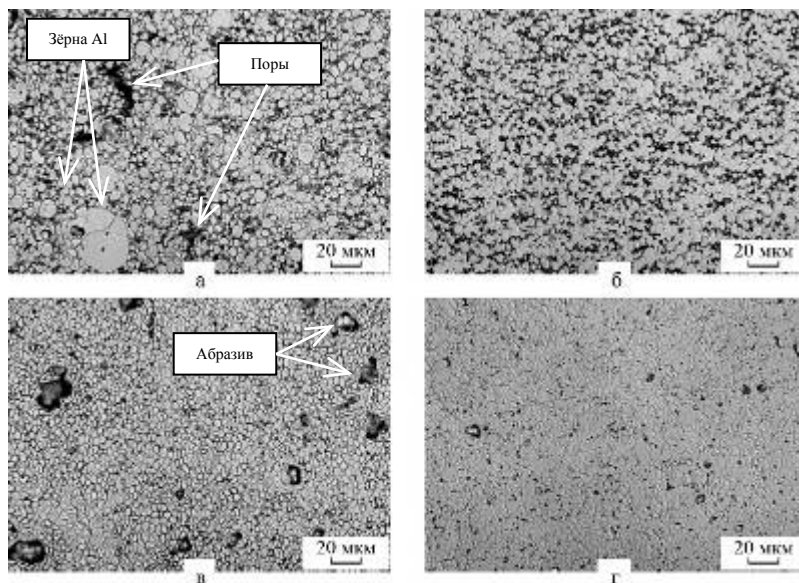


Рисунок 5 – Микроструктура алюмокомпозита: а – чистый алюминий, б – $\text{Al}+0,05 \text{ \% об. } \text{Al}_2\text{O}_3$, в – $\text{Al}+0,1 \text{ \% об. } \text{Al}_2\text{O}_3$, г – $\text{Al}+0,15 \text{ \% об. } \text{Al}_2\text{O}_3$

На рис. 6 представлены микроструктуры алюмокомпозитов с различными наночастицами.

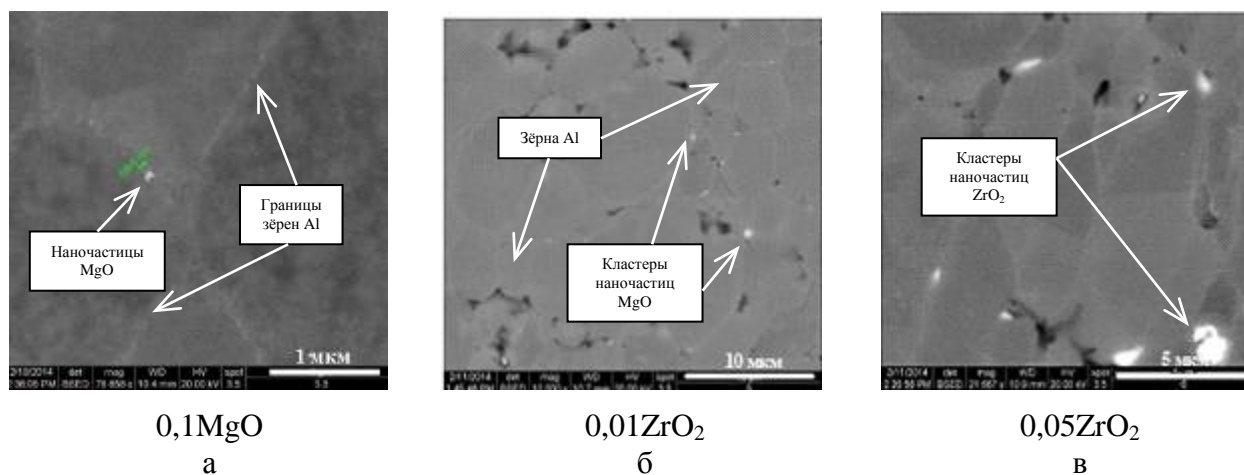


Рисунок 6 – Микроструктуры образцов, содержащих различные количества оксидов магния и циркония (% об.) с растрового электронного микроскопа

На рис. 6а – показаны отдельные наночастицы оксида магния, расположенные на границе зёрен алюминия. На рис. 6б и в представлена микроструктура композита с частицами наноксидов циркония. Видны крупные кластеры наночастиц ZrO_2 , расположенные по границам зёрен алюминия.

Во всех случаях с другими оксидными наночастицами их кластеры располагаются по границам зёрен матрицы, а в случае матрицы, легированной медью, наблюдаются пластинчатые выделения θ' -фазы (рис. 7, 8), которые можно рассматривать как вторую фазу, находящуюся в метастабильном равновесии с матричным раствором.

Исходя из анализа оптических и РЭМ изображений микроструктуры КМ с матрицей алюминий-медь (рис. 7), можно сделать вывод о влиянии нанодобавок на интенсивность роста зерна материала. Видно, что с увеличением концентрации наночастиц оксида магния от 0,01 до 0,15 %об. появляются крупные зёрна с большим количеством θ' -фазы $CuAl_2$. Кроме того, существует тенденция образования второй фазы $CuAl_2$ (что подтверждается результатами РФА) по границам зёрен алюминия в виде глобулярных и вермикулярных включений. В результате наблюдается синергетический эффект от внесения в порошковый алюминий порошковой меди и микроконцентраций наночастиц оксида магния в виде упрочнения алюмокомпозита по различным механизмам.

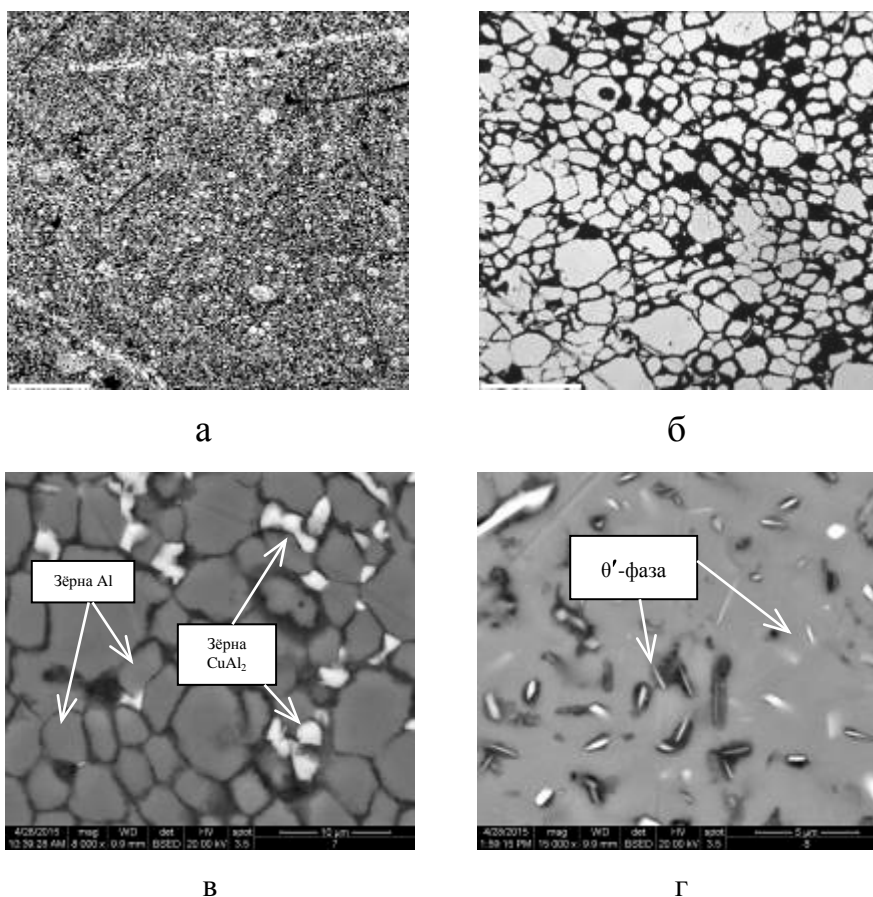


Рисунок 7 – Микроструктура алюмокомпозитов Al-Cu-0,01MgO: а,б – оптическое изображение, в – зёрна алюминия и CuAl₂, г – зоны θ'-фазы CuAl₂ внутри зерна матрицы

Для большинства образцов с наночастицами относительная плотность находилась в пределах 96,3 – 98,4%. В особенности добавка наночастиц MgO повлияла на существенное увеличение плотности алюмокомпозита, легированного медью. Снижение относительной плотности материалов без добавок наночастиц объясняется присутствием фазы CuAl₂, затрудняющей массоперенос.

Низкая плотность по сравнению с чистым порошком алюминия отмечена у алюмокомпозита, содержащего 0,1 и 0,15 об.% наночастиц оксида циркония. При этом материалы с 0,01 и 0,05 об.% ZrO₂ имели большую плотность, что может объясняться лучшим распределением в матрице частиц и меньшим размером и количеством их агрегатов.

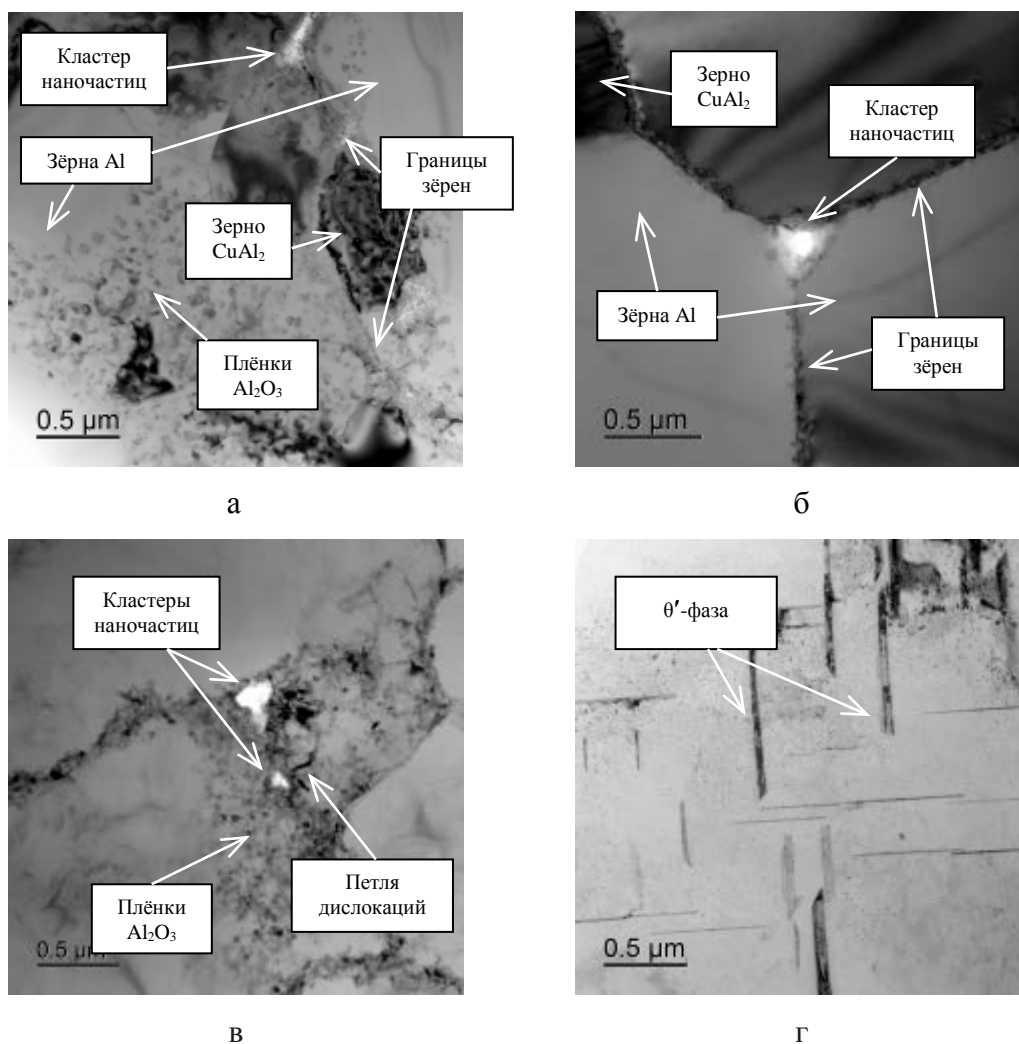


Рисунок 8 – ПЭМ-снимки микроструктуры алюмокомпозитов:

а – Al+MgO, б – Al+SiO₂, в, г – Al+Cu+MgO

В четвертой главе представлены результаты исследования механических и эксплуатационных свойств порошковых алюмокомпозитов с введенными наноразмерными частицами, а также моделирования механических свойств алюмокомпозитов с добавками нанопорошков оксидов с применением методов конечных элементов и градиентной теории упругости.

Для полученных порошковых алюмокомпозитов определяли зависимости микротвердости, предела прочности на растяжение, сжатие и изгиб от концентрации нанодисперсной добавки.

Прирост твёрдости по Бринеллю для алюминиевой матрицы составил около 30% (34,4НВ) при вводе 0,15 %об. наночастиц оксида алюминия. В случае с матрицей на основе Al-Cu максимальное повышение твёрдости по Бринеллю отмечено у материала с 0,15 %об. оксида алюминия и составило 17% (68 НВ).

Наибольшую твёрдость HV имеет композит с алюминиевой матрицей, содержащий 0,1 об.% наночастиц оксида алюминия, имеющего наивысший из используемых нанопорошков модуль Юнга, которая составляет $\sim 0,474$ ГПа. Для сравнения твёрдость HV спечённого алюминия без нанодобавок $\sim 0,337$ ГПа. Максимальная твёрдость по Виккерсу, равная 0,538 ГПа, алюминиевой матрицы, легированной медью, отмечена при содержании 0,15 %об. Al_2O_3 . Сама матрица без добавок имела твёрдость 0,450 ГПа.

С повышением концентрации нанодисперсных добавок твердость сначала увеличивается, а затем падает. Это можно объяснить тем, что слишком большое количество наночастиц равномерно, распределенных по границам частиц алюминиевого порошка, начинают препятствовать их спеканию. Изучая полученные зависимости, можно определить наиболее благоприятные концентрации для каждой вводимой нанодисперсной добавки (%об.): оксид алюминия – 0,1, оксид циркония – 0,1, оксид магния – 0,05, оксид кремния – 0,05. В случае легированных медью композитов: оксид алюминия – 0,15, оксид циркония – 0,1, оксид магния – 0,1.

Наличие в алюмокомпозитах наноразмерных частиц, равномерно распределенных в объеме, может существенно увеличить их предел прочности. Наноразмерные частицы будут способствовать затруднению движения дислокаций за счет следующих механизмов: дисперсного упрочнения и получения мелкозернистой структуры за счет того, что наноразмерные частицы будут препятствовать росту зерен.

Были получены экспериментальные зависимости предела прочности при растяжении алюмокомпозитов от типа вводимой нанодисперсной добавки и ее концентрации (рис. 9). Для материалов без легирующей меди отмечено увеличение прочности по сравнению с алюминием без наночастиц, в среднем на 30-50% (максимальное значение 155 МПа для Al-0,1% Al_2O_3). Для алюмокомпозита, легированного медью, увеличение предела прочности при растяжении составило в среднем 10-15% по сравнению с материалом без наночастиц (максимальное значение 340 МПа для Al-Cu-0,1% Al_2O_3 или ZrO_2).

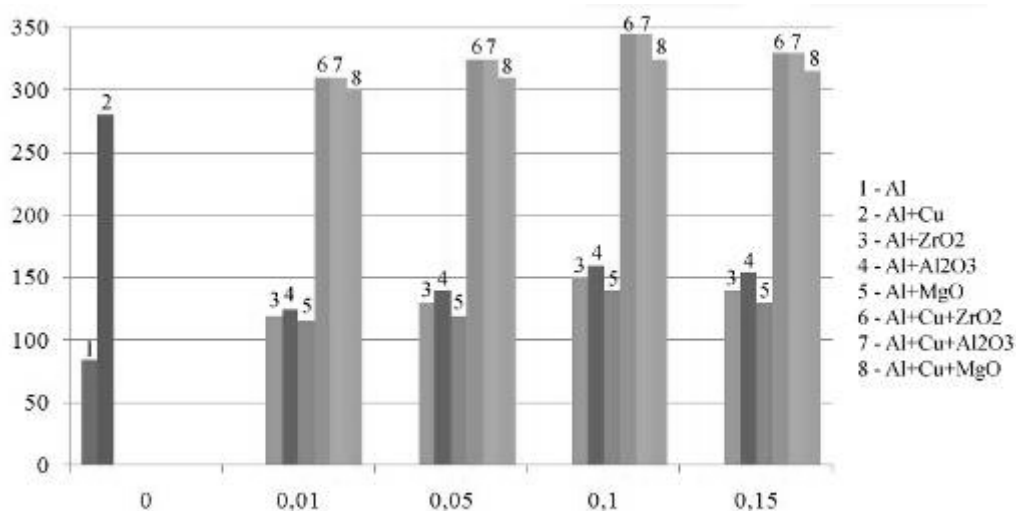


Рисунок 9 – Зависимость предела прочности при растяжении от количества вводимых наночастиц

Наибольшее значение предела прочности при растяжении имел алюмокомпозит состава Al-Cu+0,1 % ZrO₂ и Al-Cu+0,1 % Al₂O₃ (рис. 9).

Образцы алюминия, упрочнённые оксидом циркония, имели при концентрации наночастиц 0,01 %об. прочность на сжатие равную 135 МПа (рис. 10). Эти образцы имели существенные разрушения в виде трещин. Все остальные материалы не разрушались к концу испытания, происходило их расслоение и деформация. Прочность на сжатие алюминия без наночастиц составила около 80 МПа, при этом образец был разрушен.

Из легированных алюмокомпозитов наивысшее значение предела прочности на сжатие, равное 200 МПа, к концу испытания имели композиты, содержащие 4 % масс. меди и наночастицы MgO или ZrO₂ в количестве 0,05 %об. Прочность на сжатие материала с медью без наночастиц составила 130 МПа.

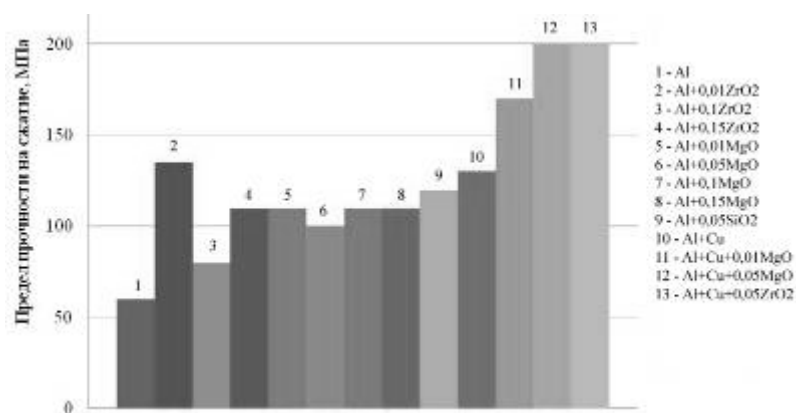


Рисунок 10 –Зависимость предела прочности при сжатии некоторых алюмокомпозитов от количества и типа наночастиц

Наибольший предел прочности при изгибе (рис. 11) для алюмокомпозитов был отмечен при содержании 1,5 об.% меди и 0,01 %об. наночастиц MgO и составлял ~315 МПа. Алюмокомпозит Al+Cu без наночастиц имеет предел прочности на изгиб, равный 277 МПа.

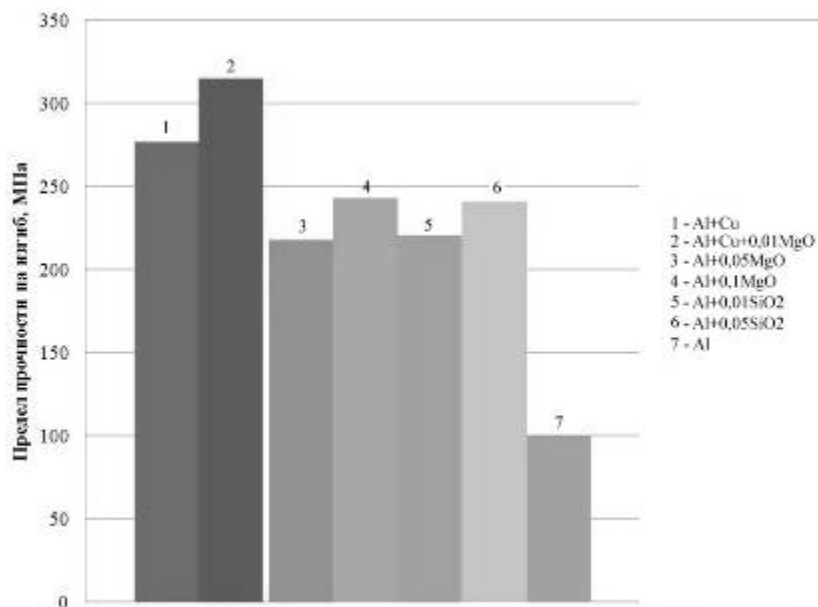


Рисунок 11 – Предел прочности на изгиб алюмокомпозитов

Полученные экспериментальные зависимости показали, что максимальные значения твердости и прочности достигаются за счет равномерного распределения наночастиц по объему композиционного материала на границах зёрен и активизации процесса спекания, за счёт существенного прироста диффузионной проницаемости границ зёрен матрицы.

В результате проведенных исследований предложен алгоритм оценки механических характеристик алюмокомпозитов с нанодисперсными оксидными включениями. Для расчетов предложено использовать модели механики композиционных материалов в рамках классической и градиентной теории упругости. Для вычислений также привлекалось численное моделирование с использованием метода конечных элементов. На основе имеющихся экспериментальных данных проведена идентификация всех параметров используемых моделей.

Расчет был выполнен по самосогласованной модели четырех сферических тел с параметрами: $E_M=62$ ГПа, $\nu_M=0,33$, $E_I=204$ ГПа, $\nu_I=0,31$, $E_L=40$ ГПа, $\nu_L=0,20$, $l_I=0,2706$ мкм, где E_M – модуль Юнга алюминиевой матрицы, ν_M – коэффициент Пуассона алюминия, E_I – модуль Юнга оксида циркония, ν_I – коэффициент Пуассона оксида циркония, E_L – модуль

Юнга межфазного слоя, ν_L – коэффициент Пуассона межфазного слоя, l_I – ширина межфазного слоя.

Проведенные расчеты позволили описать имеющиеся экспериментальные зависимости предела текучести композитов от объемного содержания включений (рис. 12, 13).

Для композита на основе алюминиевого порошка с добавками оксида циркония был выполнен расчет эффективного модуля Юнга с привлечением модели изолированного сферического включения в рамках градиентной теории упругости. В результате получили следующую расчетную зависимость эффективного модуля Юнга от концентрации включений в сопоставлении с экспериментальными данными (рис. 14). Из исследованных образцов наибольший модуль упругости имел алюмокомпозит $\text{Al}+0,01\text{ZrO}_2$ ~75 ГПа. Наибольший условный предел текучести отмечен у образца $\text{Al}+0,05\text{Al}_2\text{O}_3$ ~91 МПа.

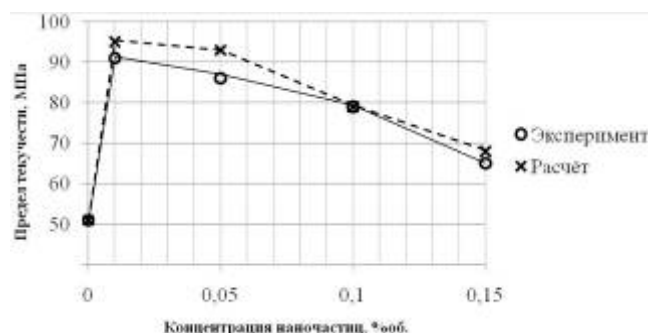


Рисунок 12 – Сопоставление результатов моделирования (пунктирная линия) и экспериментальных данных (черные точки) для композита с частицами ZrO_2

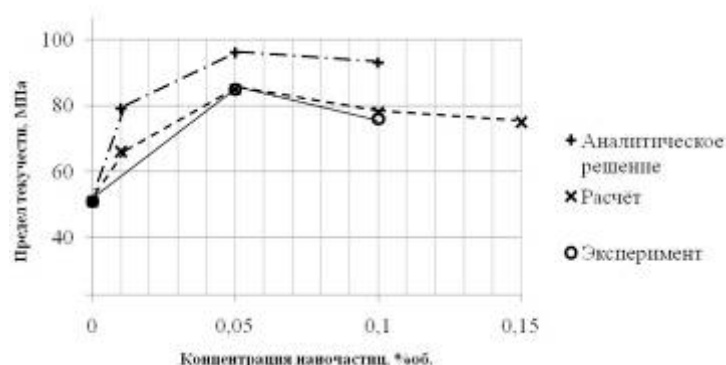


Рисунок 13 – Сопоставление результатов аналитического (штрих-пунктир) и численного (пунктир) моделирования и экспериментальных данных (чёрная линия) для композита с частицами Al_2O_3

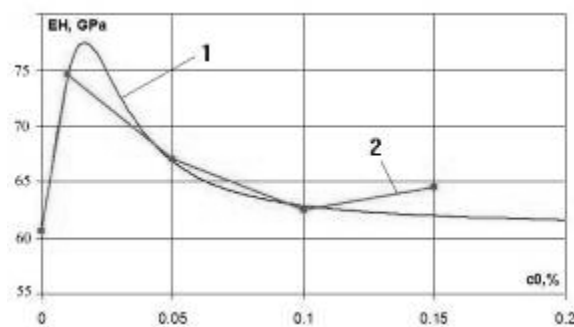


Рисунок 14 – Расчетная зависимость эффективного модуля Юнга
(1 — расчёт, 2 – эксперимент)

В пятой главе проанализированы результаты экспериментов и разработаны рекомендации по применению полученных порошковых алюмокомпозитов с повышенными механическими свойствами, в т.ч. в рамках СЧ НИР «Магистраль» (Нано). Приведены сведения о создании и испытаниях втулок М7.014.006, произведённых из разработанного алюмокомпозита (АСД-4+0,01%об. MgO+1,5%об. Cu), модифицированного микродобавками наночастиц. Изготовленные втулки предназначены для использования в узлах РКТ. В результате испытаний втулок получены следующие результаты: предел прочности на сжатие составил 147 МПа. Образцы при испытаниях не были разрушены. Максимальное усилие к концу испытаний составило 20 кН, растрескивания и разрушения не наблюдалось, при этом максимальное напряжение на втулках составляло 440 МПа при деформации в 64,5%.

Проведённое в программной среде ANSYS компьютерное моделирование распределения эквивалентных напряжений, рассчитанных по критерию Мизеса с учётом изотропности материала, в крыльчатке компрессора (рис. 15) турбо-компрессора генератора (ТКГ) транспортного энергетического модуля (ТЭМ) для экспедиции на Марс из алюминиевого композиционного материала (КМ Al+Cu+0,01Al₂O₃нано) дало следующие результаты:

- КМ способен выдерживать статические растягивающие нагрузки, возникающие при работе крыльчатки, т.к. их максимальное значение составило ~250 МПа, а предел прочности КМ на растяжение 340 МПа;
- обеспечивается несущая способность рабочего колеса компрессора для ТКГ ТЭМ.

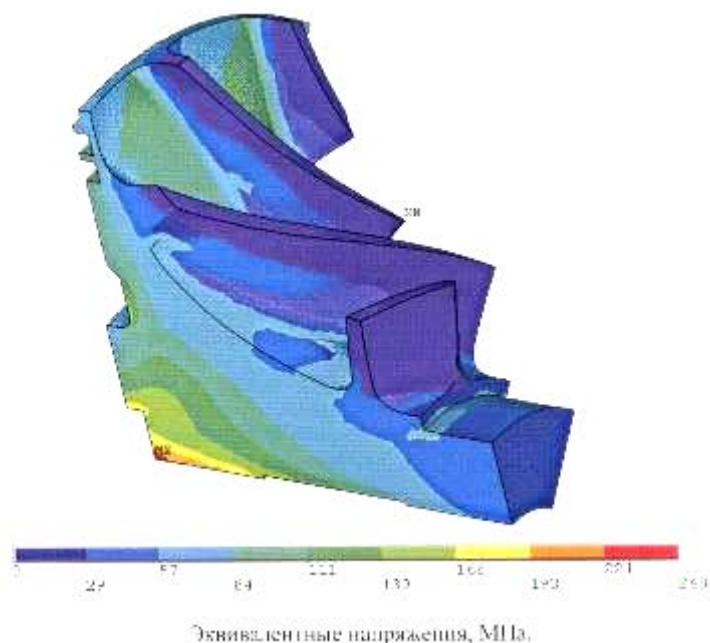


Рисунок 15 – Напряжённое состояние рабочего колеса центробежного компрессора, выполненного из материала $\text{Al}+\text{Cu}+0,01\text{Al}_2\text{O}_3$

Алюминиевый композиционный материал с добавками оксидных наночастиц, разработанный в ГНЦ ФГУП «Центре Келдыша», будет применяться для изготовления:

- крыльчаток компрессоров перспективных энергоустановок систем преобразования энергии, работающих при температурах $\leq 400^\circ\text{C}$ и окружных скоростях ≥ 300 м/с в нейтральной среде;
- крыльчаток насосов горючего (H_2 , CH_4) и насосов окислителя (O_2) разрабатываемых водородных и метановых ЖРД;
- крыльчаток насосов горючего (керосин) и насосов окислителя (O_2) в качестве аналога сплава АВПП (ЖРД 11Д58М).
- втулок болтовых креплений.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. На основании результатов расчёта в программной среде TEPRA установлены температуры начала образования наноксидов при плазмохимическом синтезе: оксида циркония – 3427°C , оксида алюминия – 3427°C , оксида магния – 3027°C , а также массовые доли образующегося после реакций молекулярного кислорода, что позволило снизить расход кислорода почти в 1,5-3 раза и повысить выход нанопорошков требуемого качества.

2. Разработан способ изготовления изделий (втулок, крыльчаток, прокладок) ракетно-космического назначения из порошковых алюмокомпозитов, модифицированных наноразмерными порошками оксида алюминия, оксида циркония, оксида магния и оксида кремния в количестве 0,01-0,15% об. и порошками меди микронного размера в количестве 3 % об., включающий смешивание (ультразвуковая гомогенизация в этаноле, сухое перемешивание в шаровой мельнице), прессование при $P=400$ МПа и спекание в вакууме при $T=650$ °С в течение 120 мин., получены образцы алюмокомпозитов с относительной плотностью 97%, заявка на патент РФ №2015116514 от 30.04.2015.

3. Определена оптимальная концентрация для каждой наноразмерной оксидной добавки, вводимой в алюмокомпозит, (%об.): оксид алюминия – 0,1, оксид циркония – 0,1, оксид магния – 0,05, оксид кремния – 0,05. В случае легированных медью композитов: оксид алюминия – 0,15, оксид циркония – 0,1, оксид магния – 0,1. Данные концентрации наноразмерных оксидных добавок позволили увеличить твёрдость на 138 НВ, прочность на сжатие на 50-75 МПа, прочность на изгиб на 40 МПа и прочность на растяжение на 50-70 МПа.

4. Исследовано влияния оксидных нанодобавок на объемную усадку алюмокомпозитов после спекания. Для всех алюмокомпозитов модифицированных микродобавками наноксидов усадка при спекании не превышает 4-4,5%. При концентрации наночастиц от 0,05 %об. различия между усадкой алюмокомпозитов с Al_2O_3 , SiO_2 , MgO и ZrO_2 не наблюдаются, а при – 0,1-0,15 % об., в случае введения оксида алюминия, усадка больше, что можно связать с когерентностью кристаллических решеток плёнок Al_2O_3 и вводимой наноразмерной добавки Al_2O_3 .

5. Установлено, что наименьший размер зерна (2,8-3,1 мкм) для алюмокомпозитов на основе Al с добавками наночастиц имели образцы с нано- SiO_2 при концентрации 0,05 и 0,1% об. и нано- MgO - 0,1% об.

6. Предложена компьютерная оптимизационная микромеханическая модель, основанная на градиентной теории упругости, применительно к алюмокомпозитам, модифицированным наноксидами (Al_2O_3 , ZrO_2 , MgO , SiO_2) в микроконцентрациях (0,01-0,15%об.), позволяющая проектировать прочностные свойства алюмокомпозитов.

7. Разработаны технические условия ТУ 410002-002-07365-2015 «Алюминиевый композиционный материал с микродобавками оксидных наночастиц» и технологическая инструкция ТИ ТУ 410002-002-07365-2015 «Изготовление алюминиевого композиционного материала с микродобавками оксидных наночастиц».

8. На предприятии ГНЦ ФГУП «Центр Келдыша» проведены стендовые испытания на сжатие втулок из алюмокомпозита Al- 1,5 % об. Cu- 0,01 % об. MgO, используемых в узлах РКТ, которые показали целесообразность его применения в дальнейшем производстве.

9. Для оценки потенциальной области применения разработанного алюмокомпозита проведено моделирование в среде ANSYS распределения критических нагрузок в крыльчатке для турбокомпрессора генератора (ТКГ) ядерного реактивного двигателя (ЯРД) транспортного энергетического модуля (ТЭМ) для экспедиции на Марс, которое показало пригодность его использования

Основные положения диссертации изложены в 13 печатных работах, из них 3 статьи в рецензируемых журналах из перечня, рекомендованного ВАК РФ:

1. Костиков В.И., Агуреев Л.Е., Еремеева Ж.В. Разработка упрочнённых наночастицами алюмокомпозитов для ракетно-космической техники //Известия вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия – 2014. – №1. – С.35-38.

2. Костиков В.И., Агуреев Л.Е., Еремеева Ж.В., Ситников Н.Н., Казаков В.А.. Алюмоматричные композиты с малыми добавками наночастиц оксидных материалов //Перспективные материалы – 2014. – №7. –С. 13-20.

3. Агуреев Л.Е., Костиков В.И., Еремеева Ж.В., Савушкина С.В. Влияние оксидных микродобавок на характеристики дисперсноупрочнённых порошковых материалов на основе алюминия //Технология лёгких сплавов– 2014. – № 3. –С.59-66.

4. Костиков В.И., Агуреев Л.Е. Алюмокомпозиты с малыми добавками наночастиц: технология и свойства //Нанотехнологии: наука и производство– 2013. – №6. – С.36-41.

5. Агуреев Л.Е., Костиков В.И., Еремеева Ж.В. Получение алюмокомпозитов с интегрированными наночастицами тугоплавких соединений. // V Всероссийская конференция по наноматериалам «НАНО2013». Сборник материалов Звенигород, 23-27 сентября 2013.. М: ИМЕТ РАН, 2013. –С. 322.

6. Агуреев Л.Е., Костиков В.И., Еремеева Ж.В. Композиты с металлической матрицей, упрочнённые наночастицами, для нужд космонавтики. // 4-ая Международная конференция «HighMatTech». Сборник материалов, Киев, 7-11 октября 2013. –С. 186.

7. Лисиенко В.Г., Агуреев Л.Е., Пареньков А.Е. Плазменно-акустическая установка для получения нанодисперсных порошков // Патент РФ на полезную модель, № 112073; заявл. 20.05.2011; опубл. 10.11.2011. – 2 с.

8. Агуреев Л.Е. Установка для плазмохимического получения наноматериалов / Л.Е.Агуреев. Повышение ресурсо- и энергоэффективности: наука, технология, образование. Труды Международного симпозиума, посвящённого 175-летию со дня рождения Д.И. Менделеева. Том 1. –М.: РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2009, с. 128-129.

9. Агуреев Л.Е. Алюмокомпозиты для пилотируемой экспедиции на Марс / Агуреев Л.Е., Костиков В.И., Еремеева Ж.В., К.С. Матюшин, А.В. Иванов, В.В. Ивлиева. Всероссийская научная Интернет-конференция с международным участием «Нанотехнология в теории и практике». Казань, 22 мая 2013 года. – с. 3-6.

10. Агуреев Л.Е. Влияние малых добавок наночастиц на структуру, плотность и жаростойкость алюмокомпозитов/ Л.Е.Агуреев. XI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (с международным участием). Москва, 16-19 октября 2014 года. –С. 22-23.

11. Агуреев Л.Е. Влияние объёмного наноструктурирования алюмокомпозита наноразмерным модификатором на твёрдость»/ Л.Е. Агуреев, В.И. Костиков, Ж.В. Еремеева, Н.Н.Ситников, С.В.Савушкина, В.В.Ивлиева, И.Н.Лаптев. V Международная конференция с элементами научной школы для молодёжи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества». Суздаль, 6 октября 2014 года. –С. 25.

12. Агуреев Л.Е. Алюмокомпозиты с малыми добавками наночастиц/ Л.Е.Агуреев, В.И.Костиков, Ж.В.Еремеева, А.А.Ашмарин, В.В.Ивлиева, Н.Н.Ситников. VI Международная научная конференция «Наноструктурные материалы - 2014» НАНО-2014. Минск, 7 – 10 октября 2014 года. –С. 105.

13. Агуреев Л.Е. Структура и свойства алюмокомпозитов с микродобавками наночастиц оксидных материалов. В.И.Костиков, Ж.В.Еремеева, Л.Е.Агуреев и др. Материалы 9-го Международного симпозиума: Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы, сварка. Минск, 8 – 10 апреля 2015 года. –С. 346-356.

Для заметок

Для заметок

