

DOI: 10.17223/9785946218412/300

THE DEGREE OF POLYMER OXIDATION AND ITS EFFECT ON STRUCTURE AND
PROPERTIES OF LDPE FILMS

^{1,2}Zykova A.K., ^{1,2}Pantyukhov P.V., ¹Monakhova T.V.,
¹Shatalova O.V., ¹Krivandin A.V., ^{1,2}Popov A.A.

¹*Emanuel Institute of Biochemical Physics, Russian Academy of Sciences, Moscow*

²*Plekhanov University of Economics, Moscow*

Low density polyethylene (LDPE) is the most commonly used polymer material. It has many advantages, such as low cost, good moisture and chemical resistance, availability of grades, which are permitted for food packaging and etc. Nevertheless, the biggest disadvantage of LDPE usage is its high stability to environmental degradation, which is the main reason of increasing polymer wastes.

Polymeric materials released into environmental media (soil or water) can be degraded under following factors: air, temperature, moisture, light (photo degradation), high energy, microorganisms and insects. These factors can influence on structure and properties of LDPE solely or as a combination.

The process of biodegradation consists of two or more consecutive stages. Firstly, abiotic (photo or thermo) oxidation takes place, then microbial biodegradation occurs. Initial abiotic oxidation is an important stage as it determines the rate of the entire process. In this first period, oxygen consumption by the carbon backbone influences on the formation of functional groups, such as carboxylic acids, esters, or aldehydes and alcohols as well. The hydrocarbon polymers change their behavior from hydrophobic to hydrophilic, and chain scission can be provoked. In the second stage, these fragments can be degraded by microorganisms' enzymes in soil or during composting.

The aim of the study was to examine how the degree of oxidation influenced on structure and properties of LDPE films and how it correlated with biodegradation process of composites on its basis.

Low-density polyethylene (LDPE) 15803-020 produced according to GOST 16337-77 by Neftekhimsevilen, LLC in Kazan, Russia was used for the study. The properties are as follows: density $0.919 \pm 0.002 \text{ g/cm}^3$, melting temperature $107 \text{ }^\circ\text{C}$, $\chi = 26 \pm 1\%$, $M_w = 1.0 \times 10^5$.

The films were pressed by a manual hydraulic press VNIR PRG-1-10 at $135 \text{ }^\circ\text{C}$ under 7 kN for 3 min followed by rapid cooling.

The temperature was set at $85 \text{ }^\circ\text{C}$ for LDPE in order to accelerate the oxidation process and examine the polymer stability in the solid phase, below the melting point. Samples of material were placed in the vessels in which the oxygen was under the pressure of 66 kPa. The vessels were placed in thermostat heated to a specific temperature. The intensity of the oxygen absorption by material was fixed during a certain time interval. Based on the data the kinetic curves of oxygen absorption were plotted. Volatile components were captured by potassium hydroxide. The experiment was carried out for 50, 100, 200, 300 and 400 hours respectively. As a reference, the other range of polyethylene samples was prepared. The hold up time was the same, but films were annealed at $85 \text{ }^\circ\text{C}$ in argon and under the pressure of 500 mm Hg in order to establish the impact of annealing on LDPE structure and properties.

X-ray diffraction measurements at wide angles were made on an HZG4 modernized X-ray diffractometer (Freiberger Präzisionsmechanik, Germany) in the Bragg-Brentano configuration, with a scintillation X-ray detector and a diffracted beam graphite monochromator ($\text{CuK}\alpha$ radiation). The average crystallite sizes were calculated from the width of diffraction lines by the Selyakov-Scherrer formula on making a correction for the instrumental line broadening.

Thermophysical parameters (polyethylene melting temperature and degree of crystallinity) were examined by differential scanning calorimeter Netzsch 214 Polyma (Germany). The temperature and melting enthalpy were calibrated with an indium standard. The mass of all samples encapsulated into aluminum flat pans was kept about 7 mg.

Секция 5. Деградация тонких пленок и многослойных покрытий как иерархически организованных структур

The kinetic curves of oxygen absorption of LDPE samples were obtained. There were 6 similar samples of pure LDPE held in the same conditions for different time intervals. The overlay of kinetic curves shows high capability of reproducing. In addition, there was no change in oxygen absorption for annealed PE in argon atmosphere.

In order to characterize the specifics of mechanism of thermal oxidation the anamorphosis of LDPE kinetic curve was plotted. The linear character of anamorphosis indicated that termination step was followed by quadratic chain-breaking process. In other words, the rate of chain-breaking process was corresponded to squared root from initiation stage rate.

To examine the changes in structure of crystallites in the LDPE samples, the method of X-ray diffraction (XRD) analysis was used. The diffraction pattern of LDPE had at wide X-ray scattering angles distinct diffraction lines corresponding to the crystalline phase of this polymer with an orthorhombic unit cell.

The crystallinity degree and average crystallite sizes were calculated from the width of (110) diffraction line. Crystallinity degree of oxidized LDPE increased with hold-up time. The values of crystallinity degree of annealed LDPE at first increased, but then varied in margin error. It can be explained by both annealing of amorphous areas and ordering of paracrystalline areas in polymer. It was concluded that the influence of oxygen on increase in crystallinity degree of LDPE was caused mainly by temperature factor. The average crystallite sizes of annealed and oxidized LDPE samples changed in margin error. The more exposure time was, the more average crystallite sizes were.

In order to establish the impact of oxygen and temperature factors on thermophysical properties of LDPE samples the differential scanning calorimetry in non-isothermal mode was applied.

It was found, that as oxidation time increased, crystallinity degree of oxidized LDPE samples rose. This increase can be attributed mainly to ordering of amorphous regions of polymer. The values of annealed PE samples varied insignificantly in dependence to annealing time.

DOI: 10.17223/9785946218412/301

**ВЛИЯНИЕ ПРОМЕЖУТОЧНЫХ СЛОЕВ Ti-Al НА РАЗРУШЕНИЕ
МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ Ti-Al-N ПРИ ОДНООСНОМ
РАСТЯЖЕНИИ И ИХ СТОЙКОСТЬ К ОКИСЛЕНИЮ**

Шугуров А.Р., Кастеров А.М., Кузьминов Е.Д.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Нанесение многослойных композиций, в составе которых чередуются слои материалов, характеризующихся различными типами химической связи, является одним из наиболее перспективных направлений повышения физико-механических характеристик защитных покрытий. В частности, введение вязких металлических слоев между хрупкими керамическими слоями позволяет существенно повысить трещиностойкость покрытий за счет диссипации энергии деформации при распространении в них вертикальных трещин. Кроме того, металлические слои способствуют релаксации напряжений в покрытиях, увеличению их твердости, а также подавляют рост столбчатых зерен, которые обеспечивают быстрое распространение трещин в глубь покрытия по границам зерен. Однако, учитывая большое число материалов, используемых для нанесения многослойных покрытий, свойства которых варьируются в широких пределах, на сегодняшний день отсутствует однозначное представление об оптимальной архитектуре подобных структур. Поэтому для определения оптимальных параметров требуются детальные исследования их поведения при различных внешних воздействиях. Целью данной работы является исследование механизмов разрушения и стойкости к окислению многослойных покрытий Ti-Al-N/Ti-Al.

Покрытия Ti-Al-N/Ti-Al наносили методом магнетронного распыления на подложки из стали 12X18H9T и ситалла. Для улучшения адгезии покрытий перед их напылением подложки подвергали очистке пучками ионов Ag⁺. Слои Ti-Al напыляли в атмосфере Ar. Осаждение слоев Ti-Al-N проводили в смеси газов Ar+N₂. Общее давление газов в рабочей камере в обоих случаях составляло 0,3 Па. Покрытия наносили на подложки, подогретые до температуры 280 °С. Были исследованы пять различных типов покрытий: однослойное покрытие Ti-Al-N и 4 многослойных композиции Ti-Al-N/Ti-Al, количество слоев в которых изменялось от 7 до 21, а соотношение толщин керамических и металлических слоев варьировалось от 3:1 до 1:2 (см. таблицу 1).

Таблица 1. Количество и толщина слоев в покрытиях на основе Ti-Al-N

Покрытие	Количество слоев Ti _{0,45} Al _{0,55} N / Ti _{0,45} Al _{0,55}	Толщина слоев Ti _{0,45} Al _{0,55} N / Ti _{0,45} Al _{0,55} , мкм	Относительная общая толщина слоев Ti _{0,45} Al _{0,55} N, %	Общая толщина покрытия, мкм
Ti _{0,45} Al _{0,55} N	1/-	3,0/0	100	3,0
ML1	4/3	0,5/0,3	69	2,9
ML2	11/10	0,21/0,07	77	3,0
ML3	4/3	0,6/0,2	80	3,0
ML4	4/3	0,3/0,6	40	3,0

Рентгеновский микроанализ покрытий показал, что соотношение Ti и Al во всех исследованных образцах составляет 45/55. Анализ картин рентгеновской дифракции выявил, что однослойное покрытие Ti_{0,45}Al_{0,55}N имеет ГЦК структуру типа NaCl и соответствует кристаллической решетке TiN, в которой Al частично замещает Ti, то есть представляет собой твердый раствор Ti_{0,45}Al_{0,55}N. Аналогичные пики Ti-Al-N на дифрактограммах многослойных покрытий свидетельствуют об одинаковом фазовом составе их керамических слоев и однослойного покрытия. Единственной кристаллической фазой металлических слоев является γ-фаза алюминида титана с тетрагональной структурой.

Измерение механических характеристик покрытий методом наноиндентирования показало, что нанесение промежуточных металлических слоев Ti_{0,45}Al_{0,55} приводит к существенному снижению твердости и эффективного модуля упругости покрытий уже при глубине проникновения индентора в образец, не превышающей толщину верхнего керамического слоя. При этом степень снижения механических характеристик покрытий

Секция 5. Деградация тонких пленок и многослойных покрытий как иерархически организованных структур

зависит как от относительной, так и от абсолютной толщины керамических и металлических слоев. Кроме того механические характеристики многослойных покрытий падают с увеличением глубины индентирования, что обусловлено растущим вкладом более мягких металлических слоев в механический отклик покрытия.

В результате проведенных исследований закономерностей механического поведения однослойных ($\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}\text{N}$) и многослойных ($\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}\text{N}/\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}$) покрытий на упруго-пластической стальной подложке при одноосном растяжении выявлен стадийный характер их разрушения, обусловленный последовательным развитием и конкуренцией между различными механизмами релаксации напряжений. Показано, что процесс разрушения покрытий состоит из четырех стадий, каждая из которых характеризуется различной скоростью роста плотности поперечных трещин. Установлено, что изменение архитектуры покрытий (их общей толщины и соотношения толщин металлических и керамических слоев) позволяет управлять характером развития конкурирующих механизмов их деформации и разрушения, обеспечивая повышение их надежности. Предложена методика количественной аттестации накопления повреждений в покрытиях в процессе растяжения, включающая в себя определение плотности распределения в них поперечных и перекрестных трещин, а также относительной площади скалывания.

Изучены закономерности деградации однослойных и многослойных покрытий в процессе изотермического отжига при температуре 900 °С. Установлено, что промежуточные слои $\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}$ оказывают существенное влияние на кинетику окисления и стойкость к окислению покрытий на основе системы Ti-Al-N. В однослойном покрытии с выраженной столбчатой зеренной структурой неплотные границы зерен способствуют интенсивной диффузии кислорода внутрь покрытия и ионов Al и Ti к его поверхности, приводя его быстрому окислению. В многослойных покрытиях $\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}\text{N}/\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}$ границы раздела между слоями препятствуют росту столбчатых зерен через всю толщину покрытия, существенно замедляя скорость диффузии. Кроме того, формирование плотного защитного слоя Al_2O_3 на поверхности металлических слоев $\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}$ значительно снижает скорость дальнейшего окисления покрытий, причем данный эффект усиливается с ростом толщины металлических слоев. Таким образом, наиболее высокую стойкость к окислению продемонстрировали покрытия $\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}\text{N}/\text{Ti}_{0,45}\text{Al}_{0,55}$ с соотношением толщин керамических и металлических слоев 1:2.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013–2020 гг. (направление III. 23.1.3).

DOI: 10.17223/9785946218412/302

**ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ Та В ПОКРЫТИЯХ Ti-Al-Ta-N НА ИХ СТРУКТУРУ
И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

¹Шугуров А.Р., ^{1,2}Кузьминов Е.Д., ¹Кастеров А.М., ^{1,3}Акулинкин А.А., ^{1,2}Панин А.В.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

²*НИИ Томский политехнический университет, Томск*

³*Томский научный центр СО РАН, Томск*

Покрытия на основе нитридов переходных металлов, в особенности системы Ti-Al-N, на сегодняшний день являются наиболее востребованными для защиты от износа и коррозии деталей и механизмов в обрабатывающей, авиакосмической, автомобильной, медицинской и других отраслях промышленности. Добавление Al в покрытия TiN позволило резко увеличить их стойкость к окислению (с 500 °С до 800 °С), а также обеспечить сохранение высоких значений твердости и износостойкости при повышенных температурах. Дальнейшие перспективы повышения надежности и долговечности покрытий на основе Ti-Al-N связаны с введением в их состав дополнительных элементов, то есть переход к системам, содержащим 4, 5 и более компонентов. В частности, легирование покрытий Ti-Al-N элементами IV и V групп (Zr, Hf, Nb и Ta) позволяет повысить их механические характеристики, износостойкость и термическую стабильность. Однако влияние легирующих добавок на характеристики подобных многокомпонентных покрытий в значительной степени определяется их относительным содержанием, что обуславливает необходимость поиска оптимального состава покрытий, обеспечивающего высокие значения прочности, вязкости разрушения, сопротивления образованию трещин и др. Цель данной работы – исследование влияния легирования Ta на структуру и механические свойства покрытий на основе Ti-Al-N, а также характер их деформации и разрушения при одноосном растяжении.

Осаждение покрытий выполняли методом реактивного магнетронного распыления на подложки из титанового сплава VT1-0 и Al₂O₃. Покрытия наносили с помощью двухмагнетронной распылительной системы, в которой использовались две мишени, состоящие из сплава Ti-Al (64 вес. % Ti и 36 вес. % Al) и Ta соответственно. Распыление проводили в среде из смеси газов аргона и азота при давлении 0,3 Па. Отношение парциального давления азота к общему давлению газовой смеси в рабочей камере поддерживали на уровне 0,23. Подложки подогревали до температуры 425 °С. Толщина покрытий составляла 3 мкм.

Методами атомно-силовой и сканирующей электронной микроскопии исследовано влияние содержания Ta на морфологию поверхности и микроструктуру покрытий Ti-Al-Ta-N. Установлено, что независимо от концентрации Ta покрытия характеризуются мелкозернистой морфологией поверхности и столбчатой зеренной структурой. Методом рентгеновской дифракции в условиях симметричной съемки исследованы микроструктура и фазовый состав покрытий Ti-Al-Ta-N. Выявлено, что все исследованные покрытия имеют ГЦК структуру типа NaCl, в которой Al и Ta частично замещают Ti. При этом с увеличением концентрации Ta от 0 до 65 ат. % происходит линейный рост параметра решетки покрытий с 0,417 до 0,434 нм. Кроме того, с ростом содержания Ta наблюдается изменение текстуры покрытий от (111) в образцах, содержащих 10 ат. % Ta, к (200) у покрытий с 65 ат. % Ta.

Аттестация механических характеристик покрытий Ti-Al-Ta-N методом наноиндентирования показала, что введение Ta приводит к снижению их твердости и эффективного модуля упругости по сравнению с покрытием Ti-Al-N. При этом твердость покрытий H слабо зависит от содержания Ta, тогда как модуль упругости E^* монотонно снижается во всем исследованном диапазоне концентраций Ta. В результате зависимость отношения H/E^* от содержания Ta имеет максимум при 30-35 ат. %. На основе измерений кривизны прогиба подложки методом контактной профилометрии проведены расчеты остаточных внутренних напряжений в покрытиях с помощью формулы Стоуни. Показано, что введение Ta способствует росту сжимающих напряжений в покрытиях. При этом наиболее

Секция 5. Деградация тонких пленок и многослойных покрытий как иерархически организованных структур

сильные напряжения также развиваются в покрытиях с 30-35 ат. % Ta, где они достигают величины 3,9 ГПа.

Исследованы закономерности механического поведения покрытий Ti-Al-Ta-N на подложке Ti при одноосном растяжении. Показано, что деформация и разрушение покрытий происходит посредством последовательного развития и конкуренции между различными механизмами релаксации напряжений, которые включают в себя образование поперечных и диагональных трещин, а также изгиб и отслоение образовавшихся фрагментов покрытий. Установлено, что процесс разрушения покрытий состоит из нескольких стадий, каждая из которых характеризуется различной скоростью роста плотности распределения трещин. Определен диапазон концентраций Ta, в котором покрытия Ti-Al-Ta-N характеризуются наиболее высокой стойкостью к образованию трещин.

Таким образом, в результате проведенных исследований изучены закономерности изменения структуры и механических характеристик покрытий Ti-Al-Ta-N с увеличением в них содержания Ta, а также выработаны рекомендации по их оптимальному элементному составу.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант №18-19-00589).

DOI: 10.17223/9785946218412/303

ИМПЛАНТАЦИЯ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ ИОНАМИ АЛЮМИНИЯ, БОРА, КИСЛОРОДА И ЕЁ КОРРОЗИОННАЯ СТОЙКОСТЬ

Дорофеева Т.И., Губайдулина Т.А., Сергеев О.В., Сунгатулин А. Р., Сергеев В.П.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия
dorofeeva@ispms.tsc.ru

Защита металлических деталей машин и механизмов от коррозии осуществляется путём нанесения покрытий, получаемых, как правило, гальваническими методами. К ценным свойствам гальванического метода следует отнести возможность регулирования толщины покрытия, особенно в тонких слоях. Однако, процесс гальванического нанесения покрытия, а также предварительное травление стали в кислотах согласно ГОСТ 9.305-84, вызывает наводороживание металла. Для деталей прецизионной техники это недопустимо.

Одним из способов решения описанной проблемы может стать замена гальванических методов получения покрытий на современные вакуумные технологии. Эти технологии позволяют получить качественное защитное покрытие без пор и микротрещин за один технологический цикл.

В связи с этим, целью данной работы явилось получение специального покрытия на образцах стали 12Х18Н9Т-ВД с использованием методов вакуумной ионно-пучковой модификации поверхностного слоя.

Для модифицирования поверхностного слоя изделий и экспериментальных образцов использовалась вакуумная технологическая установка УВН-05МД «КВАНТ», на которой смонтированы ионные имплантеры: непрерывный источник газовых ионов с полым катодом «ДИОНИС-2» и вакуумно-дуговой импульсный источник ионных пучков «ДИАНА-3. Образец помещали в камеру на вращающийся стол, расположенный на одном из сателлитов планетарного механизма поворота, с помощью которого можно переводить его без развакуумирования в положение напротив любого из двух обрабатывающих устройств. Вакуум создавали в камере с помощью безмаслянных откачных средств (форвакуумный спиральный насос и высоковакуумный криогенный насос), обеспечивающих величину остаточного давления газов не более 6×10^{-4} Па. Образцы сначала подвергались одновременной имплантации ионами алюминия и бора с ускоряющим напряжением 80 кВ и флюенсом $1 \cdot 10^{17}$ ион/см² и затем имплантации ионами кислорода с ускоряющим напряжением 10 кВ и флюенсом $1 \cdot 10^{18}$ ион/см².

Определение величины шероховатости поверхностно-модифицированного слоя (ПМС) экспериментальных образцов проводили при помощи контактного профилографа Alpha-Step IQ Surface Profiler.

Изменение массы образцов после ионной обработки производили на фольгах размером $\varnothing 35 \times 0,2$ мм, изготовленных из материала экспериментальных образцов. Массу фольг до и после обработки измеряли на аналитических весах ВЛР-200.

Для испытаний образцов с поверхностно-модифицированным слоем на коррозионную стойкость использовался испытательный стенд. Испытательный стенд представляет собой камеру с автоматической подачей соляного тумана и автоматическим таймером. Образцы перед испытаниями обезжиривались органическими растворителями: бензином, спиртом этиловым, не оставляющими следов на поверхности полированных образцов.

Образцы исследовались методом ВИМС для определения концентрации алюминия, бора и кислорода в поверхностном слое. Предельная концентрация алюминия, бора и кислорода в образце 1, 5 и 0,3 ат. % соответственно. При этом, имплантация ионов кислорода привела к травлению поверхности модифицированного ионами алюминия и бора образца. Модифицированный ионами алюминия и бора поверхностный слой после имплантации ионов кислорода стравился на ~ 70 нм. При этом ионы кислорода, алюминия и бора оказались на глубине до ~ 9 нм, ~ 35 нм и ~ 60 нм соответственно.

Секция 5. Деградация тонких пленок и многослойных покрытий как иерархически организованных структур

Проведены измерения шероховатости экспериментальных образцов, после ионной обработки. Ионная обработка не приводит к ухудшению шероховатости поверхности экспериментальных образцов, а приводит к некоторому улучшению вследствие травления поверхностного слоя в результате высокоэнергетической ионной обработки. Таким образом, качество поверхности напрямую зависит от предварительной подготовки поверхности образцов перед ионной обработкой.

На рис. 1 приведено изменение массы образцов из стали 12Х18Н9Т-ВД в зависимости от времени при испытаниях на коррозионную стойкость.

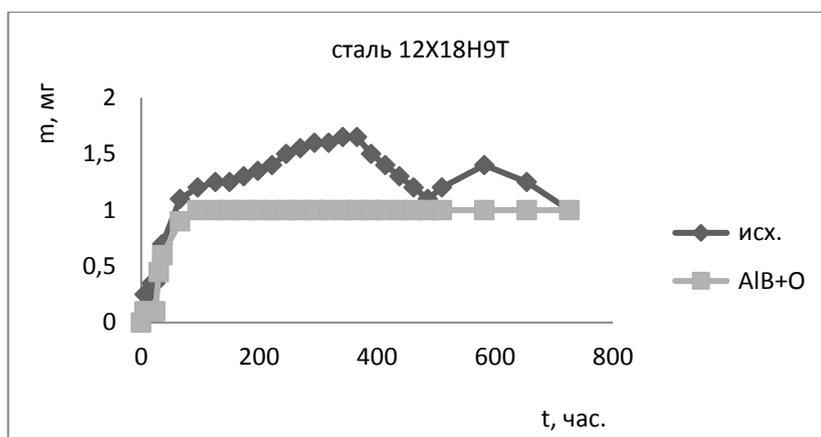


Рис.1. Изменение массы образцов из стали 12Х18Н9Т-ВД в зависимости от времени.

На исходных образцах из стали марки 12Х18Н9Т-ВД наблюдаемое изменение массы свидетельствует об образовании шпинельных соединений типа Fe_xCr_yO , характерных для хромистых сталей.

Изменение массы образцов, которые сначала подвергались одновременной имплантации ионами алюминия и бора с последующей имплантацией ионами кислорода O^{2-} прекратилось через 60 часов коррозионных испытаний.

Выводы

Таким образом, в результате проведенных исследований установлено, что при режиме ионно-пучкового пассивирования поверхности образцов из стали 12Х18Н9Т-ВД: имплантация ионов алюминия и бора с ускоряющим напряжением 80 кВ и флюенсом $1 \cdot 10^{17}$ ион/см² с последующей одновременной имплантацией ионов кислорода с ускоряющим напряжением 10 кВ и флюенсом $1 \cdot 10^{18}$ ион/см² предельная концентрация алюминия, бора и кислорода в образце 1, 5 и 0,3 ат. % соответственно

Установлено, что ионная обработка не приводит к ухудшению шероховатости поверхности экспериментальных образцов, а приводит к некоторому улучшению вследствие травления поверхностного слоя в результате энергетической ионной обработки.

Определено, что при ионной обработке образцов поверхностный слой образцов распыляется. Убыль массы стальных образцов составила $\sim 0,12$ мг/см².

Коррозионные испытания образцов показали, что через 60 часов на имплантированных образцах прекращается коррозионный процесс.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/304

ОСОБЕННОСТИ ДИФФУЗИИ В ПЕРЕХОДНОЙ ЗОНЕ «ПОКРЫТИЕ (Si,Ta) –
ПОДЛОЖКА (TiNi)» ПРИ ВНЕШНЕМ НАГРЕВЕ

^{1,2}Князева А.Г., ¹Крюкова О.Н., ¹Маслов А.Л.

¹ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²ФГАОУ ВО НИ «Томский политехнический университет», Томск

Сегодня в медицине для изготовления различных имплантантов широко применяются изделия из материалов с эффектом памяти формы, в том числе, из никелида титана – давно известного и хорошо изученного сплава, обладающего этим свойством [1]. Однако использование никелида титана в медицинских целях осложнено токсичностью никеля, считающегося канцерогеном и аллергеном [2]. Для решения этой проблемы на поверхности изделий формируют различные барьерные покрытия. К таким покрытиям предъявляется ряд требований: они должны обладать значительной адгезионной прочностью, быть стойкими к коррозии, не ухудшать полезные механические свойства изделий и при всем этом быть биосовместимыми.

Одним из перспективных методов получения таких покрытий является воздействие на специальную пленку, предварительно нанесенную на поверхность изделия, потоком электронов [3]. Для осаждения могут быть использованы различные элементы [4], в том числе, кремний и тантал. При этом в переходном слое между покрытием и подложкой формируется многокомпонентный и многофазный материал. Процесс образования и структуру переходной зоны достаточно сложно изучать и интерпретировать. Важную роль в таких исследованиях может играть математическое моделирование.

В настоящей работе проанализирована особенность формирования переходных слоев между покрытиями из кремния и тантала и подложкой из TiNi в окрестности границ разделяющих зерна, которые образуют подложку. Зерна и границы рассматриваются при этом как отдельные фазы с разными диффузионными свойствами. В случае микрозерен размер граничной фазы мал по сравнению с размером объемной фазы. В случае нанозерен размеры фаз сопоставимы, с чем связаны особенности формирования состава переходной зоны.

Для описания процесса формирования переходной зоны рассматривается часть образца, включающая половины трех зерен и границы между ними. Межзеренная граница охарактеризована коэффициентом диффузии, превышающим коэффициент диффузии в самом зерне.

Было принято, что влияние на образец падающего потока электронов сводится к его нагреву. При этом считалось, что нагрев осуществляется таким образом, что температура одинакова во всем изделии. Такому приближению соответствует значительно большее значение коэффициента температуропроводности для твердых тел по сравнению с коэффициентом диффузии.

Эти соображения позволяют определять динамику температуры из уравнения теплового баланса, включающего источники, связанные с внешним нагревом и тепловыми эффектами химических реакций. Диффузия кремния и тантала описывается двумерными уравнениями диффузии. Эволюция концентраций неподвижных продуктов химических реакций описывается уравнениями химической кинетики.

Задача сформулирована в безразмерном виде, и решена численно, с использованием неявных конечно-разностных схем. Было показано, что в зависимости от интенсивности межзеренной диффузии (которая зависит от предварительной обработки и способа получения никелида титана) возможно формирование различной фазовой структуры вблизи покрытия и границ зерен.

1. Kauffman G.B., May I. The Story of Nitinol: The Serendipitous Discovery of the Memory Metal and its Application // Chemical Educator. 1997. Vol. 2. P. 1-21.
2. Es-Souni M., Es-Souni M., Fischer-Brandies H. Assessing the biocompatibility of NiTi shape memory alloys used for medical application // Analytical and bioanalytical chemistry. 2005. Vol. 381(3). P. 557-567.
3. Boiko V.I., Valyaev A.N., Pogrebnyak A.D. Metal modification by high-power pulsed particle beams // Physics-Uspekhi. 1999. Vol. 42. P. 1139–1166.
4. Lotkov A.I., Meisner L.L., Matveeva V.A., et al. Effect of silicon, titanium, and zirconium ion implantation on NiTi biocompatibility. Special issue on «Modification, synthesis, and analysis of advanced materials using ion beam techniques» // Advances in Materials Science and Engineering. 2012. Vol. 2012. 16 p.

DOI: 10.17223/9785946218412/305

**НАНОКОМПОЗИТНЫЕ Ti-Ni-Nb И Ti-Ni-Ta ПОВЕРХНОСТНЫЕ СПЛАВЫ:
МОДЕЛИРОВАНИЕ, АДДИТИВНЫЙ ТОНКОПЛЕНОЧНЫЙ ЭЛЕКТРОННО-
ПУЧКОВЫЙ СИНТЕЗ И ХАРАКТЕРИСТИКА МИКРОСТРУКТУРЫ**

^{1,2}Мейснер Л.Л.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

²*Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск*

В настоящее время существует актуальная потребность в легко интегрируемых и миниатюризируемых материалах, способных совершать механическую работу, обратимо деформироваться с максимально долгим сохранением эксплуатационных характеристик. Для этих целей лучшим выбором являются TiNi сплавы с эффектами памяти формы и сверхэластичности (ЭПФ-СЭ) в виде низкоразмерных изделий (проволока, листовой прокат и пр. субмикронной толщины). Соотношение приповерхностного объема, подвергаемого наибольшей деформации и опасности разрушения, и внутреннего объема, обеспечивающего эксплуатационные характеристики материала, в этих случаях становятся соизмеримыми. В этой связи проблемой является создание тонкого (толщиной до нескольких микрометров) функционального поверхностного слоя, обеспечивающего высокие усталостные характеристики в интервале значительных циклических нагрузок (~10 %).

В последнюю декаду набирают темп исследования, связанные с разработкой и использованием тонкопленочных аморфных/наноккомпозитных покрытий, чаще всего полученных магнетронным методом, для повышения поверхностно-чувствительных свойств и, прежде всего, усталостных характеристик конструкционных сплавов (сплав Ti-6Al-4V и др.). Последнее связано с тем, что развитие полос локализованного сдвига в подложке и зарождение усталостных трещин на ее поверхности тормозятся за счет однородного пластического течения тонкой аморфной пленки. Ключевым фактором, определяющим усталостное поведение подобных систем, является адгезия пленки к подложке: чем выше адгезия, тем выше их усталостная долговечность.

Проблема адгезии функциональных тонкопленочных покрытий, ограничивающая их потенциальные применения, может быть решена путем формирования на металлических подложках тонких (≤ 1 мкм) поверхностных сплавов (ПС) с наноккомпозитной структурой.

В докладе обсуждаются результаты: (1) термодинамического моделирования и тепловых расчетов, использованных для выбора составов сплавов на основе Ti-Ni-Nb и Ti-Ni-Ta с заданным типом атомного структурного состояния (аморфное, аморфно-нанокристаллическое (наноккомпозитное), нанокристаллическое) и режимов их синтеза на подложках из TiNi сплава; (2) экспериментального исследования микроструктуры поверхностных Ti-Ni-Nb и Ti-Ni-Ta сплавов; (3) исследования физико-механических и биохимических свойств образцов с поверхностными сплавами. Показано, что эти поверхностные сплавы, толщиной 1-2 мкм, сформированные путем 10-30 кратного повторения отдельного цикла синтеза – осаждения пленок Ti-Nb/Ti-Ta толщиной 50-100 нм на TiNi подложку и с последующим 5-кратным электронно-пучковым плавлением и перемешиванием с TiNi подложкой, имеют, многослойную аморфно-наноккомпозитную структуру с градиентно изменяющимся химическим составом. Переходная зона между поверхностными сплавами и подложкой толщиной ~1 мкм, характеризуется монотонным по глубине замещением ниобия или тантала никелем и диффузионным переходом к подложке из никелида титана, обеспечивая высокую адгезию поверхностного сплава с подложкой.

Разработка способа электронно-пучкового синтеза и исследования структуры поверхностных сплавов выполнены при финансовой поддержке проектом РФФ №18-19-00198 (26.04.2018). Исследования физико-механических и биохимических свойств образцов выполнены в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, проект III.23.2.1.

DOI: 10.17223/9785946218412/306

**ИЗНАШИВАНИЕ МАГНЕТРОННЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ
СИСТЕМЫ Cu–Mo–S В УСЛОВИЯХ ПРИЛОЖЕНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ТОКА**

¹Жарков С.Ю., ^{1,2}Сергеев В.П., ^{1,2}Калашников М.П.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Россия,*

²*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Россия*

retc@ispms.tsc.ru

Поиск методов повышения срока эксплуатации электроконтактных пар трения, принимающих слабые электромагнитные сигналы в условиях непрерывного вращения, для перспективных космических аппаратов на сегодняшний день является актуальной задачей. Твердосмазочные покрытия на основе дихалькогенидов широко используются в качестве антифрикционных систем в различных отраслях. Этому способствует низкий коэффициент трения (аномально низкий в условиях вакуума), достаточно высокая термическая стабильность и хорошая воспроизводимость. Однако, использование покрытий из чистого дисульфида молибдена в качестве смазки электроконтактных пар трения проблематично из-за его относительно низкой электропроводности. Одним из возможных путей решения этой задачи представляется осаждение композитных покрытий на основе системы Cu–Mo–S, обладающих низким коэффициентом трения и высокой электропроводностью. Целью работы является изучение триботехнических свойств нанокompозитных покрытий на основе Cu–Mo–S в условиях трения в атмосфере аргона с приложением электрического тока малой плотности.

Испытания на износ нанокompозитных покрытий на основе системы Cu–Mo–S в среде аргона в специальной малогабаритной машине трения с малыми нагрузками в паре с медным контртелом показали, что приложение переменного тока малой плотности (0,05 мА/см²), характерного для информационных сигналов в сканерах-зондировщиках спутников дистанционного зондирования Земли, не приводит к существенной разнице в характере трения исследуемых покрытий. Приложение тока с выбранными параметрами в зону трения не приводит к возникновению поверхностной эрозии, что подтверждается проведенными исследованиями морфологии следа износа с помощью растрового электронного микроскопа. Полученная кривая изнашивания медного образца с покрытием Cu–Mo–S при трении в паре с медным контртелом в атмосфере аргона в условиях приложения тока малой плотности характерна для усталостного изнашивания.

Таким образом, установлено, что приложение переменного электрического тока плотностью 0,05 мА/см² через контакт «медный образец с покрытием Cu–Mo–S – медное контртело» не вызывает появление поверхностной эрозии на поверхности образца и не влияет на процесс изнашивания таких покрытий.

DOI: 10.17223/9785946218412/307

**КИНЕТИКА ТЕРМООКСИЛИТЕЛЬНОЙ ДЕСТРУКЦИИ ПОЛИМЕРНЫХ СМЕСЕЙ
НА ОСНОВЕ ПОЛИЛАКТИДА**

^{1,3}Подзорова М.В., ^{2,3}Тертышная Ю.В., ^{1,2}Попов А.А.

¹Российский экономический университет имени Г.В. Плеханова, Москва, Россия

²Институт биохимической физики имени Н.М. Эмануэля РАН, Москва, Россия

³ Федеральний научный агроинженерный центр ВИМ, Москва, Россия
mariapdz@mail.ru

Термоокисление - один из наиболее распространенных и важных процессов, в котором участвуют полимерные материалы. Этот процесс сопровождается получением и переработку полимеров и полимерных композиций, эксплуатацию изделий из них и обычно приводит к ухудшению свойств материала. Процессы термоокисления полимеров и в особенности смесей полимеров очень сложны по химической природе и изучаются не один десяток лет. Кинетика процесса окисления в таких системах может сильно отличаться по составу.

В данной работе исследовалось термическое окисление бинарных смесей на основе полилактида и полиэтилена низкой плотности с добавлением состаренного полиэтилена как аналога вторсырья при разных температурах (80, 90, 110 °С).

Для получения композиций были использованы ПЭНП марки 15803 – 020 (Россия), ПЛА марки 4032D производства компании Nature works (США) и состаренный ПЭНП (ПЭНП_с) в количестве 10, 20, 30 мас. % (Т = 90 °С, время окисления 250 часов). Содержание ПЛА в смеси было следующим: 20, 30, 50, 70, 80, 100 мас. %.

Для оценки теплофизических характеристик полученных образцов, а также анализа композиций после термоокисления, был использован метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), исследован процесс термоокисления образцов при разной температуре.

На манометрической установке в процессе исследования кинетики термического окисления полимеров при 80, 90, 110 °С и давлении кислорода 300 мм рт ст было выявлено, что ПЛА имеет низкую степень поглощения кислорода по сравнению с чистым ПЭНП. Введение в композицию ПЭНП_с ускоряет процесс термоокисления при всех исследуемых температурах.

Для количественной оценки процесса термического окисления была рассчитана энергия активации (E_a). Энергия активации чистых полимеров составляет для ПЛА - 130 кДж/моль, ПЭНП – 112 кДж/моль, ПЭНП_с – 75,5 кДж/моль. В композициях ПЛА:ПЭНП значение E_a меняется в зависимости от содержания ПЛА в смеси, так для композиции с 70 мас. % ПЛА $E_a = 75,7$ кДж/моль, а для смеси 50:50 $E_a = 52,5$ кДж/моль. Видно, что по сравнению с чистыми полимерами E_a композиций ниже, что свидетельствует о более быстром процессе начала окисления.

Для изучения процессов фазовых переходов в исследуемых смесях при термоокислении, методом дифференциальной сканирующей калориметрии были получены термограммы плавления до и после процесса термоокисления при данных температурах в течение 25 часов.

При 110 °С повышается пик стеклования ПЛА с 58 до 65 °С, а при 80 °С – до 71 °С и исчезает пик кристаллизации в области 96-98 °С. Температура плавления увеличивается, но не так значительно, как T_c , всего на 3 °С.

В композициях отмечается исчезновение пика стеклования и кристаллизации ПЛА, температура плавления ПЛА и ПЭНП увеличивается на 3-4 °С. Что касается чистого ПЭНП и ПЭНП_с, то их $T_{пл}$ практически не меняется, однако форма пика указывает на возможное появление дефектов в кристаллитах и изменения в структуре по сравнению с исходным образцом.

Таким образом при изучении термоокисления установлено, что процесс поглощения кислорода зависит от состава смеси, т.е. от содержания компонента с высокой степенью кристалличности – ПЛА.

DOI: 10.17223/9785946218412/308

ВЛИЯНИЕ ТЕРМООКИСЛЕНИЯ НА БИОДЕГРАДАЦИЮ ИЗОТАКТИЧЕСКОГО ПОЛИПРОПИЛЕНА, ПОЛИАМИДА 6/66-4 И СМЕСЕЙ НА ИХ ОСНОВЕ.

^{1,2}Воронцов Н.В., ²Марголин А.Л., ^{1,2}Попов А.А.

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт биохимической физики им. Н.М. Эмануэля Российской академии наук, Москва, Россия

²Российский экономический университет им. Г.В. Плеханова, Москва, Россия

Одним из наиболее эффективных способов решения проблемы полимерного мусора является производство биоразлагаемых полимеров, которые способны деградировать под действием естественных факторов окружающей среды.

Известно из литературы, что разрушение полиолефинов, к которым относится и полипропилен, длится более 400 лет. В то же время показано, что полиамид способен деградировать значительно быстрее, а при его окислении срок его разложения сопоставим с биополимерами натурального происхождения.

Для придания полипропилену биоразлагаемых свойств мы вводили в него полиамид путем смешивания. Объектами исследования являлись плёночные образцы на основе изотактического полипропилена (ПП, марка 01030 Каплен (ТУ 2211-015-00203521) ОАО «Газпромнефть-Московский НПЗ») с 5, 10, 20, 30, 40, 50 мас.% полиамида 6/66-4 (ПА, марка 6/66-4, ООО «Анид», г. Екатеринбург). Компаундирование полимеров осуществлялось на смесителе типа Брабендер (ИХФ РАН, Россия) при $190 \pm 2^\circ\text{C}$ в атмосфере аргона с последующим прессованием (толщина пленок около 100-150 мкм). Термоокисление проводили в термостате при $140 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 31 часа. Влияние биодеградации на образцы проводили в открытом грунте (ГОСТ 9.060-75) в течение 4 месяцев. Теплофизические свойства анализировали на оборудовании Netzsch DSC 214 Polyma, структуру пленок до и после термоокисления анализировали с помощью ИК-спектроскопии на приборе Perkin Elmer. С помощью оптического микроскопа Zeiss исследовали образцы на видимые внешние изменения и рост мицелия.

Показано, что наибольшей деструкции с обильным обрастанием гифами микромицетов подверглись пленки с содержанием 30-50% масс. ПА, как предокисленные, так и неокисленные. Особенные изменения видны на образцах, которые были предварительно окислены. Так же изменения в ходе биодеградации смесей обнаружены с помощью ДСК: значительные изменения энтальпий плавления и кристаллизации, увеличение температур кристаллизации. На ИК-спектрах предварительно окисленных образцов после грунта заметно уменьшение полос в области поглощения амидных, карбонильных и аминогрупп.

Полученные результаты показывают, что исследованный ПА можно использовать в качестве биоразлагаемой добавки для ускорения биодеградации материалов.

DOI: 10.17223/9785946218412/309

**СОСТАВ И СТРУКТУРА ГРАДИЕНТНО-СЛОИСТЫХ ПОКРЫТИЙ:
ЛЕГИРОВАННЫЙ НИТРИД ТИТАНА - ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЁННЫЙ
АМОРФНЫЙ УГЛЕРОД**

¹Овчинников С.В., ¹Слабодчиков В.А., ^{1,2}Кузнецов В.М.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

²Томский государственный университет

Перспективным направлением синтеза износостойких покрытий является формирование градиентно-слоистых композиций, обеспечивающих долговечность покрытия ввиду снижения контактных напряжений, высоких адгезионной прочности, несущей способности нагрузки и вязкости разрушения. Данные характеристики покрытий могут быть получены за счёт соответствующего конструирования их состава и структуры. В этой связи в исследуемом в данной работе покрытиях системы элементов Ti-Al-Si-Cu-N-C предполагается оптимизация их состава и структуры с формированием твёрдого (несущего нагрузку) слоя легированного нитрида (Ti,Al,Si,Cu)N, верхнего антифрикционного слоя аморфной углеродной матрицы с высокодисперсными частицами TiC (повышают вязкость разрушения) и слоя переходного состава между ними.

Указанные покрытия получены на установке СПРУТ [1] несбалансированным магнетронным распылением мишеней титана (BT 1-0), сплава Al₄₀Si₂₀Cu₂₀Ti₁₀ и графитовых мишеней технической чистоты при ассистировании плазмогенератора ПИНК, потенциале смещения -100 В на подложках 12X18H10T, P6M5, α -Ti и сплава T15K6. Для создания переходного слоя ступенчато изменяли мощность распыления мишени сплава AlSiCuTi вплоть до нулевого значения, тогда как состав и структуру основных слоёв контролировали соотношением мощностей распыления всех отмеченных мишеней.

На основе представленных условий синтеза получено многослойное и градиентное по составу покрытие (рис. 1) общей толщиной около 1.15 мкм с верхним тонким слоем чистого аморфного углерода (предназначен для уменьшения износа при приработке).

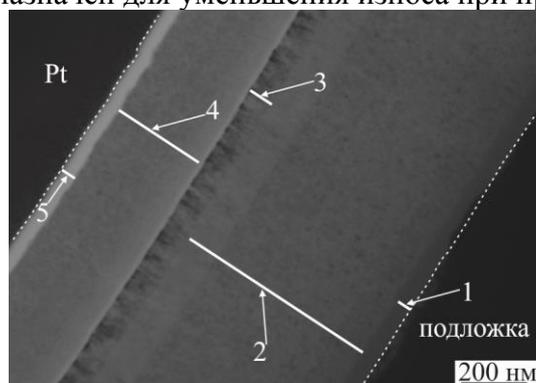


Рис. 1. Светлопольное изображение структуры градиентно-слоистого покрытия в поперечном сечении; обозначено: 1 – подслой α -Ti, 2 – слой (Ti,Al,Si,Cu)N постоянного состава, 3 – слой (Ti,Al,Si,Cu)N переменного состава. 4 – слой TiC/a-C, 5 – слой a-C.

Для твёрдого несущего нагрузку слоя (Ti,Al,Si,Cu)N установлено следующее. Во-первых, согласно известным представлениям закономерностей формирования структуры элементный состав данного слоя (сверхстехиометричное относительно структуры В1 содержание азота, высокая – до 25 ат.% - концентрация Al при более низких, на порядок, концентрациях меди и кремния) обеспечивает как повышение твёрдости за счёт твердорастворного упрочнения и диспергирования структуры, так и повышение пластичности покрытия при выделении нитрида алюминия гексагональной модификации.

Во-вторых, неоднородность фазового состава и параметров решёток фаз по толщине, которое при близости элементного состава свидетельствует об изменении упруго-напряжённого состояния кристаллов. В-третьих, неоднородности структурного состояния на различных масштабных уровнях, связанные с формированием наноразмерной слоевой

Секция 5. Деградация тонких пленок и многослойных покрытий как иерархически организованных структур

структуры, различием размеров кристаллов (наличие текстурной компоненты роста), повышением дисперсности кристаллов в верхней части слоя и ростом столбчатых кристаллов в слое с пониженным содержанием легирующих элементов.

Для слоя покрытия TiC/a-C найдены рост концентрации углерода и уменьшение размеров кристаллов TiC при уменьшении мощности распыления мишени титана с формированием структуры наноразмерных частиц (средний размер около 3 нм) карбида титана при толщине зернограничной прослойки a-C ~ 1 нм (оценка). Полученные результаты структурных исследований обсуждаются на основе учёта изменений в процессе синтеза условий получения: мощности распыления мишеней, температуры, интенсивности ассистирования плазмогенератором, планетарного вращения подложек.

1. Борисов Д.П., Дегистов К.Н., Коротаев А.Д., Кузнецов В.М., Мошков В.Ю., Пинжин Ю.П., Тюменцев А.Н. Вакуумно-плазменный технологический комплекс «Спрут» для создания новых нанокompозитных материалов и упрочняющих поверхностных структур изделий // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. Т. 76, № 12. С. 32 – 36.

Секция 6. Методы и средства неразрушающего
контроля материалов и конструкций с
иерархической структурой

DOI: 10.17223/9785946218412/310

**РЕНТГЕНОВСКИЙ МЕТОД КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ВЕЛИЧИНЫ МОДУЛЯ
УПРУГОСТИ В МАТЕРИАЛАХ С ГРАДИЕНТНЫМ ИЗМЕНЕНИЕМ ПАРАМЕТРОВ
СТРУКТУРЫ**

¹Остапенко М.Г., ^{1,2}Мейснер Л.Л.

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики
прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, Томск

²Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск

Результаты исследований, связанные с оценкой и сравнением величин остаточных упругих напряжений, полученных для одних и тех же материалов структурными (рентгеновская дифрактометрия) и механическими методами, показывают, что эти значения коррелируют между собой [1]. Наиболее близкие значения этих напряжений получаются тогда, когда в рентгеновских расчетах учитывается тензорный характер упругих свойств и ориентация плоскости отражения относительно нормали к плоскости поверхности. В то же время возникает вопрос, какие значения упругих констант наиболее приемлемы для определения напряжений рентгеновскими методами. Особенно сложно ответить на эти вопросы в тех случаях, когда внешние воздействия приводят к градиентному изменению химического состава и микроструктуры материала.

Цель данной работы – разработать методический подход с использованием рентгеновских методов для количественной оценки величины модуля упругости в материалах с градиентным изменением параметров структуры и сопоставить полученные результаты с данными по наноиндентированию.

В основу разрабатываемого метода оценки модуля упругости в материалах с градиентным изменением параметров структуры легли рассуждения, что каждый кристаллит ведет себя так, как если бы он был деформирован независимо от своих соседей. Тогда, для оценки модуля упругости $E(hkl, \psi)$ можно воспользоваться известным [2,3,4] выражением:

$$E_{\psi}^{hkl} = \frac{1}{F^{hkl}} \quad (1),$$

где F^{hkl} – фактор упругих напряжений, угол ψ – угол между направлением падающего рентгеновского луча с перпендикуляром к поверхности образца [2]. В предположении изотропности механических свойств для кристаллов с кубической структурой F^{hkl} имеет вид:

$$F^{hkl} = (2S_1^{hkl} + \frac{1}{2}S_2^{hkl} \sin^2 \psi) \quad (2).$$

Здесь S_1^{hkl} и S_2^{hkl} – константы упругости, которые в случае кубической сингонии кристаллической решетки связаны с коэффициентами упругости s_{ij} , определяющими «податливость» материала. Матрица S_{ij} коэффициентов упругости s_{ij} является обратной к матрице C_{ij} модулей упругости c_{ij} [5]. Таким образом, зная константы c_{ij} можно оценить величину упругих напряжений с учетом градиентного изменения модуля упругости E_{ψ}^{hkl} и экспериментально полученной зависимости ε_{ψ}^{hkl} .

Данный подход был использован при расчете модуля упругости для образцов никелида титана после импульсной электронно-пучковой обработки с плотностью энергии в пучке 20 Дж/см² и длительностью одного импульса $\tau=150$ мкс. Выявлено, что при увеличении толщины слоя h значение $E(hkl, \psi)$, рассчитанное с учетом угла скольжения ψ для рефлекса (110) фазы В2 никелида титана, уменьшается от значений ~115 МПа до ~94 МПа. Проведено сравнение значений модуля упругости E_n , полученных на этих же образцах методом наноиндентирования. Показано, что значения $E(hkl, \psi)$ и E_n близки, и имеют одинаковый характер изменения при увеличении толщины анализируемого слоя. Так, при увеличении толщины слоя h значение E_n уменьшается от значений ~95 МПа до ~60 МПа.

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

Таким образом, в данной работе представлен подход, демонстрирующий возможности эффективного использования рентгеновских методов для количественной оценки величины упругих модулей в материалах с градиентным изменением структуры. Кроме того, выявлено, что близки не только сравниваемые значения $E(hkl, \psi)$ и E_n , но и характер их изменения при увеличении толщины анализируемого слоя. С точки зрения практического приложения, применение упругих постоянных, полученных методом наноиндентирования, обеспечивает достоверный результат оценки уровня остаточных упругих напряжений методом рентгеновской дифракции, согласующийся с известными литературными данными [6-8].

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, госзадание (проект) № III.23.2.1.

1. Васильев Д.М., Смирнов Б.И. Некоторые рентгенографические методы изучения пластически деформированных металлов // Успехи физических наук. 1961. Т. LXXII. В.3. С. 503-558.
2. Тейлор А. Рентгеновская металлография. М.: Металлургия, 1965. 663 с.
3. Ch. Genzel, Advances in X-ray analysis (CD-ROM). 44 (2001) 247–256.
4. U. Welzel, J. Ligot, P. Lamparter, A.C. Vermeulen, E.J. Mittemeijer, Applied Crystallography 38 (2005) 1–29.
5. Киттель Ч. Введение в физику твердого тела / Ч. Киттель; под ред. А.А. Гусева. 4-е изд. М.: Наука, 1978. – 792 с.
6. K.M. Zhang, J.X. Zou, T. Grosdidier, N. Gey, S. Weber, D.Z. Yang, C. Dong, Mechanisms of structural evolutions associated with the high current pulsed electron beam treatment of a NiTi shape memory alloy, J. Vac. Sci. Technol. A: Vac. Surf. Films 25 (1) (2007) 28–36, <https://doi.org/10.1116/1.2388951>.
7. J.X. Zou, T. Grosdidier, K.M. Zhang, C. Dong, S. Weber, Mechanism of surface modifications on a NiTi alloy treated with low energy high current pulsed electron beam, Eur. Phys. J. Appl. Phys. 43 (3) (2008) 327–331, <https://doi.org/10.1051/epjap:2008072>.
8. Мейснер Л.Л., Лотков А.А., Остапенко М.Г., Гудимова Е.Ю. Анализ методами рентгеновской дифрактометрии градиента внутренних напряжений в никелиде титана после электронно-пучковой обработки поверхности // Физ. мезомех. –2012.–Т.15.–№3.–С.79–90.

DOI: 10.17223/9785946218412/311

**ВЛИЯНИЕ СОСТАВА ДВУХФАЗНОЙ СИСТЕМЫ Pb – Sn НА АКУСТИЧЕСКУЮ
ЭМИССИЮ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

¹Салита Д.С., ^{1,2}Поляков В.В.

¹*Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия,*

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

pvv@asu.ru

Исследование металлических сплавов с концентрациями компонентов, близкими к значениям, соответствующим точке эвтектики, представляет существенный теоретический и практический интерес. Физические механизмы пластической деформации и разрушения таких материалов, характеризующихся специфической микроструктурой [1], исследованы явно недостаточно. При деформировании металлических сплавов происходит локальная перестройка структуры, которая может сопровождаться акустической эмиссией. Регистрируемые характеристики этой эмиссии отражают особенности физических механизмов протекающих деформационных процессов [2]. Удобным объектом для изучения акустической эмиссии в эвтектоидных сплавах является двухфазная система Pb–Sn, отличающаяся низкой температурой плавления и достаточно стабильной микроструктурой [3]. В настоящей работе изучены закономерности изменения акустической эмиссии при пластической деформации системы Pb-Sn с концентрациями компонентов, отвечающими сплавам доэвтектоидного, эвтектоидного и заэвтектоидного состава.

Образцы для исследований изготавливались из расплавов с различным содержанием компонентов. Состав механической смеси свинца и олова при изготовлении подбирался таким образом, чтобы получить образцы в доэвтектоидном (50 вес.% Pb – 50 вес.% Sn), эвтектоидном (38,1 вес.% Pb – 61,9 вес.% Sn) и заэвтектоидном (30 вес.% Pb – 70 вес.% Sn) состояниях. Микроструктура материала контролировалась на оптическом и сканирующем электронном микроскопах.

Нагружение осуществлялось по схеме статического растяжения с постоянной скоростью деформирования. По экспериментальным данным строилась кривая деформационного упрочнения σ - ϵ , использовавшаяся для анализа стадийности пластической деформации и сопоставления с акустико-эмиссионными измерениями. В качестве регистрируемых характеристик акустической эмиссии применялись среднеквадратичные значения U , определявшиеся по методике [4] и представлявшиеся в виде зависимостей U от степени деформации ϵ .

Полученные экспериментальные данные свидетельствовали о существенном изменении вида сигналов акустической эмиссии при изменении концентраций компонентов системы. Именно, доэвтектоидный сплав характеризовался отчетливым максимумом акустического излучения на стадии деформационного упрочнения и практически отсутствием эмиссии на стадии разупрочнения с незначительным излучением при разрушении образца. Относительно невысокие значения U могут быть связаны с особенностями структуры, представлявшей из себя области с эвтектоидным строением в виде зерен из чередующихся прослоек свинца и олова с включениями областей из зерен α -фазы.

При переходе к эвтектоидному сплаву наблюдалось снижение акустической эмиссии на стадии пластической деформации с одновременным ее ростом при разрушении. По-видимому, это обусловлено влиянием многочисленных границ раздела между слоями компонентов, тормозящими движение потоков дефектов и снижающими релаксацию упругих напряжений за счет акустического излучения.

Для концентраций компонентов, соответствующих заэвтектоидному строению, был выявлен резкий рост акустической эмиссии, при этом мощные максимумы излучения охватывали как стадию упрочнения, так и начальный участок стадии разупрочнения. Выявленный значительный рост акустической эмиссии может быть связан с появившимся

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

вкладом в излучение от зерен β -фазы, сформировавшихся на границах областей с эвтектоидным строением.

Полученные результаты могут быть использованы при исследовании физических механизмов пластической деформации в двухфазных металлических системах с эвтектоидной структурой.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №17-08-00914.

1. Binary Alloy Phase Diagrams. 2nd ed. (T.B. Massalski, Editor-in-Chief; H. Okamoto, P.R. Subramanian, L. Kacprzak, Editors). ASM International, Materials Park, Ohio, USA. 1990. Vol 3.
2. Лепендин А.А., Поляков В.В. Скейлинг характеристик акустической эмиссии при пластической деформации и разрушении». Журнал технической физики. 2014. Т. 84. №7. С. 96-100.
3. Елсукова Т.Ф., Новоселова Е.М., Караваева В.В., Ангелова Г.В. Стадии высокотемпературной ползучести поликристаллов свинца как эволюция структурных уровней пластической деформации. Физическая мезомеханика. 2000. Т.3. С.91-99.
4. Salita D.S., Polyakov V.V. Application of acoustic emission for monitoring of deformation behavior of lead. AIP Conference Proceedings. 2018. Vol. 2051. Pp. 020263-1 – 020263-4. doi.org/10.1063/1.5083506

DOI: 10.17223/9785946218412/312

**ОСОБЕННОСТИ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ
ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИИ ТИТАНА**

¹Дмитриев А.А., ^{1,2}Поляков В.В.

¹*Алтайский государственный университет, Барнаул, Россия,*

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

pvv@asu.ru

Деформационное поведение материалов на основе титана с различной структурой в связи с их широким практическим использованием изучалось достаточно подробно. В ряде работ была описана акустическая эмиссия, регистрировавшаяся при пластической деформации и разрушении титана и отражавшая протекавшие в материале процессы перестройки структуры. В то же время результаты акустико-эмиссионных исследований заметно различаются, а физическая интерпретация получаемых данных противоречива [1-3]. В настоящей работе для исследования и интерпретации особенностей акустической эмиссии в титане привлекается разработанный авторами подход, основанный на применении в качестве признаков, характеризующих регистрируемые сигналы, коэффициентов многоуровневых дискретных вейвлет-преобразований [4]. Получаемые признаки далее подвергаются кластеризации с помощью математических методов многомерного анализа данных [5].

В качестве материала для исследований использовались образцы технически чистого титана ВТ1-0 в исходном и отожженном состояниях. Образцы имели стандартную форму для испытаний на статическое растяжение с размерами рабочей части 5x15x50 мм. Структура образцов контролировалась с помощью оптической микроскопии, средний размер зерен составлял 15-20 мкм у исходного материала и 50-70 мкм после отжига. На шлифе образцов отчетливо фиксировались достаточно крупные двойники.

При растяжении на испытательной машине регистрировались приложенная нагрузка и абсолютное удлинение, по которым рассчитывались истинное напряжение σ , истинная (логарифмическая) деформация ϵ , коэффициент деформационного упрочнения K и выделялись стадии деформационного упрочнения. Наряду с механическими характеристиками регистрировались сигналы акустической эмиссии, представленные в виде зависимостей среднеквадратичных значений напряжения U от деформации ϵ .

Для образцов титана в исходном состоянии были выделены три стадии, различавшиеся поведением коэффициента деформационного упрочнения. Было выявлено существенное различие вида сигнала акустической эмиссии для отдельных стадий. Именно, на первой стадии (стадии линейного упрочнения) происходило формирование мощного пика акустической эмиссии. Начальный участок второй стадии, описывавшей пластическое течение, также сопровождался появлением широкого максимума на регистрировавшемся акустико-эмиссионном сигнале. На третьей стадии возникали высокоамплитудные осцилляции, приводившие к формированию максимума акустической эмиссии непосредственно перед разрушением.

Образцы титана, подвергнутые отжигу, характеризовались аналогичной трехстадийной кривой деформационного упрочнения. В то же время вид сигнала акустической эмиссии существенно отличался. Первый максимум представлял из себя сильные осцилляции акустической эмиссии, охватывавшие весь участок линейного упрочнения и смещавшиеся на вторую стадию. При переходе к третьей стадии отчетливо наблюдался широкий второй максимум. На участках предразрушения и разрушения акустическое излучение практически не фиксировалось.

Первый максимум акустической эмиссии в исходном и отожженном образцах может быть связан с движением дислокационных потоков. Более широкий интервал деформаций, охваченный осцилляциями акустико-эмиссионного сигнала в отожженном состоянии, может быть вызван тем, что больший размер зерен сопровождался формированием более мощных

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

дислокационные потоков, выходящих на границы раздела в условиях монотонного развития деформации.

Второй максимум акустической эмиссии для исходных образцов, по-видимому, могли вызывать двойники. В этом случае всплески акустико-эмиссионных сигналов отражали релаксацию упругих напряжений, обусловленных динамикой формирования и развития этих дефектов. Третий максимум для титана в исходном состоянии может быть связан с процессами образования системы микротрещин, скачки которых сопровождалась акустическим излучением и быстро приводили к разрушению образца.

В то же время интерпретация второго максимума для отожженных образцов достаточно затруднительна. В связи с этим рассчитанные признаки акустико-эмиссионных сигналов (коэффициенты соответствующих вейвлет-преобразований), формировавших этот максимум, были сопоставлены с аналогичными признаками для сигналов, формировавших максимумы в исходном титане. Полученные значения признаков отражали энергетические и частотные особенности акустического излучения на участках кривой деформационного упрочнения, приходившихся на исследуемые максимумы акустической эмиссии. Полученные данные были подвергнуты кластеризации с помощью метода главных компонент. Результаты расчетов показали, что кластеры, описывавшие анализируемый максимум в отожженном титане и второй максимум для материала в исходном состоянии, очень близки. Это позволяет связать исследуемый максимум акустической эмиссии с двойниковыми процессами.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта №17-08-00914.

1. Стоев П.И., Папилов И.И. Акустическая эмиссия титана в процессе деформации. Вопросы атомной науки и техники. Серия: вакуум, чистые материалы, сверхпроводники. 2007. №4 С. 174 – 191.
2. Камышанченко Н.В., Никулин И.С., Кунгурцев Е.С., Кунгурцев М.С. Экспериментальное определение преимущественных механизмов релаксации напряжений при деформации металлов с гексагональной плотноупакованной решеткой. Письма в ЖТФ. 2013. Т. 39. Вып. 10. С. 44-48.
3. Каюмова Э.З., Астанин В.В., Гирфанова А.А. Зависимость параметров акустической эмиссии титана от температуры механических испытаний. Письма о материалах. 2013. Т.3. Вып. 3. С. 193-197.
4. Дмитриев А.А., Поляков В.В., Лепендин А.А. Исследование пластической деформации алюминиевых сплавов с использованием вейвлет-преобразований сигналов акустической эмиссии. Письма о материалах. 2018. Т. 8. Вып. 1. С. 33-36.
5. Дмитриев А.А., Поляков В.В., Рудер Д.Д. Применение метода главных компонент к исследованию сигналов акустической эмиссии в алюминиевых сплавах. Известия АГУ. 2018. №1. С. 19-23.

DOI: 10.17223/9785946218412/313

**ПРИМЕНЕНИЕ EBSD-АНАЛИЗА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И
РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В СВАРНЫХ ТРУБАХ ИЗ
СТАЛИ 13ХФА**

¹Горкунов Э.С., ¹Задворкин С.М., ¹Горулева Л.С., ¹Путилова Е.А., ²Мальцева А.Н.

¹*ИМАШ УрО РАН, Екатеринбург*

²*ОАО "РОСНИТИ", Челябинск*

sherlarisa@yandex.ru

Индукционная сварка является одной из прогрессивных технологий получения неразъемных соединений металлоизделий, в частности, труб различного назначения. Для индукционной сварки характерна небольшая (несколько десятков микрометров) ширина шва и околошовной зоны. Это обстоятельство затрудняет контроль остаточных напряжений в таких сварных соединениях широко применяемыми методами рентгеноструктурного анализа ввиду сравнительно больших размеров пучков рентгеновских лучей, генерируемых специализированными рентгеновскими дифрактометрами для определения остаточных напряжений. В то же время такой контроль необходим, поскольку остаточные напряжения во многом определяют конструктивную прочность сварных изделий. Представляет интерес сопоставление результатов определения остаточных напряжений в сварном соединении, полученном индукционной сваркой, рентгеновским методом и методом EBSD-анализа, который имеет гораздо более высокую локальность.

Объектом исследования служила сварная труба нефтегазового сортамента, полученная методом индукционной сварки. Материал трубы - сталь 13ХФА, обеспечивающая повышенную надежность труб при эксплуатации в агрессивных средах, что особенно актуально при добыче нефти и газа с высоким содержанием сероводорода, диоксида углерода и других коррозионно-активных примесей.

В докладе приведены результаты исследования с помощью оптической микроскопии структуры металла различных зон сварной трубы (основной металл, околошовная зона и сварной шов). Установлено, что ширина шва составляет примерно 15...20 мкм, кардинальных отличий структуры околошовной зоны и основного металла не обнаружено. Однако измерения микротвердости показали, что на участках шириной примерно 50...60 мкм по обе стороны от сварного шва наблюдается повышенные значения микротвердости металла (примерно на 10...20% выше микротвердости основного металла). Рентгеноструктурные исследования проводили с использованием рентгеновского луча диаметром 2 мм. Эти эксперименты показали, что в основном металле трубы остаточные напряжения в тангенциальном направлении распределены равномерно по окружности, в то время как на участках шириной около 25 мм по обе стороны сварного шва обнаружены значительные, до 100 МПа, скачки остаточных напряжений.

Структурные исследования основного металла, околошовной зоны и сварного шва проводили также с помощью электронной сканирующей микроскопии при диаметре электронного луча диаметром порядка 1 мкм. По результатам EBSD-анализа проведена качественная оценка распределения остаточных напряжений в отдельных зернах металла из различных зон сварной трубы. Проведено сопоставление этих данных с данными рентгеноструктурного анализа, оптической микроскопии и дюротрии.

При выполнении работы использовано оборудование ЦКП «Пластометрия».

DOI: 10.17223/9785946218412/314

**ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ТЕПЛООВОГО КОНТРОЛЯ В
КОНСТРУКЦИИ С СОТОВЫМ ЗАПОЛНИТЕЛЕМ**

Аношкин А.Н., Головин Д.В., Пеленев К.А., Осокин В.М.

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь

Полимерные композиционные материалы (ПКМ) в настоящее время находят широкое применение в конструкции авиационных двигательных установок. В составе отечественного авиационного двигателя ПД-14 предусмотрены такие изделия из ПКМ, как створка капота, лопатка спрямляющего аппарата, рабочая лопатка вентилятора, шпангоут реверсивного устройства, передний корпус рабочего вентилятора, створка реверсивного устройства, элементы звукопоглощающих конструкций внешнего и внутреннего контура. Одним из основных недостатков изделий из ПКМ является подверженность к образованию и накоплению межслоевых дефектов внутри монолитной слоистой структуры, и на границе соединения несущих оболочек с наполнителем. Расширение номенклатуры изделий из ПКМ современных авиационных двигателей влечёт за собой необходимость развития методов неразрушающего контроля (НК) [1].

В настоящее время наиболее перспективным методом оперативного НК является синхронная инфракрасная термография, реализуемая на базе мобильных комплексов. Преимуществами данного метода НК являются высокая производительность, а также возможность осуществления автоматизации процесса контроля и обработки данных. Данный метод позволяет выявлять дефекты как в тонкостенных и многослойных монолитных изделиях из ПКМ, так и в конструкциях с наполнителем. При этом для определения наиболее эффективных режимов теплового воздействия на различные конструктивные элементы деталей из ПКМ необходимым условием является проведение численного моделирования тепловых процессов протекающих при тепловом НК. Результаты численного моделирования позволяют заранее осуществлять.

Авторским коллективом ранее были проведены исследования в области численного моделирования процесса теплового контроля многослойных монолитных конструкций, что позволило сформировать основные подходы в решении данного типа задач и определить рациональные способы тепловых воздействий на объект исследования [2]. На текущем этапе исследований практический интерес вызывает моделирование тепловых процессов в конструктивно-подобных элементах (КПЭ) полноразмерных деталей из ПКМ с сотовым наполнителем.

В качестве объекта исследования в настоящей работе был выбран конструктивно-подобных элементах в виде трёхслойной панели с сотовым наполнителем. Верхняя оболочка образца состоит из 5 слоев углепластика на основе однонаправленного препрега со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/0^\circ/90^\circ/0^\circ]$, нижняя из 5 слоев стеклопластика на основе равнопрочного препрега. В качестве наполнителя был использован стеклосотопласт, соединенный с оболочками посредством пленочного клея. При этом в конструкцию панели внедрены элементы из фторопласта, имитирующие дефекты в виде отслоения оболочки от сотового наполнителя. Данные имитаторы дефектов расположены на границе соединения верхней оболочки с сотовым наполнителем.

Для численного моделирования использовался программный продукт конечно-элементного моделирования Ansys 14.5 Transient thermal. В математической модели расчета учитывались такие механизмы теплопередачи, как теплопроводность внутри материала, конвективный и лучистый теплообмен с окружающей средой. Механизм теплопроводности в модели описываются уравнением нестационарного распределения тепла в анизотропном материале. Тепловые потери с поверхности образца от конвективного и лучистого теплообмена с окружающей средой описывались законами Ньютона и Стефана-Больцмана. Предварительное решение задачи теплового контроля конструкции с сотовым наполнителем осуществлялось в плоской постановке. Такой подход позволил определить контактные

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

условия на границе между сотовым наполнителем и несущими оболочками в виде галтелей из пленочного клея.

Основными исходными данными, помимо геометрической модели, задавались значения плотности, теплоемкости и теплопроводности материалов. Учет анизотропии параметров ТФХ углепластика и стеклопластика производилось за счет указания значений теплопроводности вдоль и поперек направления волокон, а также по толщине. Учет конвективного теплообмена с окружающей средой определялся условиями температуры окружающей среды 22 °С, коэффициентом теплопередачи на границе с воздушной средой 5 Вт/м²·К. Лучистый обмен с окружающей средой определялся коэффициентом излучения углепластика равным 0,9, и стеклопластика равным 0,85. В ходе численного расчета моделировалось воздействие двух тепловых волн синусоидальной формы со значением максимальной плотности равной 3600 Вт/м² и частоты 0,0485 Гц. На рисунке 1 представлен пример полученных значений распределений температурных полей в расчётной модели. По результатам численного моделирования была произведена оценка максимального дифференциального температурного сигнала на поверхности объекта контроля, который располагался в диапазоне от 6 до 8 К для различных расчётных случаев. Была произведена оценка начала уверенного выявления дефектов, что представляет собой момент времени, при котором достигалось значение теплового контраста, превышающее типичное значение в 0,8 К. Определено, что дефекты начали уверенно проявляться в течение 7-8 секунд после начала теплового воздействия.

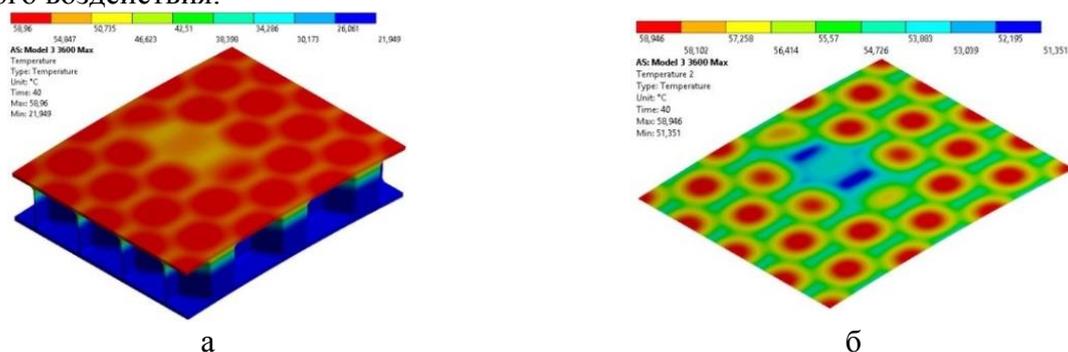


Рис. 1. Распределение температурных полей в области дефекта, а – общий вид панели, б – температурные поля на поверхности верхней оболочки

В результате проведенных исследований были получены значения тепловых полей в дефектных и бездефектных областях образцов КПЭ конструкций с наполнителем. Определены основные параметры процесса теплового контроля, такие как распределение температурного поля на поверхности объекта контроля, значение дифференциального температурного сигнала, время начала проявления дефектов. В дальнейшей исследовательской работе для оценки адекватности математической модели планируется провести сравнение результатов численного расчета с экспериментальными данными.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки РФ (договор № 03.G25.31.0232) в рамках реализации Постановления Правительства РФ №218 «О мерах государственной поддержки развития кооперации российских высших учебных заведений и организаций, реализующих комплексные проекты по созданию высокотехнологичного производства».

1. Аношкин А.Н., Сальников А.Ф., Осокин В.М. и др. Неразрушающий контроль изделий из полимерных композиционных материалов // IV Всероссийская научно-практическая конференция производителей рентгеновской техники. Материалы конференции. СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2017. С. 85-90.
2. Anoshkin A.N., Golovin D.V., Pelenev K.A., Osokin V.M. Numerical Modeling of the Synchronous Infrared Thermography of Composite Materials Structures, AIP Conference Proceedings, 2051, 020015 (2018).

DOI: 10.17223/9785946218412/315

**МОЛЕКУЛЯРНО-ДИНАМИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКОЙ
ЭМИССИИ, ВОЗНИКАЮЩЕЙ В ПРОЦЕССЕ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛА
СКОЛЬЗЯЩИМ ИНДЕНТОРОМ.**

^{1,2}Никонов А.Ю., ^{1,2}Жармухамбетова А.М.

¹Томский государственный университет, Томск

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Анализ акустической эмиссии (АЭ) – один из наиболее распространённых методов отслеживания состояния механических систем и выявления вибраций. Отличительной особенностью данного метода является возможность выявлять различные структурные изменения без какого-либо изменения свойств или формы материала, так называемый метод неразрушающего контроля. Этот подход применяется, в том числе при производстве деталей машин, например, в процессах обработки резанием, где АЭ используют для мониторинга состояния режущего инструмента или типа стружкообразования. При этом возникает необходимость выявлять, что является источником акустического сигнала: процессы пластической деформации материала (изменение внутренней структуры) или механическое взаимодействие заготовки с инструментом в процессе обработки (трение, вибрации и т.п.). Ранее было показано, что гармоническое движение дислокаций в ходе пластической деформации кристаллитов или зёрен может являться источником акустической эмиссии. С использованием методов молекулярной динамики обнаружено, что на атомном масштабе акустическая эмиссия определяется изменениями уровней как потенциальной, так и кинетической энергии. Целью настоящей работы является изучение связи возникающих дефектов структуры и изменений внутренней энергии образца с сигналами акустической эмиссии в процессе обработки кристаллического образца скользящим индентором.

Моделируемый образец представлял собой медный прямоугольный параллелепипед размерами $36 \times 18 \times 9$ нм. Вдоль оси Z лабораторной системы координат задавались периодические граничные условия. Ориентации кристаллической решётки были выбраны таким образом, чтоб оси X , Y и Z лабораторной системы координат совпадали с основными кристаллографическими направлениями $[100]$, $[010]$ и $[001]$, соответственно. Четыре нижних атомных слоя и четыре атомных слоя в плоскости $Y0Z$ с максимальной X координатой, были неподвижны, формируя подложку. Между подложкой и образцом задавался слой со свойствами отвода кинетической энергии атомов, позволяющий имитировать отвод температуры в объём материала. Моделируемая система рассматривалась как канонический ансамбль NVT (в системе сохраняется число атомов, объём и температура), содержащий около 400000 атомов. Температура системы составляла 1К, 5К и 100К. Низкая температура рассматривалась для исключения влияния теплового движения атомов. Расчёты проводились с использованием программного пакета LAMMPS[1]. Силы, действующие между атомами, описывались в рамках метода погруженного атома [2].

Для нагружения системы использовался «комбинированный» индентор. Подобный индентор представлял собой абсолютно жёсткий цилиндр из атомов с радиусом R_m 2нм, 4нм и 6нм в различных задачах и полевой цилиндрический индентор с радиусом $R_m+0,2$ нм. Оси инденторов совпадали и были ориентированы вдоль оси Z . Воздействием материального индентора обеспечивались адгезионные свойства за счёт взаимного притяжения атомов. На атомы образца, попадающие внутрь области полевой индентора, действовали силы по направлению от оси цилиндра, что позволяло уменьшить силы адгезии между атомами образца и индентора. Индентор двигается в направлении оси X с постоянной скоростью 10 м/с. Для получения сигналов акустической эмиссии на поверхности и в объёме образца в плоскости $Y0Z$ выделялись площадки размерами $2 \times 3 \times 9$ нм и $2 \times 4 \times 9$ нм. Анализировались силы, действующие на данные сенсорные площадки и скорости движения центра масс сенсорных площадок. Визуализация и анализ структуры проводился с использованием программы OVITO [3]. Для изучения внутренней структуры применялся метод анализа

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

ближайших соседей (common neighbor analysis) [4] и алгоритм извлечения дислокаций (dislocation extraction algorithm) [5]. Первый метод по координатам ближайших соседей позволяет определить тип кристаллической структуры (ОЦК, ГЦК, ГПУ), в узле которой расположен атом, а второй обнаруживает дислокации определённого вида в кристаллах.

Анализ структуры образцов в различные моменты времени показал, что дефекты структуры формируются непосредственно в области контакта индентора с поверхностью образца. При дальнейшем нагружении они распространяются в объём моделируемой системы. Движение и взаимодействие дислокаций, а также их выход на поверхность сопровождаются коллективным движением группы атомов в одном направлении, что обуславливает явно выраженное изменение колебаний центра масс сенсорной площадки, которое заключается в резком увеличении амплитуды. При высоких температурах сигналы отдельных дефектов теряются на фоне колебаний сил. В этом случае применяется фильтр, основанный на Фурье анализе и отсекающий колебания с частотой выше 50 ГГц, связанные с температурными колебаниями атомов.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ №17-79-10081.

1. Plimpton S. Fast Parallel Algorithms for Short-Range Molecular Dynamics // *J. Comput. Phys.* 1995. V. 117. № 1. P. 1–19.
2. Mendeleev M.I., Han S., Srolovitz D.J., Ackland G.J., Sun D.Y., Asta M. Development of new interatomic potentials appropriate for crystalline and liquid iron // *Phil. Mag.* 2003. V. 83. P. 3977–3994.
3. Stukowski A. Visualization and analysis of atomistic simulation data with OVITO—the Open Visualization Tool // *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* 2010. V. 18. № 1. P. 15012.
4. Honeycutt J.D., Andersen H.C. Molecular dynamics study of melting and freezing of small Lennard-Jones clusters // *J. Phys. Chem.* 1987. V. 91(19). P. 4950–4963.
5. Stukowski A., Bulatov V.V., Arsenlis A. Automated identification and indexing of dislocations in crystal interfaces // *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 2012. V. 20. № 8. P. 085007.

DOI: 10.17223/9785946218412/316

**ОСОБЕННОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ВЫСОКОРАЗРЕШАЮЩЕЙ
РЕНТГЕНОВСКОЙ КОМПЬЮТЕРНОЙ ТОМОГРАФИИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ
МИКРОСТРУКТУРЫ КОМПОЗИТОВ В4С**

¹Коробенков М.В., ¹Нарикович А.С., ²Левков Р.В., ¹Снигирев А.А.

¹*Балтийский федеральный университет им. И. Канта, Калининград*

²*Томский государственный университет, Томск*

Высокопрочные керамики на основе карбида бора привлекают особое внимание в областях, где требуется высокая твердость и хорошая износостойкость, например в качестве струйных сопел, инструментов для правки колес и легких броневых плит. Поскольку карбид бора имеет широкую область поглощения теплых нейтронов, он активно используется в ядерной промышленности в качестве таблеток и защитных экранов поглотителей нейтронов. Для достижения оптимальных свойств изделий из карбида бора требуется контроль изготовления на каждом этапе производства, начиная с определения дисперсности порошковой системы и структурно-фазового состояния и заканчивая определением внутренней микроструктуры полученных образцов. Современные методы определения микроструктуры очень затратны по времени, и включают в себя подготовку поверхности образцов с последующим травлением. В данной работе предложен метод определения дисперсности порошковой системы и внутренней микроструктуры с помощью высокоразрешающей компьютерной томографии.

Оценка дисперсности порошковой системы проводилась с использованием томографа Y.Cheetah фирмы "YXLON". Основными компонентом системы является микрофокусная рентгеновская трубка с анодом-мишенью пропускающего типа, которая генерирует конический рентгеновский луч. Мишень представляет собой слой вольфрама толщиной 6 мкм, напыленного на алмазное окно. Система фокусировки электронного пучка формирует фокусное пятно размером менее 2 мкм на мишени, что обеспечивает высокий контраст на изображениях и позволяет проводить оценку внутренней структуры с высокой точностью визуализации. Порошки карбида бора предварительно подверглись мехактивации в планетарной мельнице в течение трех и шести минут. Полученные порошковые системы были помещены в полимерные стержни диаметром 1.5 мм. Режимы сканирования образцов подбирали с учетом особенностей дисперсности порошковой системы. Полученные результаты показали наличие крупных осколков неправильной формы со средним размером 20 микрон и более мелкой фракции порядка 8 микрон. Мехактивация привела к значительному уменьшению крупных фракций порошка и получению более гомогенному распределению по размерам с увеличением удельной поверхности с 3.96 м²/г до 5.98 м²/г (180 секунд мехактивации) и 8.12 м²/г (360 секунд мехактивации).

Из полученных порошков методом горячего прессования были изготовлены цилиндрические образцы. Процесс изготовления включал изостатическое прессование 7.5 кН с одновременным нагревом до температуры 1800°C в течение 15 минут и высокотемпературной выдержкой в течение 20 минут. Остывание образцов проходило вместе с печью до комнатной температуры.

Оценку внутренней микроструктуры полученных образцов проводили с использованием томографа Y.Cheetah фирмы "YXLON". Режимы сканирования подбирали с учетом микроструктурных особенностей образцов. Трехмерную визуализацию полученных образцов проводили с использованием программного комплекса VGStudio, в котором данные восстанавливаются по алгоритму Фельдкампа. Работа с 2D-изображениями выполнялась в режиме многоплоскостной реконструкции. Результаты исследований показали наличие микродефектов, связанных с присутствием свободного углерода.

Исследование было поддержано из средств субсидии, выделенной на реализацию Программы повышения конкурентоспособности БФУ им И.Канта.

DOI: 10.17223/9785946218412/317

**АНАЛИЗ ИЗМЕНЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ И ТЕПЛОВЫХ ХАРАКТЕРИСТИК
КОНСТРУКЦИОННЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ДЛИТЕЛЬНОЙ ЭКСПЛУАТАЦИИ**

¹Смирнов А.Н., ¹Абабков Н.В., ²Данилов В.И., ¹Пимонов М.В.

¹Кузбасский государственный технический университет имени Т.Ф. Горбачева, Кемерово

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Представлены результаты анализа механических, в том числе локализации пластической деформации, и тепловых характеристик металла теплоэнергетического оборудования после длительной эксплуатации, изготовленного из конструкционных сталей. Исследовались образцы сталей 20 и 12Х1МФ, в исходном состоянии, а также после эксплуатации в течение 219 и 360 тысяч часов соответственно.

Установлено, что изменилась структура, механические и тепловые свойства материалов. По сравнению с исходным состоянием в стали 20 средний размер ферритных зерен увеличился по отношению к исходному состоянию в четыре и в два раза соответственно. Морфологические особенности состоят в том, что на фоне темной перлитной составляющей, окруженной сеткой из полиэдрических зерен феррита, хорошо видны иглы, видманштеттового феррита, расположенные внутри перлитных колоний параллельно друг другу. Доля видманштеттового феррита в структуре стали составила ~ 23 % от всего объема ферритной составляющей. Произошла трансформация диаграммы растяжения, на которой после эксплуатации отсутствует площадка текучести. Пластичность стали после эксплуатации уменьшилась в два раза, а прочность существенно не изменилась.

Микроструктура стали 12Х1МФ в исходном состоянии представляет собой феррито-перлитный агрегат. Доля перлита составляет 0,12, что соответствует массовому содержанию углерода 0,096 %. Средний размер полиэдрических равноосных ферритных зерен составляет $20,4 \pm 9,4$ мкм, а перлитных колоний – $14,8 \pm 7,6$ мкм. Перлит имеет пластинчатое строение, границы зерен четкие. На некоторых участках границ обнаруживаются цепочки вторичных фаз (карбидов), на границах выделений нет. Внутри ферритных зерен карбиды наблюдаются сравнительно редко. После эксплуатации структура стали 12Х1МФ претерпела существенные изменения: значительно уменьшилась доля перлитной составляющей до 0,05, и в два раза уменьшился средний размер перлитных колоний до $7,9 \pm 3,1$ мкм. Тенденция к уменьшению содержания перлита в разрушенном состоянии проявилась еще более ярко. Структура стали в этом состоянии, по существу, представляет собой смесь феррита с небольшим содержанием карбидов.

Наибольшие изменения произошли в характере локализации деформации материала при одноосном растяжении. Методом DIC (digital image correlation) обнаружено, что на начальном этапе нагружения в эксплуатировавшем металле не происходит формирования подвижных фронтов локализованной деформации, связанных с распространением полос Чернова – Людерса, зато задолго до появления видимой шейки разрушения появляется устойчивая зона локализации макродеформации. Положение такой зоны совпадает с местом, где в дальнейшем происходит разрушение. Похожая картина наблюдалась и для стали 12Х1МФ. Время появления устойчивой зоны локализации макродеформации коррелирует с общим временем растяжения образца до разрушения. Соотношение этих времен характеризует ресурс израсходованной пластичности материала до разрушения и может быть в перспективе использовано для разработки деформационного критерия для диагностики состояния теплоэнергетического оборудования.

В процессе длительной эксплуатации изменились и тепловые характеристики исследованных сталей, а именно скорость увеличения температуры в процессе нагружения после упругопластического перехода, а также максимальная температура при разрушении.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук России на 2013-2020 годы. При выполнении экспериментальных исследований использовалось научное оборудование Центра коллективного пользования «Нанотех» при ИФПМ СО РАН.

DOI: 10.17223/9785946218412/318

**SIMULATION OF ALUMINUM PANEL DAMAGE DETECTION
USING ULTRASONIC LAMB WAVES**

^{1,2}Burkov M.V., ¹Byakov A.V.

¹*Institute of strength physics and materials science, Tomsk, Russia*

²*Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia*

Today there is a rapid development of structural health monitoring (SHM) which is based on the evaluation of various structural parameters using embedded sensor system. The registered data after digital processing can provide useful information about the presence of damages, material degradation, etc. Recent papers show the increasing interest to ultrasonic guided waves for SHM. But in order to design robust SHM systems sophisticated algorithms of damage detection are to be developed. One of the powerful methods of data processing is using of artificial neural networks which should be trained for exact structural application. For extensive training one should perform large amount of experimental testing with different location, type and severity of damages that is very time consuming and expensive. These experiments can be replaced with simulation using computer models. But in order to provide reliable data the models should be carefully tuned and verified. The paper present the results of finite element method simulation of Lamb wave testing of aluminum panel.

The aluminum panel with a size of 500x500 mm 3 mm thick was simulated using ABAQUS software and explicit solver. The maximum size of the element was 1 mm resulting in the formation of the mesh with 3-elements through thickness. The network of actuator-sensor system consisted of 4x4 transducers which are modeled as a set of elements on the surface of the panel. Each set can be used either an actuator or a sensor resulting in 132 actuator-sensor pairs obtained for the 4x4 network. Hanning window-modulated 5-cycle sine wave was used as a testing signal; there were 3 frequencies: 50, 100 and 200 kHz. The sensor response was measured as a plot of ε_{zz} stress component by time. After the simulation of the pristine aluminum panel the damaged one was simulated as well. The damages were 1 mm wide cracks with the length of 5, 15 and 25 mm. Then the obtained signals were analyzed using previously developed software based on the analysis of attenuation of ultrasonic waves due to emergence of damage. In order to assess the state of tested object one should compare registered signals for initial (baseline) and damaged states for each actuator-sensor pair using following parameters: dA – difference of envelopes and dP – difference of Fourier spectrum energy.

Baseline and damaged states are compared in the software to calculate location and severity of damage. For each actuator-sensor pair dA and dP are calculated and sorted in ascending order thus the pairs with the highest decrease of amplitude or energy are in the upper part of the list. Then N pairs (paths) are selected from the top of the list and used for damage location procedure. After the paths are chosen the intersection points are found. For each pair of paths there is no more than one intersection point having its weight equal to product of dA or dP of two paths producing this intersection. Damage location is calculated as mean of the obtained intersection points: $r = \sum r_i \cdot w_i / \sum w_i$, where r_i and w_i are coordinates and weight of i -th intersection point. Damage index $DI = \sum w_i / n$, where n is a number of intersection points, describes the severity of the damage: the higher the index the more the damage is severe.

The results of location of the crack are presented and discussed in terms of accuracy of detection and sensitivity to the damage severity.

Acknowledgements

This work was performed within the frame of the Fundamental Research Program of the State Academies of Sciences for 2013-2020, line of research III.23 and with a partial support of RF President Council Grant for the support of leading research schools NSh-5875.2018.8.

DOI: 10.17223/9785946218412/319

**SIMULATION AND EXPERIMENTAL VERIFICATION OF THE PROCESS OF
DAMAGE DETECTION OF CFRP SUBJECTED TO DROP-WEIGHT IMPACT
LOADING**

^{1,2}Burkov M.V.

¹*Institute of strength physics and materials science, Tomsk, Russia*

²*Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia*

Carbon fiber reinforced polymers (CFRP) are widely applied in different industries. The benefits provided by these materials determine their wide usage in newly designed aircrafts: Boeing 787 and Airbus 350XWB have about 50% wt. of CFRPs in the structure. However there are drawbacks: e.g. susceptibility to impact damaging and lack fracture toughness of due to viscoelastic deformation behavior. Thus impacts during aircraft operation lead to the formation of large amount of barely visible impact damages (BVID) which can evolve producing large delamination. Any formed damages should be detected and repaired timely but the areas of aircraft skins are quite large demanding fast and productive non-destructive testing (NDT) to reduce maintenance time.

Conventional ultrasonic NDT method is applicable to testing of CFRP, but time consuming due to small scanning area and manual operation. Due to non-contact and full-field application shearing speckle pattern interferometry (or shearography) is a robust NDT method which measures the strain of the testing object directly. Analysis of the strain fields for non-homogeneities allow revealing damages and flaws in different structures.

The paper deals with application of newly designed shearographic device and developed software for detection on damages of different CFRP specimens subjected to impact loading. Based on the previous studies the robust algorithm for digital processing of speckle images was established. It is based on the sin/cos filtering with iterative approach providing smooth high contrast phase map without loss of phase information. The device utilizes 5 Mpx CCD image sensor and five step phase shifting technique using piezodriven mirror in order to retrieve relative phase change.

The tests were carried out on laminate and honeycomb panels with the sizes of 300x300 mm. The experimental testing of the technique consists in detection of BVID of honeycomb panel obtained using drop-weight technique. The obtained shearograms easily revealed the BVIDs as non-uniformities in the strain fields. The honeycomb specimens show the regular texture associated to the core while stacking of plies in the laminate is easily seen in the shape of straight lines coincidental to the direction of reinforcement. The results are analyzed and discussed in view of sensitivity of shearography to BVID and delamination.

The same process was simulated using ABAQUS FEM software. The obtained data was compared with experimental results and discussed in terms of the sensitivity of digital shearography to the depth of damage location and possibility of its stable detection.

Acknowledgements

This work was performed within the frame of the Fundamental Research Program of the State Academies of Sciences for 2013-2020, line of research III.23 and with a partial support of RF President Council Grant for the support of leading research schools NSh-5875.2018.8 and RF President grant SP-2167.2016.3.

DOI: 10.17223/9785946218412/320

**КОМПЛЕКСНЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЙ ПОДХОД ОБНАРУЖЕНИЯ
ДЕФЕКТОВ В УГЛЕРОД-УГЛЕРОДНОМ КОМПОЗИТЕ МЕТОДАМИ ЛАЗЕРНОЙ
ВИБРОМЕТРИИ И ОПТИЧЕСКОЙ ТЕРМОГРАФИИ**

¹Красновейкин В.А., ¹Дружинин Н.В., ^{1,2}Дерусова Д.А., ²Шпильной В.Ю.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск

Проведение неразрушающего контроля (НК) композитов является важным этапом производства и тестирования материалов и изделий в авиационной и ракетно-космической промышленности. Возникновение дефектов в конструкциях также возникает в процессе их эксплуатации, что может впоследствии привести к остановке функционирования изделия, а также его разрушению. В связи с этим, проведение неразрушающего контроля необходимо для обеспечения надежной эксплуатации, а также ранней диагностики состояния материалов.

К основным методам НК относят тепловой, ультразвуковой, рентгеновский контроль, вихрековый и т.д. Однако использование одного метода для тестирования композитов не может дать исчерпывающую информацию о состоянии материала и его повреждениях ввиду характерных особенностей условий проведения каждого отдельного вида контроля, разрешающей способности метода и ограничений условий проведения тестирования. В связи с этим, для получения детальной информации о состоянии тестируемого объекта целесообразно проведение комплексной диагностики композитов с использованием синтеза данных нескольких методов НК.

В настоящей работе приводятся результаты теплового контроля и лазерной виброметрии пластины углерод-углеродного композита КМ 934-361 УУ КМ 31, имеющей 12 ударных повреждений энергией 5 Дж. Проведение комплексной диагностики позволило обнаружить все имеющиеся дефекты путем синтеза данных, а также повысить точность и информативность контроля качества.

При тепловом контроле мощность излучателя составила 1 кВт, время нагрева 5 с, частота кадров 5 Гц. Результаты исследования стороны А были проанализированы с использованием метода главных компонент, в результате чего выявлены все дефекты, согласно карте их нанесения.

При исследовании стороны В с использованием преобразование Фурье для обработки данных были обнаружены дефекты № 1, 4, 5, 8, 9, 12. Использование метода главных компонент в свою очередь позволило локализовать все имеющиеся неоднородности.

При проведении двустороннего теплового контроля, нагреву подвергалась сторона А, в то время как инфракрасная камера регистрировала показания с оборотной стороны Б. Корреляция отдельных пикселей с массивом температурных значений выявила дефекты № 4, 5, 8, 9. Результаты исследования температуропроводности материала методом Паркера выявили все неоднородности, а также проявили его структуру. Значения температуропроводности для бездефектной области пластины и зоны дефекта отличаются более чем в 2 раза и равны $3.5 \times 10^{-5} \text{ м}^2/\text{с}$ и $1.2 \times 10^{-5} \text{ м}^2/\text{с}$ соответственно.

Проведение контроля качества методом лазерной виброметрии осуществлялось при возбуждении акустических волн под углами 0, 45, 90 градусов к направлению волокон. Наибольшее количество дефектов было выявлено при угле 0 градусов. При угле 0 градусов выявляется 8 дефектов. При угле 45 градусов выявляется 3 дефекта. При угле 90 градусов выявляется 7 дефектов. Установлено, что наиболее полно дефекты проявляются при сканировании лицевой стороны А образца.

Проведен неразрушающий контроль композита методом лазерной виброметрии и тепловым. Определены оптимальные параметры проведения комплексного неразрушающего контроля. Выявлены все имеющиеся дефекты

Исследование проведено в рамках ПФНИ ГАН на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/321

**ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОГО ПОЛЯ ПРИ ИНТЕНСИВНОМ ТРЕНИИ
УМЗ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДОМ ИК ТЕРМОГРАФИИ**

Филиппов А.В., Тарасов С.Ю

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Совокупное влияние деформационных процессов и фрикционного нагрева может способствовать осуществлению различных технологических операций или быстрому катастрофическому разрушению изделий и механизмов. Положительный эффект фрикционного нагрева используется в технологии сварки трением с перемешиванием для формирования прочных неразъемных соединений из разных конструкционных материалов. Но также существуют и множество отрицательных эффектов от фрикционного нагрева. Например, в процессе торможения железнодорожного состава происходит резкий рост температуры в пределах контактных площадок. Из-за нагрева исходная перлитная рельсовая сталь трансформируется в мартенсит и образуются термически индуцированные дефекты, которые способствуют ускоренному разрушению рельса.

В связи с вышесказанным важной научно-технической задачей является определение температурного режима работы узлов трибосопряжения. Это позволит не только рационально подобрать материал, но и установить оптимальные режимы работы оборудования и машин. Для решения этой задачи требуется достоверная теоретическая и экспериментальная оценка температуры фрикционного нагрева. Наиболее современным экспериментальным методом исследования температурного поля является ИК термография. Поскольку с повышением температуры изменяется излучательная способность тела, постольку требуется тарировка оптической системы тепловизора для обеспечения точности измерений температуры в различном диапазоне. В процессе трения происходит значительный нагрев исследуемого образца и контртела. Высокие температуры могут стать причиной динамической рекристаллизации и структурно-фазовых превращений в материале. Особенно чувствительными к повышению температуры в процессе деформации являются объемные ультрамелкозернистые материалы. Формирование УМЗ структуры в материале способствует повышению его износостойкости, но температурная чувствительность может свести на нет этот эффект.

Целью работы является экспериментальное исследование температуры в условиях интенсивного трения скольжения материалов с ультрамелкозернистой структурой.

Экспериментальное исследование осуществлялось с использованием ИК тепловизора FLIC A655SC. В процессе интенсивного трения образуются продукты износа (мелкие частицы оксидов и фрагменты стружки) которые могут засорять объектив камеры и тем самым ухудшать качество изображения и искажать регистрируемые данные о температуре. Для защиты камеры от этих частиц достаточно использования простого корпуса из тонкой жести. Сложнее обеспечить защиту объектива от частиц износа. Поскольку оптическая система тепловизора работает в области ИК излучения, постольку следует применять стекла, которые пропускают излучение ИК диапазона без искажения. В настоящей работе в качестве защитного стекла использовался диск селенида цинка. ZnSe имеет пропускную способность в диапазоне from 600nm to 16µm и часто используется в приложениях ИК оптических систем, медицинской технике и мощных лазерных системах. После тарировки тепловизора осуществлялось измерение температуры в зоне трения. В качестве исследуемых образцов использовались сталь 12X18H10T, алюминиевый сплав 5052 и медь М1 с УМЗ структурой. В качестве контртел использовались закаленные диски из стали 95X18. Трение осуществлялось со скоростями 0,25, 0,5 и 1 м/с при действующем на образец нагрузке 4 МПа.

Из-за низкой теплопроводности стали происходит локализация нагрева вблизи поверхности трения. При этом держатель образца практически не нагревается. При рассматриваемых режимах трения температура вблизи зоны фрикционного контакта достигает 161°C при скорости скольжения 0,25 м/с, 270°C при 0,5 м/с и 400°C при 1 м/с. Для

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

начала рекристаллизационных процессов в рассматриваемой стали требуется температура порядка 500-550°C. Высокая теплопроводность образцов алюминиевого сплава 5052 способствует быстрому нагреву держателя. При рассматриваемых режимах трения температура вблизи зоны фрикционного контакта достигает 160°C при скорости скольжения 0,5 м/с и 185°C при 1 м/с. Полученных температур не достаточно для начала рекристаллизационных процессов в сплаве 5052 с УМЗ структурой. Для большинства сплавов системы Al-Mg требуется нагрев до температуры как минимум 200°C для начала рекристаллизационных процессов в УМЗ состоянии. Высокая теплопроводность медных образцов способствует быстрому отводу теплоты из зоны фрикционного контакта в стальной держатель. При трении со скоростью 0.5 м/с максимальная регистрируемая температура не превышает 110°C, с увеличением скорости скольжения до 1 м/с температура повышается максимум до 164°C. Наивысшая температура регистрируется вблизи зоны фрикционного контакта и монотонно уменьшается в направлении к стальному держателю. Для начала рекристаллизационных процессов в УМЗ меди достаточно 10 минут при 100°C и 3 минут при 160°C. Следовательно при выбранных условиях трения будут происходить рекристаллизационные процессы почти во всем объеме исследуемого образца.

Во всех рассмотренных случаях температура в зоне фрикционного контакта далека от температуры начала рекристаллизации крупнокристаллических, а в большинстве случаев недостаточна и для УМЗ материалов. Однако, указанные температуры характерны для начала рекристаллизации в условиях статического нагрева в печи. При интенсивной пластической деформации уже при более низких температурах обеспечивается условие достижения сверхпластичности. В свою очередь трение скольжения характеризуется развитием интенсивных деформационных процессов в приповерхностном слое материала. Эти процессы приводят к формированию ультрамелкозернистой и нанокристаллической структуры, которая является менее устойчивой по отношению к интенсивной деформации при повышенных температурах. Из вышесказанного следует, что требуется аккуратнее подходить к вопросу выбора УМЗ материалов в качестве изделий трибологического назначения.

В ходе экспериментальных исследований с применением метода ИК термографии установлено распределение температуры в зоне фрикционного контакта при интенсивном трении скольжения стали 12Х18Н10Т, алюминиевого сплава 5052 и меди М1 с УМЗ структурой. При трении материалов с высокой теплопроводностью происходит нагрев держателя, что частично поддерживает высокую температуру во всем объеме образца, а не только вблизи поверхности трения. Низкая теплопроводность стали способствует локализации температуры в приповерхностном слое материала. Выявленные температуры свидетельствуют о возможности развития рекристаллизационных процессов в условиях интенсивного трения УМЗ материалов.

Исследование выполнено при финансовой поддержке Программы фундаментальных исследований Российской академии наук на 2013-2020 гг. (проект № III.23.2.4).

DOI: 10.17223/9785946218412/322

**ВИБРОМОНИТОРИНГ ПРОЦЕССА ТРЕЩИНООБРАЗОВАНИЯ В
ЖЕЛЕЗОБЕТОННЫХ КОНСТРУКЦИЯХ**

¹Цветков Р.В., ¹Шардаков И.Н., ¹Шестаков А.П., ¹Глот И.О.
¹*Институт механики сплошных сред УрО РАН, Пермь*

Контроль процесса трещинообразования в железобетонных конструкциях является важной задачей, решение которой обеспечивает оценку функциональной пригодности конструкций. Эффективным средством решения таких задач является реализация мониторинга деформационного состояния элементов железобетонных конструкций. В настоящее время существует множество средств, методов и подходов по организации такого мониторинга – от простого осмотра до устройства современных автоматических систем, работающих в он-лайн режиме.

Исторически первыми были визуальные методы наблюдения. Однако они позволяют обнаружить лишь видимые повреждения, в то время как скрытые, но не менее опасные дефекты остаются недоступными для идентификации. Кроме того, качество проведенной оценки в значительной степени зависит от навыка человека, осуществляющего наблюдение. К существенным ограничениям данного подхода можно отнести большие временные затраты при контроле конструкций больших размеров, невозможность наблюдения за местами, доступ к которым ограничен, а также сложность обнаружения дефектов на ранней стадии развития. Некоторые из перечисленных ограничений можно преодолеть с помощью применения специальных приборов, позволяющих фиксировать повреждения малых размеров и дающих объективную информацию о наличии дефекта. Такие способы обнаружения часто относят к классу локальных методов дефектоскопии, так как при их использовании исследуется лишь малая область конструкции, окружающая датчик. Для локального обследования конструкции применяются подходы, использующие регистрацию следующих физических величин: ультразвуковые волны [1], вихревые токи [2], температурные поля [3], акустическая эмиссия [4], рентгеновское излучение, магнитный метод контроля [5], метод радиолокации, механический метод дефектоскопии и т.д. Классификация видов и методов неразрушающего контроля описана в ГОСТ 18343-79 [6]. В работе [7] представлен обзор методов неразрушающего контроля применяемых к железобетонным конструкциям.

Очень важной характеристикой деформационного состояния конструкции является сам процесс появления трещин. Информация об эволюции и скорости образования трещин значима для оценки и прогноза критичности деформационного состояния конструкции.

В данной работе предлагается вариант организации вибромониторинга процесса трещинообразования в железобетонных конструкциях в он-лайн режиме. Этот вариант базируется на анализе результатов изменения собственных частот колебаний элементов конструкции. Обосновывается связь между смещениями значений собственных частот в экспериментально получаемом спектре и появлением трещин в элементах железобетонной конструкции. Одной из характерных особенностей предлагаемого подхода является то, что в качестве внешнего воздействия на конструкцию используется вибрационный внешний фон, который, как правило, всегда существует. Этот фон может быть обусловлен каким-либо технологическим оборудованием, транспортом, ветровой нагрузкой и другими источниками.

Предлагаемый подход демонстрируется применительно к конструкции, основными несущими элементами которой являются железобетонные балки, опирающиеся на колонны. Система балок и опор представляет собой периодическую структуру. На балках располагаются бетонные плиты, залитые стяжкой. Снизу опоры взаимодействуют с грунтовым основанием, а с торцов балки связаны с элементами соседних зданий.

Построена математическая модель железобетонной конструкции, в которой учтены наличие трещин и их локализация, а также структура армирования. Проведены численные эксперименты, в которых проанализированы изменения собственных форм и частот колебаний конструкции при возникновении трещин. При этом рассмотрены два различных

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

вариантах расположения трещин. Анализ результатов приведенных расчетов позволил определить собственные частоты, наиболее чувствительные к появлению трещин, локализованных в разных частях рассматриваемой конструкции, а также оценить необходимую точность измерений для надежной регистрации появления трещин.

В соответствии с результатами расчета на элементах конструкции установлена система мониторинга на основе трехкомпонентных вибродатчиков, которые осуществляют регистрацию колебаний элементов конструкции в необходимом частотном диапазоне, установленном по результатам численного моделирования. В рассматриваемом случае основным фактором, определяющим внешнее вибрационное воздействие, является нагрузка от транспорта, проходящего вблизи конструкции. Экспериментально полученные виброграммы обрабатывались с использованием фурье- и вейвлет-анализа. Результаты обработки виброграмм позволили надежно регистрировать изменения низших собственных частот, обусловленные появлением трещин в железобетонные балках.

1 Raghavan A., Cesnik C.E.S. Review of Guided-wave Structural Health Monitoring // The Shock and Vibration Digest. 2007. V. 39. № 2. P. 91–114.

2 Grimberg R., Premel D., Savin A., Le Bihan Y., Placko D. Eddy current holography evaluation of delamination in carbon-epoxy composites // Insight. 2001. V. 34. № 43. P. 260-264.

3 Maldague X.P.V. Nondestructive Evaluation of Materials by Infrared Thermography. Springer London, 2011. 207 p.

4 Ермолов И.Н., Алешин Н.П., Потапов А.И. Акустические методы контроля. М.: Высшая школа, 1991. 283 с.

5 Чихунов Д. Методы и приборы неразрушающего контроля физических свойств бетонов // Строительная Инженерия. 2005. № 3. С. 55-59.

6 ГОСТ 18353-79. Контроль неразрушающий. Классификация видов и методов. М.: Изд-во стандартов, 1987. 13с.

7 Verma S.K., Bhadauria S.S., Akhtar S. Review of non destructive testing methods for condition monitoring of concrete structures // Journal of Construction Engineering. 2013.

DOI: 10.17223/9785946218412/323

**ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ АЛГОРИТМА РАСЧЕТА J-ИНТЕГРАЛА
ПО ДАННЫМ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОПТИЧЕСКОГО ПОТОКА
ПРИ МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЯХ МАТЕРИАЛОВ**

¹Титков В.В., ^{1,2}Панин С.В., ¹Ерёмин А.В., ¹Любутин П.С., ³Козулин А.А.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²Томский политехнический университет, Томск

³Томский государственный университет, Томск

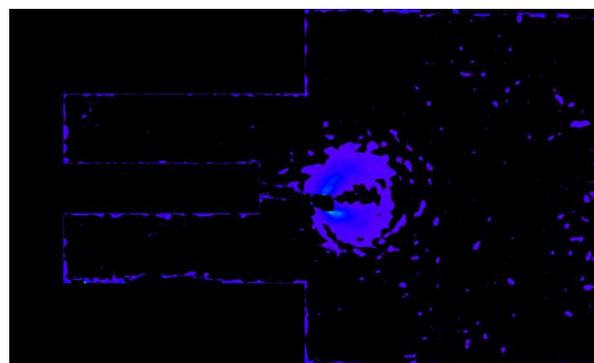
Метод корреляции цифровых изображений (DIC) [1, 2] приобретает все большую популярность за счет своей универсальности, удобства использования, а также возможности получения полноразмерных полей смещений/деформаций по фотографиям поверхности объекта. На основе получаемых полей становится возможным дальнейшее определение требуемых параметров состояния, например таких как, КИН, СТOD, J-интеграл.

J-интеграл, предложенный Райсом в 1968 году [3, 4, 5], определяется как независимый от пути линейный интеграл, который характеризует напряжения и деформации наконечника трещины под действием упругих и / или эластопластических материалов. Согласно определению J-интеграла он является независимым от пути интегрирования и это свойство соблюдается при работе с модельными данными [6], однако в реальном эксперименте за счет ошибок в определении смещений, получаемых методом корреляции цифровых изображений, независимость от пути интегрирования не выполняется [7].

Неопределенность решения задачи выбора контура интегрирования вызвана зашумленностью первичных данных и ошибками определения полей методов DIC. Данная задача может быть решена применением алгоритма постобработки векторных полей и выделения трещины на базе конечных элементов с предварительным расчётом приемлемых отклонений перемещений (рис. 1).



а



б

Рис.1. Поле зоны пластики до (а) и после (б) постобработки.

Было проведено сравнение получаемых результатов J-интеграла с использованием метода корреляции цифровых изображений с данными (табл. 1), рассчитанными согласно стандарту ASTM E 1820 Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness для расчета J-интеграла. Подходы были применены к результатам одноосного растяжения компактного образца (толщиной 10 мм с предварительно пророщенной усталостной трещиной длиной 21.8 мм, рис. 2) из алюминиевого сплава Д16 (модуль упругости сплава равен 71000 МПа, коэффициент Пуассона 0.33, условный предел текучести 286.7 МПа).

Для получения количественной оценки «точности» и помехоустойчивости расчёта J-интеграла предложено использовать следующую расчетную величину:

$$D = \left| \frac{J_{ASTM} - J_{расч}}{J_{ASTM_{max}}} \right| * 100\%,$$

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

где J_{ASTM} – величина J-интеграла полученная согласно стандарту ASTM E 1820 Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness, $J_{расч}$ – рассчитанное значение J-интеграла.

Согласно стандарту ASTM E 1820 Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness были рассчитаны значения J-интеграла. Отклонение величины J-интеграла изменяется от 0.695% до 4.088%, при этом средняя ошибка для используемых величин нагрузки составляет 1.753%, что говорит о применимости метода корреляции цифровых изображений для измерения J-интеграла на практике.

Благодарности. Работа выполнена в рамках программы фундаментальных исследований государственных академий наук (2013–2020 гг.) по теме 23.1.3, грантов Президента РФ № МК-6762.2018.9, № НИШ-5875.2018.8, № СП-198.2018.4, гранта РФФИ № 18-47-700006, гранта Российского научного фонда № 18-71-00087.

1. G. P. Cherepanov, Advances in Two-Dimensional and Three-Dimensional Computer Vision, Photomechanics, V. 77, 2000, pp. 323–372.
2. M. A. Sutton, J.-J. Orteu, H. Schreier. Image correlation for shape, motion and deformation measurements: basic concepts, theory and applications / Springer, 2009. –321 p.
3. G. P. Cherepanov, The propagation of cracks in a continuous medium, Journal of Applied Mathematics and Mechanics, 31(3), 1967, pp. 503–512.
4. J. R. Rice, A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks, Journal of Applied Mechanics, 35, 1968, pp. 379–386.
5. D. Vavrik, I. Jandjsek, Experimental evaluation of contour J integral and energy dissipated in the fracture process zone, Engineering Fracture Mechanics, V. 129, 2014, pp. 14–25.
6. V.V. Titkov, S.V. Panin, A.V. Eremin, A.A. Kozulin, P.S. Lyubutin, Algorithm for J-integral measurement by digital image correlation method / AIP Conference Proceedings, 2051 (2018) 020305.
7. J. Tracy, A. Waas, S. Daly, Experimental assessment of toughness in ceramic matrix composites using the J-integral with digital image correlation part I: methodology and validation / Journal of Materials Science 50(13) 2015, pp 4646–4658

DOI: 10.17223/9785946218412/324

RAMAN SCATTERING IN C₆₀@SWCNTS PEAPODS

^{1,2}Maslova O.A., ³Yuzyuk Yu.I., ^{1,2} Barannikova S.A.

¹National Research Tomsk State University, Tomsk, Russia

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

³Southern Federal University, Rostov-on-Don, Russia

o_maslova@rambler.ru

Raman spectroscopy is a powerful method that furnishes detailed information on various carbon allotropic forms, allowing ones materials to be distinguished from others via a set of vibrational lines, the so-called Raman “fingerprints” [1--4]. Depending on the rolling up of a graphene (2D carbon network system), one obtains a single-walled carbon nanotube (SWCNT, 1D network system) or a C₆₀ (0D) fullerene molecule, whose Raman spectra vary noticeably, enabling one to differentiate between these types of carbon materials.

SWCNTs can be filled with fullerene molecules, forming the so-called peapods, whose properties, such as flat conduction bands, are attractive in terms of a possible superconductivity by alkaline metal doping [5]. In this case, the Raman spectra of these systems contain the “signatures” of both SWCNTs and fullerenes, ensuring information on the type of encapsulating fullerene molecules, as well as on the diameter distribution of SWCNTs, receiving fullerenes.

In this respect, the present work aims the Raman spectroscopic characterization of a sample of C₆₀@SWCNTS peapods, prepared via the multistep method, in order to confirm the presence of fullerene molecules (C₆₀) inside the tubes, as well as to show the convenience of Raman spectroscopy for the non-destructive and rapid analysis of such combined-dimensionality systems. Peapods were scanned using two (514.5 and 325 nm) laser excitation wavelengths. The Raman responses of SWCNTs were distinguished from those of fullerene molecules. Furthermore, the Raman spectra of peapods, excited by a 325-nm laser beam, reveal the formation of bonds between the fullerene molecules in the nanotubes, presumably due to the laser heating (photopolymerization processes).

1. Dresselhaus MS, Eklund PC. Phonons in carbon nanotubes. *Advances in Physics*. 2000; 49(6):705-814.
2. Ferrari AC, Meyer JC, Scardaci V, Casiraghi C, Lazzeri M, Mauri F, Piscanec S, Jiang D, Novoselov KS, Roth S, Geim AK. Raman spectrum of graphene and graphene layers. *Physical Review Letters*. 2006;97:187401.
3. Milanez DH, Schiavi MT, do Amaral RM, de Faria LIL, Gregolin JAR. Development of carbon-based nanomaterials indicators using the analytical tools and data provided by the web of science database. *Mat. Res.* 2013;16(6):1282-1293.
4. Maultzsch J, Telg H, Thomsen C, Reich S. Radial Breathing Modes of Single-Walled Carbon Nanotubes: Optical Transition Energy and Chiral-Index Assignment. *Physical Review B*. 2005;72:205438-16.
5. Saito S, Okada S. Proc. Design of carbon-nanotube based materials. In: *Proceedings of the 3th Symposium on Atomic-Scale Surface and Interface Dynamics*; 1999 March 4-5; Fukuoka, Japan. p. 307-310.

DOI: 10.17223/9785946218412/325

ON THE DETERMINATION OF GRAPHENE EDGE CHIRALITY VIA RAMAN
SPECTROSCOPY

^{1,2}Maslova O.A., ³Yuzyuk Yu.I., ^{1,2} Barannikova S.A.

¹National Research Tomsk State University, Tomsk, Russia

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

³Southern Federal University, Rostov-on-Don, Russia

o_maslova@rambler.ru

The outstanding optical and magnetic properties, as well as the superconductivity, of graphene and related materials depend to a large extent on the edge chirality (zigzag or armchair) [1, 2]. So, after studying the hundreds of mechanically cleaved graphene (MCG) specimens, the authors of work [1] discovered that the angle between the edges in a MCG is multiple to 30° . This suggests that carbon atoms along the graphene edges are stacked in either the zigzag or the armchair structure. It was also shown in work [1] that, when two adjacent edges make an angle of 30° , 90° or 150° , these possess different chiralities (one is armchair and another is zigzag). If the angle is 60° or 120° , both edges are characterized by the same type of chirality (zigzag or armchair) [1]. Indeed, according to SEM and TEM data, the graphene edge is not perfectly smooth. Furthermore, the edge structure of graphene is known to induce the peculiar resonance scattering phenomena, such as double resonance [3, 4]. Double resonance processes were carefully studied in graphene and graphite that enabled one to establish their direct role in the activation of D- and 2D-bands in the Raman spectra of graphene [4]. Applying the double resonance theory and considering the one-dimensional edge, the double resonance is shown to be mainly activated by the armchair edge, yielding the higher-intensity D-band, whereas this process is forbidden at the zigzag edge (the D-band tends to zero or vanishes). Hence this speculation seems to be interesting for the determination of the edge chirality of graphene via the Raman spectroscopy.

In this respect, Raman spectroscopy is shown to be a convenient tool for the determination of the edge chirality type in graphene via the analysis of D- and G-bands in various directions within a single layer graphene (SLG), obtained via mechanical exfoliation onto a Si/SiO₂ substrate. The intensity variation in both bands, while moving along one or another direction, has enabled one to distinguish the “zigzag” and “armchair” chirality configurations in a sample under consideration.

1. K. S. Novoselov, D. Jiang, F. Schedin, T. J. Booth, V. V. Khotkevich, S. V. Morozov, and A. K. Geim. Two-dimensional atomic crystals. *Natl. Acad. Sci. U.S.A.*, 102 (2005), pp. 10451-10453.
2. T. Ohta, A. Bostwick, T. Seyller, K. Horn, and E. Rotenberg. Controlling the electronic structure of bilayer graphene. *Science* 313(5789) (2006), pp. 951-954.
3. C. Thomsen, S. Reich. Phys. Double Resonant Raman Scattering in Graphite. *Rev. Lett.* 85 (2000), pp. 5214-5217.
4. P. Venezuela, M. Lazzeri, and F. Mauri. Theory of double-resonant Raman spectra in graphene: Intensity and line shape of defect-induced and two-phonon bands. *Phys. Rev. B* 84 (2011), pp. 035433-035462.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования
материалов, изделий и конструкций
с иерархической структурой

DOI: 10.17223/9785946218412/326

**ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ПОЛУЧЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ИЗ
ТИТАНОВОГО СПЛАВА МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО АДДИТИВНОГО
ПРОИЗВОДСТВА НА ИХ СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

¹Калашников К.Н., ¹Чумаевский А.В., ¹Калашникова Т.А.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск
sso.spektr.asu@gmail.com, tch7av@gmail.com, gelombang@ispms.ru*

Методы аддитивного производства в настоящее время являются наиболее популярными и перспективными методами получения различных металлических изделий. Во многом это связано с тем, что их использование позволяет снизить расходы материалов в связи с минимизацией механических обработок и повысить скорость производства. Одними из основных материалов, применяемых в этой области, являются титановые сплавы, используемые в авиа- и ракетостроении, а также в транспортной промышленности. Однако значительное влияние на качество получаемой продукции оказывает режим производства изделия.

На основании этого были проведены экспериментальные исследования влияния параметров процесса производства изделий из сплава ВТ6 с использованием электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии. Основными параметрами производства в данном случае являются ускоряющее напряжение, ток электронного луча, тип развертки электронного луча, а также скорость 3D-печати. Ускоряющее напряжение, скорость подачи и тип развертки принимались постоянными, в то время как ток луча изменялся от образца к образцу.

Было выявлено, что рабочий ток электронного луча оказывает серьезное влияние на формируемое изделие. Образец №1, полученный при рабочих токах от 35 мА на первом слое до 28 мА на последнем слое, имеет структуру, состоящую из первичных зерен β -фазы и игольчатой мартенситной α -фазы. Испытания на растяжение такого образца показали, что его предел прочности находится на уровне 878 МПа. В тоже время, образец №2, полученный при токах от 42 мА до 28 мА так же представлен первичными зернами β -фазы и пластинами α -фазы, однако размеры этих структурных элементов отличаются от образца №1. Предел прочности такого образца на растяжение равен 913 МПа.

Таким образом, повышенный ток электронного луча на первых слоях образца №2 сплава ВТ6 обеспечивает получение наиболее благоприятной структуры, которая приводит к улучшению механических характеристик готового изделия, по сравнению с образцом №1. Однако, стоит учитывать, что границы допустимых значений тока довольно малы, и при дальнейшем увеличении данного параметра может произойти образование дефектов, вплоть до разрушения изделия в процессе печати.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/327

**ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ ОБРАЗЦОВ ТИТАНОВОГО
СПЛАВА, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ 3D-ПЕЧАТИ**

¹Калашников К.Н., ¹Иванов А.Н., ¹Рубцов В.Е., ¹Калашникова Т.А.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск
sso.spektr.asu@gmail.com, ivan@ispms.ru, rvy@ispms.ru, gelombang@ispms.ru*

В настоящее время методы аддитивного производства широко используются для изготовления деталей в разных отраслях промышленности. В зависимости от типа получаемого технического результата, методы аддитивного производства можно условно разделить на две группы. Первая группа – порошковые методы. Аддитивное производство изделий из порошковых материалов обеспечивает очень высокую точность изготовления сложных изделий небольших размеров. Несмотря на данное преимущество, основными недостатками данной технологии являются высокая пористость получаемых изделий и, следовательно, необходимость проведения дополнительных термических и термомеханических обработок для улучшения структуры и механических свойств. Основными представителями данной группы являются такие методы, как селективное лазерное сплавление, электронно-лучевое сплавление и другие. Ко второй группе методов можно отнести методы, использующие проволоку в качестве материала для изготовления изделий, такие как проволочную дуговую технологию и электронно-лучевую проволочную технологию. Эти методы используются для изготовления изделий достаточно крупных размеров, по сравнению с порошковыми технологиями, но при этом к ним предъявляются менее серьезные требования по точности изготавливаемых изделий. Тем не менее, точность изготовления оказывает влияние на параметры деталей, в том числе и на структуру и свойства образцов. Одним из параметров, определяющих точность изготовления, является качество получаемой поверхности образцов.

Морфология поверхности изделий, получаемых электронно-лучевым проволочным методом, была исследована с использованием конфокальной микроскопии на образцах титанового сплава ВТ6, полученных при различных условиях 3D-печати. Было выявлено, что на внешней поверхности стенок, полученных по разным режимам, хорошо выявляются первичные зерна β -фазы, так как на границах четко выделяется ступенька между соседними зернами. При этом размеры таких зерен при разных режимах значительно отличаются. При рассмотрении формируемых слоев материала было обнаружено, что образец, полученный при неоптимальном режиме, демонстрирует более высокую амплитуду «волны» одного слоя материала, что свидетельствует о неоптимальном температурном режиме и неодинаковом времени кристаллизации слоев материала в процессе печати, что приводит к изменению толщины разных участков стенки по высоте.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013).

DOI: 10.17223/9785946218412/328

**ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ ОБРАЗЦОВ СПЛАВА ВТ6, ПОЛУЧЕННЫХ
ЭЛЕКТРОННО ЛУЧЕВЫМ АДДИТИВНЫМ МЕТОДОМ**

¹Калашников К.Н., ¹Белобородов В.А., ¹Дмитриев А.В., ¹Жуков Л.Л.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*
sso.spektr.asu@gmail.com, vabel@ispms.tsc.ru, allsoft@hotmail.com, mcleon@inbox.ru

Электронно-лучевое аддитивное производство образцов из проволоки или прутка в настоящее время является одним из самых перспективных и самых малоизученных методов 3D-печати металлических изделий. Данный метод представляет собой процесс нанесения слоев расплавленного металла в соответствии с заданной трехмерной компьютерной моделью детали необходимой формы. Эта технология получила наибольшее распространение в транспортной, авиационной и ракетно-космической отраслях промышленности для изготовления крупногабаритных изделий, не требующих особой точности. Напечатанные изделия подвергаются минимальной механической обработке и, в случае если это составная деталь, свариваются методами электронно-лучевой сварки либо сварки трением с перемешиванием. Важным условием применимости таких деталей является соответствие их механических свойств свойствам литого металла. Одним из основных факторов, определяющих характеристики материала, является характер разрушения образцов. В данной работе были исследованы образцы сплава ВТ6, изготовленные по различным режимам и подвергнутые испытаниям на статическое растяжение. Особенности процесса разрушения образцов титанового сплава ВТ6, полученных методом аддитивного электронно-лучевого производства, были прослежены с помощью растровой электронной микроскопии.

Исследования показали, что основной характер разрушения образцов вязкий, наблюдается ямочный внутризеренный излом. Было выявлено, что в некоторых зонах разрушение образцов обуславливается межзеренными границами, что видно по строению изломов: проявляются очертания крупнозернистой структуры образцов. Для наиболее прочных образцов характерно отсутствие дефектов в структуре изломов. Для ряда образцов наблюдается наличие пор с достаточно крупными размерами.

Испытания образцов показывают невысокую зависимость механических свойств относительно направления приложения нагрузки. Механические свойства всей серии образцов изменяются в пределах порядка 10 – 15 %. Наибольший предел прочности на разрушение составляет 904 МПа, что находится на уровне литого сплава, предел прочности которого находится в интервале от 900 до 1100 МПа. Таким образом, метод электронно-лучевого аддитивного производства позволяет получать изделия с механическими свойствами, не уступающими свойствам литого материала.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/329

**ОСОБЕННОСТИ ОБРАЗОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ В ИЗДЕЛИИ ИЗ ЖАРОПРОЧНОГО
СПЛАВА НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ, ПОЛУЧЕННОМ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-
ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

¹Гурьянов Д.А., ¹Фортуна С.В., ¹Калашников К.Н., ¹Осипович К.С.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Жаропрочные сплавы на основе никеля (или суперсплавы) применяют для производства сложных и ответственных деталей горячего тракта современного газотурбинного двигателестроения авиационного и энергетического назначения. В настоящее время известны такие дефекты в материале изделий из суперсплавов как, разориентированные зерна, цепочки фреклов, рекристаллизационные зерна, большеугловые и малоугловые границы, поры, блочная структура. Наличие большеугловых границ зерен ведет к интенсивному межкристаллитному окислению, что в свою очередь приводит к образованию самых опасных дефектов в виде трещин. Данному дефекту подвержены сплавы с низким содержанием углерода, т.к. углерод является упрочнителем границ. Фреклы – строчки равноосных зерен в междендритном пространстве, как правило вытянутых в направлении кристаллизации. Образуются фреклы из-за конвективной турбулентности расплава - сбоя монотонного дендритного роста, сопровождающегося завихрением расплава [1]. Ориентация зерен фреклов хаотична и не имеет связи с ориентацией дендритов. В работе [2] показано, что, в основном, фреклы образуются при низких скоростях охлаждения, при которых формируется крупночешуйчатая дендритная структура с расстоянием между осями дендритов первого порядка больше 300 мкм. Фреклы оказывают вредоносное влияние на коррозионные и механические свойства материала. Блочная структура – является следствием азимутальных и аксиальных разориентировок в процессе направленного роста. Изменение аксиальной ориентации может быть связано с изгибом осей дендритов 1-го порядка в вдоль направления температурного градиента, тогда как изменение азимутальной ориентации может быть вызвано закручиванием дендритной оси 1-го порядка крутящим моментом, возникающим вследствие взаимодействия соседних дендритов в процессе роста [1]. Согласно [3] поры в жаропрочных никелевых сплавах можно разделить на три типа: кристаллизационные, гомогенизационные и деформационные. Кристаллизационные поры имеют неправильную форму, повторяющую вид междендритного пространства, и располагаются на малоугловых границах. Данные поры образуются из-за того, что в процессе роста, оси дендритов 2-го порядка перекрывают междендритное пространства и тем самым препятствуют подтоку расплава.

Применение аддитивной технологии позволяет избежать дефектов, свойственных литьевому производству. А применение именно проволочной аддитивной технологии позволяет избежать дефектов, свойственных порошковому подходу. Не смотря на данные преимущества, в современной литературе недостаточно рассмотрены особенности формирования дефектов в жаропрочных сплавах, полученных методом проволочной электронно-лучевой аддитивной технологии.

В данной работе методом аддитивной электронно-лучевой технологии получили однослойные дорожки никелевого сплава, нанесенные на стальную подложку. Исходным материалом служили прутки суперсплава ЖС6У и подложка в виде листового проката из аустенитной стали 12Х18Н9Т с водяным охлаждением. Образцы получали на установке, описанной в работе [4]. В ходе выполнения работы были получены четыре образца. Ток пучка электронов и скорость перемещения рабочего стола (скорость печати) были варьируемыми параметрами электронно-лучевого аддитивного процесса (см. Таблицу 1).

Полученные изделия характеризуются такими макродефектами как, отслоение нанесенного материала от подложки (Рис. 1-а), растрескивание и пористость в области интенсивного перемешивания стали с никелевым сплавом (Рис. 1-б), наличие трещин на границах колоний дендритов (Рис. 1-в). Отслоение нанесенного материала от подложки вероятнее всего происходит из-за деформаций, вызванных различием коэффициентов

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

температурного расширения. Растрескивание по границам колоний дендритов может происходить по нескольким причинам: в следствии межкристаллитного окисления, вызванного наличием большеугловых границ; из-за закупоривания междендритного пространства карбидами, откуда в процессе кристаллизации развиваются трещины; различием скорости роста колоний дендритов с разными кристаллографическими ориентациями. Появление трещин и пор в области активного перемешивания стали с никелевым сплавом трудно поддается интерпретации, т.к. необходимо учитывать процессы образование дефектов не только отдельно взятых материалов, но и их взаимного влияние.

Таблица 1. Параметры электронно-лучевого аддитивного процесса

Маркировка образца	Ток пучка I, мА	Скорость перемещения стола, мм/мин
1	40	150
2	40-60	50
3	60	50
4	53-60	100

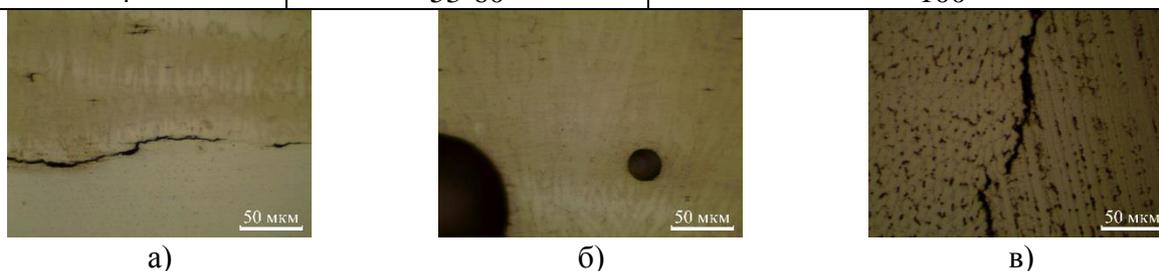


Рис. 1. Дефекты в никелевом сплаве, полученном методом электронно-лучевой аддитивной технологии

В исследуемом материале не было обнаружено фреклов, а расстояние между осями дендритов первого порядка не превышало 20 мкм, что говорит о высоком значении скорости охлаждения. Блочная структура, характерная для литых изделий, не выражена в материале, полученном методом электронно-лучевой аддитивной технологии. И можно предположить, что присутствие аксиальных и азимутальных разориентировок колоний дендритов минимально. В силу того, что наплавочный материал подавался в виде прутков, а не порошка, в нем не обнаружено усадочных пор, характерных для порошковых аддитивных технологий. По этой же причине нет и гомогенизационных пор, и, следовательно, нет необходимости проводить горячее изостатическое прессование.

1. Епишин А.И. Структура, анизотропия физико-механических свойств и механизмы высокотемпературной ползучести монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов. // дис. на соискание уч. ст. д.ф.-м.н. Москва. 2007.
2. Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б. и др. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов // М.: Машиностроение. 1997. С. 336
3. Epishin A., Brückner U., Portella P. D., Link T. Influence of Small Rhenium Additions on the Lattice Spacing of Nickel Solid Solution // Scripta mater. 2003. V. 48. P. 455-459.
4. Kalashnikova T. A., Khoroshko E. S., Chumaevskii A. V., and. Filippov A. V. Surface morphology of 321 stainless steel obtained by electron-beam wire-feed additive manufacturing technology // AIP: Conference Proceedings. 2018. V. 2051, 020114.

DOI: 10.17223/9785946218412/330

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЧНОСТИ ТОНКОСТЕННЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ
КОНСТРУКЦИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ АДДИТИВНО-СУБТРАКТИВНОГО
ПРОИЗВОДСТВА**

Филиппов А.В., Шамарин Н.Н., Утяганова В., Рубцов В.Е.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Производство алюминиевых тонкостенных элементов изделий является материалоемкой и трудоёмкой задачей. Одним из возможных вариантов повышения эффективности производства тонкостенных элементов конструкция является применение аддитивных технологий. Однако, на сегодняшний день существенным недостатком аддитивного производства является низкое качество поверхности и невысокая геометрическая точность изделий. Для устранения этого недостатка предлагается совместить существующие субтрактивные технологии (фрезерование и электроискровая резка) с аддитивными. Такая гибридная технология позволит получить тонкостенные элементы с высокими показателями качества поверхности, геометрической точности формы при существенном снижении материалоемкости производства. В тоже время, следует тщательно подойти к выбору технологического решения с целью рационального совмещения операций субтрактивного и аддитивного производства. Электронно-лучевая технология 3D-печати характеризуется высокой производительностью. При печати изделия локальная область материала и филамента подвергается высокоэнергетическому воздействию, за счет чего происходит существенный нагрев и плавление материала. В случае нерационального выбора режимов печати может происходить значительное выгорание легких легирующих элементов, содержащихся в алюминиевых сплавах. Также существенное влияние на качество изделия оказывает конфигурация подложки, на которой формируется тонкостенный элемент. Наиболее важными параметрами выбора подложки являются ее материал и геометрическая форма, поскольку они определяют условия теплоотвода от тонкостенного элемента в условиях 3D-печати в вакууме.

В связи с вышесказанным, целью работы является исследование механическую прочность материала, напечатанного на разных видах подложек, представляющих типовые решения при производстве изделий с тонкостенными элементами.

Изготовление тонкостенных элементов осуществлялось на установке электронно-лучевой 3D-печати с использованием проволоки из сплава АМг5. После печати стенки высотой ~20 мм и толщиной 7 мм производилась её механическая обработка методами фрезерования и электроискровой резки. Затем осуществлялась повторная 3D-печать до достижения общей высоты стенки ~40 мм. Также были изготовлены элементы стенок толщиной 5 мм и высотой 20 из проката сплава АМг5, на которые без дополнительной обработки наносили слой АМг5 методом электронно-лучевой 3D-печати до достижения высоты стенки ~40 мм. Таким образом было сформировано три варианта тонких стенок, обеспечивающих возможность исследования их прочности при комбинации различных технологических решений.

В результате исследований структуры методами оптической металлографии и растровой электронной микроскопии не выявлено существенной пористости в образцах. Исследование механических свойств указывает на достаточно высокую прочность всех образцов. Снижение прочности выявлено в случае печати при высоких значениях тока, что обусловлено выгоранием легирующих элементов и образования пористости на границе подложка/напечатанное изделие. При выборе оптимального значения режимов печати достигается предел прочности ~262 МПа.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/331

**ИССЛЕДОВАНИЕ КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ НАПЕЧАТАННОГО
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ МЕТОДОМ СПЛАВА АМг5**

Филиппов А.В., Шамарин Н.Н., Утяганова В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Сплав АМг5 является распространенным конструкционным материалом и применяется в машиностроении, судостроении, авиации и ракетнокосмической технике. При изготовлении элементов летательных аппаратов коэффициент использования материала составляет от 0,5 до 0,1, что указывает на высокую материалоемкость производства. При этом применение традиционных технологий сварки и наплавки электродуговыми методами является не эффективным. Одной из причин является резкое снижение коррозионной стойкости сплавов системы Al-Mg в области сварного соединения. Возможным путем снижения материалоемкости является применение современных технологий аддитивного производства. В контексте сохранения механических свойств и коррозионной стойкости наиболее перспективным методом является электронно-лучевая аддитивная технология. Поскольку процесс осуществляется в вакуумной камере, постольку снижается вероятность окисления межслоевых границ. Также снижается неоднородность тепловложения, что способствует получению материала с более однородным распределением интерметаллидных частиц. Стандартные коррозионные испытания проводятся путем погружения образцов в раствор соли NaCl и выдержкой в течении 90 дней. Применение современных электрохимических методов является более эффективным, поскольку позволяет значительно экономить время на проведение коррозионных испытаний. Одним из таких методов является электрохимическая импедансная спектроскопия.

В связи с вышесказанным, целью работы является исследование коррозионной стойкости сплава АМг5, полученного электронно-лучевой печатью, с применением метода электрохимической импедансной спектроскопии

Изготовление образцов сплава АМг5 осуществлялось на установке электронно-лучевой 3D-печати из алюминиевой проволоки содержащей 5% магния. После формирования напечатанных образцов проводились структурные исследования методами оптической металлографии и растровой электронной микроскопии. Анализ химического состава интерметаллидов и распределения магния по образцу осуществлялось методом энергодисперсионного анализа. Электрохимическое исследование коррозионной стойкости осуществлялось с применением потенциостата Electrochemical Instruments с приставкой для импедансной спектроскопии. Испытания проводились при комнатной температуре. В качестве электрода сравнения использовался Ag/AgCl электрод, в качестве рабочего электрода использовались образцы сплава АМг5 с активной областью размером 1 см², в качестве контр электрода использовался графитовый стержень. В качестве коррозионной среды использовался раствор 0,6М NaCl. Предварительно в течении одного часа образец выдерживался в коррозионной среде. В течении этого времени регистрировался потенциал разомкнутой цепи. Затем осуществлялось измерение электрохимического импеданса в диапазоне частот от 100кГц до 0,01 Гц, амплитуда напряжения составляла 10мВ относительно потенциала разомкнутой цепи.

Результаты указывают на равномерное распределение интерметаллидов β-фазы (системы MgAl) по напечатанному образцу. Установлено, что изменение тепловложения ведет к изменению содержания магния, что может быть вызвано небольшим выгоранием легирующих элементов в результате слишком интенсивного энергетического воздействия. В результаты коррозионных испытаний установлено, что при электрохимических испытаниях основным механизмом коррозии является питтинг.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/332

**ВЫБОР СМАЗОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ВОЛОЧЕНИЯ ФИЛАМЕНТОВ ИЗ
СПЛАВА 55Ni-10W-9,5Co-8,5Cr, ПРИМЕНЯЕМЫХ В АДДИТИВНОЙ ЭЛЕКТРОННО-
ЛУЧЕВОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

Попелюх А.И., Тюрин А.Г., Руктуев А.А, Корниенко Е.Е., Рашковец М.В.
Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск

На основе оценки триботехнических свойств проведен выбор смазочного материала для изготовления металлических филаментов из сплава 55Ni-10W-9,5Co-8,5Cr (проволока, прутки), применяемых для высокопроизводительного аддитивного производства с использованием мультитручковой электронно-лучевой технологии.

Аддитивная технология высокопроизводительного мультитручкового электронно-лучевого производства основана на принципе одновременной подачи в рабочую область электронного луча и исходного материала в виде металлических филаментов (проволока, прутки). Одними из наиболее перспективных материалов в аддитивном производстве являются жаропрочные никелевые сплавы, широко применяемые в производстве ответственных деталей газотурбинных двигателей в самолето- и ракетостроении [1]. Сплав системы 55Ni-10W-9.5Co-8.5Cr, являющийся аналогом Inconel 625, обладает высокой прочностью и усталостной долговечностью при повышенных температурах, высокой стойкостью к горячей коррозии, износостойкостью и хорошей свариваемостью [2-3]. Один из прогрессивных способов получения цилиндрических филаментов малого диаметра из сплава системы 55Ni-10W-9.5Co-8.5Cr заключается в пластической деформации металла при его волочении через твердосплавные фильеры. При данном типе производственного процесса правильный выбор смазочного материала играет ключевую роль.

Испытания по оценке зависимости коэффициента трения от удельной нагрузки на пару трения при смазывании различными проводили на машине трения ИИ5018. Скорость вращения диска составляла 150, 300 и 700 об/мин, что соответствует скорости волочения проволоки 23,5; 47,1; и 109,9 м/ мин. Нагрузка на колодку изменялась в диапазоне от 100 до 700 Н. Время испытания каждой пары при различных условиях составляло 5 минут

Предварительно тип смазочных материалов был выбран исходя из данных литературных источников [4, 5]. Были использованы следующие смазочные материалы: минеральное масло Лукойл 10W-40, экспериментальная смазка РГ 25 (экспериментальный смазочный материал на основе минерального масла с добавлением углеродных наночастиц), консистентная литиевая смазка марки «Литол 24», воск пчелиный, а также смеси из масла и технической серы, «Литол 24» и графита.

Величина коэффициента сухого трения пары «сплав ВК15 – сплав 55Ni-10W-9,5Co-8,5Cr» находится в диапазоне 0,32 - 0,37, при этом на поверхности трения никелевого сплава наблюдаются глубокие каверны, возникшие в результате процессов схватывания с материалом индентора с последующим вырывом значительных объемов материала.

Применение смазочных материалов любого типа в 1,5 – 2 раза снижает показатели коэффициента трения и уменьшает повреждаемость поверхности филамента. В исследуемом диапазоне нагрузок наилучшие триботехнические свойства пары трения зафиксированы при использовании минерального масла, модифицированного 10 % технической серы (рис. 1 г). Коэффициент трения в этом случае составляет 0,13, что почти в два раза меньше по сравнению с условиями сухого трения (коэффициент 0,37), при этом величина шероховатости поверхности изнашивания меньше в 2,3 раза: 1,119 мкм по сравнению с 2,563 мкм.

Установлено, что при значительном силовом воздействии на пару трения коэффициент трения существенно не изменяется, что позволяет деформировать проволоку с большими степенями пластической деформации и малым количеством технологических проходов. Низким коэффициентом трения 0,14 - 0,19 пара трения «сплав ВК15 – сплав 55Ni-10W-9,5Co-8,5Cr» обладает при смазывании чистым (без добавок) минеральным маслом и при использовании смазочных материалов на основе минерального масла, а так же

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

экспериментальной смазки РГ 25. В то же время использование консистентных смазочных материалов, в том числе содержащих графит, рекомендуемых литературными источниками [4, 5] и позволяющих проводить волочение при различной пространственной ориентации проволоки, не показало положительных результатов.

Интенсивно протекающие процессы схватывания с материалом диска, приводящие к повреждению поверхности колодки не позволяют рекомендовать использование смазочных материалов на основе «Литол 24» и пчелиного воска при волочении никелевой проволоки (рис. 1 б, в).

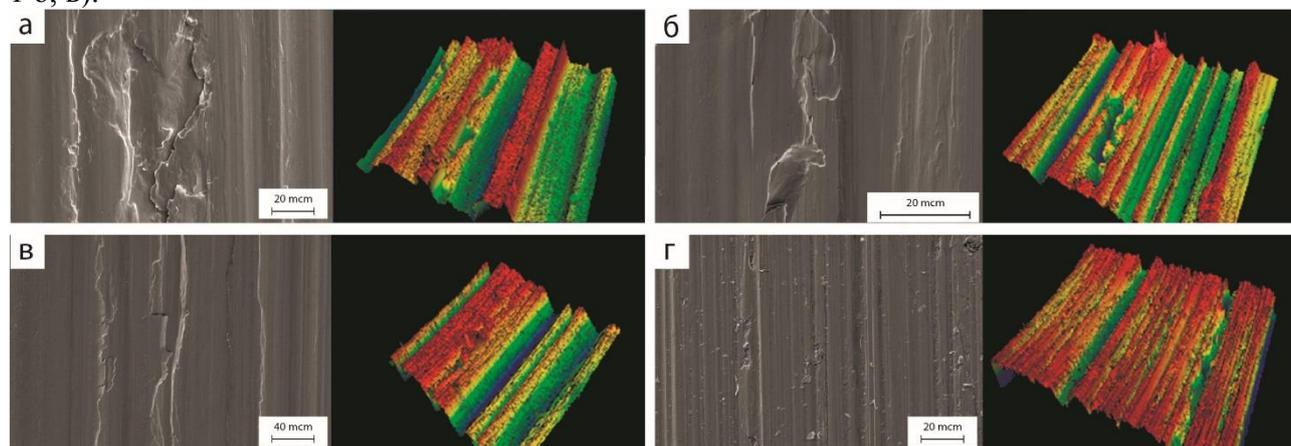


Рис. 1. Поверхность изнашивания колодки из сплава 55Ni-10W-9.5Co-8.5Cr и трехмерная модель шероховатости поверхности при использовании различных смазочных материалов: а) без смазочного материала; б) воск; в) «Литол 24»; г) минеральное масло с добавлением технической серы.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что наилучшими триботехническими свойствами в исследуемом диапазоне нагрузок пара трения «сплав ВК15 – Сплав 55Ni-10W-9,5Co-8,5Cr» обладает при смазывании минеральным маслом с добавлением технической серы. В этом случае коэффициент трения находится в диапазоне 0,15 – 0,16 при величине нормальной нагрузки 500 – 700 Н. Шероховатость поверхности колодки минимальна и составляет 1.199 Ra. Низким коэффициентом трения 0,14 – 0,19 обладают никелевые сплавы так же при смазывании минеральным маслом.

Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013).

1. Kolachev BA, Elagin VI, Livanov VA. Metallurgy and heat treatment of non-ferrous metals and alloys // Textbook for Universities. 3rd Ed. M.: MISiS, 1999. P. 416.
2. Chester Thomas Sims, N. S. Stoloff, William C. Hagel. The Superalloys // Wiley, 1987. – 615 с.
3. Логунов А. В., Шмотин Ю. Н. Современные жаропрочные никелевые сплавы для дисков газовых турбин // Москва. Наука и технология, 2013. – 256 с.
4. Горловский М.Б., Меркачев В.Н. Справочник волочильщика проволоки. М.: Metallurgy, 1993. 335 с.
5. Перлин И.Л., Ерманок М.З. // Теория волочения. М.: Metallurgy, 1971. 448с.

DOI: 10.17223/9785946218412/333

**ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ ДОЭВТЕКТИЧЕСКОГО
СИЛУМИНА МАРКИ АК7ч**

Казанцева Л.А., Курзина И.А.

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск

Механические свойства алюминиевых сплавов зависят от химического состава, микроструктуры и способа изготовления сплава. Алюминиевые сплавы (силумины) широко используются в промышленности благодаря легкому весу, низкой плотности, хорошей литейной способности и коррозионной стойкости.

Важными характеристиками алюминиевых сплавов, определяющими их область применения, являются литейные и механические свойства. Свойства сплава также зависят от кинетики затвердевания и состава соединений вторичной фазы. Для обеспечения высокого уровня этих свойств необходимо улучшить микроструктуру сплавов, а именно, измельчить зерно α -фазы с одновременным упрочнением границ раздела фаз модифицирующими добавками. Измельчение первичной фазы кремния, входящего в состав сплава, также играет ключевую роль в улучшении механических свойств. Известно, что часто используемыми характеристиками количественных показателей механических свойств металлических материалов являются предел текучести и деформационное упрочнение [1]. Основными факторами определения прочности металлических материалов являются следующие: дефектная структура зерна, внутренние напряжения и источники дислокаций.

В настоящей работе представлены экспериментальные результаты по исследованию структуры и фазового состава поверхности сплава Al-Si в области эвтектики. Сплав изучался в исходном состоянии и после модификации оксидами тугоплавких металлов.

Современными методами материаловедения выполнены исследования фазового состава и состояние дефектной структуры поверхностного слоя Al-Si сплава. Структура сплава АК7ч в исходном состоянии и после модификации представлена зернами твердого раствора на основе алюминия, эвтектикой и включениями кремния. Для исследования дефектной структуры методом электроискровой резки вырезали пластинки, расположенные в области эвтектики, толщиной 0.1 мкм. Фольги для просмотра в электронном микроскопе готовили электрополировкой. Состояние дефектной структуры анализировали методом просвечивающей электронной дифракционной микроскопии на тонких фольгах с помощью микроскопов «ЭМ-125» и «JEM-2100F» с приставкой «JEOL» для энергодисперсионного спектрального микроанализа.

В работе определены скалярная и избыточная плотность дислокаций, а также внутренние напряжения, создаваемые скалярной и избыточной плотностью дислокаций до и после модификации. Средняя скалярная плотность дислокаций определялась по известной методике методом секущей [2], избыточная плотность дислокаций и внутренние напряжения – согласно [3].

Установлено, что модификация приводит к увеличению всех параметров тонкой структуры. Кроме того, модификация приводит к упругому искажению кристаллической решетки матрицы сплава.

1. Приходько, В.М. Металлофизические основы разработки упрочняющих технологий / В.М. Приходько, Л.Г. Петрова, О.В. Чудина. – М.: Машиностроение, 2003. – 384 с.
2. Хирш П., Хови А., Николсон Р.И. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. –М.: Мир, –1968. 574 с.
3. Конева Н.А., Козлов Э.В. Закономерности субструктурного упрочнения // Изв. вузов. Физика. – 1991. – Т. 34, № 3. – С. 56-70.

DOI: 10.17223/9785946218412/334

**ТОЧНОСТЬ ПОСТРОЕНИЯ ИЗДЕЛИЙ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ
АДДИТИВНЫМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ МЕТОДОМ**

¹Калашников К.Н., ¹Осипович К.С., ¹Калашникова Т.А.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск
sso.spektr.asu@gmail.com, osipovich_k@mail.ru, gelombang@ispms.ru*

В настоящее время аддитивные технологии, ранее известные лишь как способ 3D-печати изделий различной формы и размеров из пластика, все более прочно укрепляются в современной металлургии. Для получения металлических изделий методами 3D-печати уже разработаны различные виды специализированного оборудования для аддитивных технологий. Существует достаточно много самостоятельных аддитивных методов, имеющих свои положительные и отрицательные стороны. Классифицировать данные технологии можно на основе используемых источников излучения или на основе используемых материалов. В первом случае методы подразделяются на лазерные, электронно-лучевые и дуговые. Лазерные технологии обеспечивают очень высокую мощность излучения в процессе печати, что позволяет обеспечить высокую скорость производства. Электронно-лучевые технологии применяются исключительно в условиях вакуума, но при этом имеют преимущество перед лазерными, поскольку имеют более низкую стоимость и также обеспечивают высокую скорость печати. Во втором случае методы подразделяются на порошковые и проволочные. Порошковые методы аддитивного производства металлических изделий служат для получения в основном малогабаритных изделий, за счет чего к ним предъявляются очень высокие требования к точности построения [1]. Обычно детали, полученные порошковыми методами, являются пористыми, что позволило использовать эти технологии в медицинской области для изготовления имплантатов. При этом порошковые методы можно отнести как к лазерным (например, SLM), так и электронно-лучевым технологиям (EBM). Что касается проволочных технологий, то они могут быть как лазерными (DLD) и электронно-лучевыми (EBAM), так и дуговыми (WAAM) [2]. Обычно, к изделиям, полученным такими методами, не предъявляют серьезных требований к точности построения, поскольку изделия выращиваются в основном крупногабаритные, однако при этом должна быть соблюдена необходимая форма детали. В противном случае несоблюдение необходимой точности построения приведет к лишним затратам материала. Из этого следует, что необходимо исследовать факторы, влияющие на правильность построения деталей. Таким образом, в представленной работе была поставлена цель исследовать точность построения изделий из нержавеющей стали 12X18H9T, полученных методом электронно-лучевого проволочного аддитивного производства.

Для достижения поставленной цели был изготовлен ряд образцов в форме стенок высотой от 10 до 30 мм и длиной от 50 до 100 мм. Образцы были получены в Лаборатории Контроля Качества Материалов и Конструкций ИФПМ СО РАН на специальном оборудовании для электронно-лучевого аддитивного производства. Из полученных образцов на электроискровом станке вырезались темплеты для металлографических исследований. Исследования темплетов проводились на оптическом микроскопе Альтами MET-1С.

Исследования показали, что на точность построения изделий влияет температурный режим, определяемый мощностью электронного пучка, геометрия подачи проволоки и траектория печати образцов. Было выявлено, что при неоптимальном подборе мощности электронного пучка толщина формируемого изделия варьируется в зависимости от участка. Так в зоне, граничащей с подложкой, за счет быстрого охлаждения формируются тонкие слои материала высотой 1 мм. При удалении от подложки охлаждение оказывается недостаточным, и ширина и высота слоев изменяются. В итоге стенка уширяется, а фактическая высота становится значительно меньше заданной. Такой недостаток устраним за счет увеличения мощности пучка при печати первого слоя и дальнейшем его уменьшении при росте стенки.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

Так же положительно сказывается увеличение плотности пучка за счет изменения диаметра развертки.

Влияние геометрии подачи проволоки и стратегии печати оказывает влияние на построение заданной формы. Так, при слишком остром угле подачи проволоки наблюдается отклонение стенки от вертикали. Влияние стратегии печати заключается в следующем: при нанесении слоев материала в одном направлении происходит неравномерное построение стенки по длине, поскольку происходит перенос металла к ранее нагретой зоне, в итоге высота стенки на начальном участке выше, чем на конечном. При разнонаправленной стратегии печати, когда направление печати изменяется от слоя к слою, данный эффект не наблюдается.

Таким образом, при выполнении данной работы было выявлено, что на точность получаемых электронно-лучевым проволочным методом изделий значительное влияние оказывают как геометрические параметры, так и параметры электронного пучка. При неправильно подобранных режимах не удастся достичь заданной формы изделия. Из этого следует, что подбор параметров процесса электронно-лучевого аддитивного производства образцов из нержавеющей стали 12Х18Н9Т должен заключаться не только в подборе значений ускоряющего напряжения, тока пучка и типа развертки, но и в выборе оптимальной стратегии печати и геометрии подачи проволоки.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

1. Sing S.L., An J., Yeong W.Y. and Wiria F. Laser and electron-beam powder-bed additive manufacturing of metallic implants: A review on processes, materials and designs // *Journal of orthopaedic research: official publication of the Orthopaedic Research Society*. 2013. № 34(3). pp. 369–385.
2. Ding D., Pan Z., Cuiuri D. [et al.] Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests // *Int J Adv Manuf Technol*. 2015. 81. pp. 465–481.

DOI: 10.17223/9785946218412/335

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТАЛЛОКЕРАМИЧЕСКИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ
МАТЕРИАЛОВ ПОЛУЧАЕМЫХ В ПРОЦЕССЕ ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКИ**

Гольшев А.А., Филиппов А.А.

*Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН,
Новосибирск*

Введение. Аддитивные технологии (АТ) широко применяются во многих отраслях промышленности и продолжают развиваться. Существует много разновидностей АТ. В данной работе рассматривается метод селективного лазерного плавления SLM (Selective laser melting). С помощью аддитивных технологий возможно путем послойного наращивания материала изготовление изделий различной формы и конфигураций. Для увеличения характеристик изделий используют металломатричные композитные покрытия, состоящие из смеси порошков различных металлов с разными по содержанию и хим. составу керамики [1-3]. При лазерной наплавке порошковой смеси методом АТ возможно образование различных дефектов, таких как трещины, поры и т.д., что снижает механические свойства изделий. К настоящему времени не разработаны методы определения оптимальных параметров наплавки, которые обеспечивали бы низкую шероховатость, монолитность и однородность структуры. Поэтому поиск оптимальных комбинаций параметров (мощности лазерного излучения, частоты импульсов, скорости сканирования, шага сканирования, размера пятна и других) для данного материала или порошка производится эмпирически.

Целью работы является исследование влияния параметров лазерного излучения на форму и характеристики наплавленных металлокерамических треков. Основная задача – проведение оптимизации лазерной наплавки для получения монолитной наплавленной структуры с минимальной шероховатостью. Отметим, что метод оптимизации хорошо себя зарекомендовал при исследовании процесса лазерной резки [4].

Методы и результаты. В работе исследовалась лазерная наплавка на базе SLM метода. Металлокерамическая порошковая смесь WC – NiCrBSi наплавлялась на подложку из нержавеющей стали (12Х18Н10Т) с размерами 50х50х5 мм используя излучение CO₂-лазера с длиной волны 10.6 мкм. Толщина нанесенного слоя порошковой смеси составляла 400 мкм.

В работе была проведена оптимизация лазерной наплавки для получения качественных единичных треков. На рис. 1 представлена фотография подложки с наплавленными треками при разных режимах. В процессе оптимизации варьировались следующие параметра: скорость движения луча V , мощность излучения W и параметры фокусировки F , частота импульсов.



Рис. 1. Фотография образца с единичными треками при разных режимах наплавки

Наплавленные единичные треки исследовались на оптическом конфокальном микроскопе Olympus LEXT 3000. В результате были сформированы 3D поверхности треков, с помощью которых, были определены значения высоты, ширины и шероховатости наплавленных дорожек см. рис. 2.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

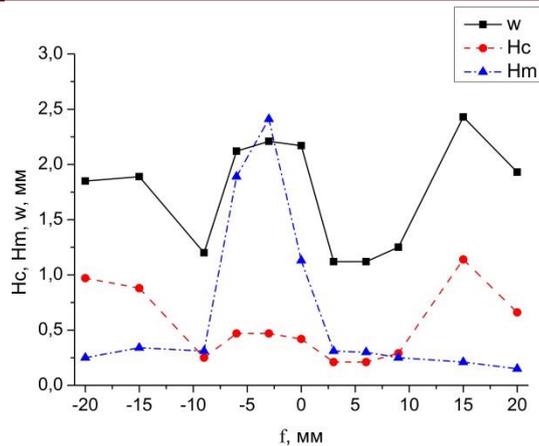


Рис. 2. Влияние положения фокуса на ширину w , высоту наплава H_c и глубину проплава H_m одиночного валика

Особое внимание было уделено измерению механических характеристик формируемых металлокерамических структур. Измерения микротвердости проводились на микротвердомере Wilson Hardness Group Tukon1102 по методу Виккерса.

Заключение. В работе проведена оптимизация процесса лазерной наплавки порошковой смеси на основе Ni и WC с целью получения единичного трека с минимальной шероховатостью в отсутствие пор. Определены оптимальные условия формирования единичных треков. Исследовано влияние микротвердости от параметров лазерного воздействия.

Благодарность. Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и Новосибирской области в рамках научного проекта № 19-48-543004 р_мол_а «Разработка научных основ создания многоуровневых металлокерамических структур, используя импульсно-периодическое лазерное излучение в аддитивных технологиях».

1. Davydova A., Domashenkov A., Sova A., et al. Selective laser melting of boron carbide particles coated by a cobalt-based metal layer // J. Materials Process. Technol. 2016. Vol. 229. P.361–366.
2. Гольшев А.А., Оришич А.М. Исследование влияния режимов фокусировки лазерного излучения на геометрические и механические свойства металлокерамических треков // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). 2019. Т. 21. № 1. С. 82-92.
3. Гольшев А.А., Филиппов А.А., Ряшин Н.С. Исследование микроструктуры формируемых металлокерамических покрытий // В книге: Проблемы механики: теория, эксперимент и новые технологии Тезисы докладов XII Всероссийской конференции молодых ученых. Под редакцией В.В. Козлова. 2018. С. 49-50.
4. Фомин В.М., Гольшев А.А., Оришич А.М., Шулятьев В.Б. Энергетика высококачественной резки стали волоконным и CO₂-лазерами// Прикладная механика и техническая физика. 2017. Т. 58. № 2 (342). С. 212-220.

DOI: 10.17223/9785946218412/336

**ОСОБЕННОСТИ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ СУПЕРСПЛАВА НА
ОСНОВЕ НИКЕЛЯ В ПРОЦЕССЕ ЛОКАЛЬНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ**

Фортуна С.В., Гурьянов Д.А., Калашников К.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Суперсплавы (жаропрочные сплавы на основе никеля) создавались и используются для изготовления методом литья (в том числе литья с направленной кристаллизацией) лопаток и других деталей горячих трактов современных газотурбинных двигателей авиационного и энергетического назначения [1]. При этом наилучшими эксплуатационными характеристиками обладают лопатки турбин с направлено кристаллизованной монокристаллической микроструктурой [1]. Известные на настоящее время технологии литья с направленной кристаллизацией являются чрезвычайно ресурсоемкими. Как в плане образования большой доли фактически невозвратных, или трудно регенерируемых, отходов очень дорогостоящих материалов, так и по трудоемкости с множеством технологических переходов, сложности оборудования и т.п.

В ближайшей перспективе развитие потенциальных возможностей интенсивно развивающихся аддитивных технологий возможно позволит свести технологию лопаток турбореактивных двигателей с монокристаллической микроструктурой к одной – двум операциям. И в этом направлении уже имеются ощутимые достижения. Например, авторы недавней работы [2] добились эпитаксиального послойного роста суперсплава Inconel 718 на подложке из направленно кристаллизованного умеренно легированного суперсплава на основе никеля в процессе аддитивной лазерной технологии из порошкового материала (E-LMD). Развитие результатов этого исследования в производство позволит производить ремонт изношенных или поврежденных лопаток турбореактивных двигателей с монокристаллической микроструктурой.

Анализ результатов исследований, проведенных в коллективе авторов настоящей работы, показал, что в процессе электронно-лучевой аддитивной технологии (3-D печати) из филаментов возможно формирование изделий из суперсплава на основе никеля с направленной столбчатой микроструктурой. При этом направленная кристаллизация реализуется исключительно вдоль направления градиента температур, т.е. нормально к плоскости поверхности охлаждаемой подложки в виде листового проката из аустенитной стали 12X18H9T. А преимущественная ориентация ГЦК кристаллических решеток γ - и γ^2 -фаз, являющихся основой материала формируемого изделия, вдоль нормали к поверхности подложки соответствует кристаллографическому направлению типа $\langle 001 \rangle$.

Отметим, что реализация направленной кристаллизации с необходимой кристаллографической ориентацией материала суперсплава на подложке из относительно доступного материала выгодно отличает аддитивный метод электронно-лучевой аддитивной технологии (3-D печати) из филаментов.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

1. Каблов Е.Н., Толорайя В.Н., Демонис И.М., Орехов Н.Г. Направленная кристаллизация жаропрочных никелевых сплавов // Технология легких сплавов. 2007. № 2. С. 60-70.
2. Lei Zh., Lu N., Yu X. Epitaxy and new stray grain formation mechanism during epitaxial laser melting deposition of Inconel 718 on directionally solidified nickel-based superalloys // Journal of Manufacturing Processes. 2019. V. 42. P. 11–19.

DOI: 10.17223/9785946218412/337

**МИКРОСТРУКТУРА ОБРАЗЦОВ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ МАРКИ 12X18H9T,
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ
МЕТАЛЛУРГИИ**

Осипович К.С., Калашников К.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Процесс аддитивного производства изделий с использованием проволоки относится к методу электронно-лучевой 3D-печати. Для изучения воздействия электронно-лучевой 3D-печати на структуру образца в качестве исследуемого материала использовалась нержавеющая сталь марки 12X18H9T. Коррозионно-стойкая жаропрочная сталь марки 12X18H9T находит широкое применение в изделиях, которые применяются при высоких температурах. Такое направление практического применения обусловлено благодаря ряду важных эксплуатационных свойств: высокая прочность при достаточно высокой пластичности, жаропрочность до температуры 600 °С, коррозионная стойкость.

Для формирования высококачественного изделия методом аддитивного производства необходимо определить допустимые значения параметров электронно-лучевой 3D-печати. Следует отметить, что во время изготовления изделия с материалом происходят рекристаллизационные процессы, соответствующие температурным обработкам. В данной работе исследовано формирование структуры образцов из нержавеющей стали марки 12X18H9T, изготовленных методом электронно-лучевой аддитивной металлургии.

Анализ макроструктуры образца показал, что дефекты по типу трещин не наблюдаются, указывая на полное осаждение слоев. Однако присутствуют микропоры, средний размер которых составляет 60 мкм. При этом усадочные поры, которые формируются при нанесении первых слоев материала и при непосредственном контакте с подложкой, отсутствуют. Общая форма подложки была сохранена, но граница слоев печатаемого изделия и подложки имеет нелинейную форму. При нанесении первых слоев происходит проплавление материала проволоки в подложку на глубину 0.79 мм. Тем самым происходит локальное взаимодействие между подложкой и наплавляемым материалом.

С увеличением количества слоев образца микроструктура изменяется от мелких зерен правильной формы к столбчатым дендритам, рост которых происходит под углом ~30° по отношению к вертикальной оси. В верхнем участке поперечного сечения образца наблюдается сложная гетерогенная дендритная структура, содержащая как относительно крупные столбчатые зерна и субзерна, так и более мелкие зерна почти правильной формы. Размеры столбчатых зерен составляют от 5 до 10 мкм в ширину и от 20 до 250 мкм в длину. Зерна с более равноосной формой имеют размеры порядка 3 ÷ 10 мкм.

Рентгеноструктурный анализ образца из нержавеющей стали марки 12X18H9T также показал различия между верхним и нижним участками. Анализ дифрактограмм показал, что образец, полученный методом электронно-лучевой 3D-печати, находится в двухфазном состоянии – α - и γ -фазы. Причем содержание этих фаз на верхнем и нижнем участке отличаются. В верхнем участке образца содержание α -фазы составляет 23.5 %, остальные 76.5 % – γ -фаза. В нижнем участке образца содержание α -фазы составляет 27.7 %, остальные 72.3 % – γ -фаза. Таким образом, содержание α -фазы в нижней части образца больше, чем в верхней. Это объясняется условиями теплоотвода в вакууме. Тепло от формируемых слоев и области воздействия электронного луча проходит по направлению от верхних слоев изделия к нижним слоям. Следовательно, нижележащие слои подвержены более длительному нагреву, что способствует большей рекристаллизации структуры материала. Кроме того, в нижних слоях образца размер областей когерентного рассеяния больше, чем в верхних, что подтверждает рост размерности структуры и указывает на рекристаллизационный рост зеренной структуры материала.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/338

**МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОБРАЗЦОВ СТАЛИ МАРКИ 12X18Н9Т,
ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ**

Осипович К.С., Калашников К.Н., Гурьянов Д.А.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Аустенитные нержавеющие стали, в том числе сталь марки 12X18Н9Т, относятся к конструкционным материалам, предназначенным для применения в оборудовании, рассчитанном для работы при высоких температурах или коррозионном воздействии таком, как котлы, нагреватели и химические реакторы. Подобное применение в промышленности обусловлено благодаря своей высокой коррозионной стойкости, хорошей свариваемости и жаропрочности до температуры 600 ° С. При этом аустенитные нержавеющие стали подвержены коррозионному растрескиванию под напряжением в определенных условиях.

Остаточные внутренние напряжения оказывают негативное влияние на механические свойства готовых изделий. Остаточные растягивающие напряжения возникают в материале в результате различных этапов изготовления компонентов таких, как объемная деформация, обработка поверхности, сварка и т.д. В настоящее время существуют методы изготовления деталей, при которых снижается значение остаточных напряжений.

Изготовление деталей с помощью электронно-лучевой металлургии с использованием проволоки позволяет избежать растрескивания и охрупчивания готового изделия. Это связано с тем, что процесс изготовления деталей протекает в высоком вакууме при повышенных температурах, что позволяет значительно минимизировать остаточные тепловые напряжения. Таким образом, в данной работе показано, что при изготовлении изделий методом электронно-лучевой металлургии с использованием проволоки негативное влияние на механические свойства готовых изделий не наблюдается.

При исследовании макроструктуры образцов нержавеющей стали марки 12X18Н9Т, изготовленных методом электронно-лучевой аддитивной металлургии, не было выявлено наличия дефектов наплавленного металла по типу пор и трещин. Микроструктура стали представлена в основном литым дендритным строением. Высокая стабильность структуры образцов из аустенитной стали и отсутствие дефектов по типу пор и трещин предполагает наибольшее значение механических свойств.

Для установления точных значений параметров механических свойств, предела прочности $\sigma_{0.2}$, предела текучести σ_b и относительного удлинения δ , были проведены испытания на растяжение в циклах нагрузка/разгрузка. Было установлено, что для образца характерны высокие значения механических свойств, предела прочности $\sigma_{0.2}$ и предела текучести σ_b , 204 МПа и 530 МПа, соответственно. Исходя из начальных данных и размеров образцов после разрушения было получено значение относительного удлинения образца $\delta = 178 \%$.

Таким образом, проведенные исследования образца из аустенитной стали 12X18Н9Т, изготовленного методом электронно-лучевой аддитивной металлургии, показывают благоприятное влияние метода получения изделий на характеристические параметры механических свойств. При 3D-печати образца тепло индуцировалось на верхнем слое и через него распространялось повторяющимися тепловыми волнами. Таким образом, материал подвергается повторяющимся циклам плавления, отвердевания и отжига. Это позволяло высвобождать внутренние остаточные напряжения и получить высокие значения характеристических параметров механических свойств.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/339

**МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ 3D НАПЕЧАТАННЫХ ОБРАЗЦОВ
ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V ПУТЕМ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ И
УЛЬТРАЗВУКОВОЙ УДАРНОЙ ОБРАБОТОК**

Синякова Е.А., Панин А.В., Панин С.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

В последние годы изготовление деталей из титанового сплава Ti-6Al-4V методом аддитивного производства достигло значительных успехов, особенно в отношении оптимизации процесса производства и механических свойств полученных изделий. Одной из перспективных технологий получения высокопрочных объемных металлических изделий является селективное лазерное плавление (Selective Laser Melting — SLM), обеспечивающее их формирование путем сплавления металлических порошков лазерным лучом [1]. Данная технология позволяет получать объемные изделия из титанового сплава Ti-6Al-4V со сложной внутренней архитектурой, высокой степенью детализации их элементов и с высокой размерной точностью [2]. Недостатком метода SLM является то, что готовые изделия имеют высокую шероховатость поверхности независимо от параметров печати и толщины образца и, соответственно, требуют механической постобработки перед вводом в эксплуатацию. Кроме того, шероховатая поверхность SLM-образцов оказывает негативное влияние на их механические, технологические и эксплуатационные свойства. Например, как показано в [3], SLM-образцы из титанового сплава Ti-6Al-4V, подвергнутые механической шлифовке и полировке, имеют более высокие прочностные характеристики и пластичность при последующем одноосном растяжении.

В настоящей работе в качестве методов постобработки рассматриваются ультразвуковая ударная обработка, основанная на пластическом деформировании поверхности, и электронно-пучковая обработка, обуславливающая плавление поверхностного слоя и его быструю кристаллизацию. Данные методы не только могут обеспечить снижение шероховатости поверхности SLM образцов, но и увеличить твердость их поверхностного слоя без изменения внутренней структуры самого изделия.

Ультразвуковую обработку поверхностных слоев титанового сплава Ti-6Al-4V проводили на установке И-4/1-2.0 путем возбуждения в обрабатывающем инструменте ультразвуковых колебаний. Амплитуда и частота колебаний рабочей поверхности волновода составляли 15 мкм и 23 кГц, соответственно. Скорость сканирования индентора по поверхности пластины при ультразвуковой обработке составляла по оси x - 1.7 мм/с, по оси y - 4.4 мм/с, шаг сканирования $\sim 0,1$ мкм. Облучение образцов электронным пучком проводили на электронно-пучковой установке «SOLO» (ИСЭ СО РАН) тремя импульсами с длительностью 50 мкс. Плотность энергии пучка была равной $W = 24$ Дж/см², частота следования импульсов составляла 0.3 с⁻¹. Облучение выполняли в атмосфере инертного газа аргона при остаточном давлении 0.02 Па.

Показано, что шероховатость исходных SLM образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V обусловлена как наличием на их поверхности частично расплавленных частиц порошка, прикрепленных к поверхности, так и волнистым рельефом, сформированным зонами расплава. Среднеквадратичная шероховатость (R_q) исходных образцов, определенная методом контактной профилометрии, составляет 20 мкм. Как электронно-пучковая, так и ультразвуковая ударная обработки SLM-образцов приводят к снижению шероховатости их поверхности до $R_q = 0,76$ и $R_q = 0,48$ мкм, соответственно. Методом оптической микроскопии и рентгеноструктурного анализа продемонстрировано влияние электронно-пучковой и ультразвуковой ударной обработок на микроструктуру и фазовый состав SLM-образцов. Измерение микротвердости по боковой грани образцов показало, что ультразвуковая ударная обработка приводит к существенному увеличению микротвердости SLM-образцов от 5,3 до 8,5 ГПа, а глубина упрочненного слоя составляет 30 мкм. В случае облучения электронными

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

пучками твердость на поверхности SLM-образцов и глубина модифицированного слоя достигают 10 ГПа и 60 мкм, соответственно.

Работа выполнена в рамках Программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» Министерства науки и высшего образования РФ; Соглашение № 05.583.21.0089, идентификатор проекта RFMEFI58318X0089.

1. Murr L.E., Gaytan S.M., Ramirez D.A., et al. Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies // *Journal of Materials Science & Technology*. 2012. V. 28. P. 1-14.
2. M. Mazur, M. Leary, Sh. Sun, M. Vcelka, D. Shidid, M. Brandt. Deformation and failure behaviour of Ti-6Al-4V lattice structures manufactured by selective laser melting (SLM) // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2016. V. 84. P. 1391–1411.
3. X. Zhao, Sh. Li, M. Zhang, Y. Liu. Comparison of the microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting and electron beam melting // *Materials & Design*. 2016. V 95. P. 21-31.

DOI: 10.17223/9785946218412/340

ПРИМЕНЕНИЕ ВЫСОКОКОНЦЕНТРИРОВАННЫХ ПУЧКОВ ЭНЕРГИИ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ АЛЮМИНИДОВ ТИТАНА

Матц О.Э., Рашковец М.В., Чучкова Л.В.

Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск

Одним из целесообразных и экономически выгодных решений восстановления изношенных деталей является формирование прочных и твёрдых покрытий методами аддитивных технологий. Наиболее перспективными методами получения покрытий являются высокоэнергетические технологии. Применение технологий, основанных на концентрации высокой энергии, позволяет за один проход лазера или электронного луча сформировать защитный слой порядка нескольких миллиметров [1]. Важно отметить, что толщина зоны переплава и качество получаемого слоя или покрытия напрямую зависит от параметров используемой технологии.

В данной работе предлагается исследовать влияние вневакуумной электронно-лучевой обработки на формирование защитного слоя, состоящего из алюминидов титана, на поверхности титанового сплава. Основные режимы наплавки представлены в Табл. 1.

Таблица 1. Режимы вневакуумной электронно-лучевой обработки.

Ток пучка, мА	Скорость перемещения столика, мм/с	Частота сканирования луча, Гц
18	10	50

Порошковые смеси, состоящие из химически чистых титана, алюминия, марганца и флюсов (LiF , CaF_2), наносились на подложки из титанового сплава ВТ1-0, затем обрабатывались электронным лучом. В связи с кратковременностью процесса вневакуумной электронно-лучевой обработки и благодаря теплопроводности материалов, основы не перегреваются, что также влияет на ширину зоны термического влияния.

Порошковые смеси были подготовлены таким образом, чтобы сформировался кубический триалюминид титана (TiAl_3 или $\text{TiAl}_{3-x}\text{Mn}_x$). Структура и свойства отмеченного соединения представляют значительный интерес с точки зрения получения покрытий с наивысшем уровнем жаро- и коррозионностойкости на поверхности титана [2].

Проведенные исследования показали, что для образцов системы Ti-Al-Mn при обработке на режимах, приведенных в Табл. 1, формируется ламеллярная структура в наплавленном слое, толщиной порядка 2 мм. Размер ламелей варьируется от 5 до 30 мкм. Кроме того, наблюдается незначительная равномерно распределенная пористость. Следует отметить, что значительных трещин, характерных для тетрагонального триалюминид титана, обнаружено не было. На рис. 1 представлена микроструктура поперечного сечения покрытия Ti-Al-Mn, полученная на растровом электронном микроскопе в режиме обратно-рассеянных электронов.

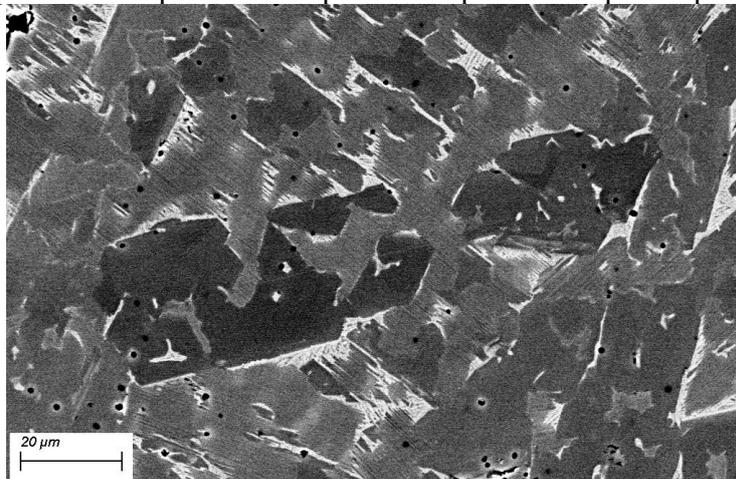


Рис. 1. Микроструктура материалов Ti-Al-Mn, сформированных при вневакуумной электронно-лучевой обработке

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

Были проведены измерения микротвердости покрытий по методу Виккерса с нагрузками на индентор 0,1 кг и 5 кг. Установлено, что среднее значение микротвердости в покрытии составило 570 HV_{0,1}. При измерениях с нагрузкой на индентор 50 Н не было обнаружено трещин.

По результатам исследования могут быть сделаны следующие выводы: технология вневакуумной электронно-лучевой обработки является эффективным решением для формирования алюминидов титана; данный метод способствует формированию более твердых защитных слоев на титановом сплаве ВТ1-0 (модельный). В планах дальнейшего исследования входит оценка фазового состава и ряда свойств алюминидов титана, легированных марганцем.

Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013).

1. D. V. Lazurenko et al. Influence of electron beam treatment regimes on the structure and properties of intermetallic clads obtained on titanium substrates // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 124 (2016) 012128 doi:10.1088/1757-899X/124/1/012128.
2. D. G. Morris, S. Gunter. Ordering, ternary atom location and ageing in L1₂ trialuminide alloys // Acta metall. mater. Vol. 40, No. 11, pp. 3065-3073, 1992.

DOI: 10.17223/9785946218412/341

**ТРЕБОВАНИЯ К ФЕЛАМЕНТАМ ДЛЯ МЕТАЛЛУРГИИ ЛОКАЛЬНЫХ ОБЪЕМОВ
МАТЕРИАЛОВ В АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЯХ**

Буров В.Г.

Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск,

Послойное формирование металлических изделий с использованием лазерного или электронного луча открывает широкие возможности создавать изделия с градиентным химическим составом и изменяющейся структурой как на макро-, так и на мезо- и микромасштабном уровнях. Накопленный опыт исследования наплавки композиционных упрочняющих покрытий на изделия из металлических сплавов позволяет определить перспективы и ограничения при синтезе деталей, состоящих из разнородных материалов. В отличие от армированных соединений, являющихся сборочными единицами, изготовленными из разнородных материалов, создаваемые 3D-печатью изделия представляют собой детали, имеющими переменный химический состав и гетерофазную структуру. При синтезе таких деталей важен учет физико-химического взаимодействия разнородных материалов как в отдельных слоях, так и между слоями. Из существующих современных схем 3D-печати металлических изделий для формирования синтеза изделий из разнородных материалов может быть применен метод процесс прямого подвода энергии и материала (*Direct metal deposition*). В качестве источника энергии, обеспечивающего локальное расплавление наплавляемого металла или композиционного материала с металлической матрицей, наиболее перспективно применение луча релятивистских электронов в связи с исключением влияния на степень поглощения энергии оптических свойств используемых материалов. В качестве среды для послойной наплавки допустим только вакуум, исключающий рассеяние электронного луча. Следующее ограничение связано со способом доставки наплавляемого материала в зону нагрева, наиболее эффективным представляется использование прутков и нитей (филаментов) из чистых металлов и сплавов. Порошковые композиции могут быть также применены, но только в виде порошковых проволок, в которых оболочка выполнена из основного матричного материала и заполнена смесью порошков, определяющих свойства формируемого гетерофазного слоя. Каждый из слоев может быть сформирован одновременной наплавкой нескольких нитей с изменением скорости подачи каждой из них в зону плавления, что также позволяет направленно формировать химический состав локальных объемов формируемого изделия.

Химический состав синтезируемой детали определяется требованиями к свойствам их отдельных объемов. Так, например, опыт наплавки твердосплавных вольфрамокобальтовых покрытий на стальные изделия [1], свидетельствует о возможности использования электронного луча для формирования твердого сплава, так как время смачивания карбидных частиц расплавом определяется величиной $\sim 10^{-3}$ с, а время растекания расплава на расстояние 1 мкм составляет $\sim 10^{-2}$ с. Непосредственная наплавка твердосплавной композиции на сталь ограничивается формированием хрупких сложных карбидов в переходной зоне между сталью и твердосплавным слоем. По данным дифференциальной сканирующей калориметрии кристаллы сложных карбидов $(Fe, W, Co)_n C$ образуются в наплавляемом покрытии при твердофазном взаимодействии частиц карбида вольфрама с железом и кобальтом уже при температурах выше 710 °С. Эти карбиды отличаются повышенной хрупкостью и сохраняются в переходной зоне между наплавляемым покрытием и сталью в результате нарушения баланса углерода в наплавляемом покрытии. Наличие сложных карбидов $(Fe, W, Co)_6 C$ в переходной зоне приводит к потере упрочняющих свойств наплавленного слоя. Для исключения образования дефектной структуры рационально формировать барьерный слой между сталью и наплавляемым твердым сплавом, который исключал бы взаимодействие железа основного металла с частицами карбида вольфрама. Наилучшие результаты были получены путем насыщения поверхностного слоя стали бором, сформированный слой позволяет создать между сталью и наплавляемым твердым сплавом борированный слой, ограничивающий

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

взаимодействие железа с частицами карбида вольфрама. Наплавка твердосплавной порошковой смеси на насыщенный бором поверхностный слой стали позволяет получить при наплавке твердого сплава матричное покрытие, содержащие частицы монокарбида вольфрама в матрице, состоящей из эвтектик $\text{Co-Co}_2\text{B}$ и $\text{Fe-Fe}_2\text{B}$. Результаты прочностных испытаний закаленной от $850\text{ }^\circ\text{C}$ и отпущенной при $300\text{ }^\circ\text{C}$ композиции "сталь 45 – покрытие", полученной жидкофазным спеканием порошковой смеси ВК6 на предварительно насыщенной бором стали 45 показали, что покрытие имеет свойства, близкие к свойствам спеченного твердого сплава WC-Co , несмотря на то, что его структура является матричной и не имеет жесткого каркаса из частиц упрочняющей фазы.

Длительный процесс диффузионного насыщения поверхностного слоя стали бором может быть заменен процессом электронно-лучевой наплавки железа с порошком бора [3], что позволяет получать борированные слои различной толщины с равномерной микроструктурой. Таким образом, процесс электронно-лучевой 3D-печати стального изделия с твердосплавными поверхностными слоями может быть выполнен непрерывно путем печати борированных слоев на предварительно сформированный стальной слой и последующей печатью слоев, содержащих частицы монокарбида вольфрама.

Электронный луч как источник нагрева позволяет обеспечить нагрев любых металлов, сплавов и керамических материалов с высоким коэффициентом поглощения энергии [2], а аддитивная послойная наплавка в вакууме минимизирует дефектность структуры в виде пор. Так как значительное количество сплавов и композиционных материалов не может быть изготовлена в виде филаментов, применение порошковых проволок может обеспечить формирование градиентных структур. Это направление металлургии локальных объемов материалов в аддитивных технологиях предъявляет особые требования к составу, структуре и геометрическим характеристикам филаментов:

- плотность порошкового наполнителя в оболочке проволоки не должна быть менее 40...50 % от теоретической плотности;
- оболочка должна быть выполнена из пластичного материала, который формирует матрицу наплавляемого слоя, с целью возможности многократного волочения проволоки до необходимого диаметра;
- размеры частиц порошковой смеси, являющейся наполнителем проволоки, определяется ее сыпучестью и диаметром проволоки;
- использование проволок с замком возможно только при больших диаметрах и крупнозернистом наполнителе;
- оболочка проволоки должна быть выполнена с нахлестом и обладать высокой жесткостью, исключающей ее раскрытие под действием высокотемпературного нагрева, либо оболочка должна быть заварена.

1. Буров, В. Г. Особенности формирования твердосплавных покрытий в процессах жидкофазного спекания [Текст] / В. Г. Буров, А. А. Батаев // *Обработка металлов: технология, оборудование, инструменты*. – 2004. – № 4 (25). – С. 11–12.
2. Surface-layer formation by melting tungsten-cobalt powder mixtures on steel [Text] / V. G. Burov, V. A. Bataev, S. V. Veselov, Z. B. Bataeva, T. S. Sameishcheva // *Russian Engineering Research*. – 2012. – Vol. 32, № 1. – P. 95–97.
3. Non-vacuum electron-beam boriding of low-carbon steel [Text] / I. A. Bataev, A. A. Bataev, M. G. Golkovsky, A. M. Teplykh, V. G. Burov, S. V. Veselov // *Surface & Coating Technology*. – 2012. – Vol. 207. – P. 245–253.

DOI: 10.17223/9785946218412/342

**ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ С
ПРИМЕНЕНИЕМ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ
ОБРАБОТКИ**

Чучкова Л.В., Белов А.С., Матц О.Э.

Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск

Аннотация: в работе приведены результаты исследований структуры и износостойкости, которые доказывают эффективность применения аддитивных технологий для повышения триботехнических характеристик титановых сплавов. Показано, что наплавка порошковой смеси системы Cr-B₄C позволяет сформировать покрытия толщиной до 3 мм, и повысить стойкость к изнашиванию в 3,5 раза в сравнении с материалом основы.

В современном машиностроении в зависимости от условий эксплуатации к изделиям предъявляются определенные требования, в том числе рабочие среды и эксплуатационные нагрузки. Существующие конструкционные металлы не всегда удовлетворяют поставленным задачам, в связи с чем формирование новых материалов является необходимым.

Благодаря высокой коррозионной стойкости, удельной прочности и жаропрочности титановые сплавы активно применяются в медицине, самолето- и судостроении [1]. Однако низкие значения стойкости к изнашиванию в различных условиях трения сдерживают повсеместное применение титана и сплавов на его основе в промышленности.

На сегодняшний день аддитивные технологии являются одними из самых передовых и включают в себя такие процессы как напыление, экструзия, наплавка [2]. Применение аддитивной технологии электронно-лучевого оплавления позволяет получать равномерные слои толщиной до 5 мм с широким выбором наплавочных материалов благодаря высокой мощности электронного пучка. Для повышения триботехнических характеристик титановых сплавов применяется упрочнение высокопрочными частицами, в том числе карбидами, боридами и нитридами [3].

В данной работе в качестве материала основы применялись пластины из титанового сплава ВТ6, размер которых составил 12×50×100 мм. Для повышения износостойкости поверхностных слоев была подобрана наплавочная смесь, состоящая из порошков карбида бора, хрома и фтористых флюсов. Формирование покрытий осуществлялось методом электронно-лучевого оплавления в воздушной среде на ускорителе электронов типа ЭЛВ-6. Технологические режимы, такие как мощность пучка (100 кВт), частота сканирования (50 Гц), диаметр пучка электронов (12 мм) и удельная поверхностная энергия (3,1 кДж/см²) оставались неизменными. Варьируемой величиной стала концентрация исходных порошков карбида бора и хрома в составе наплавочной смеси. Для первого образца она составила 20 вес. % В₄С + 30 вес. % Cr и для второго 30 вес. % В₄С + 20 вес. % Cr.

Определение фазового состава сформированных поверхностно-легированных слоев осуществлялось на дифрактометре высокого разрешения ARLX'TRA в системе θ - θ . Съемка реализовывалась с применением Cu K α излучения в угловом диапазоне от 20 до 80 °. Расшифровка полученных картин дифракции проводилась с применением баз данных PDF-4. Металлографические исследования реализовывались на световом и растровом электронном микроскопах (Carl Zeiss Axio Observer Alm и Carl Zeiss EVO50 XVP). Анализ триботехнических свойств осуществлялся при трении в условиях воздействия закрепленных частиц абразива по ГОСТ 17367-71. В качестве эталонного материала применялся титановый сплав ВТ6.

Анализ дифракционных картин, полученных с поверхностных слоев образцов показал, что покрытия состоят из карбида и борида титана, карбида хрома, а также α (α')- и β - титана. Формирование мартенситной (α')-фазы титана было предположено вследствие высоких скоростей охлаждения образцов в процессе обработки, однако подтвердить ее присутствие методами рентгенофазового анализа практически невозможно.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

В результате металлографических исследований было выявлено, что структура первого и второго образцов отличается незначительно. Во всех покрытиях был зафиксирован тонкий слой дендритных частиц карбида хрома, не превышающий в толщину 100 мкм (рисунок 1 а). Наплавка 30 вес. % хрома позволяет получить равномерный дендритный слой по всей поверхности покрытия, в то время как снижение концентрации порошка хрома на 10 вес. % приводит к формированию лишь локальных участков данных частиц. Помимо дендритных кристаллов карбида хрома, в поверхностно-легированных слоях была зафиксирована мелкая эвтектическая фаза, распределенная по границам зерен, вытянутых в направлении отвода тепла (рисунок 1 б). На более высоких разрешениях эвтектика представляет собой кристаллы бориды титана вытянутой игольчатой формы и частицы карбида титана округлой морфологии (рисунок 1 в). Толщина исследуемых покрытий, сформированных электронным пучком составила порядка 3 мм.

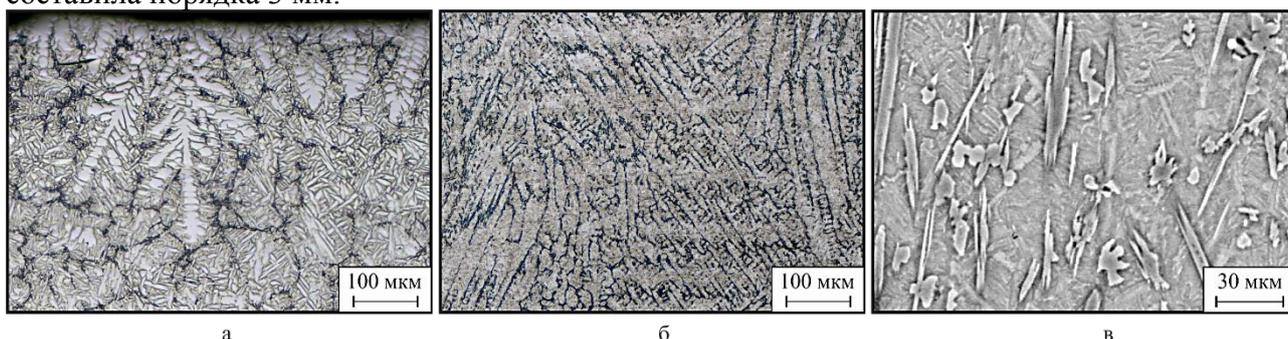


Рисунок 1 – Структура поверхностно-легированных слоев, полученных методом электронно-лучевой обработки в воздушной среде: а, б – световая металлография; в – электронная микроскопия

Триботехнические испытания в условиях воздействия закрепленных частиц абразива показали эффективность упрочнения титановых сплавов электронно-лучевой наплавкой. В результате испытаний было выявлено, что наплавочная смесь, состоящая из 30 вес. % карбида бора и 20 вес. % хрома, позволяет повысить износостойкость титанового сплава ВТ6 в 2,6 раз. Повышение концентрации хрома до 30 вес. % и снижение карбида бора до 20 вес. % значительно влияет на стойкость к изнашиванию сплава ВТ6. Покрытие, полученное при наплавке данной порошковой смеси, в 3,5 раза превышает износостойкость эталонного материала. Такое повышение стойкости к изнашиванию можно объяснить формированием равномерного тонкого слоя карбида хрома, который эффективно снижает изнашивание поверхности в процессе эксплуатации.

В качестве вывода можно отметить, что применение электронно-лучевой наплавки порошковой смеси V_4C_3 -Cr на титановый сплав ВТ6 позволяет сформировать бездефектные покрытия толщиной до 3 мм, состоящее из тонкого слоя дендритных частиц карбида хрома и эвтектики. Кроме того, полученные образцы показали существенное повышение износостойкости материала основы (в 3,5 раза) при трении в условиях воздействия закрепленных частиц абразива.

Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013).

1. Чечулин Б.Б., Ушков С.С., Разуваева И.Н. Титановые сплавы в машиностроении. Санкт-Петербург: Машиностроение, 1977. 248 с.
2. Зленко М.А., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. Санкт-Петербург: Издательство политехнического университета, 2013. 221 с.
3. Степанова Т.Ю. Технологии поверхностного упрочнения деталей машин. Иваново, 2009. 64 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/343

**ФОРМИРОВАНИЕ НИКЕЛЬСОДЕРЖАЩИХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДАМИ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ И ПЛАЗМЕННОГО НАПЫЛЕНИЯ**

Зимоглядова Т.А., Корниенко Е.Е., Дробяз Е.А., Егорова А.С.

Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск

Изготовление деталей с использованием технологий аддитивного производства является перспективным направлением развития современного машиностроения. В качестве прекурсора для 3D печати используют порошки или проволоку. Следует отметить, что выращивание изделий из проволоки более технологично, ввиду пониженной вероятности загрязнения выращиваемого материала кислородом, а также более низкой цены прекурсора [1].

Сплавы на никелевой основе широко применяются в тех случаях, когда от изделия одновременно требуется высокая коррозионная стойкость и жаростойкость. Наиболее часто для аддитивного производства используют никелевые сплавы марок Inconel 718 и Inconel 625. В ряде сплавов дополнительно присутствуют упрочняющие фазы (например, карбиды, бориды или силициды), повышающие твердость и износостойкость материалов. Тем не менее, низкая пластичность этих материалов не позволяет получать длинномерную проволоку, которую затем можно было бы свернуть в бухту, обеспечив, тем самым, загрузку большего количества материала для выращивания по технологии аддитивного производства. Применение порошковой проволоки в качестве материала прекурсора является технологичным решением отмеченной проблемы.

Технология послойного выращивания деталей с применением электронного луча (EBM – electron beam melting) отличается высокой производительностью, возможностью обработки материалов, подвергающихся окислению, минимальными остаточными напряжениями на обрабатываемой детали. Метод наплавки электронным лучом, в классической интерпретации способа, реализуется в среде вакуума. Данная особенность накладывает ряд существенных ограничений на габаритные размеры обрабатываемой детали. Повышение энергии электронов до значений МэВ диапазона (~ 1 – 1,5) решает данную проблему, позволяя вывести электронный луч за пределы вакуумной среды [2].

Цель настоящей работы заключается в изучении структурных особенностей поверхностных слоёв на основе никельсодержащего сплава, сформированных с использованием технологии многопроходной наплавки электронным лучом, выведенным в воздушную атмосферу.

В качестве материала для формирования покрытий использовали промышленный самофлюсующийся порошок на основе никеля марки ПР-Н77Х15С3Р2 (осн. – Ni, 15.1 % Cr, 2 % В, 3.2 % Si, 2.1 % Fe). Выбор данного материала объясняется наличием в составе кремния и бора, являющихся флюсующими компонентами, защищающими наплавляемый слой от окисления. В качестве основного материала использовали пластины из низкоуглеродистой стали 20 (осн. – Fe; 0.21 % С; 0.3 % Si; 0.63 % Mn; 0.15 % Ni; 0.02 % S; 0.015 % P). Наплавка осуществлялась на промышленном ускорителе ЭЛВ-6 в Институте ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН (г. Новосибирск). Наплавка никельсодержащего сплава осуществлялась за 1, 2 и 3 прохода, по следующим режимам: ток пучка – 25 мА, скорость перемещения образца: 15 мм/с, дистанция между выпускающим отверстием и заготовкой – 90 мм.

В качестве сравнения были выбраны образцы с покрытиями из порошка ПР-Н77Х15С3Р2, полученными атмосферным плазменным напылением (АПН). АПН производили на установке «Термоплазма 50-01», в Институте прикладной и теоретической механики СО РАН (г. Новосибирск). Для получения слоев с низкой пористостью применяли оригинальный узел кольцевого ввода порошка. Режимы плазменного напыления: ток дуги – 140 А; напряжение – 265 В, дистанция напыления – 170 мм.

Объектами для структурных исследований и дюротметрических испытаний являлись микрошлифы, подготовленные по стандартной методике. Для выявления микроструктуры

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

покрытий использовали травитель на основе HCl , HNO_3 и FeCl_3 . Структурные исследования были проведены на оптическом (Axio Observer A1m) и растровом электронном микроскопе (EVO50 XVP), оснащенном микроанализатором EDS X-Act фирмы Carl Zeiss. Дифрактограммы регистрировали в режиме времени $t = 5$ с с шагом $\Delta 2\theta = 0,05^\circ$. Микротвердость структурных составляющих покрытий оценивали на микротвердомере Wolpert Group 402MVD при нагрузке 100 Н. Наличие дефектов по объему сформированных материалов исследовали с применением метода рентгеновской компьютерной томографии на приборе GE Nanotom M совместно со специалистами Университета прикладных наук г. Ландсхут (Германия).

Покрытия, сформированные методом АПН, состоят из расплавленных в плазменной струе и пластически деформированных частиц. Наплавленный слой, сформированный методом ВЭЛН, характеризуется литым строением. Интенсивный отвод тепла вглубь подложки в процессе наплавки способствует формированию около наплавленного металла зоны термического влияния, толщина которой не превышает 300 мкм. Микроструктура слоёв, сформированных по технологии ВЭЛН за 2 и 3 прохода идентична материалу, сформированному за 1 проход, и отличается лишь толщиной наплавленного слоя.

Метод рентгеновской компьютерной томографии позволяет отследить расположение и протяженность дефектов по всему объему исследуемого материала. Результаты исследований не противоречат металлографическим исследованиям – в покрытиях, сформированных методом АПН, в стыках между «сплэтами» присутствуют поры сложной формы. В многослойных материалах, сформированных методом ВЭЛН выявлено наличие трещин. Методом рентгенофазового анализа было установлено, что основными фазами покрытий, полученных при помощи АПН, являются: $\gamma\text{-Ni}$, Ni_3B , CrB и Cr_7C_3 . Анализ рентгенограммы материала, полученного по технологии ВЭЛН, позволил установить наличие $\gamma\text{-Ni,Fe}$, $\alpha\text{-Fe}$, а также фазы Fe_2B . Присутствие железа в наплавленных слоях объясняется его переходом из материала основы и является негативным фактором, сказывающимся на эксплуатационных характеристиках полученных материалов.

Более глубокие структурные исследования материалов, сформированных с использованием технологий АПН и ВЭЛН были проведены при помощи растровой электронной микроскопии. В плазменных покрытиях установлено наличие твердого раствора $\gamma\text{-Ni}(\text{Cr, Si, Fe})$. Также зафиксирована эвтектика $\text{Ni-Ni}_3\text{B}$. Материал, сформированный методом ВЭЛН за 1 – 3 прохода, состоит из дендритов $\gamma\text{-Ni}$, Fe , вытянутых в вертикальном направлении. Определен состав эвтектики, кристаллизующейся в форме розеток: $\gamma\text{-(Ni, Fe)-CrB}$. Установлено, что уровень микротвердости слоев, наплавленных методом ВЭЛН, находится в диапазоне 400...450 HV. Микротвердость покрытий, сформированных по технологии АПН, составляет 650...700 HV.

Таким образом установлено, что покрытия, полученные ВЭЛН, имеют литое строение, тогда как плазменные покрытия состоят из оплавленных в плазменной струе, а также пластически деформированных частиц. Рентгенофазовым анализом показано, что фазовый состав плазменных покрытий и покрытий, полученных при помощи ВЭЛН, отличается. Основными фазами плазменных покрытий являются: $\gamma\text{-Ni}$, Ni_3B , CrB и Cr_7C_3 , покрытий, полученных ВЭЛН: $\gamma\text{-Ni,Fe}$, $\alpha\text{-Fe}$ и Fe_2B . Микротвердость плазменных покрытий выше, чем покрытий, полученных ВЭЛН (400...450 и 650...700 HV, соответственно).

"Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)".

1. М.А. Зленко, А.А. Попович, И.Н. Мутылина. Аддитивные технологии в машиностроении: // СПбГТУ, Санкт-Петербург, 2013: Изд-во СПбГТУ, 2013. С. 210
2. Голковский М.Г., Закалка и наплавка релятивистским электронным пучком вне вакуума. - LAP LAMBERT Academic Publishing, Германия, 2007. – 325 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/344

**ВЛИЯНИЕ СВЯЗУЮЩЕГО НА ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТАЛЛОПОРОШКОВОЙ
КОМПОЗИЦИИ НА ОСНОВЕ БИМОДАЛЬНОГО ПОРОШКА СПЛАВА 316L**

Торопков Н.Е., Глазкова Е.А., Родкевич Н.Г., Первиков А.В., Лернер М.И.

*Институт физики прочности и материаловедения
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск*

В настоящее время существует острая потребность в расширении имеющейся номенклатуры металлопорошковых композиций, используемых для производства деталей сложной формы инъекционным формованием (Powder injection molding (PIM)). Технология PIM включает смешение металлического порошка со связующим органическим веществом (фидсток), впрыскивание полученной композиции в форму (зеленая деталь), удаление связующего (дебиндинг, коричневая деталь) и последующее спекание для получения готовой детали. При разработке металлопорошковых композиций важное значение уделяется выбору связующего. Основные требования к связующему – обеспечение фидстока необходимой текучестью, высокая прочность формованных деталей, быстрое удаление связующего при дебиндинге [1]. В данной работе исследовано влияние состава связующего на свойства металлопорошковой композиции, процессы дебиндинга и спекания формованных деталей.

В работе были использованы бимодальные порошки стали 316L, полученные электрическим взрывом проволоки, и содержащие в своем составе наночастицы размером 50 – 150 нм и микрочастицы с максимальным размером 5 мкм (рисунок 1).

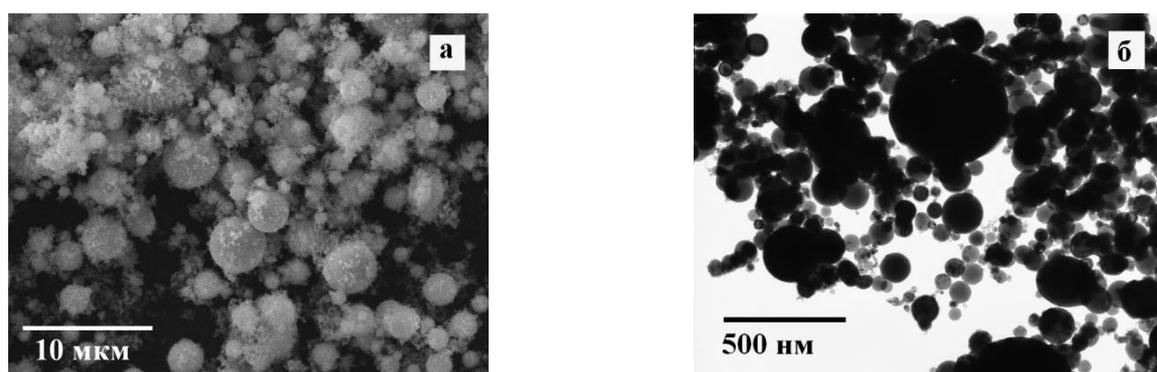


Рис. 1. СЭМ (а) и ПЭМ (б) изображения бимодального порошка сплава 316L

В данной работе использованы три состава связующих: многокомпонентные связующие, включающие термопластичные полимеры PLA/PMMA (I состав), парафин/PE-LD/PMMA (II состав) и парафин (III состав). Кроме того, были использованы процессинговые добавки – дибутилфталат для увеличения пластичности полимеров, и стеариновая кислота для улучшения совместимости бимодальных порошков со связующим. Характеристики полимеров – компонентов связующего – приведены в таблице 1. Для получения металлопорошковой композиции сначала смешивали между собой компоненты связующего, а затем добавляли бимодальный порошок. Исследования образцов многокомпонентного связующего показало, что при содержании PMMA не более 30 об.% наблюдается хорошее совмещение компонентов между собой. Содержание бимодального порошка в фидстоках составляло 91-93 мас. %.

Таблица 1. Характеристики полимеров.

Полимер	ρ , г/см ³	T нач.пл., °C	T деградации, °C	ПТР, г/10 мин
Полиметилметакрилат (PMMA)	1,190	160	350-450	12
Полилактид (PLA)	1,135	140	270-350	12
Полиэтилен низкой плотности (PE-LD)	0,924	95	300-420	20
Парафин	0,950	90	200-330	30

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

Температура плавления фидстоков со связующим I и II состава зависит от содержания РММА. С увеличением содержания РММА в связующем от 5 до 30 об.% температура плавления фидстока I увеличивается от 210 до 230 °С, фидстока II – от 140 до 200 °С. Температура плавления фидстока III составляет около 120 °С. Кроме того, с увеличением содержания РММА возрастает жесткость (прочность) формованных изделий. Однако увеличение температуры формования изделий из фидстока I и II приводит к деградации низкотемпературных компонентов фидстоков. Поэтому оптимальное содержание РММА в связующем для этих композиций составляет 15 об.%. Фидсток III содержит только парафин в качестве связующего, в этом случае «зеленые» детали получаются очень хрупкие и требуют бережного отношения при перемещении, дебиндинге и спекании. Показатель текучести расплава для фидстока I составляет 12,6 г/10 мин, фидстока II – 9,0 г/10 мин, фидстока III – 12,1 г/10 мин.

Термический дебиндинг в вакууме «зеленых» деталей, полученных из фидстоков I и II, приводит к удалению низкотемпературных компонентов связующего, при этом в «коричневых» деталях содержащийся РММА удерживает частицы сплава до спекания. При дебиндинге «зеленых» деталей, полученных из фидстока III, связующее (парафин) удаляется практически полностью, а «коричневые» детали сохраняют форму только за счет низкотемпературного спекания наночастиц. Поэтому для данной композиции требуется увеличить содержание бимодального порошка до 95 мас.%, что приводит к существенному снижению текучести расплава фидстока. При спекании «коричневых» деталей при 1350 °С наблюдается усадка от 20 до 23 %, а плотность спеченных деталей достигает 0,95-0,98 от теоретической.

Проведенные исследования позволили разработать 2 состава связующих для металлопорошковых композиций. Состав I включает PLA (72,5 об.%), РММА (15 об.%), дибутилфталат (4,5 об.%) и стеариновую кислоту (8 об.%). Состав II включает парафин (60,5 об.%), PE-LD (12 об.%) и те же количества РММА, дибутилфталата и стеариновой кислоты.

Таким образом, использование бимодальных порошков, включающих как нано-, так и микрочастицы, и многокомпонентных связующих позволяет получать металлопорошковые композиции для аддитивных и PIM-технологий. Изменение соотношения компонентов в фидстоке позволяет регулировать режимы формования, дебиндинга и спекания образцов для получения деталей с плотностью 0,98.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Соглашение № 14.604.21.0158, идентификационный номер проекта RFMEFI60417X0158).

1. J.-W. Lee, S. Timilsina, G.-W. Kim, J.S. Kim. A new strategy for novel binder discovery in nano and μ powder injection molding: A metaheuristics-assisted virtual combinatorial materials search // Powder Technology. 2016. 302. P. 187–195.

DOI: 10.17223/9785946218412/345

**A COMPARATIVE STUDY OF THE MACROSCOPICAL AND MICROSCOPICAL
FRACTURE MECHANISMS IN CAST AND ADDITIVELY MANUFACTURED
AUSTENITIC STAINLESS STEELS**

Moskvina V.A., Panchenko M.Yu., Maier G.G., Astafurov S.V.,
Melnikov E.V., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A., Astafurova E.G.

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

Using light microscopy and scanning electron microscopy we investigated the peculiarities of tensile fracture mechanisms of industrially cast and wire-feed electron beam additively manufactured austenitic stainless steel specimens. The electron beam wire-feed additive manufacturing (EBAM) method was used to build a wall of AISI 304-type stainless steel on carbon steel plate substrate. AISI 304 stainless steel wire of 1 mm diameter with following chemical composition Fe-19.1Cr-9.1Ni-0.95Si-0.2Mo-0.2Co-0.2Cu-0.15Nb-0.1V-0.12C (wt.%) was used for EBAM processing. The wall freeform fabrication was performed in layer by layer strategy under vacuum condition. Commercially produced cast bars of AISI 321 stainless steel with following chemical composition Fe-17.4Cr-8.8Ni-1.1Mn-0.4Si-0.1Mo-0.2Cu-0.5Ti-0.1V-0.07C (wt.%) was used as a reference material. For the tensile tests, the dumb-bell shaped flat specimens with nominal dimensions of 12×3×1.5 mm (thickness) were cut from the cast billets and from the EBAM-built wall in longitudinal and transverse directions relative to layer growth. Tensile tests to failure were performed for all steel specimens at room temperature and an initial strain rate of $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Solution-treated cast AISI 321 specimens had a homogeneous coarse-grained austenitic structure with an average grain size of 20 μm . The microstructure of EBAM as-built specimens was inhomogeneous and consisted of mainly austenitic phase with δ -ferrite vermicular dendrites. EBAM-built specimens were characterized by columnar coarse-grained structure, which is inherent for additively manufactured alloys. Average grain size of austenite increases with the distance from the substrate from about 100 μm at the bottom part of the as-built wall (near substrate) to about 130 μm at the top part of the wall. Additionally to microscopical inhomogeneities in grain structure, a macroscopically layered structure was revealed, which follows the sequence of layer-by-layer EBAM growth of the wall. The anisotropy of the structure in different scales correlates well with the anisotropy of the mechanical properties and fracture mechanisms of longitudinal and transverse EBAM-built AISI 304 steel specimens.

Regardless of the method of manufacturing – additively grown or cast – steels are characterized by the neck formation in the fracture area of the specimens. Fracture for both cast and EBAM specimens occur in a ductile transgranular regime with dimple ruptures on the fracture surfaces. The main differences in deformation and fracture mode between cast and EBAM-built steels were observed on the side surfaces of the specimens. For the cast specimens, a uniform elongation of the grains occurs and a relief with traces of multiple slip (twinning) is observed. Additively manufactured transverse and longitudinal specimens are characterized by complex relief in the lateral surfaces. After fracture, a system of macroscopical bands oriented along the tensile axis is observed on the surfaces of transverse EBAM-built specimens. Inside of these bands, the microbands are located perpendicular to the tensile axis. Microcracks propagate in shear microbands, and fracture of the specimens occurs along them. Deformation of longitudinal EBAM-built specimens occurs more non-uniformly. The system of macroscopical bands oriented along the tensile axis also presents in them, but they are less homogeneous and pronounced as compared with the lateral surface of transverse specimens. Wide microbands oriented perpendicular to the tensile axis were observed. Along them, numerous microcracks propagate close to the area of fracture. Unlike transverse specimens, the microscopical localization of deformation is more developed in all longitudinal specimens. These features are associated with the formation of anisotropic austenitic structure with coarse grains and δ -ferrite dendrites formed during EBAM-processing of austenitic stainless steel.

This research was supported by the Program of Fundamental Researches of the State Academies of Sciences for 2013-2020 (project III.23.2.7).

DOI: 10.17223/9785946218412/346

**MICROSTRUCTURAL INHOMOGENEITY OF PHASE COMPOSITION AND GRAIN
STRUCTURE IN ELECTRON BEAM WIRE-FEED ADDITIVE MANUFACTURED
AISI 304 STAINLESS STEEL**

Panchenko M. Yu., Maier G.G., Moskvina V.A., Melnikov E.V., Astafurov S.V.,
Rubtsov V.E., Kolubaev E.A., Astafurova E.G.

*Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of Russian Academy of
Sciences, Tomsk, Russia*

We investigated microstructural peculiarities in specimens of AISI 304 stainless steel fabricated by wire-feed electron beam additive manufacturing (EBAM). The EBAM processing was carried out in vacuum chamber under the following parameters: beam acceleration voltage 30 kV, beam current 16.5 mA, scanning frequency 1 kHz, wire-feed rate 200 mm/min, wire thickness 1 mm, ellipse scan 20×20 mm. The AISI 304 steel walls with linear dimensions of $5 \times 30 \times 100$ mm were deposited using layer by layer building principle. A Quanta 200 3D scanning electron microscope equipped with electron back scattered diffraction (EBSD) supply was used to study the microstructure, grain size, and phase composition of the EBAM steel. The magnetophase analysis of the specimens (determination of the volume fraction of ferrite) was carried out using a multifunction vortex-current instrument MVP-2M (Kropus, Russia). Steel specimens were characterized in as-built condition and after post-built heat treatment at a temperature 1050°C for 1 h.

The structure of the as-built steel wall is not uniform in height. A layer structure caused by the deposition method was observed on the etched cross section surfaces of the wall. During the deposition every new layer remelts and solidifies on the top of the previous one. This leads to the formation of heat affect zones between deposited layers. The as-built AISI 304 steel wall exhibits solidified dendritic structure. The direction of the columnar dendrites corresponds with the build direction, which has the highest temperature gradient. The structure is continuous (without interruption at the interface between two deposited layers), but there are misorientations in heat affect zones between deposited layers. The as-built AISI 304 steel wall phase composition is a fine vermicular morphology of δ -ferrite within austenite matrix. The formation of vermicular δ -ferrite is due to the features of cooling rate of the EBAM method and the ratio Cr_{eq}/Ni_{eq} . The vermicular δ -ferrite lamella thickness varies in the range of 0.5–1.5 μm . The volume fraction of ferrite in the as-built wall is 20–25 %. The minimum values of the content of δ -ferrite are observed near the substrate. With an increase in the distance from the substrate, the fraction of δ -ferrite gradually increases, but the changes in the phase composition along the wall height do not exceed 5 %.

The grain structure of as-built AISI 304 steel wall is also heterogeneous. The large columnar grains are oriented along the growth direction and could cross the layers. The grain size varies according to the wall height: in the bottom part (near the substrate) the average grain size is 70 μm , in the top part ≈ 130 μm . Changes in grain size are due to the characteristics of heat dissipation and cooling rate during the deposition process.

Heat treatment at 1050°C for an 1 h leads to a change in the structure of δ -ferrite. Splitting of δ -ferritic colonies into individual dispersed precipitates is observed. The orientation of the colonies is lost, chaotic misorientations are observed, and the thickness of the δ -ferrite lamellae increases significantly. The volume fraction of δ -ferrite in the post-built heat-treated wall is about 2 times less. After heat treatment, austenitic grains have a more equiaxed form and their size *slightly* increase *in comparison* with structure of as-built steel wall, but omogenizing effect of heat treatment on grain size, morphology, and orientation was not significant.

This research was supported by the Program of Fundamental Researches of the State Academies of Sciences for 2013-2020 (project III.23.2.7).

DOI: 10.17223/9785946218412/347

СТРУКТУРА ЖЕЛЕЗОНИКЕЛЕВЫХ ИНВАРОВ, ПОЛУЧЕННЫХ СПЕКАНИЕМ ПОРОШКОВ

Абдульменова Е.В., Кульков С.Н.

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

Существуют разные методы получения железоникелевых инваров, среди которых порошковая металлургия, которая имеет ряд преимуществ по сравнению с получением сплавов методом литья [1, 2]. Известно [3], что методами порошковой металлургии можно получать сплавы различного состава из порошков чистых металлов, в том числе композиты, однако информации о возможности получения железоникелевых инваров при спекании из смеси порошков Fe и Ni в литературе не достаточно. Тем не менее, данные исследования принципиально важны для развиваемых в настоящее время 3D технологий и инъекционного формования [4, 5], т.к. это позволит синтезировать образцы с требуемым составом.

Промышленные порошки железа и никеля марок ВМ и ПНК-УТ, соответственно, смешивались в механическом смесителе типа «пьяная бочка». Содержание никеля в исходных смесях варьировалась от 30 до 40 % масс. Прессование образцов производили на гидравлическом прессе методом холодного одностороннего прессования при давлении 125 МПа. Спекание образцов проводили в вакуумной печи СНВЭ 1.3.1/16 при температурах 1300 °С и 1350 °С с выдержкой 1 час. Металлографический анализ проводился на микроскопе марки Лабомет-И. Рентгенограммы получены с помощью рентгеновского дифрактометра с фильтрованным медным излучением. Микротвердость H_{μ} спеченных образцов измерялась на приборе ПМТ-3 при нагрузке 1 Н и методом наноиндентирования H_n на приборе NanoIndenter G200/XP при нагрузке 0,4 Н. Для расчета модуля Юнга из данных наноиндентирования использовалось значение коэффициента Пуансона для инварного сплава 0,25 [6]. Дилатометрические испытания проводилось на дилатометре «DIL 402 PC» фирмы NETZSCH.

На рис. 1 представлена типичная структура (а) и рентгенограмма (б) спеченного образца из смеси порошков Fe – 35 % масс. Ni при температуре спекания 1300 °С. Видно (рис 1, а), что в структуре видны поры, в зернах присутствуют двойники, которые характерны γ -фазе инвара [7]. Во всех сплавах после спекания (рис 1, б) формируется фаза с гранцентрированной кубической структурой. В сплавах, содержащих до 35% никеля присутствует остаточная α -фаза с объёмноцентрированной кубической структурой, ее содержание составляет не более 5 %, что согласуется с литературными данными [7]. Возможно, наличие ГЦК-ОЦК состояния обусловлено возникновением концентрационной неоднородности вследствие относительно большого размера порошков.

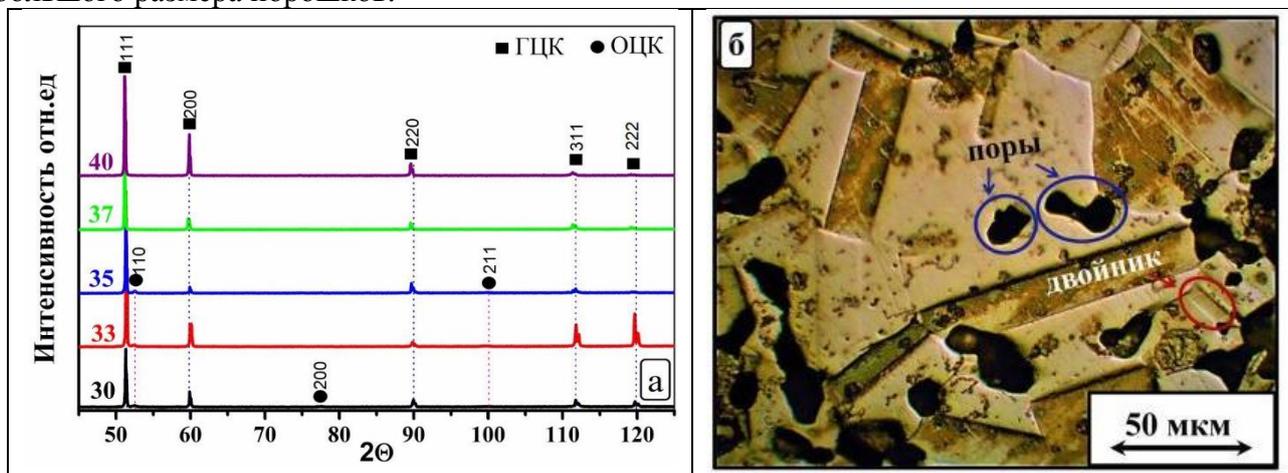


Рис. 1. Типичная структура (а) и рентгенограмма (б) спеченных образцов из смеси порошков с содержанием никеля от 30 до 40 % масс. при температуре спекания 1350 °С.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

На рис. 2 представлены зависимости параметров решеток γ -фазы от содержания никеля в исходной смеси при обеих температурах спекания. Видно, что параметры решётки сплавов возрастают до 37 % масс. Ni, а при дальнейшем увеличении содержания никеля в смеси не изменяются, что хорошо согласуется с литературными данными [8].

При температурах спекания 1300 °С и 1350 °С модуль Юнга возрастает с ростом содержания никеля, максимальные значения которого составляет 105 ± 15 ГПа и 125 ± 20 ГПа, соответственно. Измеренные значения модуля входят в интервал значений полученных в литературе [6, 9]. Твердость образцов, спеченных при обеих температурах, измеренная двумя методами составляет $1,0 \pm 0,2$ ГПа, что хорошо коррелирует со значением H_c ковального сплава Invar36 [10], которое составляет 1,3 ГПа.

Измеренный коэффициент термического расширения образца Fe-35 % масс. Ni, спечённого при температуре 1350 °С, в интервале 0 – 150 °С и 300 – 500 составляют $1,1 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ и $15,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, соответственно. Эти значения хорошо коррелирует с литературными данными для инварных сплавов [11].

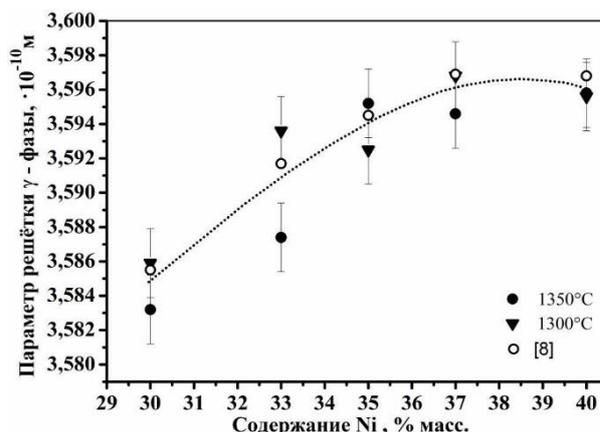


Рис. 2. Параметры решеток γ -фазы в зависимости от содержания никеля в исходной смеси при температурах спекания 1300 и 1350 °С

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-48-700039 p_a.

1. Chang I., Zhao Y. Advances in powder metallurgy: Properties, processing and applications Woodhead Publishing Limited. 2013. 604 p.
2. Кипарисов С. С. Порошковая металлургия. М.: Металлургия, 1980. 496 с.
3. Оглезнева С.А., Саенков К.Л., Гревнов Л.М. Исследование физико-механических свойств и температур фазовых превращений порошковых Fe–Ni-сплавов // Вестник ПНИПУ. 2017. № 3. С. 34 – 48.
4. German R. Metal powder injection molding (MIM): key trends and markets. Handbook of metal injection molding. Woodhead Publishing Limited. 2012. P. 1 – 12.
5. Petzoldt F. Current status and future perspectives of the MIM technology // Ceram. Forum Int. 2012. № 89. P. 11–15.
6. Корицкий Ю. В. Справочник по электротехническим материалам. Л.: Энергоатомиздат. 1988. Т. 3. 726 с.
7. Hidalgo J., Jiménez-Morales A., Barriere T. et al. Mechanical and functional properties of Invar alloy for μ -MIM // Powder Metallurgy. 2014. № 2. P. 127-136.
8. Chamberod A., Laugier J., Penisson J. M. Electron irradiation effects on iron-nickel invar alloys // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 1979. № 10. P. 139-144.
9. Davies J.R. Special-Purpose Nickel Alloys. ASM Specialty Handbook: Nickel, Cobalt and their Alloys. ASM International. 2000. 421 p.
10. Clobberly W.H. Properties and selection – nonferrous alloys and pure metals. ASM Metals handbook. Vol. 2. 1979. ASM International. 3470 p.
11. Лившиц Б. Г., Крапошин В. С., Линецкий Я. Л. Физические свойства металлов и сплавов. М.: Металлургия. 1980. 320 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/348

КИНЕТИКА СТРУКТУРИРОВАНИЯ В АДГЕЗИОННОМ СЛОЕ ПРИ СОЗДАНИИ ОБЪЕКТОВ В ТЕХНОЛОГИИ LOM

^{1,2}Сайфуллин Э.Р., ¹Князева А.Г.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²Томский государственный университет, Томск

Послойное наращивание и синтез трехмерных объектов с помощью применения аддитивных технологий широко распространено во многих сферах нашей жизни, например, в строительстве, медицине, авиационно-космической отрасли. Согласно данным консалтингового агентства Whosler, специализирующегося в сфере быстрого прототипирования и аддитивного производства, мировые доходы аддитивного производства в 2013 г. составили \$3 млрд. Более того, к 2020 г. ожидается рост доходов до \$21 млрд. [1]. Аддитивное производство включает в себя такие технологии, как плавление порошкового слоя, многоструйная печать, селективное лазерное спекание, селективное лазерное плавление. Относительно новой технологией является технология ламинирования (LOM – laminated object manufacturing), заключающаяся в послойном соединении материалов с помощью адгезионного слоя. По сравнению с другими методами аддитивного производства, LOM характеризуется широким разнообразием применяемых материалов, высокой скоростью создания изделий, слабым деформированием изготавливаемого образца и низким уровнем остаточных напряжений [2]. Данные преимущества способствуют развитию технологии LOM для соединения органических материалов, металлических фольг, созданию прекерамической бумаги и композитов [3-4].

В настоящей работе численно исследуются процессы, происходящие непосредственно в адгезионном слое, а также изучается влияние на них технологических параметров установки. В физической постановке настоящей работы рассматривается трехслойная система, состоящая из двух инертных слоев и одного адгезионного. По поверхности верхнего слоя с постоянной скоростью движется нагретый ролл.

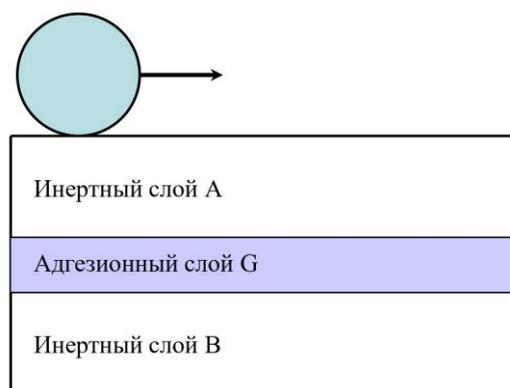


Рис. 1. Иллюстрация к физической постановке параметром

За основу взята теплофизическая модель [5] с возможностью протекания в слое клея процесса структуризации, включающая уравнения теплопроводности для каждого из слоев и кинетическое уравнение, описывающее прямые и обратные структурные превращения в слое клея. Система дополняется соотношением для вычисления максимального напряжения в зоне контакта ролла с инертным слоем и выражением для полуширины площадки контакта, а далее замыкается граничными и начальными условиями. Для численного исследования задачи была использована неявная разностная схема, расщепление по координатам и линейная прогонка.

Результаты исследования показали, что наиболее важным технологическим параметрами, влияющими на степень структуризации адгезионного слоя и распространения тепла в образце, являются скорость движения и давление прижатия ролла. В ходе численных экспериментов выявлена прямая зависимость между давлением прижатия ролла на степень

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

структурных превращений в слое клея. С другой стороны, влияние скорости движения ролла и давления не однозначно, поскольку увеличение скорости движения ролла, с одной стороны, увеличивает размер прогретой области, а с другой – приводит к уменьшению температуры. От давления прижатия зависят скорости как прямой, так и обратной реакций структуризации, что приводит к ограничению максимального значения степени структуризации.

1. Attarah M The rise of 3-D printing: The advantages of additive manufacturing over traditional manufacturing // *Business Horizons*. 2017. V.60. P. 677-688
2. Pham D.T., Gault R.S. A comparison of rapid prototyping technologies // *International Journal of Machine Tools & Manufacture*. 1998. V. 38. P. 1257–1287
3. Precht M., Otto A., Geiger M. Rapid Tooling by Laminated Object Manufacturing of Metal Foil // *Adv. Mater. Res.*. 2015. V. 6-8. P. 303-311.
4. Butt J., Mebrahtu H., Shirvani H. A novel rapid prototyping process for the production of metal parts // *Proceedings of the Second International Conference on Advances in Civil, in Structural and Mechanical Engineering-CSM*. 2014. P.26–29.
5. Knyazeva A.G. of Chemical Conversion Initiation in the Adhesive Bonding Initiation in the Adhesive Bonding Layer During Roll Motion in the Process of Laminated Object Creation // *Nanoscience and Technology: An International Journal*. 2018. P. 1-13.

DOI: 10.17223/9785946218412/349

**СТРУКТУРА ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ИЗДЕЛИЙ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ МЕТОДОМ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ 3D-ПЕЧАТИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРОВОЛОКИ ИЗ
НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х18Н9Т И МЕДИ М1**

Осипович К.С., Воронцов А.В., Калашников К.Н., Калашникова Т.А.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Полиметаллические материалы востребованы в приложениях, в которых условия эксплуатации детали меняются в зависимости от локального воздействия окружающей среды, и, следовательно, требования к материалу также меняются в зависимости от окружающих условий. Для применения в экстремальных условиях окружающей среды, например, в аэрокосмической отрасли или в ядерной энергетике, требуются детали, которые, например, должны работать при радикально различных температурах в разных зонах детали. Следовательно, такие свойства, как устойчивость к коррозии и окислению, прочность, ударная вязкость, износостойкость, малый вес и разумная стоимость, могут потребоваться, например, в различных областях компонента двигателя, но редко встречаются в одном материале. Поэтому требуется объединение разнородных материалов, то есть создание полиметаллических изделий.

Полиметаллические изделия из нержавеющей стали 12Х18Н9Т и меди М1 позволяют формировать изделия, обладающие высокими электрофизическими свойствами меди и прочностными и коррозионными свойствами стали. Традиционные методы изготовления деталей не решают проблемы разных физико-химических свойств данных материалов, поэтому изготовление полиметаллических изделий на основе нержавеющей стали и меди затруднено. В настоящее время существуют методы изготовления деталей, в которых процесс формирования протекает в атмосфере высокого вакуума и при высоких температурах при оптимальных параметрах. К таким методам относится электронно-лучевая 3D-печать с использованием проволоки. Поэтому целью данной работы является исследование формирования полиметаллических изделий, изготовленных методом электронно-лучевой 3D-печати с использованием проволоки из нержавеющей стали 12Х18Н9Т и меди М1.

Полиметаллический образец из материалов 12Х18Н9Т и медь М1 был получен последовательным уменьшением подачи нержавеющей стали и увеличением подачи меди таким образом, чтобы первые слои представляли собой только сталь 12Х18Н9Т, а последние – медь марки М1. С помощью использования такой технологии формируется плавная градиентная переходная граница от нержавеющей стали к меди. Структура металла в граничной зоне образца представлена смесью крупных дендритов аустенитной стали и кристаллизовавшейся между дендритами меди. При этом имеется достаточно четко выделяющаяся граница между медными и стальными слоями, по обе стороны от которой имеется убывающий градиент взаимно-перемешанного металла. Протяженность граничной зоны может быть в интервале от 100 мкм до 3 мм, что может превышать толщину наносимого аддитивным методом слоя. Содержание меди в граничных слоях аустенитной стали может достигать более 30%, содержание стали в граничных медных слоях в основном меньше. При удалении от граничной зоны происходит изменение содержания меди в стали. Помимо небольших участков в междендритных пространствах имеются области, занятые медью, размером более 100 ÷ 200 мкм, которые могут находиться на глубине > 1 мм от границы между слоями. Исходя из диаграммы состояния, в системе "Cu-Fe" не образуется приводящих к охрупчиванию интерметаллидных фаз, а исходные компоненты обладают низкой взаимной растворимостью, потому структура металла в граничной зоне представлена механической смесью меди и аустенитной стали.

Исследование формирования структуры полиметаллов Fe-Cu показывают, что в данной паре материалов характерна высокая приспособляемость компонентов полиметаллического образца друг к другу. Данная особенность четко выявляется по толщине переходного слоя

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

между сталью и медью. Разупрочнения на границе материалов не происходит, прочностные свойства системы находятся на уровне меди марки М1 в литом состоянии.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)

DOI: 10.17223/9785946218412/350

**ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ 3D-НАПЕЧАТАННЫХ ОБРАЗЦОВ
ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V ПУТЕМ ОКСИДИРОВАНИЯ**

¹Евтушенко О.В., ¹Панин А.В., ¹Казаченок М.С., ²Буслович Д.Г., ¹Мартынов С.А.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

²*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск*

3D-напечатанные изделия могут быть использованы в различных отраслях промышленности, и в том числе при производстве сложных узлов аэрокосмической, транспортной и оборонной техники [1]. Наряду с водородным охрупчиванием низкая износостойкость 3D-напечатанных изделий из титанового сплава Ti-6Al-4V, как и прокатанного сплава Ti-6Al-4V является значительным недостатком. Антифрикционные свойства титанового сплава Ti-6Al-4V можно повысить различными способами модифицирования поверхности, такими как альфирование [2], анодирование, азотирование, плазменное электролитическое оксидирование, термическое оксидирование и др. При этом термическое оксидирование поверхности является наиболее простой и действенной химико-термической обработкой. Промышленностью освоено термическое оксидирование трех основных типов для прокатанного сплава Ti-6Al-4V: низкотемпературное оксидирование (НТО) при 700÷800 °С и выдержке 1÷12 ч с медленным охлаждением (с печью); высокотемпературное оксидирование (ВТО) при 850 °С и выдержке 5÷6 ч с охлаждением в воде для удаления окалина; оксидирование с засыпкой графитом или песком в интервале температур 700÷800 °С при выдержке 2÷10 ч с охлаждением на воздухе (альфирование) [3]. Поскольку процесс оксидирования в значительной степени зависит от микроструктуры материала, то выяснение закономерностей оксидирования 3D-напечатанных изделий является актуальной задачей. В настоящей работе исследовано влияние НТО оксидирования на износостойкость образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методом 3D-печати.

3D-печать образцов титанового сплава Ti-6Al-4V осуществлялась методом электронно-лучевого плавления сварочной титановой проволоки диаметром 1.6 мм на установке 6E400 (ООО «НПК ТЭТа», Томск). Термическое оксидирование 3D-напечатанных образцов титанового сплава Ti-6Al-4V проводили в муфельной печи при температуре 700 °С и времени выдержки 4 и 8 ч, с последующим охлаждением в печи. Объемный износ образцов в режиме сухого трения скольжения определяли по схеме «шар-по-диску» на трибометре CSEM CH2000 при нагрузке $P = 5$ Н и скорости скольжения $V = 25$ мм/с. Радиус контртела в виде шарика из WC₈ составлял 6 мм. Радиус трека составлял 2 мм. Износ материала определяли по профилю дорожки трения на контактном профилометре Alpha-step IQ. Рентгеноструктурные исследования 3D-напечатанных образцов титанового сплава Ti-6Al-4V проводили при комнатной температуре на дифрактометре Shimadzu XRD-6000 в Cu-K α излучении (для отсеечения β -излучения использовали монохроматор). Для анализа фазового состава, структуры в поверхностных и более глубоких слоях использовали симметричные (Брэгга–Брентано) и асимметричные схемы съемок. Съемки рентгенограмм проводили в диапазоне углов скольжения α от $\alpha=3^\circ$ до $\alpha=7^\circ$.

Методами рентгеноструктурного анализа установлено, что фазовый состав оксидного слоя, формирующегося на поверхности 3D-напечатанных образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, оказывается неоднородным по толщине: верхний (наружный) слой состоит из рутила TiO₂, далее располагается слой оксида алюминия Al₂O₃.

Показано, что оксидирование приводит к повышению износостойкости в 3D-напечатанных образцах титанового сплава Ti-6Al-4V по сравнению с 3D-напечатанными образцами титанового сплава Ti-6Al-4V без оксидирования, и сопоставим с износостойкостью оксидированного прокатанного сплава Ti-6Al-4V. Установлен стадийный характер зависимостей коэффициента трения и интенсивности износа от длины пути трения в 3D-напечатанных образцах титанового сплава Ti-6Al-4V, подвергнутых НТО оксидированию. Коэффициент трения на первой стадии составляет 0.2, на второй стадии возрастает до 0.6 и на

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

третьей стадии уменьшается до 0.37, что соответствует коэффициенту трения в 3D-напечатанных образцах титанового сплава Ti-6Al-4V.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант №18-19-00559).

1. Murr L.E., Gaytan S. M., Ramirez D. A., et al. Metal Fabrication by Additive Manufacturing Using Laser and Electron Beam Melting Technologies // *Journal of Materials Science & Technology*. 2012. V. 28. P. 1-14.
2. Прокопьев И.В., Жуковский В.Б. Создание износостойкого покрытия деталей из титановых сплавов методом альфирования поверхности // *Решетневские чтения*. 2013. Т.1. №17. С. 435.
3. Горынин, И.В. Титан в машиностроении / И.В. Горынин, Б.Б. Чечулин. – М.: Машиностроение, 1990. – 400 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/351

**ОБРАЗОВАНИЕ α'' МАРТЕНСИТА В ТИТАНОВОМ СПЛАВЕ Ti-6Al-4V,
ПОЛУЧЕННОМ МЕТОДОМ 3D-ПЕЧАТИ**

¹Перевалова О.Б., ^{1,2}Панин А.В., ¹Казаченок М.С.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск

Метод 3D-печати для получения изделий из титановых сплавов в настоящее время активно развивается. Это обусловлено широким спектром применения титановых сплавов. Наиболее экономичным является метод, основанный на плавлении подаваемого проволочного материала под действием электронного пучка (EBF³). Однако особенностью данного метода является достаточно большой размер наследственного β -зерна, достигающий нескольких миллиметров. Для уменьшения β -зерна применяется водяное охлаждение подложки, на которую послойно наращивается изделие. При аддитивных технологиях с различными видами плавления порошка не всегда удается получить двухфазную ($\alpha+\beta$) структуру сплава Ti-6Al-4V, оптимальную для механических характеристик [1]. Появляется α'' фаза, присутствие которой понижает предел текучести и увеличивает пластичность. В связи с этим в настоящей работе поставлена задача исследования влияния охлаждения подложки в процессе 3D-печати на размер β -зерна, фазовый состав и параметры кристаллической решетки α -Ti в образцах сплава Ti-6Al-4V.

Материалом исследования являлся титановый сплав Ti-6Al-4V. Образцы были изготовлены путем плавления проволоки диаметром 1.6 мм плазменным источником энергии в вакуумной камере при давлении 1.3×10^{-3} Па и ускоряющем напряжении 30 кВ. Процесс 3D-печати проводился как с водяным охлаждением подложки, так и без охлаждения. Рентгеноструктурные исследования (РСА) осуществлялись на дифрактометре ДРОН-7 в Co K_{α} -излучении, определялся фазовый состав, объемная доля вторых фаз (β -Ti + α'' -Ti), параметры кристаллической решетки фазы α -Ti и полные среднеквадратичные смещения атомов $\langle u^2 \rangle$ в фазе α -Ti. Упругую макродеформацию в поверхностных слоях определяли при асимметричной рентгеновской съемке (метод $\sin^2\psi$). Методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) на электронном микроскопе JEM 2100 исследовали микроструктуру и фазовый состав.

При водяном охлаждении подложки поперечный и продольный размеры β -зерен в образце уменьшаются втрое по сравнению с образцом, получаемым без охлаждения и составляют 0.5 мм и 2.5 мм соответственно. Методом РСА установлено, что при охлаждении подложки возрастает интенсивность пика 011 β -Ti. Объемная доля β -Ti в образце с охлаждением оказывается вдвое больше, чем в образце без охлаждения, и составляет 4%. Фаза α'' -Ti отсутствует. Объемная доля вторых фаз (β -Ti и α'' -Ti) в образцах, полученных с охлаждением подложки водой, варьируется в пределах 4-6%, тогда как без водяного охлаждения - 8-14%. В образцах, изготовленных без охлаждения, фаза α'' -Ti выявляется как методом РСА так и методом ПЭМ. Эта фаза является нанокристаллической и располагается на границах зерен. Вероятной причиной увеличения объемной доли фазы α'' -Ti в образцах без водяного охлаждения может являться наличие остаточного кислорода, который всегда присутствует в вакуумной камере. Косвенным доказательством наличия атомов внедрения являются высокие значения параметров a и c и полных среднеквадратичных смещений атомов в кристаллической решетке α фазы. Увеличение смещений атомов создает неустойчивое состояние в кристаллической решетке α фазы, создавая предпосылки для фазового перехода $\alpha \rightarrow \alpha''$.

DOI: 10.17223/9785946218412/352

**УДАРНАЯ ВЯЗКОСТЬ ОБРАЗЦОВ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V,
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДАМИ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

Казаченок М.С., Власов И.В., Панин А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Россия

kms@ispms.tsc.ru

В настоящее время наблюдается громадный интерес к проведению фундаментальных, поисковых и прикладных исследований в области получения трехмерных металлических изделий методом аддитивных технологий, основанных на плавлении металлического порошка или проволоки лазерным или электронным лучами. Однако, несмотря на высокие прочностные свойства 3D-напечатанных металлов и сплавов, они характеризуются относительно низкими значениями ударной вязкости. Например, энергия разрушения изделий из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методом селективного лазерного плавления, не превышает 10 Дж [1]. Последнее обусловлено наличием в 3D-напечатанных образцах Ti-6Al-4V большой объемной доли гексагональной плотноупакованной α' -фазы.

Исследования ударной вязкости прокатанных образцов Ti-6Al-4V выявили существенную зависимость величины энергии разрушения от их микроструктуры. Так, величина энергии разрушения в образцах, имеющих мартенситную структуру, составляет 34-49 Дж, а в образцах с бимодальной структурой – 27-36 Дж [2]. Наконец, энергии разрушения образцов Ti-6Al-4V, имеющих равноосную микроструктуру, варьируется в пределах 8-41 Дж. Естественно ожидать, что в зависимости от метода 3D-печати изделия из титанового сплава Ti-6Al-4V будут характеризоваться не только различной структурой, но и различными величинами динамической прочности и пластичности при ударном изгибе. Целью настоящей работы является сравнительный анализ микроструктуры, характера разрушения и величины ударной вязкости образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методами прокатки, селективного лазерного плавления порошка Ti-6Al-4V (англ. Selective laser melting, SLM), электронно-лучевой плавки порошка Ti-6Al-4V (англ. Electron-beam melting, EBM) и проволоки Ti-6Al-4V (англ. Electron Beam Free-Form Fabrication, EBF³).

Для испытания на ударную вязкость были вырезаны образцы Шарпи размерами 10×10×55 мм с V-образным надрезом радиусом 0,25±0,025 мм. Ударную вязкость (KCV) определяли на автоматизированном копре Instron 450MPX, обеспечивающем запись диаграммы разрушения исследованных образцов в координатах «ударная нагрузка - изгиб образца». Микроструктуру образцов Ti-6Al-4V изучали с помощью оптического микроскопа Zeiss Axiovert 40 MAT. Фрактографические исследования образцов Ti-6Al-4V проводили на растровом электронном микроскопе LEO EVO 50.

Анализ диаграмм разрушения показал, что в условиях динамического нагружения 3D-напечатанные образцы Ti-6Al-4V характеризуются значительно меньшей пластичностью по сравнению с образцами Ti-6Al-4V, полученными методами прокатки. При этом величина энергии разрушения 3D-напечатанных образцов Ti-6Al-4V существенным образом зависит от метода их получения. Максимальной величиной ударной вязкости характеризуются образцы, полученные методом EBF³, микроструктура которых представляет собой крупные столбчатые β -зерна, внутри которых формируется структура игольчатого α' -мартенсита.

Сравнительный анализ силовых параметров ударной вязкости образцов Ti-6Al-4V, полученных путем электронно-лучевого плавления соответствующего порошка или проволоки (EBM и EBF³), показал, что, в обоих случаях трещина зарождается при близких значениях максимальной нагрузки, однако на этапе распространения магистральной трещины в EBF³-образцах нагрузка снижается более медленно, обуславливая более высокие значения KCV.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант №18-19-00559).

1. Evren Yasa, Jan Deckers, Jean-Pierre Kruth, Marleen Rombouts & Jan Luyten (2010) Charpy impact testing of metallic selective laser melting parts // Virtual and Physical Prototyping, 5:2, 89-98, DOI: 10.1080/17452751003703894.
2. Christophe Buirette, Julitte Huez, Nathalie Gey, Alain Vassel, Eric Andrie. Study of crack propagation mechanisms during Charpy impact toughness tests on both equiaxed and lamellar microstructures of Ti-6Al-4V titanium alloy // Materials Science & Engineering A, 618 (2014) 546-557.

DOI: 10.17223/9785946218412/353

ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ АДДИТИВНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ
КОМПОЗИТА TiC/ Ti-6Al-4V

^{1,2}Буйлук А.О., ^{1,2}Панин А.В., ¹Казаченок М.С.

¹Институт физики прочности и материаловедения, Томск

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск

Современные темпы развития промышленности требуют выбора технологий производства, выполняемых в кратчайшие сроки с наименьшими затратами [1]. Наряду с новыми и передовыми технологиями можно отметить быстрое развитие аддитивных технологий, позволяющих создавать металлические изделия уникальной формы. Одним из наиболее распространенных методов аддитивных технологий является электронно-лучевое плавление проволоки (Electron Beam Freeform Fabrication – EBF³). Преимуществами данного метода является дешевизна изготовления деталей, так как отходы во время печати практически отсутствуют, а также довольно высокая, по сравнению с другими технологиями, скорость создания объекта. Недостатком данного метода является формирование неоднородной структуры с крупными столбчатыми зёрнами. Последнее негативно сказывается на механических свойствах 3D-напечатанных изделий. Одним из способов уменьшения размера зёрен, а, следовательно, повышения механических характеристик 3D-напечатанных изделий является введение в ванну расплава тугоплавких порошков, оказывающих влияние на процесс кристаллизации [2]. В данной работе разработана технология одновременного электронно-лучевого плавления проволоки Ti-6Al-4V и порошка TiC, и исследовано влияние параметров 3D-печати на микроструктуру и механические свойства образцов TiC/Ti-6Al-4V.

Для увеличения сыпучести мелкодисперсного порошка TiC, а также с целью изменения объемной доли карбидов титана в 3D-напечатанных образцах TiC/Ti-6Al-4V первоначально получали механокомпозит TiC/Ti-6Al-4V путем механоактивации порошков TiC и Ti-6Al-4V в шаровой мельнице 8000M Mixer/Mill. На установке 6E400 (ООО «НПК ТЭТа», Томск) были изготовлены 2 партии образцов. В первом случае, путем электронно-лучевого плавления проволоки Ti-6Al-4V осуществляли 3D-печать образцов соответствующего состава, а во втором - получали образцы TiC/Ti-6Al-4V за счет одновременной подачи в ванну расплава проволоки Ti-6Al-4V и порошкового механокомпозита TiC/Ti-6Al-4V.

Микроструктуру 3D-напечатанных образцов TiC/Ti-6Al-4V изучали на оптическом микроскопе ZEISS AXIOVERT 40 MAT. Элементный анализ образцов проводили на растровом электронном микроскопе LEO EVO 50, оборудованном приставками Oxford Instruments INCAx-act. Микротвердость измеряли на твердомере ПМТ-3 при нагрузке 50 грамм. Испытания на одноосное статическое растяжение проводили на испытательной машине INSTRON 5582 при комнатной температуре.

Установлено, что микроструктура 3D-напечатанных образцов Ti-6Al-4V, полученных электронно-лучевым плавлением проволоки соответствующего состава, состоит из столбчатых зёрен, поперечный размер которых составляет 1 мм, а их продольный размер ограничивается высотой создаваемого изделия. Внутри зёрен наблюдается пластинчатая морфология разной ориентации. При электронно-лучевом плавлении проволоки Ti-6Al-4V с добавлением механокомпозита TiC/Ti-6Al-4V в образцах формируется структура с более мелкими равноосными зёрнами, размер которых зависит от объемной доли TiC в механокомпозите.

Одновременная подача проволоки Ti-6Al-4V и порошкового механокомпозита TiC/Ti-6Al-4V в процессе 3D-печати обуславливает существенное увеличение микротвердости и прочностных характеристик 3D-напечатанных изделий при испытаниях на одноосное растяжение.

1. Гончарова О.Н., Бережной Ю.М., Бессарабов Е.Н., Кадамов Е.А., Гайнутдинов Т.М., Нагопетьян Е.М., Ковина В.М. Аддитивные технологии – динамично развивающееся производство: Справочник: инженерный вестник № 4.2016.

2. Илларионов А.Г., Попов А.А. Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов: учебное пособие / А.Г. Илларионов, А.А. Попов. – Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2014. – 137 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/354

**ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СВАРНОГО ШВА В 3D-НАПЕЧАТАННЫХ
ИЗДЕЛИЯХ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V**

^{1,2}Яхин А., ^{1,2}Панин А. В.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

²Томский политехнический университет, Томск

В настоящее время весьма перспективным и новым направлением в машиностроении и технике является изготовление деталей методами аддитивных технологий. Суть применения данных технологий заключается в создании модели путем наслаивания вещества. Основными преимуществами данных технологий является удобство и скорость изготовления деталей с сохранением требуемых свойств, широкий ассортимент используемых материалов, а также экономичность, поскольку отходы практически отсутствуют. В связи с этим целесообразно использование аддитивных технологий для печати из металлов. Получение металлической модели связано с применением в аддитивном производстве различных сварочных технологий.

Особенно актуально применение 3D-печати в авиастроении, для получения изделий из титановых сплавов, например, из сплава Ti-6Al-4V. Однако методы послойного синтеза и формирование объемных изделий концентрированными потоками энергии (лазерными, электронными, ионными) не позволяют на данный момент полностью задавать требуемые свойства ввиду наличия в получаемом изделии дефектов, несовершенства структуры, внутренних напряжений. Поэтому размер получаемых деталей не может быть слишком крупным, и невозможно напечатать полностью конечное изделие, в связи с чем, остается необходимость в сварке узлов и деталей между собой. Получение изделий из сплава Ti-6Al-4V методом 3D-печати и изучение их свариваемости имеет важную практическую значимость как для авиа-ракетостроения, так и для всего машиностроения в целом.

В исследовании представлено изучение сварных швов в образцах из титанового сплава Ti-6Al-4V. Электронно-лучевая сварка проводилась для образцов, полученных прокаткой (в состоянии поставки) и для аддитивно полученных образцов методом электронно-лучевого сплавления. Процессы сварки и 3D-печати осуществлялись на установке электронно-лучевой сварки 6E400 (ООО «НПК ТЭТа», Томск). Микроструктуру образцов изучали на оптическом микроскопе ZEISS AXIOVERT 40 MAT. Микротвердость измеряли на твердомере ПМТ-3 при нагрузке 100 грамм.

Проведен сравнительный анализ микроструктуры шва и зоны термического влияния в прокатанных образцах, и в образцах, полученных методом 3D-печати. Продемонстрировано влияние толщины свариваемых пластин. Показано, что при электронно-лучевой сварке образцов Ti-6Al-4V, полученных как прокаткой, так методом аддитивных технологий, наблюдается несколько сварочных зон: основной металл, зона термического влияния и зона сварного шва. Микроструктура последней представляет собой вытянутые β -зерна с игольчатой α' -фазой. При этом, средний размер зерен, образованных в прокатанных и 3D напечатанных образцах, существенно отличается. Обнаружено, что в зоне термического влияния у образцов Ti-6Al-4V, полученных методом прокатки, происходит рост и образование мелких равноосных зерен, в отличие от зоны термического влияния образца, полученного аддитивными методами, где этого не наблюдается. Исходя из результатов металлографического анализа предполагается повышение концентрации α' -фазы в направлении от основного металла к сварному шву.

Анализ распределения микротвердости в сварном шве исследуемых образцов показал, что в центре сварного шва максимум значений микротвердости (Таблица 1). Микротвердость в зоне термического влияния у проката сопоставима с микротвердостью основного металла, в отличие от зоны термического влияния 3D напечатанных образцов, где твердость имеет тенденцию к снижению.

Таблица 1. Значения микротвердости в разных зонах сварки.

Образец	Основной металл	ЗТВ*	Сварной шов
Прокат	3900-4000	4100-4500	4500-5100
3D-печать	4000-4200	3800-4400	4400-4900

*зона термического влияния

DOI: 10.17223/9785946218412/355

**ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ АДДИТИВНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ Al-Mg СПЛАВА:
МАКРОСТРУКТУРА И РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ**

Воронцов А.В., Утяганова В.Р., Шамарин Н.Н., Жуков Л.Л.
Институт физики прочности и материаловедения, Томск

Алюминиево-магниевого сплавы широко используются в промышленности. Высокая удельная прочность и низкий вес алюминиево-магниевого сплава дают возможность использования их в несущих конструкциях.

Аддитивные технологии – очень эффективный метод создания изделий как с экономической, так и с технологической точки зрения. Электронно-лучевой метод аддитивной технологии происходит в вакууме, что дает некоторые преимущества перед аддитивным производством происходящем на воздухе или защитной среде таких как дуговые и лазерные аддитивные технологии.

Преимущественно, для аддитивного производства из алюминиево-магниевого сплава существует ряд проблем, среди которых главным образом повышенная пористость и выгорание магния. В работе было показано, что потеря легирующих элементов в электронно-лучевой аддитивной технологии можно скомпенсировать путем подбора материала проволоки с повышенным содержанием легкоплавких легирующих элементов.

В этой работе, методом электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии был получен образец из сплава AlMg5. Проводили исследования макроструктуры, микротвердости в направлении печати образца, а также рентгеновский анализ для оценки параметра решетки и микроискажений полученного образца. Произведенные исследования позволили оценить однородность образца в зависимости от его высоты.

Полученный образец в форме стенки имел следующие геометрические размеры: высота – 31мм, ширина - 75мм, толщина стенки составляла 5-6мм. Количество напечатанных слоев составило 37. Параметры электронного пучка были следующие: напряжение на аноде - 30 кВ, ток пучка варьировался в зависимости от номера слоя и составлял 25-22 мА. В качестве сырья для аддитивной технологии была выбрана проволока, диаметром 1,2 мм. Скорость подачи проволоки алюминиево-магниевого сплава составляла 1,6 м/мин.

В результате, в процессе электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии распределение энергии по напечатанным слоям Al-Mg сплава выглядит следующим образом. На протяжении всего процесса печати напряжение на аноде оставалось равным 30 кВ. При печати первых слоев ток пучка был наибольшим и составлял 25 мА. После прохождения первого слоя ток пучка постепенно уменьшали и начиная с 17 слоя печати ток оставался неизменным и равным 22 мА. На рис. 1а изображен график распределения энергозатрат на каждый напечатанный слой.

Макроструктура полученного образца приведена на рис. 1б. Образец получился без пор, толщина слоев, границы которых выделены желтым цветом, более равномерна в верхней части образца. В нижней части и середине образца наблюдается неравномерное распределение материала.

Различия по высоте напечатанного образца также выявляются при измерении микротвердости вдоль направления печати. Зависимость значений микротвердости от высоты образца показывает постепенное снижение микротвердости. На уровне первого слоя значение микротвердости составляет 0,84 GPa, в верхних напечатанных слоях значение понизилось до 0,79 GPa. Мы полагаем, что повышенная микротвердость в нижней части образца обусловлена более равномерным распределением легирующих элементов в сплаве из-за более длительного нахождения при повышенной температуре в сравнении с верхней его частью.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

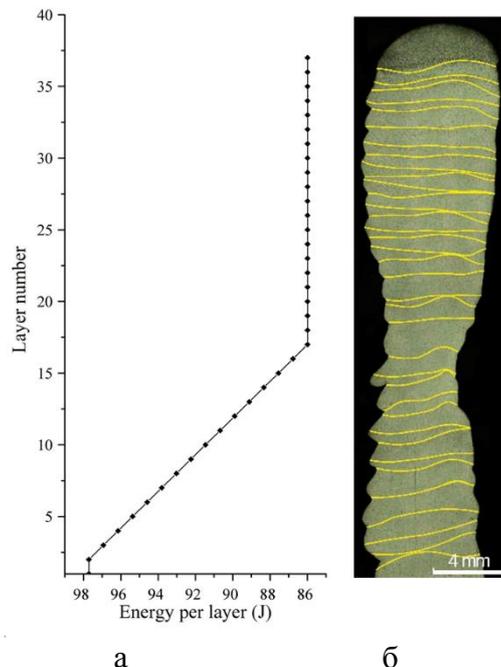


Рис. 1 Расчет энергозатрат в процессе печати Al-Mg сплава – а, макроструктура полученного электронно-лучевой проволоночной аддитивной технологией образца – б, желтыми линиями выделены границы между слоями

При рентгеновском анализе полученного образца выявили, что параметр решетки в нижних и верхних слоях при печати отличаются. Прецизионное определение параметра решетки проводили с использованием экстраполяционной функции Нельсона-Райли. Для нижних слоев образца получили параметр решетки 4,0673 Å. Верхние слои образца имеют параметр решетки 4,0651 Å, что значительно меньше в сравнении параметром решетки в нижних слоях.

Также произвели расчеты для определения микроискажений графическим методом Вильямсона – Холла в квадратичной форме. Получили уравнения экстраполяционных прямых, для нижних слоев (1) и для верхних слоев (2):

$$y=1.415E-05x+1.806E-04 \quad (1)$$

$$y=1.695E-05x+6.010E-05 \quad (2)$$

Нашли численное значение микроискажений ϵ^{II} рода из уравнений прямых по формуле 3:

$$\epsilon^{\text{II}} = \frac{\sqrt{k}}{4} 100\%, \text{ где } k - \text{ тангенс угла наклона прямой} \quad (3)$$

Для нижней части образца $\epsilon^{\text{II}}=0.094\%$. Для слоев из верхней части $\epsilon^{\text{II}}=0.103\%$. Ввиду того, что нижняя часть образца пребывала более продолжительное время при высокой температуре, чем верхняя его часть полагаем, что в процессе печати происходит гомогенизированный отжиг. При чем влияние отжига наиболее ощутимо в нижней части образца.

Финансирование

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/356

СВОЙСТВА ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ
АЛЮМИНИЕВО-МАГНИЕВОГО СПЛАВА

Воронцов А.В., Утяганова В.Р., Шамарин Н.Н., Дмитриев А.В.
Институт физики прочности и материаловедения, Томск

Высокая теплопроводность и отражательная способность алюминиевых сплавов в значительной степени влияют на выбор метода обработки. Также существует ряд проблем, связанных с образованием оксидной пленки на поверхности сплава при его термической обработке, испарение легкоплавких легирующих элементов, повышенное порообразование. В аддитивных технологиях широкое применение находят методы дуговые аддитивные технологии, происходящие в защитной среде, а также порошковая лазерная аддитивная технология. Подобные методы имеют общие проблемы такие как образование оксидов в процессе печати, пористость.

При электронно-лучевой технологии, в отличие от дуговой и лазерной технологии, весь процесс печати происходит в вакууме, что обеспечивает защиту от появления оксидов. Одним из распространенных алюминиевых сплавов являются сплавы системы Al–Mg. При сравнительно невысокой стоимости материала Al–Mg сплавы имеют хорошие конструкционные свойства. Известной проблемой сплавов системы Al–Mg в аддитивной технологии является выгорание Mg. При печати электронно-лучевым методом это проблема является одной из главных. Выгорание магния при электронно-лучевой аддитивной технологии довольно подробно изучалось [7,8]. Авторы приходят к выводу, что данная проблема решается применением первоначального сырья с повышенным содержанием магния.

В этой работе, для получения изделия в виде стенки из сплава AMg5 использовали электронно-лучевую проволочную аддитивную технологию.

В процессе формирования изделий электронно-лучевой проволочной аддитивной технологией использовали алюминий-магний-содержащий сплав AMG5 в виде проволоки, диаметром 1,2мм.

Параметры электронного пучка в процессе печати были следующие: напряжение на аноде было постоянным на протяжении всего процесса печати и составляло 30 кВ, ток электронного пучка нелинейно варьировался в зависимости от количества напечатанных слоев. На первом слое ток пучка составлял 45,0 мА, далее постепенное уменьшение тока пучка до 23,07 мА на верхнем слое. Количество напечатанных слоев составило 15. Скорость подачи проволоки была 1,9 м/мин.

В результате процесса электронно-лучевой проволочной аддитивной технологии получили образец высотой 16,0 мм. Протяженность стенки (слоев) составила 75 мм, толщина стенки варьировалась от 4,0 до 6,0 мм. На рис. 1а представлен график распределения энергозатрат на каждый слой с учетом варьирования тока электронного пучка в процессе печати.

На рис. 1б приведено изображение полученного образца в поперечном сечении при 50 кратном увеличении. В полученном образце как в нижних, так и в верхних слоях наблюдаются поры. Очевидно влияние теплофизических свойств в процессе печати. Из-за большой теплопроводности, формирование первых слоев происходило нестабильно, наблюдается неравномерное распределение материала до слоя №7. Выше слоя №7 процесс более стабилен, наблюдаются более ровные внешние края полученного образца, хотя пор избежать так и не получилось.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

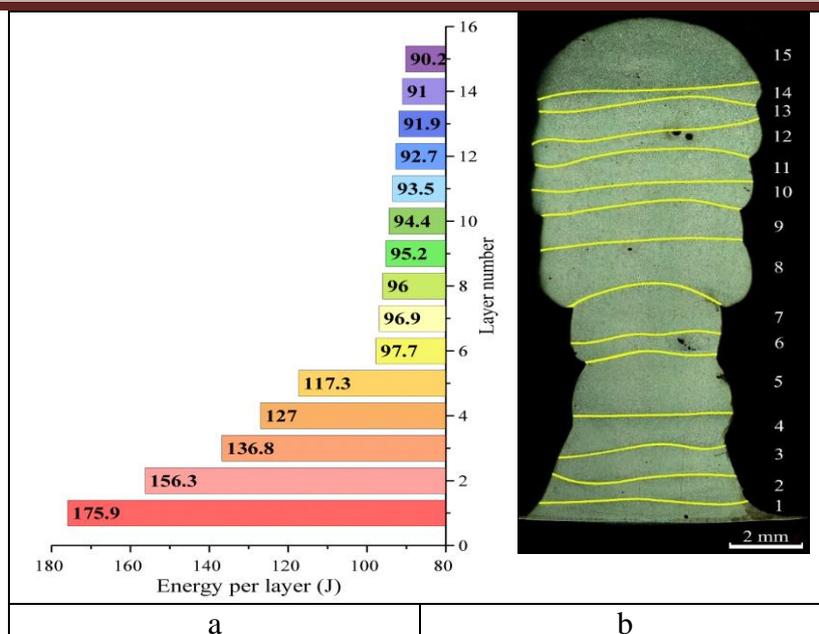


Рис. 1 а – расчет послойного распределения энергии в процессе электронно-лучевой проволочной аддитивной технологии АМГ5, б – макроструктура образца, полученного электронно-лучевой проволочной аддитивной технологией, желтыми линиями выделены границы между слоями

Проведенные измерения микротвердости образца показали также неравномерное распределение значений микротвердости по высоте. На рис. 2 показано распределение микротвердости от подложки до верхнего слоя и приведена статистика распределения полученных данных. Из графика очевидно, что зависимость снижения значений микротвердости линейная. Исходя из этой зависимости полагаем, что в процессе печати Al-Mg сплава, слои находящиеся внизу и подверженные более длительному по времени тепловому воздействию испытывают отжиг в следствие чего более равномерное распределение легирующих элементов.

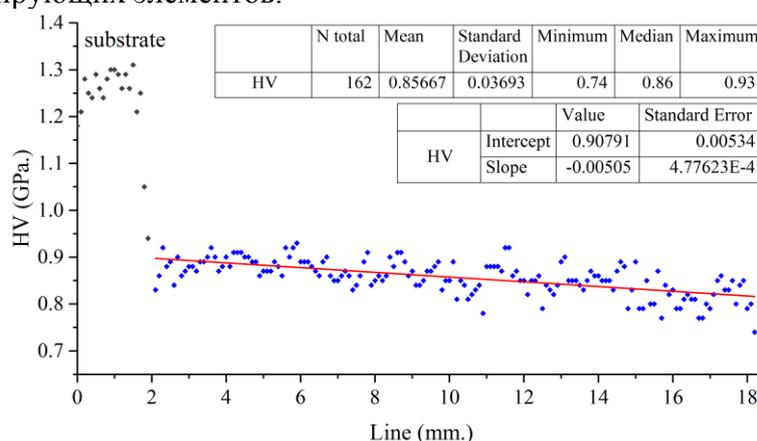


Рис. 2 Распределение значений микротвердости напечатанного образца АМГ5
 Предел прочности испытанного листового проката АМГ5 составляет 317 ± 2 МПа. Проведенные механические испытания показали предел прочности $\sigma_b = 257 \pm 2$ МПа при деформации $32 \pm 1\%$. Мы думаем, что снижение прочности обусловлено двумя факторами. Во-первых, это выгорание магния как основного легирующего элемента. Во-вторых, это отожженное состояние в котором находится напечатанный образец после процесса электронно-лучевой проволочной аддитивной технологии.

Финансирование

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/357

**ИССЛЕДОВАНИЕ ХАРАКТЕРА РАЗРУШЕНИЯ МНОГОСЛОЙНОЙ КОМПОЗИЦИИ
«КЕРАМИЧЕСКОЕ ПОКРЫТИЕ ZrO_2 - СВЯЗУЮЩИЙ СЛОЙ NiAl - ПОДЛОЖКА Ti-
6Al-4V» В ПРОЦЕССЕ ТЕРМИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ**

Мартынов С.А., Панин А.В., Казаченок М.С., Русяев А.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

martynov@ispms.tsc.ru

Защитные покрытия на основе систем $ZrO_2 - Y_2O_3$ широко применяются в современных газотурбинных двигателях, поскольку позволяют не только существенно увеличить мощность и тягу двигателей за счет снижения температуры металлических поверхностей и увеличению эффективности сгорания топлива, но и снизить выброс NO_x . При термическом нагружении композиции «керамическое покрытие – металлическая подложка» из-за различия коэффициентов термического расширения материалов покрытия и подложки в покрытии развиваются биаксиальные растягивающие напряжения, деформирующие его таким образом, чтобы оно соответствовало размерам подложки. В свою очередь, в поверхностных слоях подложки развиваются сжимающие напряжения, релаксация которых при повышенной температуре, может приводить к росту зерен в металлической подложке, изменению элементного и фазового состава и т.п. Поэтому даже при соответствующем выборе материала связующего слоя, обладающего низким коэффициентом термического расширения и высокой коррозионной стойкостью, в процессе термоциклирования имеет место разрушение керамических покрытий. Причем характер разрушения, а также его интенсивность определяются кривизной границы раздела между керамическим покрытием и связующим слоем, а также между связующим слоем и металлической подложкой. В связи с этим, целью настоящей работы является исследовать влияние шероховатости подложки из 3D-напечатанного титанового сплава Ti-6Al-4V, а также состава и толщины связующего слоя NiAl на термическую стойкость керамических покрытий ZrO_2 в процессе термоциклирования и термоудара.

Влияние шероховатости подложки Ti-6Al-4V на интенсивность окисления связующего слоя NiAl и последующее его коробление при повышенных температурах исследовано путем анализа электронно-микроскопических изображений поверхности и боковой грани термически нагруженных образцов. Изменение микроструктуры и фазового состава покрытия, связующего слоя и подложки изучено методом рентгеновской дифракции. Методами рентгенофазового и микроэнергодисперсионного анализа исследованы структура и фазовый состав термически выращенного оксида, возникающего на границе раздела связующий слой NiAl - подложка Ti-6Al-4V» в процессе термических испытаний. Продемонстрировано влияние шероховатости подложки Ti-6Al-4V на характер растрескивания и коробления покрытий ZrO_2 , нанесенных на промежуточный слой NiAl при термоциклировании и термоударе.

Определены оптимальные значения толщины и содержания Al и Ni в связующем слое NiAl, обеспечивающие максимальное количество циклов до разрушения керамических покрытий ZrO_2 . Показано, что нанесение связующего слоя, содержащего 80% Ni и 20%Al в 10 раз увеличивает термическую стойкость покрытий ZrO_2 . Термоциклические испытания покрытий ZrO_2 , нанесенных на связующий слой NiAl, показали, что даже после 150 циклов нагрева–охлаждения не наблюдается каких-либо изменений микроструктуры ZrO_2 покрытий, их растрескивания или скалывания. Основной причиной увеличения термической стойкости ZrO_2 покрытий, нанесенных на связующий подслои NiAl, является формирование плотной пленки термически выращенного оксида алюминия на поверхности подслоя, которая препятствует диффузии кислорода к нижележащей титановой подложке. Это позволяет сохранить высокую адгезионную прочность покрытия и, соответственно, предотвратить его отслоение и скалывание.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00569.

DOI: 10.17223/9785946218412/358

**МИКРОСТРУКТУРА, ДЕФОРМАЦИОННОЕ ПОВЕДЕНИЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ
СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА Ti-6Al-4V, ПОЛУЧЕННЫХ
МЕТОДАМИ АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ**

¹Панин А.В., ²Колмаков А.Г., ³Чижик С.А., ⁴Хейфец М.Л., ⁴Чугуй Ю.В.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

²*Институт металлургии и материаловедения имени А. А. Байкова РАН, Москва*

³*Институт тепло- и массообмена имени А. В. Лыкова НАН Беларуси, Минск*

⁴*ГНПО «Центр» НАН Беларуси, Минск*

⁵*Конструкторско-технологический институт научного приборостроения СО РАН,
Новосибирск*

Получение трехмерных металлических изделий методом аддитивных технологий основано на плавлении металлического порошка или проволоки лазерным или электронным лучами. При этом формирование нового слоя осуществляется как путем предварительного нанесения порошкового материала на платформу, его разравнивания с целью получения тонкого слоя и последующего его расплавления, так и путем прямой подачи порошка или проволоочного материала в ванну расплава. Достоинством электронно-лучевой плавки (англ. Electron-beam melting, EBM) является то, что данный процесс происходит в вакууме, что позволяет получать качественные изделия из титана и титановых сплавов, характеризующихся высокой химической активностью при повышенных температурах. Кроме того, структура материала, полученного в результате плавления электронным лучом порошковых смесей различного состава, часто оказывается существенно лучше, чем при использовании вневакуумных лазерных технологий (англ. Selective laser melting, SLM). В то же время, диаметр пятна электронного пучка в зоне расплава составляет 0,2-1,0 мм, что на порядок больше, чем в случае использования лазера. По этой причине по чистоте поверхности и точности изготовления электронно-лучевые технологии значительно уступают лазерным технологиям 3D-печати. В свою очередь, неоспоримым преимуществом аддитивных технологий, основанных на плавлении подаваемого проволоочного материала (англ. Electron Beam Free-Form Fabrication, EBF³), является практически 100% эффективность использования расходного материала, а также чрезвычайно высокая скорость послойного выращивания, которая достигает 2500 см³/час. В настоящей работе проведен сравнительный анализ микроструктуры образцов титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методами электронно-лучевой плавки и селективного лазерного плавления соответствующего порошка или проволоки, и продемонстрировано влияние микроструктуры на их деформационное поведение и механические свойства при статическом и динамическом нагружении.

Методами рентгеноструктурного анализа (Shimadzu XRD-7000), оптической (Carl Zeiss Axiovert 40 MAT) и просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (JEM 2100) исследовали микроструктуру и фазовый состав 3D-напечатанных образцов титанового сплава Ti-6Al-4V. Анализ элементного состава образцов Ti-6Al-4V проводили на электронном микроскопе JEM-2100, оборудованном приставкой Oxford Instruments INCAx-act для микрорентгеноспектрального анализа.

Показано, что в процессе электронно-лучевого или лазерного плавления металлического порошка, нанесенного тонким (20-100 мкм) слоем на плиту построения, размер длительность существования ванны расплава, а, следовательно, степень нагрева прилегающих областей, оказываются существенно меньше, чем в случае электронно-лучевого плавления титановой проволоки, диаметром которой достигает 1 мм. Как следствие, титановые изделия, полученные EBF³ – методом обладают более крупнозернистой структурой в отличие от значительно более мелкозернистой структуры изделий, полученных методами EBM и SLM.

Изучены закономерности деформации и разрушения 3D-напечатанных образцов Ti-6Al-4V в процессе одноосного статического растяжения (INSTRON 5582) и испытаний на ударный изгиб по Шарпи (Instron 450MPX). Показано, что образцы Ti-6Al-4V, полученные EBF³ – методом, характеризуются пониженными значениями условного предела текучести и предела прочности, однако более высокой ударной вязкостью по сравнению с образцами, полученными EBM и SLM методами.

DOI: 10.17223/9785946218412/359

**HEAT TREATMENT OF TI-6AL-4V ALLOY,
MANUFACTURED BY ELECTRON-BEAM MELTING**

Pushilina N.S., Stepanova E.N., Kudiiarov V.N., Laptev R.S., Syrطانov M.S., Kashkarov E.B.
National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk

Recently, additive technologies have been actively introduced in the production of functional parts from metallic materials. The use of additive technologies allows us to speed up the production process, save metal, make lighter designs with complex geometry that cannot be made using traditional methods [1]. Recently, the direction of research related to the development of methods and approaches to additional processing of metal products manufactured using additive technologies has been actively developed [2]. One of the promising areas of such research is to conduct additional heat treatment of materials [3]. The aim of the article is to study the effect of heat treatment on the mechanical properties and rate of hydrogen absorption by the Ti-6Al-4V alloy manufactured by electron beam melting.

The manufacturing of samples was carried out on the special equipment developed and designed in Tomsk Polytechnic University. The experimental parameters were as follows: an accelerating voltage is 40 kV and melting current is 15 mA. Some samples were subjected to heat treatment. The microstructure of the samples was studied using scanning electron microscopy. The structural phase state was studied by X-ray structural analysis. The hardness of the experimental samples was measured on the KB30S using the Vickers method with loads of up to 0.5 N. The wear resistance and friction coefficient of titanium alloys were measured on the “High Temperature Tribometer”. The area of wear tracks was measured with a STIL Micromesure 3D contactless optical profilometer. The rate of hydrogen absorption was calculated during gas phase hydrogenation at 650 °C.

Analysis of the structure-phase state of the samples by X-ray structural analysis showed that in all samples α phases of titanium with a hexagonal close-packed crystal structure and β titanium with a bulk-centered crystal modification are observed. The X-ray diffraction data showed a decrease in stresses in the β phase of titanium after heat treatment. According to SEM data, there is a change in the size of the plates of the alpha phase as a result of thermal exposure. Heat treatment has a negligible effect on the wear rate of experimental samples. Additional heat treatment of EBM Ti-6Al-4V samples leads to a significant decrease in the rate of hydrogen absorption (more than 1.5 times).

Table 1. Microhardness, wear resistance.

Sample Series	Microhardness, Hv0.5	Wear rate, $10^{-3}\text{mm}^3/\text{Nm}$
EBM Ti-6Al-4V	390±10	0.62
EBM Ti-6Al-4V after heat treatment	350±10	0.58

This research was funded by Russian Science Foundation, research project No. 17-79-20100.

1. Murr L.E. Metallurgy of additive manufacturing: Examples from electron beam melting // Additive Manufacturing. 2015. V. 5. P. 40-53.
2. Longhitano G. A., Arenas M. A., Conde A., Larosa M. A., Jardini A.L., Zavaglia C.A.C., Damborenea J. J. Heat treatments effects on functionalization and corrosion behavior of Ti-6Al-4V ELI alloy made by additive manufacturing // Journal of Alloys and Compounds. 2018. 765. P. 961-968.
3. Gou J., Shen J., Hu S., Tian Y., Liang Y. Microstructure and mechanical properties of as-built and heat-treated Ti-6Al-4V alloy prepared by cold metal transfer additive manufacturing // Journal of Manufacturing Processes. 2019. Vol. 42. P. 41-50.

DOI: 10.17223/9785946218412/360

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОЛИМЕТАЛЛОВ СИСТЕМЫ Ti- Al ОСАЖДЕННЫХ
ПУТЕМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ПРОВОЛОЧНОЙ АДДИТИВНОЙ
ТЕХНОЛОГИИ**

Утяганова В.Р., Чумаевский А.В., Калашников К.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Технологии аддитивного производства на настоящее время являются достаточно перспективными, поскольку они дают возможность изготовления деталей сложной формы. Среди распространённых методов аддитивного производства, следует отметить способы подачи филамента, например, на основе проволоки и, в частности, электронно-лучевую аддитивную технологию. Одним из главных достоинств электронно-лучевой аддитивной технологии является реализация процесса в вакуумной камере, за счет которой не происходит окисления получаемого материала. Формулируя основные преимущества аддитивного производства, необходимо отметить возможность соединения нескольких материалов с постепенным изменением свойств. В последние годы соединения разнородных металлов, в особенности, таких как титан и алюминий привлекает всё больший интерес в аэрокосмической и автомобильной промышленности. В этом исследовании был разработан инновационный способ производства деталей из полиметалла системы Ti -Al, основанный на процессе электронно-лучевой аддитивной технологии.

Целью данной работы является исследование микроструктуры и микротвердости полиметаллов системы Ti-Al, полученных путем электронно-лучевой проволочной аддитивной технологии.

Для получения полиметаллов Ti-Al использовались две проволоки: проволока из титанового сплава ВТ 6 и проволока из алюминиево-магниевого сплава АМг 5. В качестве подложки использовался технический титан ВТ 1-0. Микроструктура была исследована с использованием оптической (микроскоп LEXT OLS 4100) и растровой электронной микроскопии (микроскоп Zeiss LEO EVO-50). Химический состав определялся методом энергодисперсионного анализа. Измерения микротвердости проводились на микротвердомере Duramin 5 при нагрузке 50 г.

В результате проведенных исследований было показано неравномерное распределение Ti и Al в полученных образцах Ti-Al. Важно отметить отсутствие пористости и трещин в полученных образцах Ti-Al. Микроструктурный анализ собранных данных показывает, что преимущественно на границе сплавления титанового и алюминиевого сплава происходит образование вторичных фаз α_2 -Ti₃Al. Результаты испытаний на микротвердость показывают, что в промежуточном образовавшемся слое образуются зоны с заниженными значениями микротвердости по Виккерсу.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/361

**КОРРОЗИОННЫЕ СВОЙСТВА СТАЛИ Fe-Cr-Ni-Mn-Mo-Ti, ПОЛУЧЕННОЙ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИЕЙ ИЗ ПОРОШКОВОЙ
ПРОВОЛОКИ НА ОСНОВЕ ФЕРРИТНОЙ СТАЛИ**

Утяганова В.Р., Филиппов А.В., Калашников К.Н., Шамарин Н.Н.,
Рубцов В.Е., Колубаев Е.А.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Последние десятилетия активно развиваются технологии аддитивного производства и получают широкое распространение в различных производственных отраслях. Существует несколько наиболее распространенных и эффективных технологий аддитивного производства металлических изделий: селективное лазерное плавление, электродуговая и электронно-лучевая технологии. Одним из главных преимуществ электронно-лучевой технологии является осуществление процесса в вакуумной камере, за счет которого не происходит окисления по границам зерен или слоёв материала. Из литературных данных известно, что структура материала, сформированного методами аддитивного производства существенно отличается от структуры металла, полученного традиционным литьем, прокаткой или ковкой. Структурные изменения неизбежно влекут за собой изменения в механических свойствах и коррозионной стойкости металлов и сплавов, например, аустенитных коррозионно-стойких сталей. Применение стандартной проволоки не всегда является оправданным т.к. в результате направленного высокоэнергетического воздействия происходит выгорание легирующих элементов, приводящее к несоответствию материала получаемого изделия требуемому в технической документации составу. В связи с этим целесообразным является применение проволоки с откорректированным составом, для чего может быть использована порошковая проволока содержащая требуемое количество легирующих элементов. Немаловажным фактором определяющим качество изделия является материал подложки на которой формируется требуемый материал.

Целью настоящей работы является исследование коррозионной стойкости материала полученного из порошковой проволоки Fe-Cr-Ni-Mn-Mo-Ti на подложке из ферритной стали методом электронно-лучевой технологии и определение влияния термической обработки на коррозионную стойкость материала.

Для получения образцов применялась порошковая проволока состава Fe-Cr-Ni-Mn-Mo-Ti. В качестве подложки использовалась ферритная сталь, которая содержала 0,12% углерода и 1,5% марганца. Химический состав определялся методом энергодисперсионного анализа. Термическая обработка осуществлялась при температурах 900°C, 1000°C и 1100°C в течении 1 часа с последующим быстрым охлаждением в воде. Коррозионные испытания проводились путем помещения образцов в 10% раствор FeCl₃. Испытания проводились при комнатной температуре 23°C. Образцы выдерживались в растворе в течении 5 часов. После чего оценивалось состояние поверхностного рельефа методом конфокальной лазерной сканирующей микроскопии. С помощью специального программного обеспечения определялась площадь поврежденной коррозией поверхности и глубины ямок питтинга.

В результате проведенных исследований коррозионной стойкости состава Fe-Cr-Ni-Mn-Mo-Ti стали выявлено снижение коррозионной стойкости материала в области сплавления напечатанный материал/подложка. Установлено, что термическая обработка напечатанного материала при температуре 1100°C оказывает негативное влияние на его коррозионную стойкость.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/362

**ИЗГОТОВЛЕНИЕ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ МЕТОДОМ
АДДИТИВНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

Гурьянов Д.А., Калашников К.Н., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

В настоящее время в виду развития авиационной и ракетно-космической сферы имеется необходимость в изготовлении деталей для использования в машинах и механизмах с радикально отличающимися свойствами отдельных областей изделия. В таких деталях возможна необходимость в обеспечении минимального веса при достаточно высокой трибологической стойкости поверхностей сопряжения в узлах трения. Данные обстоятельства могут быть осложнены сложностью формы изделия, трудностями крепления отдельных частей между собой и повышенные требования по герметичности корпусов.

Для обеспечения таких требований к изготавливаемым деталям из различных материалов возможно применение методики аддитивного получения материалов из разнородных металлов. В настоящее время для 3D-печати металлических материалов применяется три базовых метода, основанных на плавлении проволочного или порошкового филамента за счет лазерного луча, электрической дуги или электронного пучка. Для получения полиметаллических материалов из материалов, склонных к окислению при повышенной температуре в условиях атмосферного воздуха, возможно применение либо атмосферы защитного газа, либо вакуумной камеры. В условиях вакуума наиболее оптимальным является применение электронно-пучковой технологии, в виду её меньшей стоимости по сравнению с технологией селективного лазерного плавления.

Получение полиметаллических материалов из сталей и сплавов происходит согласованно с диаграммами состояния сплавов, имеющимися для стандартного металлургического получения отливок, но, с достаточно существенными отличиями, определяемыми локальностью метода печати проволокой и небольшим временем существования ванны расплава. В полиметаллических материалах, исследованных в работе систем - Al-Cu, Al-Ti, Cu-Ti, Fe-Cu происходит образование различных структурно-фазовых составляющих - таких, как твердые растворы, интерметаллидные соединения или механические смеси. Для материалов, изготовленных из различных пар разнородных металлов характерны индивидуальные особенности структурно-фазового взаимодействия в граничной зоне, определяемые типом образуемых фаз, параметрами процесса печати, объемом материалов компонентов, вступивших в реакцию и др. Аналогично, в каждом отдельном случае образование дефектов также проявляет индивидуальные особенности в части типов дефектов, их объемной доли и распределения. Основными дефектами являются поры, микро- и макротрещины. Возможно образование отслоений по контуру формирующихся в граничной области интерметаллидных прослоек.

Таким образом, в работе проведены исследования формирования структур материалов при аддитивном изготовлении с применением проволочной электронно-лучевой технологии.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013).

DOI: 10.17223/9785946218412/363

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ПРИ
ИЗГОТОВЛЕНИИ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ СИСТЕМЫ "МЕДЬ-
ТИТАН" В УСЛОВИЯХ АДДИТИВНОГО ПОЛУЧЕНИЯ**

Гурьянов Д.А., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Изготовление материалов многофункционального назначения для использования в узлах двигателей и агрегатов в различных сферах промышленности ставит задачи по формированию изделий со структурой, не характерной для большинства имеющихся на настоящее время способов производства. В таких материалах может требоваться сочетание низкой массы и высокой трибологической стойкости, достигаемой, например, созданием в поверхностных слоях структуры с высокими показателями твердости металла. Одним из методов, способных дать возможность формирования деталей из сплавов на основе металлов с низкими значениями прочности - титана, алюминия или магния, является метод аддитивного получения деталей из металлических материалов. В рамках данного метода возможно получение функционально-градиентных полиметаллических материалов с легким и прочным внутренним объемом и износостойким и прочным поверхностным слоем.

В работе исследованы режимы получения и закономерности формирования структуры в полиметаллических материалах системы "медь-титан", полученных методом аддитивного электронно-лучевого изготовления с проволочным филаментом. В качестве титанового сплава использовался сплав ВТ6, медный проволочный филамент был представлен проволокой меди марки М1. Печать осуществляли на лабораторной установке в вакууме. После печати производилась вырезка образцов и исследования с применением оптической, растровой-электронной микроскопии, измерения микротвердости и механических свойств.

Проведенные исследования показывают, что при нанесении меди на заранее напечатанный металл сплава ВТ6, несмотря на достаточно низкую температуру плавления медного филамента (1083 °С) по сравнению с титаном (1668 °С), за счет большей теплоемкости меди происходит интенсивное оплавление титанового сплава. В процессе происходит интенсивное диффузионное перемешиванием меди и титанового сплава в жидком состоянии с активным фазообразованием. Формируемая на поверхности структура представлена смесью интерметаллидных фаз различного состава, меди и титана с различными твердыми растворами. Структура полученных образцов обладает существенной неоднородностью в распределении основных составляющих как в продольном, так и в поперечном направлении. Основными дефектами в структуре являлись поры и трещины различного структурно-масштабного уровня. Также в структуре присутствовало большое количество непроплавленных участков проволочного филамента или подложки. Проведенные исследования позволили подобрать необходимые для изготовления полиметаллических образцов режимы изготовления полиметаллических материалов системы "медь-титан", выявить закономерности структурно-фазовых взаимодействий и формирования дефектов при аддитивном электронно-лучевом получении.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)

DOI: 10.17223/9785946218412/364

**Трибологические свойства полиметаллов системы
"медь-титан", полученных аддитивным методом**

Гурьянов Д.А., Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Полиметаллические материалы с высокопрочным и износостойким поверхностным слоем и легкой и пластичной структурой центральных объемов представляют интерес с точки зрения создания деталей авиационного и ракетно-космического назначения. С помощью такого подхода возможно создание легких и прочных деталей с покрытием из тяжелого и износостойкого материала. На настоящее время большинство из методик аддитивного получения материалов из металлов и сплавов основаны на сплавлении с подложкой порошкового филамента, послойно наносимого на поверхность. Такая технология позволяет формировать материалы с достаточно тонкой структурой, но, неизбежно приводит к формированию пор и других дефектов, снижающих эксплуатационные свойства готового изделия. Избавиться от недостатков порошковой технологии и повысить производительность процесса аддитивного получения материалов возможно с использованием для 3D-печати проволоочного филамента. Технологии аддитивной печати материалов с использованием исходного материала в виде проволоки обладают высокой производительностью и малой дефектностью получаемых изделий. Для получения расплава в данных методах применяется как лазерный луч, так и электронный пучок. Настоящая работа направлена на изучение трибологического поведения полиметаллических образцов системы "медь-титан", полученных методом аддитивной электронно-лучевой технологии.

Образцы изготавливали на экспериментальной установке для электронно-лучевого формирования металлических изделий с использованием проволоочного филамента в Институте физики прочности и материаловедения. В работе получены образцы путем послойного нанесения на подложку из титанового сплава ВТ6 сначала аналогичного материала из проволоочного филамента титанового сплава ВТ6, затем - медного филамента из проволоки меди марки М1. Полученные образцы из данного материала подготавливали сначала путем электроискровой резки, с последующим шлифованием и полировкой. После обработки образцы испытывали на сухое трение по схеме "диск-палец" на трибометре TRIBOtechnic. Испытания проводили в паре со стальным контртелом при различных параметрах силы нормального давления и скорости скольжения.

Проведенные испытания на трения показывают, что образцы, полученные из смеси меди и титанового сплава, обладают высокой трибологической стойкостью при сухом трении в широком диапазоне. По причине высокой твердости сформировавшихся в зоне контакта титанового сплава и меди интерметаллидных соединений, данные материалы в паре со стальным контртелом демонстрируют низкие показатели объемного износа и коэффициента трения. Отслоений или трещинообразования в условиях испытания на трение обнаружено не было. Таким образом, образцы, полученные методом аддитивного электронно-лучевого производства системы "медь-титан" демонстрируют высокие показатели трибологических свойств.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)

DOI: 10.17223/9785946218412/365

**INVESTIGATION OF DEFORMATION BEHAVIOR OF SLM Ti6Al4V
SPECIMENS SUBJECTED TO TENSION**

^{1,2}Panin S.V., ¹Eremin A.V., ^{1,2}Burkov M.V., ¹Byakov A.V., ¹Pochivalov Yu.I.

¹ *Institute of strength physics and materials science, Tomsk, Russia*

² *Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia*

Additive technologies are promising for almost every type of industrial application from civil engineering to aerospace. The benefits include increased productivity, ease of complex shape production and low material consumption. Thus for example in aerospace different conventional parts are being replaced with ones manufactured using SLM-techniques. One of the popular materials for SLM production is Ti6Al4V which provide acceptable mechanical properties. The researchers are constantly trying to improve the performance of the structural materials and in this case it can be achieved using post-processing techniques. Conventional heat treatment and hot isostatic pressing are being used for the present time. Novel techniques to be developed can be based on ultrasonic impact treatment or processing using high energy sources (like plasma or electron beam). In order to assess the mechanical properties and investigate the deformation behavior of developed materials the testing using *in situ* optical and acoustic monitoring is often applied. The paper deals with the investigation of behavior of SLM-manufactured specimens subjected to tension. Digital image correlation using ViC-3D and acoustic emission are used *in situ* to obtain the deformation data and compare it with mechanical properties.

The Ti6Al4V specimens were manufactured by powder bed fusion technique with the height of 70 mm (along z-axis of the printer) and 10x10 mm cross-section. Then the specimens were electro-discharge machined (EDM) to obtain strips with a thickness of ~2 mm which were then subjected to post-processing. Ultrasonic impact treatment (UIT) and electron beam melting (EBM) were used in the study to improve the properties of the SLM manufactured alloy. After the treatment the dog-bone shaped specimens were EDM machined for tensile testing. In order to obtain high contrast surface for DIC the specimens were coated with spray paint speckle. The specimens were tested using electromechanical testing machine Instron 5582 with the strain rate of 0.3 mm/min with *in situ* optical and acoustic emission monitoring.

The obtained data was compared in terms of correlation of deformation data on different stages of straining. The combined plots of σ - ϵ , acoustic emission count rate and average strain calculated by DIC were constructed and studied. The mechanical properties were measured and the impact of the post-treatment was analyzed and discussed.

Acknowledgements

The work was financially supported by the Russian Federation via the Ministry of Education and Science of the Russian Federation (Agreement No. 05.583.21.0089, project identifier RFMEFI58318X0089).

DOI: 10.17223/9785946218412/366

**ТОПОГРАФИЧЕСКИЕ И ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СПЛАВА
Ti-Ni-Nb, СФОРМИРОВАННОГО НА TiNi ПОДЛОЖКЕ АДДИТИВНЫМ МЕТОДОМ
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА**

Гудимова Е.Ю.^{1,2}, Нейман А.А.¹, Шабалина О.И.¹, Мейснер Л.Л.^{1,2}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики
прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия;

²Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия

В настоящее время создание функциональных миниатюрных изделий размером порядка сотни микрометров является актуальным направлением в промышленности и медицине. В микроэлектронике к таким изделиям относятся актюаторы, в медицине – это имплантаты и инструменты, изготовленные из тонкостенной трубки или проволоки (стенты, корзинки, фильтры, зажимы, захваты, ловушки и пр.). Однако при разработке миниатюрного изделия необходимо учитывать, что объем поверхностной области, испытывающий максимальную деформацию в результате циклических нагрузок, сопоставим с его внутренним объемом, отвечающим за эксплуатационные характеристики конструкции в целом. В связи с этим уделяется повышенное внимание непосредственно свойствам поверхности материала. Эффективными методами улучшения физико-химических и механических свойств поверхности материала являются метод электронно-пучковой модификации, а также объединение этого метода с методами нанесения тонких покрытий из химически чистых элементов и/или композитов. Комбинация таких методов на основе аддитивных технологий позволит сформировать поверхностные сплавы с заданными структурой, морфологией поверхности, химическим составом и физико-механическими свойствами. Цель работы – изучить топографию, элементный состав и свободную энергию поверхности сплавов Ti-Ni-Nb, сформированных на TiNi подложке аддитивным методом с использованием электронного пучка.

В работе исследовались 3 группы плоских образцов TiNi сплава листового проката марки ТН1 (ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ»). Химический состав сплава (вес. %): 55,54 % Ni, 0,05 % C, 0,045 % O, 0,009 % N, баланс Ti. Первая группа - образцы TiNi с исходной поверхностью после химического травления в растворе кислот 3 ч. HNO₃ + 1 ч. HF, механического шлифования на станке Saphir 550 (ATM GMBH, Германия) до «зеркального блеска» и электрохимической очистки в охлажденном до T = 273 К растворе кислот 3 ч. CH₃COOH + 1 ч. HClO₄. Вторая группа – образцы TiNi^{EB} после обработки низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) в режиме импульсного плавления: U=21 кВ, n=10. Третья группа – образцы (Ti₇₀Nb₃₀/TiNi)^{EB} с Ti-Ni-Nb поверхностным сплавом, сформированным на TiNi путем аддитивного импульсного плавления системы «Ti₇₀Nb₃₀ покрытие /TiNi подложка». Модификацию поверхности TiNi сплава проводили на установке «РИТМ-СП» в ИСЭ СО РАН, г. Томск. Исследования морфологии поверхности, элементного состава и смачиваемости были проведены на оборудовании ЦКП «Нанотех» (ИФПМ СО РАН, г. Томск, Россия) и НИ ТПУ, г. Томск, Россия.

Установлено, что поверхность исходных образцов TiNi после химико-механической очистки содержит дисперсно распределенные частицы 2-х типов: частицы размером 10 мкм соответствуют интерметаллической фазе Ti₂Ni, а частицы размером менее 2-3 мкм – карбоксидам TiC(O). Суммарное содержание кислорода и углерода в поверхностном слое по данным РЭМ/ВДС составляет не более 10 ат. %. Отношение Ti:Ni без учета вклада примесных элементов близко к эквиатомному составу и составляет 50,3:49,7 (ат.%).

НСЭП обработка в режиме импульсного плавления приводит к полному удалению неметаллических включений, однако на поверхности образцов TiNi^{EB} наблюдается наличие типичных микрократеров, формирование которых инициируется частицами второй фазы Ti₂Ni (Ti₄Ni₂O). Подробно механизм формирования кратеров в результате электронно-пучковой

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

обработки описан в [1]. Значение средней шероховатости поверхности, полученное с площади 15×15 мкм, составляет $R_a(\text{TiNi}^{\text{EB}}) = 7,1 \pm 0,2$ нм, что в ~ 4 раза раз меньше значения для исходной поверхности – $R_a(\text{TiNi}) = 31,1 \pm 0,5$ нм. Концентрация углерода и кислорода в образцах TiNi^{EB} уменьшилась более чем в 2 раза и ниже порога детектирования. Отношение Ti:Ni составляет 53:47 (ат. %). Следует отметить, что обеднение поверхностного слоя толщиной 0,5 мкм по никелю в образцах TiNi^{EB} связано с его селективным испарением в результате электронно-пучковой обработки.

Аддитивное плавление электронным пучком системы «Ti-Nb покрытия/TiNi подложка» приводит к формированию поверхностного сплава, характеризующегося морфологически однородным рельефом с небольшим содержанием единичных микрократеров, которые наследуются в результате предварительной НСЭП обработки. По данным РЭМ/ВДС в поверхностной области образцов $(\text{Ti}_{70}\text{Nb}_{30}/\text{TiNi})^{\text{EB}}$ не выявлено наличие углерода, концентрация кислорода ниже порога детектирования, распределение Ti, Ni и Nb в бескратерных областях однородно по поверхности и соответствуют составу $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{27}\text{Nb}_{20}$ (ат. %).

В таблице 1 представлены значения краевых углов смачивания и свободной энергии поверхности образцов TiNi сплава до и после модификации поверхности. Как видно, для исходных образцов TiNi контактный угол $\theta_w < 90^\circ$, что свидетельствует о гидрофильности поверхности. Значение СЭП составляет $\sigma(\text{TiNi}) = 21,37 \pm 0,64$ мДж/м². Кроме того, полярная составляющая СЭП в данных образцах в 2 раза больше дисперсионной. После НСЭП обработки контактные углы смачивания увеличиваются. Угол $\theta_w(\text{TiNi}^{\text{EB}}) > 90^\circ$, то есть поверхность приобретает гидрофобные свойства. Значение свободной энергии уменьшается относительно значения для исходного образца TiNi. Наблюдается перераспределение вкладов от составляющих СЭП. Формирование Ti-Ni-Nb поверхностного сплава на подложке TiNi привело к существенному изменению величины свободной энергии поверхности. Данная поверхность характеризуется наибольшим значением СЭП $\sigma((\text{Ti}_{70}\text{Nb}_{30}/\text{TiNi})^{\text{EB}}) = 26,82 \pm 0,9$ мДж/м². Важно отметить, что полярный вклад в энергию составляет всего 4% и при контакте жидкости с поверхностью образцов $(\text{Ti}_{70}\text{Nb}_{30}/\text{TiNi})^{\text{EB}}$ будут преобладать силы Ван-дер-Ваальса и другие неспецифические виды взаимодействия.

Таблица 1

Значения краевых углов смачивания и свободной энергии поверхности образцов TiNi сплава до и после модификации поверхности

Образец	θ_w , град.	θ_g , град.	σ , мДж/м ²	σ^I , мДж/м ²	σ^{II} , мДж/м ²
TiNi	$85,3 \pm 0,9$	$82,6 \pm 1,41$	$21,37 \pm 0,64$	$7,48 \pm 0,32$	$13,89 \pm 0,32$
TiNi^{EB}	$91,7 \pm 1,50$	$84,9 \pm 1,62$	$18,8 \pm 0,78$	$11,18 \pm 0,47$	$7,62 \pm 0,31$
$\text{Ti}_{70}\text{Nb}_{30}/\text{TiNi}$	$89,6 \pm 1,27$	$76,0 \pm 1,69$	$26,82 \pm 0,9$	$22,77 \pm 0,68$	$4,05 \pm 0,22$

Исследования проводились при финансовой поддержке РФФИ, проект №18-19-00198 (от 26.04.2018).

1. Meisner L.L., Markov A.B., Proskurovsky D.I., and et.al. Effect of inclusions on cratering behavior in TiNi shape memory alloys irradiated with a low-energy, high-current electron beam // Surface & Coatings Technology. – 2016. – Vol. 302. – P.495–506

DOI: 10.17223/9785946218412/367

АДДИТИВНОЕ ВЫРАЩИВАНИЕ ФОТОННЫХ КРИСТАЛЛОВ

¹Доненко И.Л., ¹Доненко А.В., ²Лукьяненко В.А.

¹МБОУ «Ореховская средняя школа», Сакский р-н, с. Орехово

²Крымский федеральный университет им. В.И. Вернадского, Симферополь

Современная промышленность требует все более быстрых решений различных технических вопросов. Одним из таких вопросов является рост кристаллических структур. Мы предлагаем заменить существующие устои в рамках роста кристаллов.

В данной работе предлагается новый способ роста кристаллов. Он заключается в получении фрактальных дифракционных картин и посредством вычисления высших интенсивностей картины – моделирование 3D структуры фотонных кристаллов.



Рис.1 Дифрактал ковра Серпинского с шагом решетки в длину Талбота

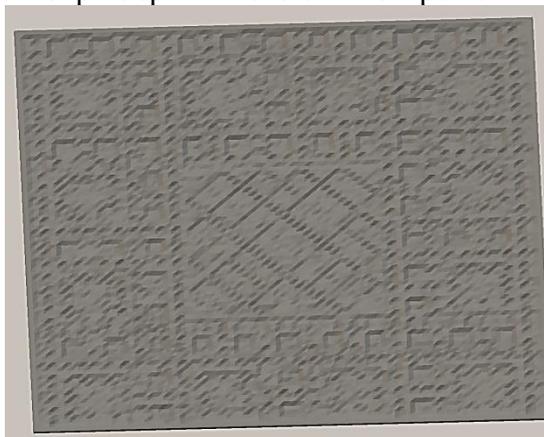


Рис. 2. Фотонный кристалл

При моделировании фотонных кристаллов с высокой точностью восстановления структуры, используется 120-150 итераций дифракционных структур для корректировки погрешностей, вызванных абберациями и другими оптическими помехи при моделировании, что считается по формуле:

$$I(D) = \frac{1}{2} r^\lambda,$$

где I- интенсивность лазерного излучения, D – фрактальная размерность, r – фокусное расстояние микрообъектива, λ - длина волны.

Данные фотонные кристаллы очень легко изготовить физически – они печатаются посредством 3D принтера. Применение их также очень широко от новеших типов дисплеев до радио отражающих поверхностей различной авиатехники.

1. Доненко А.В. Математическое моделирование для решения краевой задачи эволюции фрактальных отображений световых полей / А.В. Доненко, В.А.Лукьяненко, И.Л. Доненко. Виртуальное моделирование, прототипирование и промышленный дизайн 2018. С. 436-442.

DOI: 10.17223/9785946218412/368

**ON THE FATIGUE BEHAVIOR OF SLM Ti6Al4V
SPECIMENS: DIC AND FRACTOGRAPHIC STUDY**

^{1,2}Panin S.V., ¹Eremin A.V., ^{1,2}Burkov M.V., ¹Lyubutin P.S., ¹Byakov A.V., ¹Pochivalov Yu.I.

¹*Institute of strength physics and materials science, Tomsk, Russia*

²*Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia*

Additive technologies will bring a significant effect on the basic manufacturing principles in all industries. This new approach significantly increase production efficiency due to reducing material consumption and direct transfer of the 3D CAD model to the final item excluding intermediary stages. But additive manufacturing has critical disadvantages, among them are internal defects such as unfused zones and high surface roughness. These lead to the additional post-production activities and also drastically reduce fatigue properties of the structures. Nowadays the prospective treatment techniques are thermal treatment, hot isostatic pressing. The other methods that are not widely spread, but at the same time improve the material properties are ultrasonic impact treatment and processing using high energy irradiation (ion or electron beam, plasma flow), which directly effects the surface roughness and hardness.

The paper aims at the investigation of the effect of ultrasonic impact treatment and electron surface beam processing on the fatigue behavior of Ti6Al4V SLM specimen. The behavior of the specimen was characterized by means of in situ DIC technique and analysis of fracture surfaces observed using scanning electron microscope.

The Ti6Al4V items were manufactured by powder bed fusion technique. The initial blanks have the height of 70 mm (parallel to the building direction) and 10x10 mm cross-section. Then they were electro-discharge machined (EDM) to obtain specimens with continuous radius between ends with a thickness of ~2 mm which were then subjected to post-processing treatment. These final specimens in initial state and after two treatment types were subjected to cyclic loading under the frequency of 20 Hz in servo-hydraulic testing machine. Before the crack initiates the images for DIC processing were captured every 2000 cycles, but when the crack appear the image acquisition performs every 50 cycles. During the test it was obtained pair of specimen photos at minimum load in the cycle and at maximum load in the cycle – this pair then were processed using DIC in order to calculate the crack tip position and stress intensity factor using Williams approximation, strain at the crack tip and changes in specimen compliance during crack growth.

Acknowledgements

The work was financially supported by the Russian Federation via the Ministry of Education and Science of the Russian Federation (Agreement No. 05.583.21.0089, project identifier RFMEFI58318X0089).

DOI: 10.17223/9785946218412/369

**ОСОБЕННОСТИ НАПРАВЛЕННОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ МАТЕРИАЛА ПРИ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОМ АДДИТИВНОМ ИЗГОТОВЛЕНИИ ДЕТАЛЕЙ ИЗ
ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ**

Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Аддитивное получение деталей из металлических материалов является актуальной задачей для современной авиационной и ракетно-космической сферы. Это связано с широкой применимостью легких и прочных титановых сплавов для изготовления различных крупногабаритных изделий, для чего в настоящее время применяется ряд классических методик, основанных на обработке заготовок с получением большого количества отходов в виде стружки. Одним из наиболее производительных методов 3D-печати металлических материалов из металлов и сплавов, требующих для изготовления деталей отсутствия окисления и, соответственно, вакуумной среды - является электронно-лучевая технология с использованием проволочного филамента. Данная технология опережает технологию лазерного плавления по стоимости источника тепловового воздействия на филамент, опережает технологии, основанные на порошковом филаменте по производительности и опережает технологии, основанные на применении электрической дуги по качеству полученного материала. Одним из положительных качеств материала, получаемого методами аддитивного производства из металлических материалов, и одновременно его негативным свойством, является литое, дендритное строение полученного изделия с четко выраженной направленностью роста дендритов в вертикальном направлении относительно направления роста изделия. Такое положение приводит к формированию структуры с высокой пластичностью и анизотропией свойств, но при этом сравнительно низкой прочностью в сравнении со структурами с малым размером зерна после механической обработки или прокатки. Работа посвящена исследованию макроскопических закономерностей формирования структуры с направленным ростом при аддитивном получении деталей из титанового сплава ВТ6 методом электронно-лучевой аддитивной технологии.

Образцы в форме вертикально выращенных "стенок" длиной 100 мм, шириной 6 мм и высотой до 60 мм изготовлены на лабораторной установке для электронно-лучевой аддитивной наплавки. С помощью управления параметрами процесса изготовления образцов планировалось управление полученной структурой деталей. Регулировались ток пучка и скорость подачи проволоки и образца в широких пределах. В качестве филамента для производства образцов использовалась проволока из сплава ВТ6 диаметром 1,2 мм. В качестве подложки использовался листовой прокат сплава ВТ6 в состоянии поставки. Подложка устанавливалась на охлаждаемом медном столе и фиксировалась с помощью прижимов.

Нанесение на подложку титанового сплава ВТ6 сопровождалось частичным оплавлением материала и формированием в граничной зоне достаточно мелкокристаллической зеренной структуры. Поверхность образца формируется волнистой формы согласованно со слоистостью структуры образцов. При дальнейшем нанесении металлического материала происходит увеличение размера растущих дендритов, которые растут вертикально относительно формируемого образца. Дендриты, формируемые в образце, могут расти через большое количество слоёв материала, вплоть до 30-40 слоев. Регулирование параметров процесса печати при охлаждении детали позволило формировать образцы с различным строением зеренной структуры, с большим, или меньшим размером дендритов, а также с практически зерненным мелкокристаллическим строением. При этом в образцах с дендритным строением общая тенденция эпитаксиального роста сохранялась. Таким образом, изготовление деталей с направленным строением зеренной структуры при отводе тепла в условиях охлаждаемого стола возможно при различных параметрах изготовления и габаритов образцов.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/370

**ФОРМИРОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ В СТРУКТУРЕ ОБРАЗЦОВ, ПОЛУЧЕННЫХ
МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Изготовление сложной формы из металлических материалов является одной из наиболее актуальных задач в современной авиационной и ракетно-космической сфере. Основными методиками получения деталей являются основанные на снятии стружки с заготовок или получении аддитивно, путем послойного добавления материала. При этом в условиях получения деталей аддитивным методом из различных видов филамента возможно формирование тех или иных видов дефектов, являющихся специфическими для данных видов производства и существенно зависящих как от выбранного способа подвода материала в зону сплавления, так и от метода создания ванны расплава. На настоящее время наиболее развитыми в литературе являются методики, основанные на внедрении в зону сплавления порошкового филамента. Технологии, основанные на внедрении в зону сплавления проволочного филамента, находят несколько меньшее применение, хотя обладают большей производительностью. Настоящая работа посвящена сравнительному описанию дефектов, формируемых при аддитивном электронно-лучевом производстве деталей из различных металлов и сплавов методом электронно-лучевого сплавления в вакууме.

В работе производилось изготовление моно- и полиметаллических изделий из сплавов ВТ6, АМг5, М1, стали 12Х18Н9Т и др. В качестве полиметаллов выбраны пары из сплавов на основе разнородных металлов в соединении образующих системы Cu-Al, Fe-Ti, Fe-Cu, Ti-Al и Ti-Cu. После получения материалов с разнородной структурой производились исследования методами оптической и растровой электронной микроскопии на микроскопах Altam Met 1С и Zeiss LEO EVO 50.

Проведенные исследования показывают, что в зависимости от режимов изготовления материалов с монометаллическим строением основным элементом формируемых дефектов являются поры. При несоответствии параметров электронного пучка или необходимой скорости подачи образца возможно формирование макроскопических неоднородностей строения образцов. Наиболее подвержен образованию пор в структуре алюминиевый сплав АМг5. Наименьшее количество пор наблюдается в стали 12Х18Н9Т. Среднее количество пор характерно для титанового сплава ВТ6 и меди М1.

При изготовлении полиметаллических материалов системы Fe-Cu (то есть материалов, образующих в контакте только механические смеси и не формирующих интерметаллидных фаз) основными структурными дефектами в граничной зоне являются макроскопические структурные неоднородности и нарушения геометрии образцов. В образцах полиметаллов системы Cu-Al, Ti-Al, Fe-Ti и Ti-Cu помимо пор и частиц интерметаллидных фаз происходит образование крупных интерметаллидных прослоек и формирование трещин различного структурно-масштабного уровня. Формирование трещин происходит или внутри интерметаллидных частиц и прослоек, или путем расслоения по границам последних. Образование пор в образцах полиметаллов происходит схожим образом с аналогичным процессом при печати монометаллических образцов. Дополнительным видом дефектов в полиметаллических образцах, возникающем при существенном несоответствии параметров процесса получения образцов необходимым значениям, являются частицы не проплавленной проволоки в структуре образцов и вплавленных в поверхностные слои.

Проведенные сравнительные исследования показывают, что в образцах и поли- и монометаллических деталей, изготовленных методом проволочной аддитивной электронно-лучевой технологии, формируются поры и нарушения геометрии образцов. В образцах полиметаллов помимо вышеуказанных дефектов происходит образование трещин и неоднородностей распределения элементов.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/371

**ФОРМИРОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОМ АДДИТИВНОМ
ИЗГОТОВЛЕНИИ ТИТАНОВЫХ ОБРАЗЦОВ**

Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Получение деталей из титановых сплавов методами аддитивного электронно-лучевого производства является актуальной задачей для получения крупногабаритных деталей, необходимых для авиационной и ракетно-космической сферы. Такая задача появляется в виду необходимости в создании деталей большими линейными размерами, при этом не используя классические методы, основанные на снятии стружки, приводящие к высокой степени расхода материала. Благодаря применению электронно-лучевой технологии возможно получение деталей аддитивным методом с высокой производительностью и малым количеством дефектов с прочностными параметрами, соответствующими прочности металла в литом состоянии. При этом на настоящее время в современной литературе мало описаны дефекты, формируемые при данном процессе, и не описаны причины их появления и методы борьбы с их возникновением. Настоящая работа посвящена исследованиям образования дефектов в образцах, полученных из сплава ВТ6 методом электронно-лучевой печати в вакууме.

Изготовление образцов производилось при различном токе пучка, напряжении 30 кВ, различных параметров скорости подачи образца при печати и скорости подачи проволоки. В качестве филамента выбрана проволока сплава ВТ6 толщиной 1,2 мм. В качестве подложки использован листовой прокат сплава ВТ6 в состоянии поставки, устанавливаемый на охлаждаемом медном столе с помощью прижимов. После проведения изготовления образцов производилась вырезка металлографических образцов на электроискровом станке с дальнейшей их полировкой и травлением для исследования структуры методом оптической микроскопии.

Проведенные исследования показали, что при несоответствии значений параметров режимов оптимальным значениям происходит формирование дефектов различного структурно-масштабного уровня. Во внутреннем объеме образцов происходит образование различных пор, в основном в зоне между слоёв нанесенного металла, поры могут быть размером от нескольких микрометров до десятых долей миллиметров и более. На поверхности при недостаточном проплавлении проволоки в зоне печати возможно образование приплавленных частей проволоки. При недостаточной точности позиционирования проволоки возможно формирование дефектов в виде неровностей образцов на макроуровне, приводящих к нарушению макрогеометрии образца и несоответствию формы полученного изделия ранее заданной.

Таким образом, при различных отклонениях процесса печати образцов возможно образование как дефектов внутреннего строения, так и поверхностных дефектов, а при нарушении позиционирования проволоки и образца при печати возможно нарушение макрогеометрии образцов.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/372

**ПОЛУЧЕНИЕ ОБРАЗЦОВ ИЗ СТАЛИ И ТИТАНОВОГО СПЛАВА МЕТОДОМ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Получение металлических материалов с помощью 3D-печати в последнее время набирает всё большую популярность. Данное явление обусловлено необходимостью ресурсосбережения, получения деталей сложной формы и больших габаритов в различных отраслях техники и промышленности. Основные методы получения металлических материалов с помощью 3D-печати основаны на использовании порошковых или проволоочных материалов и лазерной, электронно-лучевой или электродуговой методик расплавления материала в зоне печати. Одной из наименее изученных с точки зрения формируемой структуры и структурно-фазового приспособления материала в условиях печати является проволоочная электронно-лучевая технология получения материала. В условиях данной технологии с осуществлением процесса печати в вакууме возможно получение широкого спектра материалов с практически неограниченным типоразмером и номенклатурой материалов. В данном процессе существенную роль в формировании структуры материала и различного вида дефектов играет тип печатаемого материала, его температура плавления, наличие полиморфизма, вторичных фаз и др. Печать различных по структуре материалов может приводить к различным параметрам получаемой зеренной структуры и различному структурному отклику материалов на смену значений параметров режимов получения образцов. Для получения данных о характерных особенностях получения материалов с различной структурой в настоящей работе проведены исследования закономерностей 3D-печати стали 12X18H9T и титанового сплава ВТ6 методом электронно-лучевого плавления проволоочного филамента в вакууме.

Образцы получены на лабораторной установке для аддитивного получения в ИФПМ СО РАН. Образцы получены печатью в вакууме в виде "стенок" длиной 100 мм, толщиной до 6 мм и высотой до 60 мм. Из полученных образцов вырезались лабораторные образцы для определения прочностных параметров и металлографические шлифы для определения закономерностей формирования структуры. Исследования механических свойств производились на универсальной испытательной машине УТС 110М. Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе Altami MET 1С.

Проведенные исследования показывают, что средний размер зерен в образцах титанового сплава после электронно-лучевого аддитивного изготовления существенно выше, чем при печати стали 12X18H9T. На поверхности напечатанных образцов титанового сплава четко выделяются зерна, проходящие через большое число слоёв напечатанного материала. В структуре титанового сплава преобладают зерна с четко выраженным наличием мартенситной игольчатой структуры. В образцах выражено наличие пор, в основном между слоями нанесенного металла. На поверхности четко выделяется волнистость строения в образцах обоих материалов. В стальных образцах меньшее количество пор и более мелкодисперсное строение дендритной структуры. Механические свойства и стали и титанового сплава после 3D-печати соответствуют свойствам литого металла. В стали в направлении осуществления процесса печати происходит вытягивание дендритов, в титановом сплаве рост дендритов осуществляется вертикально вверх.

Таким образом, свойства материалов определяют характерные особенности строения зеренной структуры, такие, как средний размер зерна, направление роста или пористость. Механические свойства при этом у обоих материалов находятся на уровне литого металла.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/373

**ВЗАИМОСВЯЗЬ ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ОБРАЗЦЫ СТАЛИ
12X18H9T И ПОЛУЧЕННОЙ СТРУКТУРЫ ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОМ
АДДИТИВНОМ ПОЛУЧЕНИИ**

Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Производство металлических деталей сложной конфигурации в последние годы является одной из наиболее актуальных задач современного машиностроения. С помощью технологий 3D-печати возможно изготовление широкого спектра деталей для различных узлов и агрегатов, работающих в различных условиях. Для их получения применяется ряд аддитивных технологий, основанных в общем виде на принципах подвода филамента в зону сплавления и его нагрева с помощью различных источников. На воздухе или в защитной атмосфере возможно применение лазерного или дугового источников нагрева, в вакууме возможно также применение электронного пучка для получения ванны расплава. В качестве филамента возможно применение как металлической проволоки, так и различных порошковых материалов. При этом данные методы имеют как различные преимущества, так и различные недостатки по сравнению с аналогами. Например, при печати с помощью проволочного филамента возможно как получение деталей с более высокой производительностью, так и снижение качества поверхности деталей, требующее проведения различных постобработок. Для порошковых филаментов характерна меньшая производительность и практически неизбежное наличие пор. Применение электронно-пучковой технологии для формирования ванны расплава позволяет повысить качество получаемого материала после аддитивного производства, но требует применения вакуумной камеры для получения деталей. Настоящая работа посвящена процессу аддитивного получения стали 12X18H9T методом электронно-лучевой аддитивной технологии с проволочным филаментом, позволяющим получать детали из металлических материалов с наибольшей производительностью с высоким качеством получаемого материала. При этом для получения материалов методом электронно-лучевой технологии необходимо наличие экспериментального материала по влиянию на структурные и структурно-фазовые изменения материала, полученного при печати, параметров процесса аддитивного получения, обуславливающих энергетическое воздействие на материал, приводящее к его расплавлению и соединению с подложкой.

В работе производилось получение образцов из стали 12X18H9T методом аддитивного электронно-лучевого производства на лабораторной установке в Институте физики прочности и материаловедения. Основными параметрами, регулируемые в работе, являлись ускоряющее напряжение электронного пучка, ток пучка, тип и частота развертки, скорость подачи образца и филамента и наличие охлаждения стола. Основным регулируемым параметром являлся ток пучка, мА. Ускоряющее напряжение составляло 30 кВ. Скорость подачи образца и проволоки подбиралась эмпирически с точки зрения стабилизации процесса печати при соответствующих параметрах. После проведения изготовления образцов из них вырезались металлографические шлифы и образцы для механических испытаний на электроискровом станке.

Исследования структуры образцов, полученных в различных режимах показывают, что структура стали представлена аустенитным зерном с наличием небольшого количества ОЦК-фазы в виде остаточного δ -феррита. Средний размер зерна в образцах незначительно изменяется при изменении параметров процесса производства. Независимо от режимов изготовления образцов объемная доля остаточного феррита находится на достаточно низком уровне. Механические свойства образцов также мало зависят от тока пучка при получении в образцах, находятся на уровне литой стали 12X18H9T с пределом прочности порядка 530 МПа. Общим результатом проведения работ является достаточно высокая прочность образцов и сравнительно небольшие структурные отличия образцов, полученных из исследованной аустенитной стали при изготовлении образцов в условиях, обеспечивающих стабильность формы и геометрии образцов.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/374

**МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРА ТИТАНОВЫХ ОБРАЗЦОВ,
ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ПАРАМЕТРАХ РЕЖИМОВ ЭЛЕКТРОННО-
ЛУЧЕВОЙ АДДИТИВНОЙ ТЕХНОЛОГИИ**

Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Производство деталей сложной формы из легких и прочных сплавов на основе титана для авиационной и ракетно-космической сферы является одной из наиболее актуальных задач современного машиностроения в виду интенсивного развития данных областей техники. Одним из наиболее производительных методов, позволяющих изготавливать детали из титановых сплавов в вакууме является электронно-лучевая технология с проволочным филаментом. С помощью данной технологии изготавливаются детали различного и практически неограниченного размера со структурой и механическими свойствами литого металла. На настоящее время в современной литературе имеется недостаточное количество сведений о влиянии энергетического воздействия при 3D-печати на структуру и механические свойства образцов титанового сплава ВТ6, полученных аддитивным методом. При этом в условиях изменения параметров ускоряющего напряжения или тока пучка энергетическое воздействие на материал расплавляемой проволоки и подложки может существенно изменяться и приводить к существенным изменениям в структуре и свойствам. Также немаловажным является наличие или отсутствие охлаждения подложки в процессе печати, обуславливающее большие или меньшие скорости отвода тепла при печати. В настоящей работе проведены исследования взаимосвязи структуры и свойств сплава ВТ6 после изготовления аддитивным методом.

В работе производилась печать образцов в форме "стенок" высотой до 60-80 мм, длиной до 100-120 мм и шириной до 6-8 мм из проволочного филамента титанового сплава ВТ6 диаметром 1,2 мм. В процессе изготовления образцов производилось регулирование тока пучка в широких пределах. Ускоряющее напряжение составляло 30 кВ. Скорость подачи проволоки и относительного движения образцов относительно проволоки подбирались эмпирически. Из экспериментальных образцов вырезались лабораторные образцы для определения прочностных показателей и металлографические шлифы для исследования внутренней структуры металла при изготовлении, рентгеноструктурного анализа и растровой электронной микроскопии.

Полученные образцы из титанового сплава ВТ6 после изготовления методом аддитивного электронно-пучкового нанесения проволочным филаментом обладают на поверхности ярко выраженной волнистостью, коррелирующей с их слоистой структурой, что обусловлено методикой и этапностью нанесения материала при печати. В структуре преобладает дендритное строение и α -фаза. Размер зерен, формирующихся ростом дендритов, существенный, часть зерен (дендритов) располагается от первого до последнего слоя, нанесенного на подложку. При увеличении или уменьшении тока пучка общий характер формируемой структуры с ярко выраженным направленным строением и большим размером зерен сохраняется, но в ряде случаев происходит уменьшение среднего размера зерна, что при этом слабо сказывается на механических свойствах. Предел прочности образцов в зависимости от режима изготовления может изменяться в пределах 10-15% от среднего значения порядка 860-870 МПа. В условиях проведенных исследований влияние параметров процесса изготовления деталей прослеживалось в изменениях размера зерна и некоторого снижения прочности при отклонении тока пучка от оптимального для заданных условий значения.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/375

**ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ ОБРАЗЦОВ СПЛАВА ВТ6, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОГО ПРОИЗВОДСТВА НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА**

Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Производство деталей из титановых сплавов методом аддитивного производства является одной из наиболее актуальных задач, имеющих в области материаловедения на настоящее время. Это обусловлено растущей потребностью в легких и прочных материалах авиационного и ракетно-космического назначения, способных в изделии принимать любую по сложности форму и габариты. Одной из наиболее производительных технологий получения таких материалов, требующих из-за высокой склонности к окислению в атмосферных условиях вакуума или защитной атмосферы, является методика электронно-лучевого изготовления деталей проволочным филаментом. Так как для формирования электронного пучка требуется наличие вакуумной среды, то печать титановых сплавов для данного процесса производства не вносит дополнительных ограничений. Применение проволочного филамента обуславливает помимо высокой производительности метода производства низкую пористость поверхности и внутреннего объема напечатанного материала. Как показывают проводимые испытания в образцах полученных данным методом из титанового сплава ВТ6 имеет место ярко выраженная направленность роста зерен относительно направления печати, что приводит к формированию в образцах столбчатой структуры с вертикальным расположением зерен. Такое положение оказывает существенное влияние на процесс деформации и разрушения образцов в продольном относительно таких зерен и поперечном направлении. Выявлению особенностей пластической деформации и разрушения образцов от приложенной нагрузки в направлении вдоль и поперек зерен посвящена настоящая работа.

Образцы изготавливали методом электронно-лучевого аддитивного получения с проволочным филаментом на лабораторной установке в Институте физики прочности и материаловедения. В качестве подложки использовался листовой прокат сплава ВТ6 в состоянии поставки. Подложка устанавливалась на охлаждаемом медном столе с помощью прижимов. Регулирование параметров электронного пучка и подачи проволоки или образца производилось в широких пределах для установления наиболее оптимальных значений с точки зрения стабильности процесса печати и качества образцов. Образцы изготавливались плоской формы высотой до 80 мм, толщиной до 6 мм и длиной до 120 мм. Из экспериментальных образцов электроискровым методом вырезались лабораторные образцы для определения прочностных показателей и металлографические шлифы для изучения закономерностей формирования структуры после печати. Образцы для механических испытаний вырезали таким образом, чтобы в рабочей части расположение дендритов было или продольным относительно образца или поперечным. Механические испытания проводили на одноосное растяжение на универсальной испытательной машине УТС 110М.

Проведенные механические испытания образцов титанового сплава ВТ6 на растяжение показывают, что влияние структуры металла в виде вытянутых зерен сказывается как на особенностях пластической деформации и разрушения, так и на значениях основных механических свойств. Образцы с расположением зерен вдоль лопаток демонстрировали большие значения предела прочности при испытаниях, в среднем составляющие порядка 870 МПа. Образцы, вырезанные поперек зерен, демонстрировали предел прочности на величину вплоть до 5-10% меньшую в сравнении с предыдущим типом образцов, но также демонстрировали и в среднем меньшие значения относительного удлинения при разрыве. Фрактография поверхности разрушения образцов, вырезанных вдоль зерен, показывает ямочный вязкий характер излома, в то время как у образцов, вырезанных поперек зерен, имеет место и межзеренное разрушение. Таким образом, влияние структуры титановых образцов на механические свойства прослеживается в виде изменения прочности, пластичности и закономерностей деформации и разрушения в зависимости от направления приложения нагружающего усилия при испытаниях.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

DOI: 10.17223/9785946218412/376

**ФОРМИРОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ ПРИ АДДИТИВНОМ ИЗГОТОВЛЕНИИ
ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ СИСТЕМЫ МЕДЬ-АЛЮМИНИЙ**

Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Полиметаллические материалы системы медь-алюминий имеют востребованность как с точки зрения формирования соединений с целью обеспечения электроконтакта, так и в конструкционных целях и, что не менее важно, в триботехнических целях для создания узлов трения в машинах и механизмах. С помощью получения в поверхностных слоях сложной смеси интерметаллидных фаз и твердых растворов возможно получение достаточно легких деталей с износостойким и прочным поверхностным слоем, что имеет свою применимость прежде всего в авиационной и ракетно-космической сферах. Основание методики получения таких деталей на настоящее время основано на применении порошковой технологии, обладающей рядом недостатков, к которым можно отнести прежде всего низкую производительность и высокую пористость получаемых изделий, а также необходимость получения достаточно мелкодисперсного исходного сырья. Проволочная технология лишена данных недостатков, но на настоящее время менее разработана как на техническом, так и на фундаментальном уровнях. При использовании проволочного филамента вместо вышеуказанных проблем порошковой технологии на первое место выходят проблемы с точностью позиционирования проволоки и образца, возможность из-за неточностей позиционирования потери макрогеометрии изделия, существенно большее время существования ванны расплава и др. Изучению дефектов в образцах, возникающих из-за различных причин при изготовлении деталей системы Al-Cu методом аддитивного электронно-лучевого производства, посвящена настоящая работа.

Процесс аддитивного получения композитов системы Al-Cu проводился на экспериментальном оборудовании в Институте физики прочности и материаловедения. В качестве подложки использовался листовой прокат алюминиевого сплава АМг5 в состоянии поставки, установленный на медном охлаждаемом столе с помощью прижимов. На подложку изначально наносился из проволочного филамента алюминиевый сплав АМг5 (проволока диаметром 1,2 мм), затем - медь марки М1 (филамент - проволока диаметром 1,2 мм). Развертка электронного пучка формировалась таким образом, чтобы одновременно обеспечивать задачу расплавления проволоки и разогрева подложки.

В процессе печати при определенном соотношении параметров процесса и при недостаточном прогреве проволоки происходило не расплавление всей её части в зоне печати, а отделение частей проволоки с их сплавлением с подложкой. В результате в структуре формировались различные поры в медной и граничной частях образца и не проплавленные частицы медной проволоки. При этом тепловое воздействие хотя и не было достаточным для того, чтобы расплавить проволоку, но при этом способствовало значительной диффузии алюминия вглубь медных частиц с образованием твердых растворов алюминия в меди и интерметаллидных фаз по контуру частиц.

При ином отличии параметров от оптимального значения в процессе печати медным филаментом избыточное тепло, вносимое медью, приводило к нарушению макроскопического равновесия в образце и нарушению макрогеометрии с образованием обширных зон твердых растворов и интерметаллидных соединений. В зоне образования интерметаллидных фаз в большом количестве образуются трещины различного структурно-масштабного уровня, обуславливающие низкие механические свойства материала.

Таким образом, при отклонении от оптимальных значений параметров режима аддитивного получения образцов системы медь-алюминий в сторону недостаточного теплового вложения происходит образование пор и не проплавленных областей в граничной зоне, при отклонении в сторону избыточного теплового вложения происходит интенсивное образование интерметаллидов и образование большого числа трещин различного масштабного уровня.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)

DOI: 10.17223/9785946218412/377

**ОБРАЗОВАНИЕ ДЕФЕКТОВ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ ПОЛИМЕТАЛЛОВ МЕДЬ-
ТИТАН ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВЫМ МЕТОДОМ**

Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Изготовление материалов из легких и прочных сплавов с износостойким поверхностным слоем является важной задачей с точки зрения авиационного и ракетно-космического машиностроения. Для данных целей в настоящее время возможно применение широкого спектра аддитивных технологий, основанных как на порошковом, так и на проволочном методе внесения филамента в зону печати. Следует отметить, что при возможном в дальнейшем развитии технологии, появится задача создания упрочненного трибологического поверхностного слоя на телах вращения, что практически недостижимо методами порошкового нанесения и может быть получено с применением проволочной технологии, что делает её более перспективной для данной цели. Одним из наиболее перспективных методов сообщения материалу теплового воздействия с точки зрения качества материала и печати в вакууме (необходимом для титановых сплавов) является электронно-лучевая технология. Данная технология позволяет изготавливать детали различной и практически неограниченной формы и размеров из большого спектра материалов. Но при печати проволочным филаментом в образцах возможно образование дефектов различного структурно-масштабного уровня в зависимости от степени несоответствия параметров процесса печати оптимальным значениям. Исследованиям дефектов, формируемых при аддитивном электронно-лучевом нанесении полиметаллических материалов системы Cu-Ti на титановую подложку, посвящена настоящая работа.

Образцы для исследований структуры и образующихся в ней дефектов изготавливали на лабораторном оборудовании для аддитивного получения металлических материалов в Институте физики прочности и материаловедения. В качестве подложки использован листовой прокат титанового сплава ВТ6, в качестве филаментов сплав ВТ6 и медь марки М1. На подложку изначально наносился титановый сплав, на котором производилась печать медью. Образцы получали как в оптимальных, эмпирически определенных режимах, так и в условиях недогрева филамента или перегрева подложки при печати, что способствовало формированию дефектов различного типа. Образцы после проведения печати исследовали путем вырезки металлографических шлифов, их полировки и травления, на растровом электронном микроскопе Zeiss LEO EVO 50 и оптическом микроскопе Altami Met 1С.

Образцы, полученные при недостаточном прогреве материала медного филамента, показали наличие при таком процессе не проплавленных частей проволоки в структуре, по контуру которой выявлено образование интерметаллидных фаз различного состава. При этом, прогрева подложки и сообщаемого тепла было достаточно для того, чтобы медная проволока проникала на достаточно большую глубину в титановый сплав, обладающий при этом большей температурой плавления.

При перегреве материала подложки происходило нарушение макрогеометрии образца в целом с образованием на поверхности перемешанного материала с преимущественно интерметаллидной структурой и наличием большого количества трещин и отслоений. При этом образование трещин происходило как по границе интерметаллидных фаз, так и внутри достаточно крупных зерен интерметаллидов.

Таким образом, формирование дефектов в режимах, отличающихся от режима оптимального тепловложения при печати композиционных материалов системы Cu-Ti, происходит зависимо от степени недогрева или перегрева в зоне печати, что и определяет тип формируемого дефекта и их объемную долю в материале.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)

DOI: 10.17223/9785946218412/378

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ДЕФЕКТОВ ПРИ АДДИТИВНОМ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОМ ПРОИЗВОДСТВЕ ПОЛИМЕТАЛЛИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ**

Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Аддитивное изготовление металлических материалов является широко развиваемой отраслью научно-технических работ за последние годы. В литературе большое количество работ посвящено исследованиям материалов, полученных при печати с использованием электродугового, лазерного или электронно-пучкового способов с внедрением в зону печати проволочного или порошкового филаментов. При печати различных материалов неизбежно возникают дефекты, обусловленные выбранным способом расплавления материала, временем существования ванны расплава, используемым филаментом и др. При формировании материалов электронно-лучевым методом с проволочным филаментом в вакууме образование ряда дефектов при отклонении от оптимальных значений параметров печати является практически неизбежным, другие же дефекты в виду отсутствия атмосферного кислорода, образоваться не могут. Существенное значение при 3D-печати в условиях данного метода имеет то, какими материалами осуществляется печать - мономатериалами (то есть металлами или сплавами на основе одного металла) или полиметаллами (сплавами на основе разнородных металлов). При печати последних особую роль играют свойства материалов и типичные диаграммы состояния, обуславливающие формирование механических смесей, интерметаллидных фаз или твердых растворов в структуре образцов. В работе для определения влияния на процесс формирования дефектов в парах металлов, склонных к формированию интерметаллидных фаз, исследованы различные особенности образования дефектов при печати полиметаллических образцов системы Cu-Al, Ti-Al, Fe-Ti и Cu-Ti.

Образцы получены на экспериментальном оборудовании для аддитивного электронно-лучевого производства металлических материалов в Институте физики прочности и материаловедения. Печать образцов осуществлялась в вакууме на охлаждаемом столе проволочным филаментом диаметром 1-1,2 мм. После проведения изготовления образцов из них производилась вырезка металлографических шлифов для исследований внутренней структуры методом растровой электронной и оптической микроскопии, и вырезка образцов для исследования механических свойств граничной зоны вдоль и поперек направления плоскости контакта разнородных материалов.

Проведенные исследования показывают, что во всех случаях аддитивного изготовления металлических композитов систем Cu-Al, Ti-Al, Fe-Ti и Cu-Ti в граничной зоне обнаружено образование интерметаллидных прослоек или сплошного типа или частиц интерметаллидных фаз. Для образцов системы Cu-Ti и Cu-Al характерно наличие в структуре при недогреве медного филамента не проплавленных частиц меди. Для соединений алюминия с титаном или титана со сталью характерны наименьшие механические свойства и отслоения компонентов системы друг от друга по границе сплавления при перегреве материала в условиях печати. Нанесение меди на поверхность титанового сплава приводит к существенному проплавлению подложки при перегреве системы, более ярко выражена такая особенность при нанесении меди на алюминиевый сплав, что ожидаемо в виду его меньшей температуры плавления. Соединения меди и титана при нормальном соотношении параметров процесса печати отличаются наибольшими механическими свойствами и наименьшей дефектностью по сравнению с остальными системами. Таким образом, проведенные исследования показывают, что в полиметаллических образцах различных систем происходит образование дефектов отличных типов и в различной степени влияющих на структуру и механические свойства.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013)

DOI: 10.17223/9785946218412/379

СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ ПОКРЫТИЙ ИЗ МЕДНО-ЦИНКОВОГО СПЛАВА, СФОРМИРОВАННЫХ НА ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА МЕТОДОМ ФРИКЦИОННОЙ ПЕРЕМЕШИВАЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ

Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Изготовление покрытий на алюминиевых сплавах с целью повышения прочности и износостойкости поверхностного слоя является одной из актуальных задач в различных отраслях машиностроения. Нанесение покрытий такого рода возможно различными методами, к которым относятся методики аддитивной наплавки, различные методы обработки и осаждения на поверхности покрытий из жидкой или газовой фазы. Одним из методов создания на поверхности покрытий со структурой с наличием градиента от внутреннего объема к поверхностному обработанному слою является фрикционная перемешивающая обработка. В основе фрикционной перемешивающей обработки лежит процесс внедрения в материал исходного пакета листов инструмента, вращающегося с определенной экспериментальным для данных материалов скоростью под действием осевой нагрузки и с последующим перемещением вдоль линии обработки. Полученный в зоне перемешивания материал является механической смесью материалов покрытия и подложки и продуктов реакции материалов в виде частиц интерметаллидных фаз, прослоек интерметаллидов и твердых растворов. Одними из наиболее интересных сплавов для создания покрытий на поверхности алюминиевых сплавов износостойких и упрочненных слоёв являются медь и медные сплавы, обладающие достаточно высокими качествами деталей для трибосопряжений и высокими для ряда сплавов антикоррозионными свойствами. Но для большого спектра сплавов на медной основе, наносимых на поверхность алюминиевых сплавов, в литературе отсутствуют данные по структурно-фазовому приспособлению при фрикционной перемешивающей обработке. Целью настоящей работы является выявление закономерностей формирования структурно-фазового состояния в покрытиях из медно-цинкового сплава Л63 на поверхности алюминиевого сплава АМг5 в условиях фрикционного перемешивания.

В работе использован листовой прокат алюминиевого сплава АМг5 толщиной 5 мм и латуни Л63 толщиной 2 мм в состоянии поставки. Фрикционную перемешивающую обработку проводили инструментом с длиной пина от 2,5 до 3 мм. Из полученных образцов вырезались электроискровым методом металлографические шлифы для анализа внутренней структуры и лабораторные образцы для определения адгезии покрытия к подложке методом отрыва, и образцы для испытаний на одноосное растяжение вдоль линии обработки для определения механических свойств материала покрытий и склонности покрытий к отслоению, и растрескиванию при растяжении.

Проведенные исследования микроструктуры образцов, полученных из сплава Л63 и АМг5 методом фрикционной перемешивающей обработки, показывают, что структура в зоне перемешивания имеет сложный и неоднородный характер, связанный с механизмом формирования материала, основанном на фрикционном перемешивании материала покрытия и подложки совместно с перемещением вдоль линии обработки.

Структура металла в зоне обработки представлена слоями алюминиевого сплава, чередующимися со слоями медного сплава, и результатов взаимодействия указанных компонентов (рисунок 1). Между слоями алюминиевого сплава и медного сплава располагаются (по результатам микрорентгеноспектрального анализа) слои интерметаллидных фаз на основе меди и алюминия, твердые растворы алюминия в меди и др. При этом размер слоёв данных структурных составляющих достаточно неоднороден в различных направлениях.

Механические свойства образцов находятся на уровне свойств алюминиевого сплава. При этом в испытаниях на растяжение вдоль линии обработки за счет различных пластических свойств материалов происходит расслоение покрытия и подложки на этапе разрушения

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

образцов. Испытания на отрыв показывают достаточно высокий уровень адгезии покрытия к подложке, но в ряде испытаний в образцах выявлено резкое падение сцепления покрытия с подложкой за счет формирования по границе сплошной интерметаллидной прослойки.

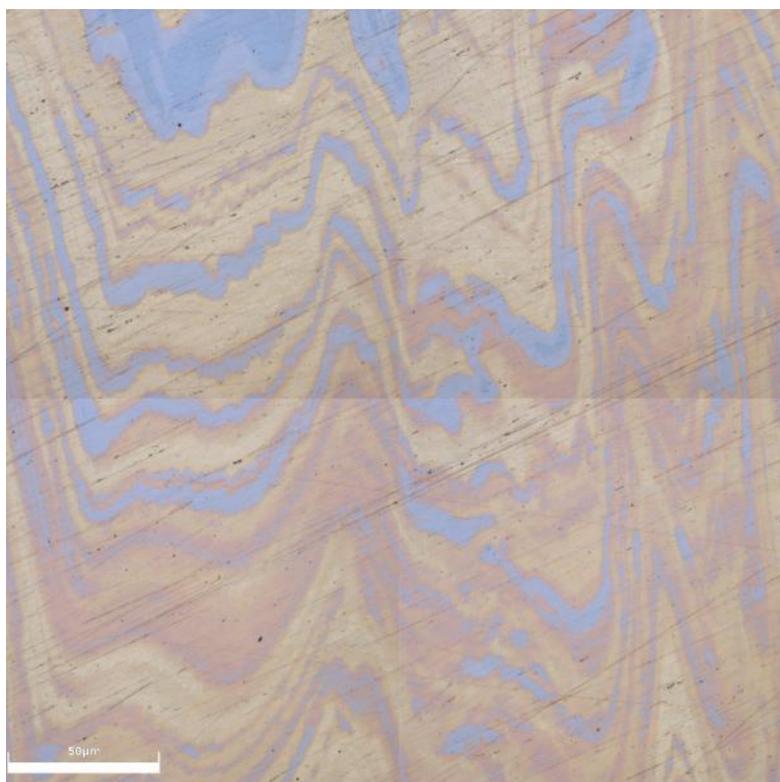


Рисунок 1. Структура образца системы АМг5-Л63 в зоне перемешивания

Проведенные исследования показывают, что в зоне перемешивания при формировании покрытий из разнородных сплавов методом фрикционной перемешивающей обработки происходит образование сложно организованной многофазной слоистой структуры с достаточно высокими механическими свойствами и адгезией к подложке.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление Ш.23, и при поддержке РФФИ (проект № 18-38-00645 мол_а).

DOI: 10.17223/9785946218412/380

**ФОРМИРОВАНИЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ
ГИБРИДНЫМ АДДИТИВНО-ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

Чумаевский А.В., Калашников К.Н., Калашникова Т.А., Гусарова А.В.
Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Изготовление металлических материалов аддитивными методами на настоящее время является одним из наиболее перспективных направлений в развитии современного материаловедения. С помощью технологий 3D-печати возможно изготовление практически неограниченного спектра деталей по формам и размерам, из различных металлов и сплавов и их комбинаций. Существующие методы аддитивного производства обладают различными преимуществами и недостатками, к которым относятся формируемые при различном соотношении параметров процесса и применяемых типов филамента дефекты, производительность метода в зависимости от источника нагрева и применяемого филамента, возможность изготовления полиметаллических или функционально-градиентных материалов, минимальный размер наносимого структурного элемента и др. По типу источника тепла для расплавления металла в зоне печати методики аддитивного производства разделяются на электронно-лучевую, лазерную и электродуговую, по типу филамента - на порошковую или проволочную. При этом возможны и комбинированные варианты. Существующие технологии аддитивного производства деталей в широком спектре применяемых методов и способов печати обладают недостатком - наличием в структуре ориентированных в определенном направлении крупных дендритов, обуславливающих сравнительно низкую прочность материалов, например, алюминиевых сплавов, по сравнению с листовым прокатом, находящимся на уровне литого материала. Применением различных способов постобработки возможно с изменением структуры поверхностного слоя произвести упрочнение его по сравнению с литым материалом. Этого можно добиться, например, применением фрикционной перемешивающей обработки, создающей микрокристаллическую равноосную рекристаллизованную структуру в зоне перемешивания с достаточно высокими показателями прочности и пластичности. При этом данным методом совместно с методом аддитивного производства возможно послойное изготовление материалов с чередующимися в структуре слоями с крупнокристаллической дендритной структурой и мелкокристаллической зеренной упрочненной структурой. В настоящей работе прослежено изменение структуры в образцах алюминиевых сплавов после изготовления гибридным аддитивно-термомеханическим методом, составляющими которого являются аддитивное электронно-лучевое изготовление и фрикционная перемешивающая обработка.

Работа выполнена на экспериментальном оборудовании для аддитивного электронно-лучевого производства и лабораторной установке для сварки трением с перемешиванием в Институте физики прочности и материаловедения. В качестве материала для проведения работ выбран алюминиевый сплав АМг5. Аддитивный процесс выполнялся путем сплавления с подложкой проволоки толщиной 1,2 мм. Обработка трением с перемешиванием производилась инструментами различного размера - от 1,5 до 10 мм. Количество этапов выполнения работы варьировалось от 2 до 5. После процесса печати из образцов электроискровым методом производилась вырезка металлографических шлифов для исследований методами оптической и растровой электронной микроскопии. Также из образцов вырезались лопатки для проведения механических испытаний на растяжение в различных направлениях.

Проведенные исследования показывают, что в процессе аддитивного производства формируется достаточно крупнокристаллическая структура с низкими механическими свойствами сплава АМг5. После обработки механические свойства в направлении движения инструмента возрастают вплоть до значений, характерных для листового проката сплава АМг5. Материал в зоне обработки претерпевает существенные изменения, состоящие из измельчения зерен, рекристаллизации, измельчения и перераспределения вторичных фаз и

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

т.д., дальнейшее нанесение материала на образец аддитивным методом приводит к проплавлению структуры обработанного материала и росту зерен в достаточно широкой зоне, что тем не менее не препятствовало получить в работе материал со слоистой структурой, но с использованием более глубокой обработки материала инструментом с пином длиной 5 мм и более. Таким образом, проведенные работы показывают, что формирование материалов гибридным аддитивно-термомеханическим методом является достижимым и возможным способом получения материалов с гибридной слоистой структурой.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23, и при поддержке Российского научного фонда (проект РНФ № 19-79-00136).

DOI: 10.17223/9785946218412/381

**ОПТИМИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ВОЛОЧЕНИЯ ПРИ
ПОЛУЧЕНИИ ФИЛАМЕНТОВ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ6**

Попелюх А.И., Тюрин А.Г., Руктуев А.А, Смирнов А.И., Рашковец М.В.
Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск

Проведена оптимизация технологических параметров волочения при получении филаментов из титанового сплава ВТ6. На основании оценки триботехнических свойств проведен выбор смазочного материала для изготовления металлических филаментов из сплава ВТ6 (проволока, пруток).

В настоящее время одним из перспективных способов получения изделий без использования формообразующей оснастки, позволяющий сократить стадии технологической подготовки производства, является метод «прямого выращивания» или аддитивная технология. Сущность большинства применяемых технологий «прямого выращивания» заключается в послойной наплавке сырья, как правило, в виде порошка. Одной из перспективных форм заготовок, применяемых в аддитивном производстве, является цилиндрический филамент (длинномерная заготовка или пруток круглого сечения) [1]. Использование сырья в виде прутка или проволоки позволяет значительно сократить время его получения, предотвратить появление пор и уменьшить концентрацию кислорода в выращиваемых изделиях. Одним из перспективных типов материалов для аддитивных технологий являются титановые сплавы, в этом случае в качестве основной формообразующей технологии для получения филаментов является технология волочения. В связи с этим актуальную задачу представляет собой оптимизация технологии волочения филаментов из титанового сплава для аддитивного производства.

Для выявления оптимальных технологических режимов волочения титановой проволоки была проведена оценка влияния типа смазочного материала на коэффициент трения. Выбор типа смазочных материалов осуществлялся в соответствии с рекомендациями [2, 3]. Анализ полученных значений показывает, что предпочтительным видом смазочного материала для использования в паре трения «титановый сплав – твердый сплав» является смазка на основе пчелиного воска. В этом случае коэффициент трения составляет 0.06, что примерно соответствует коэффициенту трения антифрикционных материалов. Волочение реализовывали на электромеханической системе типа Instron 3369 путем протягивания цилиндрической заготовки из сплава ВТ6 (исходный диаметр 4 мм) через твердосплавные фильеры диаметрами 3,8; 3,4; 3,2; 2,8; 2,5; 2,3; 2,0; 1,8; 1,5; 1,3 и 1,2 мм, при скоростях протягивания заготовки через волоку 30, 60, 120, 240, 360 мм/мин. В процессе волочения фиксировалось усилие волочения.

Волочение сплава ВТ6 (исходный диаметр 4 мм) на диаметр 3.8 мм со скоростями 30, 60, 120, 240, 360 мм/мин свидетельствует о практически одинаковых значениях усилия при волочении. Сила, возникающая при протягивании заготовки с указанными скоростями примерно одинакова и составляет 2675 Н, что соответствует напряжению волочения 235 МПа. Следует отметить, что силовые показатели волочения практически не зависят от скорости волочения, а в значительной степени определяются типом смазывающего материала и разницей между диаметрами заготовки и волоки. Так, например, волочение проволоки диаметром 4.0 мм из сплава ВТ6 на диаметр 3.8 мм без смазывающего материала приводит к увеличению усилия волочения с 2691 Н со смазкой воском до 3269 Н при сухом трении и напряжения волочения с 237 МПа до 289 МПа.

В случае реализации волочения на лабораторном оборудовании целесообразно использовать скорость 240 мм/мин поскольку скорость 360 мм/мин является предельно-допустимой, а при скоростях менее 240 мм/мин производительность получения филаментов будет слишком низкой. Волочение сплава ВТ6 (исходный диаметр 4 мм) на диаметр 3,8 мм со скоростями 30, 60, 120, 240, 360 мм/мин свидетельствует о практически одинаковых значениях усилия при волочении. Сила, возникающая при протягивании заготовки с указанными

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

скоростями примерно одинакова и составляет 2675 Н, что соответствует напряжению волочения 235 МПа.

При реализации волочения титанового сплава ВТ6 (отжиг 650 °С) по маршруту $\varnothing 4$ мм исходн. $\rightarrow \varnothing 3,8$ мм $\rightarrow \varnothing 3,4$ мм $\rightarrow \varnothing 3,2$ мм $\rightarrow \varnothing 2,8$ мм происходит увеличение силовых показателей волочения и снижение коэффициента запаса прочности протягиваемой заготовки.

Следует отметить высокое значение коэффициента запаса прочности при волочении через волоку диаметром 3,8 мм, что свидетельствует о нерационально выбранной степени пластической деформации. В данном случае более эффективным представляется волочение исходной заготовки $\varnothing 4$ мм через волоку меньшего диаметра, например 3.7 или 3.6 мм. Деформирование же заготовки с $\varnothing 3.2$ на $\varnothing 2.8$ наоборот отличается низким значением коэффициента запаса прочности. Низкие значения коэффициента запаса прочности приводят к частым обрывам проволоки, что существенно снижает производительность обработки сплава давлением. Одним из способов решения указанной проблемы является применение смягчающей термической обработки перед волочением на $\varnothing 2,8$ с целью снижения предела текучести σ_t , что приведет к повышению коэффициента запаса прочности до диапазона 1,2 – 2,3. Проведение отжига проволоки из сплава ВТ6, полученной после волочения через волоку $\varnothing 3,2$, при температуре 650 °С в течение 1 часа в вакуумной печи способствует снижению прочностных характеристик и повышению характеристик пластичности.

По аналогичной последовательности были определены напряженно-силовые показатели волочения через волокна $\varnothing 3,2 \rightarrow \varnothing 2,8 \rightarrow \varnothing 2,5 \rightarrow \varnothing 2,3 \rightarrow \varnothing 2,0$ и $\varnothing 2,0 \rightarrow \varnothing 1,8 \rightarrow \varnothing 1,5 \rightarrow \varnothing 1,3 \rightarrow \varnothing 1,2$.

По результатам проведенных экспериментальных исследований можно сделать вывод, что при получении экспериментальных образцов цилиндрических филаментов из титанового сплава ВТ6 малых сечений, диаметром до 1.2 мм, волочение необходимо осуществлять в несколько пропусков с промежуточными разупрочняющими отжигами. На основе анализа полученных зависимостей усилия волочения, напряжения волочения и коэффициента запаса прочности, а также механических свойств получаемых изделий был составлен маршрут волочения цилиндрических филаментов из сплава ВТ6 (отжиг 650 °С) $\varnothing 4$ мм исходн. $\rightarrow \varnothing 3,8$ мм $\rightarrow \varnothing 3,4$ мм $\rightarrow \varnothing 3,2$ мм \rightarrow Отжиг 650 °С $\rightarrow \varnothing 2,8$ $\rightarrow \varnothing 2,5$ $\rightarrow \varnothing 2,3$ $\rightarrow \varnothing 2,0$ \rightarrow Отжиг 650 °С $\rightarrow \varnothing 1,8$ $\rightarrow \varnothing 1,5$ $\rightarrow \varnothing 1,3$ $\rightarrow \varnothing 1,2$.

1. Brandl E. et al. Additive manufactured Ti-6Al-4V using welding wire: comparison of laser and arc beam deposition and evaluation with respect to aerospace material specifications //Phys. Procedia. – 2010. – Т. 5. – №. Pt 2. – С. 595-606. Chester Thomas Sims, N. S. Stoloff, William C. Hagel. The Superalloys // Wiley, 1987. – 615 с.
2. Справочник волочильщика проволоки / Горловский М.Б., Меркачев В.Н. – М. : Металлургия, 1993 . – 335 с. Горловский М.Б., Меркачев В.Н. Справочник волочильщика проволоки. М.: Металлургия, 1993. 335 с.
3. Перлин И.Л., Ерманок М.З. Теория волочения. М.: Металлургия, 1971. 448с.

DOI: 10.17223/9785946218412/382

**СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИПОВЕРХНОСТНОЙ ОБЛАСТИ В РЕЗУЛЬТАТЕ
ВОЗДЕЙСТВИЙ НСЭП ВБЛИЗИ ПОРОГА ПЛАВЛЕНИЯ TiNi**

¹Нейман А.А., ¹Семин В.О., ^{1,2}Мейснер Л.Л., ^{1,2}Гудимова Е.Ю.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия*

²*НИ Томский государственный университет, Томск, Россия*

nasa@ispms.ru

Повышение коррозионной стойкости медицинских материалов, к которым относятся сплавы на основе никелида титана, является актуальной задачей инженерии поверхности. Как показали многочисленные исследования, воздействие низкоэнергетическими сильноточными электронными пучками (НСЭП) вызывает сверхбыстрые термические процессы, улучшающие физико-химические и прочностные свойства обрабатываемого материала. Использование такого метода обработки материала приводит к изменению химического состава, структурного и напряженно-деформированного состояний поверхностной области, что может снизить величину проявления эффектов сверхэластичности и памяти формы конечного изделия из TiNi. Использование НСЭП обработки с плотностью энергии, соответствующей порогу плавления обрабатываемого материала, позволит минимизировать влияние поверхностного модифицированного слоя на функциональные свойства.

Ранее проведенные численные расчеты позволили определить значение плотности энергии НСЭП, при которой начинается плавление TiNi сплава, равное $E_s = 2$ Дж/см². При исследованиях сплава TiNi после НСЭП обработки с плотностями энергии электронного пучка в диапазоне $E_s = 1-2$ Дж/см² действительно наблюдалось плавление тонкого поверхностного слоя материала, структура которого детально не была изучена.

Цель работы – исследовать структуру поверхностного слоя, которая формируется в результате импульсного воздействия электронным пучком с плотностью энергии вблизи теоретически рассчитанного порога плавления TiNi.

Образцы для исследования вырезали из прокатного листа сплава TiNi готовили химическим травлением, механической шлифовкой и электролитической полировкой. НСЭП обработку провели на автоматизированной установке РИТМ-СП (ИСЭ СО РАН, Томск, Россия) при параметрах электронного пучка: $E_s = 1,1$ Дж/см², длительность импульса – 2-3 мкс, энергия электронов – 19 кэВ, количество импульсов 5 и 15, выдержка между импульсами составила 10 с.

Структурное состояние модифицированного поверхностного слоя TiNi было проанализировано методами XRD и TEM / EDS / SAED в поперечной геометрии. Установлено, что для работы в режиме поверхностного плавления TiNi достаточно использование указанного режима НСЭП обработки. Уже при пятикратном импульсном воздействии область поверхности очищается от частиц второй фазы, и столбчатая структура, типичная для этого типа модификации поверхности, формируется на глубину 1 мкм. Увеличение воздействия ЛЕНСПЕВ до 15 импульсов приводит к двукратному увеличению как толщины модифицированного слоя, так и размера его структурных элементов.

Показано, что использованная в работе плотность энергии пучка $E_s = 1,1$ Дж/см² (вдвое меньше расчетной) является достаточной для обработки TiNi в режиме поверхностного плавления. Уже при пятикратном импульсном воздействии наблюдается очистка приповерхностной области от частиц вторых фаз и формирование столбчатой структуры, характерной для данного вида поверхностной модификации. Увеличение количества импульсов НСЭП воздействия приводит к увеличению как толщины модифицированного слоя, так и размеров его структурных элементов.

DOI: 10.17223/9785946218412/383

**ОБЕСПЕЧЕНИЕ ТОЧНОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ФИЛАМЕНТОВ ДЛЯ
АДДИТИВНОГО ПРОИЗВОДСТВА ИЗДЕЛИЙ МЕТОДОМ
ЭЛЕКТРОННОЛУЧЕВОГО ОПЛАВЛЕНИЯ**

Янпольский В.В., Тюрин А.Г., Руктуев А.А.

Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск

Аддитивное производство представляет собой принципиально новый процесс изготовления деталей по трёхмерной модели путем послойного наращивания и добавления материала. Наряду с высокопроизводительным автоматизированным производством и роботизацией производственных систем эти технологии, являются наиболее динамично развивающимся направлением цифрового производства. Аддитивные технологии в отличие, например, от литья, благодаря точным параметрам исходной 3D-модели позволяют получать высокую точность поверхностей изделий, производя детали, которые затруднительно либо невозможно получить стандартными методами обработки материалов. Кроме того, новые технологии могут существенно сократить длительность производственного цикла, сроков и стоимости запуска изделий в производство благодаря отсутствию необходимости в специализированной инструментальной оснастке [1, 2].

Работа большинства из представленных на рынке 3D принтеров основана на лазерном послойном спекании порошковых металлических материалов. Несмотря на широкое распространение этих принтеров в мире, они обладают недостатками, один из них связан с остаточной пористостью [1-3]. Этому недостатка лишены электроннолучевые принтеры. Однако эта технология оплавления металлических материалов только начинает применяться при проектировании оборудования для аддитивного производства изделий. Одной из важных задач создания оборудования и технологии аддитивного производства изделий методом электроннолучевого оплавления металлического материала является разработка технологии получения филаментов определённого химического состава и требуемой точности.

В качестве способа получения цилиндрических филаментов для аддитивного производства изделий методом электроннолучевого оплавления был выбран процесс волочения заготовок через монолитную волоку. Процесс волочения экспериментальных заготовок осуществлялся на универсальной электромеханической системе типа Instron 3369. Для волочения использовали волоки-заготовки формы 8 из твердого сплава ВК3. Маршрут волочения состоял из следующих переходов: 3,8 мм - 3,4 мм - 3,2 мм - 2,8 мм - 2,5 мм - 2,3 мм - 2 мм - 1,8 мм - 1,5 мм – 1,3 мм. В качестве модельного материала для разработки технологии изготовления филаментов была выбрана проволока из аустенитной хромоникелевой стали 12Х18Н9Т диаметром 4 мм. Для повышения пластичности проволоки перед волочением проводили термическую обработку, заключающуюся в нагреве до температуры 1050 °С, выдержке при этой температуре 15 мин. и последующее охлаждение в воде. Скорость волочения составляла 240 мм/мин. Усилие волочения составляло около 1500 Н, что обеспечивало получение филаментов без задиrow и обрывов.

На основании предварительных экспериментов по изготовлению деталей методом электроннолучевого оплавления было установлено, что предельные отклонения диаметров филаментов не должны превышать значения $-0,090$ мм для филаментов номинальным диаметром 1,00 – 1,5 мм.

Для определения предельных размеров филамента на каждом переходе волочения заготовки из стали 12Х18Н9Т была составлена схема графического расположения припусков и допусков, представленная на рисунке 1. В результате проведенного расчета было установлено, что предельные размеры заготовки для получения филаментов диаметром $\varnothing 1,3$. $0,09$ мм составляют $\varnothing 4,27$ - $0,17$ мм.

Вместе с тем в результате измерения диаметров филаментов после каждого перехода волочения было установлено, что диаметр заготовки из стали 12Х18Н9Т незначительно превышает значение диаметра фильеры (таблица 1).

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

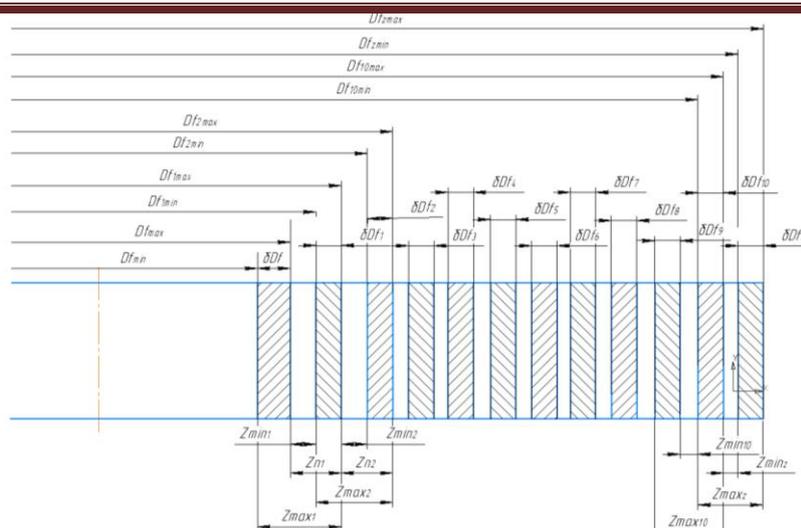


Рисунок 1. Схема графического расположения припусков и допусков на волочение филамента диаметром $\varnothing 1,3_{-0,09}$ мм.

Df_{min} и Df_{max} – минимальный и максимальный предельные размеры филамента $\varnothing 1,3_{-0,09}$ мм;
 $Z_{min1} \dots Z_{min10}$, $Z_{max1} \dots Z_{max10}$ – предельные значения припусков на переходах волочения с диаметрами фильер: 1,5 мм, 1,8 мм, 1,8 мм, 2 мм, 2,3 мм, 2,5 мм, 2,8 мм, 3,2 мм, 3,4 мм, 3,8 мм;
 Z_{minz} , Z_{maxz} – предельные значения припусков заготовки из стали 12X18H9T при получении филаментов диаметром $\varnothing 1,3_{-0,09}$ мм;

δDf , $\delta Df_1 \dots \delta Df_{10}$, δDf_z – допуски на диаметр филамента, промежуточных размеров на переходах волочения с диаметрами фильер: 1,5 мм, 1,8 мм, 1,8 мм, 2 мм, 2,3 мм, 2,5 мм, 2,8 мм, 3,2 мм, 3,4 мм, 3,8 мм и заготовки из стали 12X18H9T при получении филаментов диаметром $\varnothing 1,3_{-0,09}$ мм.

Таблица 1 – Результаты измерения размеров заготовки из стали 12X18H9T на каждом переходе волочения

Диаметр волоки, мм	3,8	3,4	3,2	2,8	2,5	2,3	2	1,8	1,5	1,3
Действительные размеры заготовки из стали 12X18H9T, мм	3,84	3,45	3,24	2,86	2,56	2,37	2,06	1,87	1,56	1,37

Таким образом, в результате проведенных экспериментальных исследований было установлено, что предельные размеры заготовки для получения филаментов диаметром $\varnothing 1,3_{-0,09}$ мм составляют $\varnothing 4,27_{-0,17}$ мм. Установленное отклонение размеров полученных филаментов, вероятно, связаны с тем, что в процессе волочения возникают упругие пластические деформации. В соответствии с этим при выполнении операции волочения заготовок из стали 12X18H9T при получении филаментов диаметром $\varnothing 1,3_{-0,09}$ мм необходимо диаметр волоки вышлифовать с учетом величины возникающих упругих деформаций, т.е. на 0,05 мм меньше.

1. Аддитивные технологии в машиностроении: пособие для инженеров / М.А. Зленко, М.В. Нагайцев, В.М. Довбыш.– М. ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ» 2015. – 220 с.
2. Сапрыкин, А.А. Изготовление металлических изделий методами послойного синтеза /А.А. Сапрыкин, Н.А. Сапрыкина // XI Международная научно-практическая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Современные техника и технологии». – Томск: Изд-во Томского политехн. Ун-та, 2005. –Т.1. – С. 216-218.
3. Savchenko N.L., Vorontsov A.V., Utyaganova V.R., Eliseev A.A., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A. Features of the structural-phase state of the alloy Ti-6Al-4V in the formation of products using wire-feed electron beam additive manufacturing. Obrabotka metallov (tehnologiya, oborudovanie, instrumenty) = Metal Working and Material Science, 2018, vol. 20, no. 4, pp. 60–71. doi: 10.17212/1994-6309- 2018-20.4-60-71.

DOI: 10.17223/9785946218412/384

**DEVELOPMENT OF ELECTRON-BEAM EQUIPMENT AND TECHNOLOGY OF
LAYER WELDING OF THE WIRE IN THE CONDITIONS OF ADDITIVE
TECHNOLOGIES**

Fedorov V.V., Klimenov V.A., Batranin A.V., Pardeep Ranga
National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russian Federation

Currently, more and more often, a wide range of additive technologies (or 3D printing technologies) are used to solve problems of obtaining metal products of complex shape with anisotropic properties. If it is necessary to print thick-walled parts with less accuracy (a few millimeters) and greater productivity, the method of dimensional electron beam surfacing with wire is promising. At its core is a vacuum chamber with an electron-beam gun with a plasma emitter and modular manipulators, providing the possibility of layer-by-layer alloying of powders (EBM) or dimensional deposition with wire. The software provides the possibility of modular replacement and synchronized control of all installation organs, according to the task, using digital G - codes. Printing was carried out at an accelerating voltage of 30 kV and a beam current of 15 to 20 mA (depending on the distance from the substrate), thus, the input power varied from 450 to 600 watts. The focused beam (diameter 150 μm) moved in a circular scan 4 mm in diameter. During the work, samples from wires of titanium alloy Ti-6Al-4V and steel AISI 304 were printed on an electron-beam 3D-printer. The study of the quality of the formed samples on the subject of porosity and structural heterogeneity, and hence the mechanical properties was carried out in the work of non-destructive testing methods using computed tomography and methods of mechanical testing and metallography. It is shown that the regulation of the modes of radiation exposure and modes of wire feeding and beam scanning allows obtaining titanium and steel products with high microstructural uniformity and satisfactory mechanical properties, but the problem of reducing macro porosity requires new approaches to optimize microstructural uniformity and porosity.

DOI: 10.17223/9785946218412/385

**SURFACE MODIFICATION OF SELECTIVE LASER MELTED Ti-6Al-4V PARTS BY
ULTRASONIC IMPACT TREATMENT AND ELECTRON BEAM IRRADIATION**

¹Sinyakova E.A., ^{1,2} Panin S.V., ³ Teresov A.D.

¹*Institute of Strength Physics and Materials Science of the SB RAS, Tomsk, 634055, Russia*

²*National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, 634050, Russia*

³*Institute of High Current Electronics, Tomsk, 634055, Russia*

mea@ispms.tsc.ru

Abstract. Changes of the surface roughness, microstructure, phase composition and microhardness of selective laser melting Ti-6Al-4V samples during electron beam irradiation and ultrasonic impact treatment were investigated by contact profilometry, optical microscopy, X-ray analysis, and hardness measurement. It was shown that electron beam irradiation and ultrasonic impact treatment of the selective laser melted Ti-6Al-4V samples smooth their surface. Significant refinement of the microstructure and TiO nanoparticles formation under ultrasonic impact treatment occur causing the increased surface microhardness. Electron beam irradiation intern leads to a more significant increase in both the microhardness and thickness of the melted surface layer due to martensitic transformation.

Introduction

In recent years, additive manufacturing of Ti-6Al-4V parts has made significant progress, especially with respect to process optimization and property characterization. Selective laser melting (SLM) is one of the promising technologies that have been attracting increasing attention in aerospace and biomedical fields due to their advantages of producing prototypes or finalized parts rapidly and cost-effectively, whilst providing accurate control over both internal architectures and complex-shapes [1,2]. In SLM, consolidation of metal powder is achieved by melting and solidifying a small volume of material in a track-by-track and layer-by-layer fashion using a high-intensity laser. On repeating the single track deposit with a well-defined overlap (hatch spacing), a layer of a cross-section is produced. Upon repeating this layer-by-layer deposition, an entire part is constructed [3]. However, due to insufficient energy on the melt pool, edge only partial melted powder particles occur. Additionally, the top and side surfaces are characterized by the stair step effect as a result of the layer wise character of the SLM process. Surface roughness is critical for many applications, so parts fabricated by the SLM method require machining before being put in use.

Nowadays, increasing interest is given to mechanical grinding and polishing [4], ball burnishing [5], shot peening [6], ultrasonic impact treatment [7], and other mechanical post-processing technologies that allow not only smoothening of the rough surface finish of as-fabricated parts, but also an increase of their hardness, strength, wear resistance, and fatigue life. Besides, the pulsed electron beam irradiation can be effectively used as thermal post-processing techniques of 3D-printed titanium components [8]. In the present work, ultrasonic impact treatment based on plastic deformation of the surface and electron beam irradiation causing the melting of the surface layer and its rapid crystallization are considered as post-processing methods.

Experimental details

The powder of Ti-6Al-4V alloy manufactured by AP & C, a Canada-based company, was used as an initial material for 3D printing of samples. Average particle size is ~ 30 μm. SLM samples were produced on the EOSINT M280 machine (EOS Electro Optical Systems, Munich, Germany), equipped with an CO laser. Cuboid blanks with the dimensions of 10×10 mm and height of 70 mm were vertically fabricated in an argon atmosphere on a 10-mm thick titanium plate. Square samples of 10x10x1 mm designed for structural studies and microhardness measurements were cut out from each of the blanks by electro-discharge machining.

Ultrasonic impact treatment of the SLM Ti-6Al-4V samples was carried out in air with natural air cooling using an IL4 ultrasonic generator. The ultrasonic generator had an output power of 2000 W and a frequency of 25 kHz. The impact load of the striker was 150 N. The speed of the striker along the X and Y-axes was 1.5 and 3 mm/s, respectively.

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

The low energy high current pulsed electron beam irradiation of the SLM Ti-6Al-4V samples was carried out using a SOLO (IHCE SB RAS, Tomsk) electron-beam plant by 6 consecutive pulses 120 μs in length. The beam energy density (fluence) was equal to $W=60 \text{ J/cm}^2$, the energy of electrons was 17 KeV and the pulse frequency was 0.3 s^{-1} . The irradiation was performed in Ar atmosphere at a residual pressure of 0.02 Pa.

The surface morphology of the as-fabricated and post treated SLM samples was studied, using a Leo EVO scanning electron microscope (SEM) and a New View 6200 3D optical profiler. Metallographic studies in the longitudinal and transverse sections of etched 3D-printed samples were performed using Zeiss Axiovert 40 MAT. The microhardness was measured at the lateral surface of Ti-6Al-4V alloy samples using the 50 g load for 10 s. The first measurement of microhardness was made at a distance of 10 μm from the top surface. Each microhardness point was obtained by doing parallel measurements at the same distance on the lateral surface and calculating the average value. The distance between any two neighboring indentations was more than 10 μm .

Results and discussion

Surface profile of the as-fabricated SLM sample revealed an irregular surface composed of peaks and valleys (Fig.1,a, curve 1). As can be seen in Fig.1,b, SLM samples contain partly melted powder particles adhered to the surface. The size of these partially sintered particles ($\sim 30 \mu\text{m}$ average) is comparable to the powder particles used for the fabrication of the part. The roughness analysis reveals that the root mean square roughness (Rq) of the as-fabricated samples, determined by contact profilometry, is 20 μm .

During electron beam irradiation rapid heating, melting, and crystallization in a thin melted layer of the SLM Ti-6Al-4V samples occur causing the surface smoothing and formation of grain structure on it (Fig.1,a, curve 2 and Fig.1,c,d). The lateral size of the surface grains is 250 μm . The root mean square roughness of the electron-beam irradiated samples is $Rq=2.51 \mu\text{m}$.

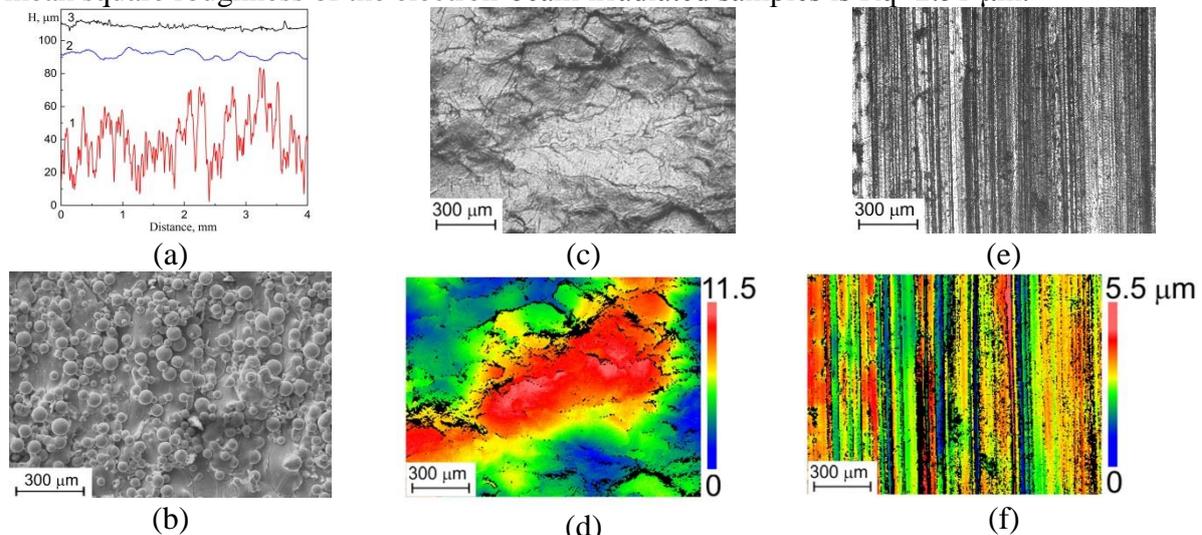


FIG. 1. Surface profiles (a), SEM-mages (b) and optical images of the surface ((c-f) of as-fabricated (b), electron beam irradiated (c,d) and ultrasonically treated SLM sample (t, f). (a):

1-as-fabricated, 2-electron beam irradiated and 3- ultrasonically treated SLM Ti-6Al-4V samples

During ultrasonic impact treatment the impact of a striker oscillating at an ultrasonic frequency caused the formation of periodic hills, 150 μm wide and 3 μm high, along the entire surface of the SLM samples (Fig. 1,a, curve 3 and Fig. 1,e,f). These hills are formed as a result of plastic displacement of the processed material along the edges of the metal striker moving across the surface of the sample. The root mean square roughness of the ultrasonically treated samples decreases to $Rq=0.48 \mu\text{m}$.

X-ray analysis of SLM Ti-6Al-4V samples reveals peaks of hpc α phase with lattice parameters $a = 2.9233$, $c = 4.6633 \text{ \AA}$. There are no peaks of β phase on the diffraction pattern (Fig. 2, curve 1). In addition, the SLM samples are characterized by the presence of high internal tensile macrostresses, reaching 2.9 GPa. The electron beam irradiation of the SLM sample causes a change in the intensity of the α phase peaks, which indicates the occurrence of recrystallization processes in the melted

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

surface layer. Along with a change in the intensity, broadening of the α phase peaks is observed which can be caused both by strong distortion and by α' phase formation in the melted surface layer (Fig.2, curves 1 and 2). Internal tensile macrostresses reduce to 150 MPa under electron beam irradiation. After ultrasonic impact treatment (Fig.2, curve 3) the intensity of the α -phase peaks is considerably lower than in the as-fabricated Ti-6Al-4V sample, and significant broadening of the peaks is also observed. It is indicative of high residual compressive stresses (1.5 GPa) and significant refinement of crystallites. Besides, redistribution of individual α -phase peak intensities appears to take place along with formation of the preferred crystallographic orientation (002). β -phase peaks are also not observed, while peaks corresponding to titanium oxide TiO appear on X-ray patterns of samples subjected to ultrasonic impact treatment (Fig.2, curve 3).

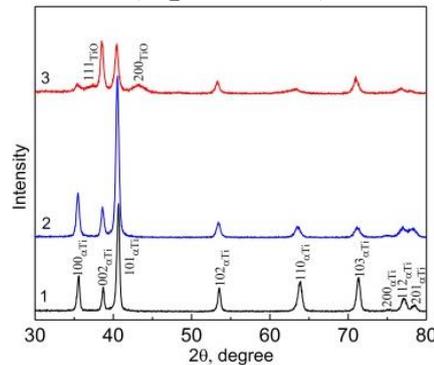


FIGURE 2. X-ray diffraction patterns of as-fabricated (1), electron beam irradiated (2) and ultrasonically treated SLM Ti-6Al-4V samples (3)

The microstructure of the as-fabricated Ti-6Al-4V sample was studied both in orientation parallel to the direction of sample growth (longitudinal-section) and in orientation parallel to the substrate (cross-section). It was established that with layer-by-layer growth of the studied samples high temperature gradients form within the samples, as a result the microstructure of the SLM samples in the longitudinal and transverse sections is markedly different. As can be seen in Fig. 3,a, in the plane parallel to the sample growth direction the macrostructure is represented by columnar prior β phase grains with a high degree of anisotropy. The width of the columnar grains varies from 100 to 200 μm , and their length reaches 600 μm . The microstructure in the cross-section of SLM samples is represented by equiaxial prior β phase grains with an average size of 150 μm (Fig.1,b).

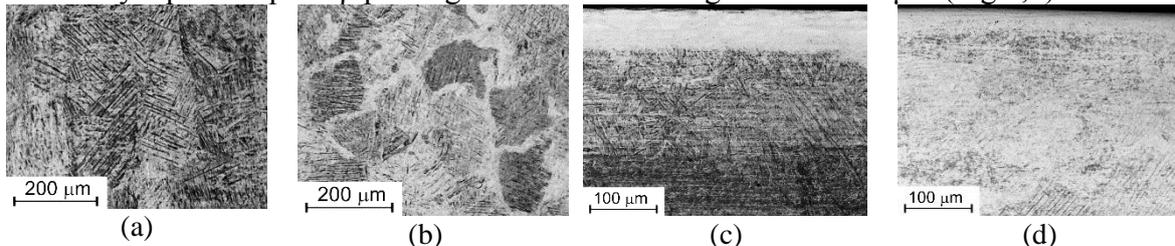


FIG. 3. Cross-section optical images of as-fabricated (a), electron beam irradiated (b) and ultrasonically treated SLM Ti-6Al-4V samples (c) with subsequent etching

Electron beam irradiation and ultrasonic impact treatment were performed along longitudinal sections and metallographic studies were done on transverse sections of the SLM samples. Electron beam irradiation of as-fabricated SLM samples resulted in substantial structure modification of their surface layer caused by its melting followed by rapid crystallization. The cross-section analysis of the samples by optical microscopy showed that the modified surface layer has a multilayer structure (Fig.3,c). The homogenous melted layer having a brighter contrast is formed at the top surface. The heat-affected zone is located below this layer. The thickness of the melted surface layer and the heat-affected zone are 60 and 130 μm , respectively.

Cross-sectional optical images of ultrasonic treated samples reveal significant grain refinement in the thin surface layer which manifest itself in a white (non-etched) continuous layer on the metallographic images (Fig.3,d). The depth of the modified surface layer is 30 μm .

Electron beam irradiation of SLM samples leads to a twofold increase in the microhardness (10 GPa) of their surface layers (Fig.4, curves 1 and 2). Three segments of the microhardness vs. distance

Секция 7. Аддитивные технологии формирования материалов, изделий и конструкций с иерархической структурой

from surface plots can be distinguished: (i) the one with constant high hardness, which well agrees with the thickness of the melted surface layer; (ii) the one with gradient descending hardness that corresponds to the heat affected zone; and (iii) the one with the hardness typical for as-fabricated Ti-6Al-4V alloy (Fig.4, curve 2). Grain refinement and formation of slip bands and twins in surface layer of the SLM samples subjected to ultrasonic impact treatment causes an increase in their surface microhardness to 8.5 GPa (Fig.4, curve 3). The depth of the hardened surface layer does not exceed 30 μm .

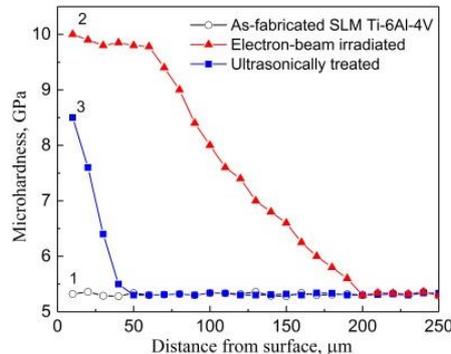


FIG. 4. Microhardness of as-fabricated (1), electron-beam irradiated (2) and ultrasonically treated SLM Ti-6Al-4V samples (3) vs. distance from surface

Summary

It was shown that electron beam irradiation and ultrasonic impact treatment of the SLM Ti-6Al-4V samples lead to a significant reduction of the surface roughness. The roughness analysis reveals that the root mean square roughness of the as-fabricated samples, determined by contact profilometry, is 20 μm . Intensive plastic deformation of SLM Ti-6Al-4V samples under ultrasonic impact treatment leads to significant grain refinement and reduction of the surface roughness to $R_q=0.48 \mu\text{m}$. Under electron beam irradiation as a result of rapid heating, melting, and crystallization grain size is rise to 250 μm . The different growth rates of prior β grains with different crystallographic orientations cause the orange-pill surface effect and root mean square roughness of irradiated sample reduce to $R_q=2.51 \mu\text{m}$.

Moreover, electron beam irradiation and ultrasonic impact treatment are effective hardness enhancement methods. Microstructure refinement and formation of titanium oxide TiO in a surface layer of SLM Ti-6Al-4V samples subjected to ultrasonic impact treatment causes increase in microhardness from 5.3 to 8.5 GPa. The depth of hardened surface layer is 30 μm . The depth of the hardened surface layer formed under electron beam irradiation is more pronounced (200 μm) and the maximum hardness reaches 10 GPa. The latter can be associated with α' phase formation in the melted surface layer as a result of rapid cooling.

Acknowledgments

The work was financially supported by the Russian Federation via the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (Agreement no. 05.583.21.0089, project identifier rfmeffi58318x0089).

1. S. Bagherifard, S. Slawik, I. Fernández-Pariante, et al., *Mater. Des.* **102**, 68–77 (2016).
2. W. E. Frazier, *J. Mater. Eng. Perform.* **23**, 1917–1928 (2014).
3. I. Gibson, D. Rosen, B. Stucker, “Design for Additive Manufacturing,” in *Additive Manufacturing Technologies*, edited by Gibson I. (Springer, Boston, MA, 2010), pp. 299–332.
4. P. Edwards, M. Ramulu, *Mater. Sci. Eng., A.* **598**, 327–33726 (2014).
5. M.Salmi,; J.Huuki,; I.F. Ituarte, *Prog. Addit. Manuf.* **2**, 31–41 (2017).
6. B. AlMangour, J.-M. Yang, *Mater. Des.* **110**, 914–924 (2016).
7. V. E. Panin, A. V. Panin, Yu. I. Pochivalov, T. F. Elsukova, A. R. Shugurov, *Phys. Mesomech.* **20**, 55–68 (2017).
8. P.K. Farayibi, T.E. Abioye, J.W. Murray, P.K. Kinnell, A.T. Clare, *J. Mater. Process. Technol.* **218**, 1–11 (2015).

DOI: 10.17223/9785946218412/386

**ВЛИЯНИЕ ИМПУЛЬСНОЙ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА
МИКРОСТРУКТУРУ КОМПОЗИТА TiC/Ti-6Al-4V, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ
ПРЯМОГО ЛАЗЕРНОГО ОСАЖДЕНИЯ**

Синякова Е.А., Панин А.В., Панин С.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Методами рентгеноструктурного и EBSD анализа, сканирующей и оптической микроскопии исследовано влияние импульсной электронно-пучковой обработки на закономерности изменения микроструктуры и фазового состава композита TiC/Ti-6Al-4V, полученного методом прямого лазерного осаждения.

В работе показано, что микроструктура титанового композита TiC/Ti-6Al-4V, полученного методом прямого лазерного осаждения, представляет собой первичные зерна β фазы титана равноосной формы, внутри которых формируются ламели α -Ti с различной ориентацией. Установлено, что в процессе формирования композита TiC/Ti-6Al-4V в нем происходит частичное расплавление больших частиц карбида, с образованием мелких частиц TiC размером 2 мкм круглой формы, расположенных по границам первичных зерен β фазы. Растворение большие частицы TiC размером 30 мкм в процессе лазерного осаждения не происходит.

Импульсная низкоэнергетическая электронно-пучковая обработка приводит к плавлению и быстрой кристаллизации поверхностного слоя композита TiC/Ti-6Al-4V толщиной 60 мкм. Структура расплавленного слоя представлена столбчатыми зернами первичных зерен β фазы. В результате обработки происходит измельчение ламелей альфа титана и частиц карбида TiC. При этом объемная доля β фазы и карбида титана TiC снижается. Подобное изменение структурно-фазового состояния поверхностного слоя композита TiC/Ti-6Al-4V приводит к двукратному увеличению его твердости.

Работа выполнена в рамках Программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы» Министерства науки и высшего образования РФ; Соглашение № 05.583.21.0089, идентификатор проекта RFMEFI58318X0089.

DOI: 10.17223/9785946218412/387

**ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМОВ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ ПРИ
СТАТИЧЕСКОМ И ЦИКЛИЧЕСКОМ РАСТЯЖЕНИИ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ
НИКЕЛИДА ТИТАНА ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ НИЗКО- ЭНЕРГЕТИЧЕСКИМ
СИЛЬНОТОЧНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ**

Мейснер С.Н., Власов И.В.

*Институт физики прочности и материаловедения
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск*

В работе изучено влияние числа импульсов воздействия низкоэнергетическим сильноточным электронным пучком (НСЭП) при постоянной плотности энергии электронов на деформационное поведение сплава на основе никелида титана (TiNi), его характеристики неупругости и разрушения при механических испытаниях в условиях квазистатического осевого растяжения.

Показано, что при использовании одних и тех же параметров низкоэнергетического сильноточного электронного пучка, выборе импульсного режима облучения и оптимального числа импульсов облучения НСЭП можно сохранить параметры неупругости TiNi сплава и повысить одновременно его пластичность и прочность до разрушения. Модификация поверхностного слоя TiNi образцов с помощью импульсных воздействий НСЭП приводит, при одноосном статическом растяжении, к увеличению размера площадки мартенситной текучести $\Delta \epsilon_M$ на 15-30 % больше, чем в необлученном TiNi образце. Обсуждаются причины разного влияния НСЭП обработок (в зависимости от числа импульсов) на прочностные и упруго-пластические характеристики TiNi сплавов: после НСЭП-обработки с $n=15, 32$ главной причиной понижения параметров прочности TiNi сплава является наличие столбчатой структуры матричной В2-фазы с определенной ориентацией $(110 \rangle V_2)$ кристаллической решетки столбчатых В2-зерен, тогда, как после НСЭП-обработки с $n=5$ главной причиной повышения этих же параметров является изменение химического (элементного) состава (обеднения никелем) В2-фазы в поверхностном слое образца. Изменение химического состава матричной фазы приводит к повышению температур мартенситных превращений и, как следствие, к более полной реализации механизмов неупругого накопления деформации, обусловленной этими превращениями, а также накоплению большей по величине пластической деформации в более мягкой мартенситной фазе.

Исходная аттестация образцов, механические испытания на растяжение образцов выполнены в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.2; исследования микротвердости и электронно-микроскопический анализ поверхностей разрушения выполнены при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00551

Секция 8. Сварка, родственные процессы
и технологии для создания технических систем
ответственного и специального назначения,
в том числе для эксплуатации в экстремальных
условиях и низких климатических температур
Арктики и Крайнего Севера

DOI: 10.17223/9785946218412/388

EFFECT OF PRE-STRAIN ROLLING PATH ON ABNORMAL GRAIN GROWTH IN FRICTION-STIR WELDED AL-MG-SI ALLOY

Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R.
Belgorod State University, Belgorod, Russia

Ultrafine-grained structure in stir zone of Al-Mg-Si sheets joined by double-side friction stir welding exhibits abnormal grain growth during post-weld heat treatment. To suppress AGG the welds were cold-rolled in two different directions - parallel welding direction and perpendicular direction to the weld line. At pre-strain rolling in the parallel direction, the mean grain size in the stir zone after post-weld heat treatment was about 45 μm . At other pre-strain rolling path, the mean grain size in the stir zone after post-weld heat treatment was about 80 μm .

This study was financially supported by the Russian Science Foundation, grant No. 19-49-02001. The authors are grateful to the staff of the Joint Research Center, «Technology and Materials» Belgorod State National Research University for their assistance with the mechanical and structural characterizations.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

DOI: 10.17223/9785946218412/389

FORMATION OF ULTRAFINE-GRAINED STRUCTURE IN AL-MG-MN-ZR SHEETS BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION AND SUBSEQUENT ROLLING

Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R.
Belgorod State University, Belgorod, Russia

The effect of cold rolling and subsequent annealing on microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained Al-Mg-Mn-Zr aluminum alloy was studied. The ultrafine-grained structure was produced by equal-channel angular pressing (ECAP) applied at 300 °C to true strain of ~12 and subsequent water quenching. This resulted in fully recrystallized equiaxed structure with an average size ~1 μm. To obtain a sheet semi-product ultrafine-grained alloy was subjected to cold rolling to full hardened condition and stabilized by annealing at 300 °C. The microstructure and mechanical properties of the obtained rolled sheets are studied.

This study was financially supported by the Russian Science Foundation, grant No. 18-79-10174. The authors are grateful to the staff of the Joint Research Center, «Technology and Materials» Belgorod State National Research University for their assistance with the mechanical and structural characterizations.

DOI: 10.17223/9785946218412/390

TENSILE BEHAVIOR OF FRICTION-STIR WELDED Al-Mg-Si ALLOY

Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R.

Belgorod State University, Belgorod, Russia

In this work, digital-image-correlation technique was applied to examine an evolution of strain distribution during transverse tensile tests of friction-stir welded (FSW) Al-Mg-Si alloy. Due to sharp thermal- as well as strain gradients inherent to FSW process, the microstructure distribution within the welds is usually heterogeneous and thus the mechanical response is expected to be not uniform. Indeed, the tensile strain was found to preferentially concentrate in heat-affected zone, presumably due coarsening of strengthening precipitates in this microstructural region and the concomitant material softening. With subsequent tensile deformation, however, the strain also expanded to a relatively hard stir zone and this observation was attributed to a work hardening effect. Nevertheless, the tensile strain was shown to have highly localized character and this resulted in premature failure of the welds.

This work is supported by the Ministry of Education and Science of the Russian Federation under the agreement №14.584.21.0023 (ID number RFMEFI58417X0023). The authors are grateful to the staff of the Joint Research Center, «Technology and Materials» Belgorod State National Research University for their assistance with the mechanical and structural characterizations.

DOI: 10.17223/9785946218412/391

ПОВЫШЕНИЕ СВОЙСТВ МЕДНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО КОНТАКТА ЗА СЧЕТ ЕГО ОБРАБОТКИ ПЛАЗМОЙ, СФОРМИРОВАННОЙ ПРИ ЭЛЕКТРИЧЕСКОМ ВЗРЫВЕ ФОЛЬГИ СЕРЕБРА С НАВЕСКОЙ ПОРОШКА ОКСИДА ЦИНКА

¹Романов Д.А., ¹Московский С.В., ²Иванов Ю.Ф., ¹Громов В.Е., ¹Соснин К.В., ¹Филяков А.Д.

¹*Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк*

²*Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск*

Объектом исследований являлись медные электрические контакты электромагнитного пускателя CJ20, на контактных поверхностях которых электровзрывным методом было сформировано электровзрывное покрытие системы ZnO-Ag. В качестве взрываемого токопроводящего материала была использована фольга серебра массой 250 мг, на поверхность которой в область взрыва помещалась навеска порошка ZnO массой 80 мг. Время воздействия плазмы на поверхность образца ~100 мкс, поглощаемая плотность мощности на оси струи ~5,5 ГВт/м², давление в ударно-сжатом слое вблизи облучаемой поверхности ~12,5 МПа, остаточное давление газа в рабочей камере ~100 Па; температура плазмы на срезе сопла ~10⁴ К, толщина зоны термического влияния ~50 мкм. Исследования элементного и фазового состава, состояния дефектной субструктуры поверхностного слоя, сформированного в результате электровзрывного напыления (ЭВН), проводили методами сканирующей электронной микроскопии (прибор Carl Zeiss EVO50, оснащенный микроанализатором EDAX), просвечивающей дифракционной электронной микроскопии тонких фольг (прибор JEOL JEM-2100 F) и атомно-силовой микроскопии (прибор Solver NEXT). Фольги изготавливали методами ионного утонения пластинок, вырезанных в плоскости, расположенной перпендикулярно поверхности модифицирования. Свойства материала характеризовали нанотвердостью и модулем Юнга (нанотвердомер DUN-211S (Shimadzu, Япония), нагрузка на индентор 30 мН). Атомно-силовую микроскопию проводили в слое покрытия, расположенном на расстоянии 10 мкм от поверхности покрытия, а также на границе раздела между покрытием и медной подложкой. Трибологические исследования (определение износостойкости и коэффициента трения) проводили на трибометре Pin on Disc and Oscillating TRIBOtester (TRIBOtechnic, Франция) при следующих параметрах: шарик из твердого сплава ВК6 диаметром 6 мм, радиус трека – 3 мм, нагрузка на индентор 3 Н; длина трека варьировалась в зависимости от уровня износостойкости исследуемого материала. Испытания на электроэрозионную стойкость покрытий в условиях дуговой эрозии проводили на контактах электромагнитных пускателей марки CJ20 при переменном токе и индуктивной нагрузке в соответствии с требованиями режима испытаний АС-3 на коммутационную износостойкость при работе в трехфазной цепи со значением низкого напряжения 400/230 В, частотой 50 Гц для тока до 320 А и cosφ = 0,35 и числе коммутационных циклов 6000.

Механические свойства модифицированного слоя меди характеризовали нанотвердостью. Нанотвердость и модуль Юнга определяли на поперечных шлифах, проводя индентирование вдоль прямой, расположенной параллельно поверхности модифицирования на расстоянии ~15 мкм от поверхности обработки. Результаты выполненных испытаний показали, что твердость электровзрывного покрытия изменяется в пределах от 750 МПа до 2250 МПа при среднем значении твердости 1600 МПа, что в 3,8 раза превышает микротвердость отожженной меди. Модуль Юнга электровзрывного покрытия изменяется в пределах от 56,1 ГПа до 89,0 ГПа при среднем значении модуля 75,1 ГПа. Отметим, что модуль Юнга отожженной меди изменяется в пределах (110-130) ГПа, модуль Юнга серебра 80 ГПа. ЭВН меди сопровождается незначительным (в ~1,1 раза) увеличением износостойкости модифицированного слоя; коэффициент трения при этом повышается в ~1,3 раза. Обращает на себя внимание изменение коэффициента трения в процессе трибологических испытаний. А именно, на начальной стадии испытаний коэффициент трения модифицированной поверхности существенно ниже коэффициента трения исходной меди. Последнее может свидетельствовать о том, что упрочненный слой тонкий и быстро теряет свои износостойкие свойства.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

Повышение электрического сопротивления в ходе испытаний электровзрывных покрытий системы ZnO-Ag на коммутационную износостойкость вызвано испарением легкоплавкой серебряной матрицы под воздействием электрической дуги и обогащением поверхности покрытия частицами ZnO. Электрические контакты, упрочнённые электровзрывными покрытиями системы ZnO-Ag способны к механической очистке поверхности от частиц ZnO. Сформированные покрытия системы ZnO-Ag удовлетворяют испытаниям пускателей на коммутационную износостойкость.

Дефектную субструктуру электровзрывного покрытия системы ZnO-Ag изучали путем анализа поперечных травленных шлифов. Установлено, что ЭВН меди сопровождается формированием многослойной структуры. Толщина поверхностного слоя, имеющего субмикроструктурную (150-230 нм) структуру, изменяется в широких пределах и варьируется от 30 мкм до 60 мкм. Поверхностный слой отделен от слоя термического влияния переходным слоем толщиной (1,0-1,3) мкм. Следует отметить, что переходный слой содержит большое количество микропор. Методами микрорентгеноспектрального анализа выполнены исследования элементного состава модифицированного слоя медного электрического контакта. Результаты исследований свидетельствуют о том, что серебро является основным элементом поверхностного слоя. В переходном слое концентрация атомов серебра быстро снижается и в основном объеме медного электрического контакта атомы серебра обнаружены в минимальном количестве. Фазовый и элементный состав, состояние дефектной субструктуры медного электрического контакта, подвергнутого ЭВН покрытия системы ZnO-Ag, анализировали методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии тонких фольг. Выполненные исследования показывают, что в поверхностном слое толщиной до 60 мкм формируется, независимо от расстояния до поверхности облучения, структура высокоскоростной ячеистой кристаллизации. Ячейки имеют округлую форму. Размер ячеек изменяется в пределах от 150 нм до 400 нм. Ячейки разделены прослойками, толщина которых изменяется в пределах от 15 нм до 50 нм. В объеме ячеек выявляется дислокационная субструктура в виде хаотически распределенных дислокаций. Скалярная плотность дислокаций $\approx 2,1 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Переходный слой имеет структуру дендритной кристаллизации со стороны слоя электровзрывного напыления и структуру пластинчатого типа со стороны слоя термического влияния. Слой термического влияния медного электрического контакта имеет зеренно-субзеренную структуру. В объеме зерен меди наблюдается дислокационная субструктура в виде хаотически распределенных дислокаций. Величина скалярной плотности дислокаций составляет $\approx 1,3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Следует отметить, что на электронно-микроскопическом изображении структуры слоя термического влияния присутствует большое количество изгибных экстинкционных контуров, что указывает на высокий уровень кривизны-кручения материала, обусловленный внутренними полями напряжений. Распределение атомов серебра, цинка и кислорода в электровзрывном покрытии изучали методами микрорентгеноспектрального анализа тонких фольг. В структуре высокоскоростной ячеистой кристаллизации, образующейся в поверхностном слое, объем ячеек сформирован преимущественно атомами серебра, атомы цинка и кислорода расположены преимущественно по границам ячеек, формируя протяженные прослойки. В структуре переходного слоя (слоя с дендритной кристаллизацией) атомы серебра и цинка располагаются преимущественно вдоль границ дендритов.

Полученные в настоящей работе результаты позволяют предположить, что увеличение прочностных (нанотвердость), электроэрозионная стойкость и трибологических (износостойкость) свойств и электроэрозионной стойкости медного электрического контакта, подвергнутого электровзрывному напылению покрытия системы ZnO-Ag, обусловлено формированием в поверхностном слое многоэлементного многофазного субмикроноразмерного состояния, обогащенного атомами различных элементов.

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 18-79-00013).

DOI: 10.17223/9785946218412/392

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫХ ЦИРКОНИЕВЫХ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ НА ПОВЕРХНОСТИ ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТОВ

¹Соснин К.В., ¹Романов Д.А., ²Иванов Ю.Ф., ¹Громов В.Е., ¹Филяков А.Д., ¹Будовских Е.А.

¹*Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк*

²*Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск*

В настоящее время медицинские имплантаты активно используются для вживления в организм в роли протезов, либо в качестве идентификатора. Исследование физико-химических и морфологических свойств, структуры имплантатов является одной из приоритетных задач физики конденсированного состояния и медицинского материаловедения. В качестве подложки использовали дентальный имплантат из сплава титана марки ВТ6. Методами сканирующей электронной микроскопии проведены исследования структуры и элементного состава поперечного шлифа системы «покрытие/подложка» сформированной электровзрывным методом. По морфологии структуры и контрасту травления формирующееся покрытие можно условно разделить на два подслоя. Вблизи границы раздела подслоя №1 имеет столбчатое строение; подслоя №2 – дендритное строение. Можно предположить, что подслоя №2 был сформирован в результате плавления и последующей скоростной кристаллизации поверхностного слоя подложки (сплав на основе титана), инициированным налетающим потоком плазмы, образовавшейся в результате электрического взрыва титановой фольги с расплавленным на ней порошком циркония. Подслоя №1 является собственно покрытием системы Ti-Zr.

Элементный состав покрытия анализировали методами микрорентгеноспектрального анализа. Микрорентгеноспектральный анализ элементного состава по точкам выявил присутствие, наряду с атомами титана и циркония, атомов других элементов. Наряду с элементами, характерными для сплава на основе титана, в покрытии присутствуют атомы углерода и кислорода. Характерно, что атомы углерода выявлены исключительно в поверхностном слое, а атомы кислорода присутствуют по всей глубине покрытия. Основываясь на результатах элементного анализа можно предположить, что сформированное покрытие является многофазным и должно содержать, наряду со сплавом Ti-Zr, карбидные и оксидные фазы.

Фазовый состав поверхностного слоя покрытия изучали методами рентгеноструктурного анализа. Выполненные исследования выявили присутствие в поверхностном слое покрытия трех фаз: основной является α -модификация сплава TiZr (81,3 объемных %), в существенно меньшем объеме присутствуют оксид циркония ZrO (9,5 объемных %) и карбид титана TiC (9,2 объемных %). Таким образом, полученные методом рентгенофазового анализа результаты хорошо согласуются с результатами микрорентгеноспектрального анализа. Присутствие в поверхностном слое покрытия оксидной и карбидной фаз обусловлено, очевидно, техническим вакуумом рабочей камеры установки электровзрывного легирования и применением графитового электрода.

Дефектную субструктуру покрытия исследовали методами просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг. Фольги готовили методами ионного распыления пластинок, вырезанных из объема образца в поперечном сечении покрытия. Такое расположение фольги позволяло провести анализ структуры материала на различном расстоянии от поверхности покрытия. Слой, формирующий поверхность покрытия, имеет нанокристаллическую структуру, размеры кристаллитов которой изменяются в пределах от 20 нм до 100 нм. Нижележащий слой толщиной до 30 мкм имеет субмикрорекристаллическую структуру. Размер кристаллитов, формирующих данный подслей изменяется в пределах от 200 нм до 450 нм. Слой, расположенный на большем удалении от поверхности покрытия, имеет бимодальную структуру.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-32-00075 мол_а.

DOI: 10.17223/9785946218412/393

ВЛИЯНИЕ СВАРКИ МОДУЛИРОВАННЫМ ТОКОМ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ СТАЛИ АУСТЕНИТНОГО КЛАССА 12X18H10T

^{1,2}Смирнов А.Н., ³Попова Н.А., ^{3,4}Никоненко Е.Л.,

¹Абабков Н.В., ¹Князьков К.В., ³Конева Н.А.

¹Кузбасский государственный технический университет им. Т.Ф. Горбачева, Кемерово

²ООО «Кузбасский центр сварки и контроля», Кемерово

³Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск

⁴Национальный исследовательский Томский государственный политехнический

Методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии на тонких фольгах проведено исследование структурно-фазового состояния зоны термического влияния сварного шва, выполненного модулированным током (мелкокапельный перенос) на стали аустенитного класса 12X18H10T. Сварка выполнялась на установке УДИ-203 плавящимся электродом марки ЦЛ-11. Режимы сварки: ток и время импульса 75 А, 0.15 сек, ток и время паузы 15 А, 0.45 сек, средний ток при сварке – 42 А (мелкокапельный перенос). Сварка проводилась на плоских образцах размером 200 × 15 × 4 мм³. Рабочая плоскость образца 200 × 15 мм² располагалась по толщине листа. Ширина зоны переплавленного металла не превышала 12 мм, размер зоны термического влияния – не более 5 мм. Исследования выполнялись в зоне термического влияния на расстоянии 1 мм от линии сплавления в сторону основного металла – *зона основного металла* и на расстоянии 0.5 мм в сторону наплавленного металла – *зона наплавленного металла*.

Установлено, что в состоянии перед сваркой матрица стали представляет собой γ -фазу (аустенит), имеющий гранцентрированную кубическую кристаллическую решетку. Морфологически структура стали представляет зерна γ -фазы (аустенита) с различной дефектной структурой: 1) зерна, дефектная структура в которых представлена только сетчатой дислокационной субструктурой, и 2) зерна, в которых наряду с дислокационной субструктурой присутствуют механические (или деформационные) микродвойники в виде пакетов одной, двух и трех систем. Каждый пакет состоит из групп параллельных микродвойников, плотно расположенных, с заполнением объема между ними матричным γ -материалом. Микродвойники обладают ГЦК кристаллической решеткой с параметром, равным параметру кристаллической решетки γ -фазы. Выделение микродвойников происходит по плоскостям {111} γ -фазы (плоскость габитуса).

После сварки модулированным током (мелкокапельный перенос) матрица стали *в зоне основного металла*, как и перед сваркой, представляет собой γ -фазу (аустенит). Однако теперь аустенит (γ -фаза) присутствует в виде зерен четырех типов: 1) зерна, дефектная структура в которых, как и в исходном материале, представлена только сетчатой дислокационной субструктурой; 2) зерна, в которых наряду с дислокационной сетчатой субструктурой присутствуют механические (или деформационные) микродвойники, но преимущественно только одной системы; 3) зерна, в которых дислокационная субструктура фрагментирована, и в стыках и на границах дислокационных фрагментов присутствуют частицы ϵ -мартенсита, и 4) зерна, в которых наряду с дислокационной фрагментированной субструктурой присутствует ϵ -мартенсит, частицы которого находятся на границах микродвойников.

В *зоне наплавленного металла* также матрицей стали являлась γ -фаза (аустенит). Но, в отличие от зоны основного металла, в структуре не встречается зерен γ -фазы, в которых присутствуют только дислокации в виде сеток.

Таким образом, сварка модулированным током (мелкокапельный перенос) приводит к образованию ϵ -мартенсита как в зоне основного (свариваемого) металла, так и в зоне наплавленного металла (металла шва), причем в зоне наплавленного металла фазовое превращение $\gamma \rightarrow \delta \rightarrow \epsilon$ проходит, во-первых, во всех зернах γ -фазы и, во-вторых, более интенсивно.

DOI: 10.17223/9785946218412/394

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНО-ДУГОВОЙ НАПЛАВКИ С ПОДОГРЕВОМ ЭЛЕКТРОДНОЙ ПРОВОЛОКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА НАПЛАВЛЕННЫХ СЛОЕВ

¹Крампит М.А., ¹Кузнецов М.А., ²Данилов В.И., ³Крампит А.Г., ²Шляхова Г.В.

¹ Юргинский технологический институт (филиал) Национального исследовательского Томского политехнического университета, Юрга

² Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

³АО «НПП «Исток» им. Шокина», Фрязино

Одним из самых доступных способов нанесения защитных и упрочняющих слоев из материалов с особыми свойствами на широко распространенные недорогие углеродистые стали является дуговая наплавка в среде защитных газов плавящимся электродом, сочетающая в себе доступность оборудования, высокую производительность и возможность автоматизации. Но существует проблема с фазовым совершенством наплавленного слоя, так как для повышения производительности необходимо увеличивать силу сварочного тока, что в свою очередь приводит к усилению перемешивания и загрязнению слоя основным металлом. Задача может быть решена путем предварительного подогрева электродной проволоки, что позволит снизить силу сварочного тока, а следовательно, уменьшить перемешивающее воздействие дуги на сварочную ванну.

Исследовался процесс наплавки MIG-сваркой антикоррозионного слоя из стали 12Х18Н9Т на сталь 20. Наплавка производилась с обратной связью по напряжению в паузе. Импульс тока накладывался на дежурную дугу при снижении порогового напряжения ниже 16 В или спустя 25 мс. Сначала был наплавлен контрольный валик без подогрева электродной проволоки при следующих параметрах: средний ток - 73.8 А, среднее напряжение - 22.2 В, скорость подачи проволоки - 108 м/ч, что обеспечивало коэффициент расплавления 16.8 г/А·ч., глубину проплавления – 0.57 мм и долю основного металла в наплавке - 15%.

В последующих сериях эксперимента сварочная проволока подогревалась токами 19 А и 22 А до 250 °С и 400 °С соответственно. Варьировались ток и длительность импульса сварочной дуги.

Параметры процессов наплавки при подогреве током 19 А представлены в таблице 1. Подогрев сварочной проволоки позволил увеличить скорость ее подачи в среднем на 35%. При этом удалось в среднем на 50% увеличить коэффициент расплавления и снизить тепловложение: средние значения напряжения и тока заметно уменьшились. Исследование макроструктуры наплавленных валиков показало, что режимы наплавки с подогревом сварочной проволоки позволяют решить основную задачу – повысить фазовое совершенство наплавленных слоев.

Таблица 1. Режимы наплавки. Подогрев 19 А

Номер эксперимента	Средняя сила тока, А	Среднее напряжение, В	Ток импульса, А	Длительность импульса, мс	Скорость подачи проволоки, м/ч	Доля включений основного металла, %	Коэффициент расплавления, г/А ч
1	69.9	20.9	70	5.0	154.8	5.39	25.4
2	68.4	20.9	80	4.0	144	4.83	24.0
3	70.1	21.3	80	5.0	144	4.56	23.5
4	56.8	26.8	100	3.0	144	14.4	29.0

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

Так доля включений основного металла в наплавленном слое, уменьшилась, исключая режим 4, почти в три раза. Кроме того, исследуемые режимы обеспечивают малую глубину проплавления < 0.5 мм и небольшую ширину зоны термического влияния (ЗТВ) ≤ 2 мм. Наилучшие результаты получены при использовании режима 3. Здесь доля включений основного металла наименьшая - 4.56 %, наименьшая глубина проплавления - 0.34 мм, приемлемая ширина ЗТВ - 2.0 мм и достаточно высокий коэффициент расплавления - 23.5 г/А ч. Использование режима 4 нерационально, так как процесс наплавки нестабилен, происходит выгорание легирующих элементов, и значительное перемешивание основного и наплаваемого металла, глубина проплавления достигает 0.71 мм.

В таблице 2 приведены параметры процессов наплавки при подогреве сварочной проволоки током 22 А. По сравнению с предыдущей серией экспериментов ожидаемо увеличились средняя сила тока и среднее напряжение, что позволило увеличить скорость подачи проволоки. При этом коэффициент расплавления практически не изменился, а перемешивание с основным металлом заметно усилилось.

Таблица 3. Режимы наплавки. Подогрев 22 А

Номер эксперимента	Средняя сила тока, А	Среднее напряжение, В	Ток импульса, А	Длительность импульса, мс	Скорость подачи проволоки, м/ч	Доля включений основного металла, %	Коэффициент расплавления, г/А ч
5	73.9	21.4	70	5.0	154.8	8.1	24
6	69.4	22.9	80	4.0	154.8	12.1	25.5
7	69.7	23.1	80	5.0	154.8	8.9	25.4
8	66.1	24.4	100	3.0	144	20.0	24.7

Глубина проплавления при подогреве током 22 А оказалась в полтора-два раза больше, чем в режимах с подогревом током 19 А. Увеличилась и ширина ЗТВ в среднем до 2,5 мм. Наилучшим в данной серии представляется режим 5, где наименьшая глубина проплавления - 0,55 мм, наименьшая ширина ЗТВ - 1,8 мм, наименьшая доля основного металла в наплавленном слое - 8,1 % и достаточно высокий коэффициент расплавления - 24 г/А ч. Однако и он уступает режиму 3, особенно по доле включений основного металла. Режим 8 (сварка с током импульса 100 А), как и в предыдущей серии характеризуется нестабильностью, выгоранием легирующих элементов, большой глубиной проплавления, превышающей 1 мм, и самым большим (20 %) загрязнением наплаваемого слоя основным металлом, которое больше чем в контрольном эксперименте без подогрева. Поэтому данный режим не может быть рекомендован к применению.

Таким образом, наплавка с подогревом электродной проволоки током 19 А позволяет повысить коэффициент расплавления электродного металла в среднем на 40% в сравнении с аналогичным режимом, но без подогрева. Ввод дополнительной энергии для подогрева электродной проволоки снижает необходимую энергию для плавления проволоки и формирования капли. При одинаковой частоте каплепереноса в режимах без подогрева проволоки в импульсе будет происходить как окончательное формирование капли, так и перенос. В режиме с подогревом электродной проволоки капля будет сформирована на этапе паузы, так что требуются меньшие энергетические параметры импульса, который служит только для переноса электродного металла. Эти факторы позволяют увеличить скорость подачи проволоки, уменьшить перемешивание с основным металлом и улучшить геометрические параметры наплаваемого слоя.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.1.2, при частичной поддержке грантом РФФИ № 19-38-50015.

DOI: 10.17223/9785946218412/395

СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ СТАЛИ 12Х18Н9Т ПОСЛЕ ЛЕГИРОВАНИЯ БОРОМ И МЕ(Cr, Ni, Fe) ПРИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКЕ

Бушуева Е. Г., Рябинкина П.А., Батаев В.А.

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

Хромоникелевые аустенитные стали находят широкое применение во многих областях промышленности в качестве конструкционных и инструментальных материалов благодаря благоприятному сочетанию комплекса свойств, такие как - высокая устойчивость к коррозии, технологичность, жаростойкость, относительная дешевизна. Также эти стали популярны в аддитивном производстве и используются в виде порошков. Микроструктура изделий из данных сталей, полученных методами аддитивного производства, состоит из γ -аустенита и δ -феррита. Основными способами получения изделий являются технологии, основанные на плавлении порошка с использованием высокоэнергетических источников. Однако аддитивное производство изделий из железуглеродистых сплавов столкнулось с рядом проблем. Так, например, основным элементом нержавеющей стали – железо, и ее первичный легирующий элемент – хром, имеют высокое сродство к кислороду, что приводит к значительному окислению при нормальных условиях обработки [1]. Такое окисление приводит к возникновению явлений комкования из-за присутствия загрязняющих оксидных слоев на поверхности расплава [2]. Чаще всего для формирования стальных изделий используется метод лазерного спекания. Однако готовые изделия характеризуются повышенной пористостью [3,4]. Микроструктура деталей гетерогенна, не имеет эпитаксиальной морфологии и содержит тонкие карбидные сетки. Наиболее благоприятная микроструктура может быть сформирована при селективном лазерном спекании [2] или методом электроннолучевого плавления [5, 6, 7].

Также следует отметить, что существенным недостатком стали данного класса является низкое сопротивление воздействию абразивных частиц. Поэтому изделия, сформированные из этой стали при использовании аддитивных технологий могут иметь низкую износостойкость.

Следовательно, целью исследования может быть изучение влияния технологии получения материала на основе стали 12Х18Н9Т, в частности электронно-лучевая обработка, на качество, структуру, износостойкость свойства.

Результаты металлографических исследований образцов показали, что при использовании разных смачивающих компонентов структура покрытия значительно отличается.

Результаты металлографических исследований свидетельствуют о высоком качестве сформированных покрытий. В структуре модифицированных слоев отсутствуют дефекты в виде пор, газовых раковин, трещин, встречающиеся при реализации металлургических процессов в ходе наплавки. Установлено, что с увеличением тока пучка электронов от 22 до 24 мА толщина покрытия увеличивается от 2,3 до 3 мм.

При наплавке порошка аморфного бора в поверхностных слоях хромоникелевой аустенитной стали формируются покрытия с расположением боридов в пластинчатой эвтектике, содержание которой разное при изменении смачивающего компонента. Минимальное количество при использовании железа (доля эвтектики около 10%), максимальное при использовании никеля (80%). Данная структура, состоящая из пластин высокопрочных боридов хрома и пластичного γ -твердого раствора на основе железа способствует повышению жаростойкости наплавленных слоев, и износостойкости. Рентгенофазовый анализ подтверждает металлографические исследования.

Результаты исследования микротвердости сформированных покрытий показывают различие в микротвердости смежных микрообъемов упрочненного слоя превышает ~600 МПа.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

Максимальная микротвердость (1200 МПа) характерна для покрытий, наплавленных при использовании железа в качестве смачивающего компонента, минимальная (700 МПа) для никеля. Это объясняется значительным увеличением доли эвтектики в структуре покрытия.

Формирование плотного боридного слоя на поверхности хромоникелевой стали благоприятно отражается на поведении материала в процессе изнашивания. При изнашивании в условиях воздействия закрепленных частиц абразива зафиксировано повышение износостойкости наплавленных покрытий в 2-5 раза, в зависимости от смачивающего компонента, по сравнению с износостойкостью основного металла.

Вневакуумная электронно-лучевая наплавка борсодержащих порошковых смесей и разных смачивающих компонентов на хромоникелевую аустенитную сталь 12X18H9T позволяет сформировать износостойкие покрытия толщиной до 3мм. В условиях воздействия закрепленными частицами абразива относительная износостойкость упрочненных слоев в 2-5 раза превышает износостойкость хромоникелевой стали 12X18H9T. Наилучшие показатели характерны для покрытий, полученных при наплавке с использованием железа в качестве смачивающего компонента.

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.610.21.0013, идентификатор проекта RFMEFI61017X0013).

1. Das S. Physical Aspects of Process Control in Selective Laser Sintering of Metals // *Advanced Engineering Materials*. – 2003. – Vol. 5, iss. 10. – P. 701-711
2. Gu D., Shen Y. Balling phenomena in direct laser sintering of stainless steel powder: Metallurgical mechanisms and control methods // *Mater. Design*. – 2009. – Vol. 30, iss. 8. – P. 2903-2910
3. Investigation on multi-layer direct metal laser sintering of 316L stainless steel powder beds / W. O'Neill, C.J. Sutcliffe, R. Morgan, A. Landsborough, K.K.B. Hon // *CIRP Annals - Manufacturing Technology*. – 1999. – Vol. 48, iss. 1. – P. 151-154
4. Simchi A., Pohl H. Effects of laser sintering processing parameters on the microstructure and densification of iron powder // *Mat. Sci. Eng. A*. – 2003. – Vol. 359, iss. 1-2. – P. 119-128
5. Additive manufacturing of 316L stainless steel by electron beam melting for nuclear fusion applications / Y. Zhong, L.E. Rännar, L. Liu, A. Koptug, S. Wikman, J. Olsen, D. Cui, Z. Shen // *Journal of Nuclear Materials*. – 2017. – Vol. 486, iss. – P. 234-245
6. Wanjara P., Brochu M., Jahazi M. Electron beam freeforming of stainless steel using solid wire feed // *Mater. Design*. – 2007. – Vol. 28, iss. 8. – P. 2278-2286
7. Almangour B., Grzesiak D., Yang J.M. Rapid fabrication of bulk-form TiB₂/316L stainless steel nanocomposites with novel reinforcement architecture and improved performance by selective laser melting // *J. Alloy. Compd.* – 2016. – Vol. 680, iss. – P. 480-493

DOI: 10.17223/9785946218412/396

**ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУР ЗОНЫ ТЕРМИЧЕСКОГО ВЛИЯНИЯ
НЕРАЗЪЕМНОГО СОЕДИНЕНИЯ, ПОЛУЧЕННОГО АВТОМАТИЧЕСКОЙ
СВАРКОЙ ПОД СЛОЕМ ФЛЮСА ПОРОШКОВОЙ ПРОВОЛОКОЙ С ТЕРМИТНЫМ
НАПОЛНИТЕЛЕМ**

¹Абашкин Е.Е., ¹Жилин С.Г., ¹Комаров О.Н.

¹*Институт машиноведения и металлургии ДВО РАН, Комсомольск-на-Амуре*

Формирование прочного неразъемного соединения стальных элементов конструкций при минимальных энергетических и материальных затратах представляется актуальной производственной задачей. Достижение высоких прочностных характеристик таких соединений возможно в процессе сварки с использованием агрегатов автоматической дуговой сварки под слоем флюса (АДФ), преимуществами которых являются: высокая технологичность, независимость от квалификации исполнителя работ, защищенность сварочной ванны от взаимодействия с окружающей средой, потери на угар и разбрызгивания и др. Для реализации процесса используются непрерывные электроды в виде проволоки сплошного сечения или порошковых проволок в виде трубки с сердечником из смеси минералов, ферросплавов, специальных химических добавок и др.

Однако, в ряде случаев, даже при сварке низкоуглеродистых и низколегированных сталей для обеспечения химической однородности, конструктивной прочности и объема наплавленного металла приходится увеличивать энергоемкость и число проходов электродом зон стыка, что приводит к потерям в качестве соединения. Требуемая прочность соединения достигается, как правило, при значительном количестве проходов электрода с уменьшением вводимой энергии электрической дуги, что приводит к образованию множества слоев в структуре шва, отличающегося мелким размером зерна. Теплофизические особенности формирования зоны сплавления в значительной степени определяют иерархию структуры металла зоны термического влияния в направлении от центра шва к периферии с характерными участками перегрева, перекристаллизации и т.д. Существенные различия структур и размеров зерна отмеченных выше участков зоны термического влияния также во многом зависят от скорости отведения тепла при остывании получаемого неразъемного соединения. Традиционно считается, что минимизация протяженности зона сварного шва приводит к формированию надёжного и качественного сварного соединения [1].

Возможность реализации ресурсоэффективного способа получения неразъемного соединения элементов, выполненных из низкоуглеродистых и низколегированных сталей, с обеспечением требуемых прочностных и материаловедческих характеристик видится в использовании порошковой проволоки с алюмотермитным наполнителем для агрегатов АДФ [2]. Наполнитель такой проволоки преимущественно состоит из смеси фракций металлической окалины и алюминиевого сплава с добавлением лигатур. Значительная доля компонентов порошкового наполнителя является промышленными отходами. Применение такой порошковой проволоки обусловлено возможностью внесения доли тепла в процесс нагрева зоны соединения деталей за счет экзотермической окислительно-восстановительной реакция, в ходе которой происходит восстановление железа из окалины с получением термитной стали [3, 4]. Таким образом реализуется возможность использования энергий электрической дуги и алюмотермитной реакции в ходе получения неразъемного соединения. Дополнительная тепловая энергия экзотермической реакции способствует равномерному наполнению сварочной ванны, а дополнительные теплоизоляционные свойства образовавшегося за счет такой реакции шлака приводят к более медленному, но более равномерному затвердеванию (кристаллизации) материала шва. Кроме того, применение процесса направлено на сокращение производственных издержек, связанных с рядом подготовительных операций: обработкой поверхности, прокатки сварочных материалов и др. Серией предварительных экспериментов установлено, что при использовании АДФ агрегата с

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

порошковой алюмотермитной проволокой в результате замедленного теплоотведения от соединения возможно снижение уровня остаточных напряжений без потерь прочности металла зоны термического влияния [5].

В связи с отмеченным выше целью эксперимента стало определение эффективного теплового режима воздействия на зону сплавления элементов металлоконструкции из углеродистых сталей, получаемого при совместном электродуговом и алюмотермическом воздействии на формирование структуры и физико-механических свойств наплавленного металла и зоны термического влияния.

В рамках поставленной цели решались следующие задачи:

- получение сварного соединения пластин из Ст3сп и стали 45 «за один проход» электрода в виде алюмотермитной порошковой проволоки при различных параметрах теплового воздействия в автоматическом режиме сварки под флюсом;

- исследование структуры зон шва и термического влияния, зонального и химического составов;

- определение физико-механических свойств получаемых соединений;

- на основании комплекса полученных результатов исследований определение наиболее технологически приемлемого теплового режима соединения пластин из углеродистых сталей сваркой АДФ агрегатом проволокой сплошного сечения.

В результате проведенных экспериментов установлено, что достижение прочностных характеристик материала шва $\sigma_b = 360\div 470$ МПа и $\sigma_t = 250\div 350$ МПа, наплаваемого на пластины из Ст3сп, достигается при тепловой мощности дуги $q = 7,5\div 8,8$ кДж/с и скорости перемещения электрода $V = 16\div 22$ м/ч. В зоне термического влияния образуется феррито-перлитная структура. Длина зоны термического влияния составила 10 миллиметров. Размер зерна структуры металла полученного соединения уменьшается от центра к периферии.

При получении соединений пластин из стали 45 результаты $\sigma_b = 598$ МПа и $\sigma_t = 417$ МПа достигаются при использовании диапазона значений тепловой мощности дуги $q = 9,5$ кДж/с и скорости перемещения электрода $V = 20$ м/ч. Характер разрушения образцов – вязкий. В зоне термического влияния образуется феррито-перлитная структура. Длина зоны термического влияния составила 14 миллиметров. Размер зерна в зоне нормализации резко уменьшается, это обуславливается режимом теплового воздействия и склонностью к самозакаливанию стали 45.

*Работа выполнена в рамках государственного задания № 075-00414-19-00

1. Лившиц, Л.С. Металловедение сварки и термическая обработка сварных соединений / Л. С. Лившиц, А. Н. Хакимов – 2-е изд. Перераб. и доп. – М. : Машиностроение, 1989. – 336 с.
2. Абашкин Е.Е., Комаров О.Н., Жилин С.Г., Предеин В.В., Ткачева А.В., Панченко Г.Л. Порошковая проволока // патент на изобретение RUS 2675876 29.12.2017
3. Абашкин Е.Е., Жилин С.Г., Комаров О.Н., Богданова Н.А. Влияние теплового режима на напряженно-деформированное состояние элементов неразъемной металлоконструкции, полученных при электродуговом и алюмотермитном воздействиях // Вестник Чувацкого государственного педагогического университета им. И.Я. Яковлева. Серия: Механика предельного состояния. 2018. № 3 (37). С. 58-68.
4. Абашкин Е.Е., Жилин С.Г., Комаров О.Н., Ткачева А.В. Влияние теплового режима совместного электродугового и алюмотермического воздействия на формирование структуры и свойств наплаваемого металла // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. 2018. Т. 20. № 2. С. 62-74.
5. Абашкин, Е.Е. Температурные напряжения пластины / Е. Е. Абашкин, М. Каинг, А. В. Ткачева // Вестник ЧГПУ им. И.Я. Яковлева Серия: Механика предельного состояния, 2016. – № 4 (30). – С. 24 – 32.

DOI: 10.17223/9785946218412/397

КОМПЛЕКСНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТАВА ВЫСОПРОЧНЫХ ЛАЗЕРНЫХ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 1420.

¹Маликов А.Г., ¹Оришич А.М., ^{1,2}Карпов Е.В.

¹*Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, Новосибирск*

²*Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН, Новосибирск*

Алюминиево-литиевые сплавы обладают малой плотностью, повышенным модулем упругости и высокой прочностью по сравнению с обычными алюминиевыми сплавами и являются перспективными материалами для авиакосмической промышленности. В последнее время возникает повышенный интерес к среднепрочным алюминиево-литиевым сплавам системы Al-Mg-Li, которые являются коррозионностойкими трещиностойкими, имеют чрезвычайно низкую плотность и обладают способностью надежно свариваться [1].

В данной работе, в продолжение исследований [2,3], проведена серия экспериментальных работ по оптимизации процесса термической постобработки (закалка и искусственное старение) лазерных сварных соединений алюминиево-литиевых сплавов 1420 и 1424 системы Al-Mg-Li по температурным и временным характеристикам с целью получения значений предела прочности, предела текучести и предельного относительного удлинения, близких к соответствующим характеристикам основного сплава или равных им.

Проведены малоцикловые испытания термообработанных сварных соединений на пульсирующее растяжение при различных амплитудах нагрузки, при температурах -60, +20, +85 °С. Исследована структура поверхностей разрушения сварных швов с термообработкой и без нее после растяжения при различных амплитудах нагрузки, при повышенных и пониженных температурах.

В результате для образцов сварных соединений алюминиево-литиевого сплава 1420 системы Al-Mg-Li установлены закономерности изменения предела прочности, предела текучести и относительного удлинения от температурных и временных характеристик процесса термообработки в виде закалки и искусственного старения. Закономерности поведения кривых показывают наличие ярко выраженных максимумов и минимумов в зависимости от температурных и временных характеристик процесса термообработки.

Для сварных соединений сплава 1420 системы Al-Mg-Li режимы достижения механических характеристик (предела прочности, предела текучести), превышающие соответствующие характеристики основного сплава или равные им составили: закалка при температуре 490 °С с выдержкой 30 мин с последующим искусственным старением при температуре 170 °С с выдержкой 16 часов. Установлено изменение структурно-фазового состава образцов со сварным соединением. При оптимальных режимах термообработки в твердом растворе сварного шва для сплава 1420 системы Al-Mg-Li формируется упрочняющая фаза δ' (Al₃Li). Тем самым управляя параметрами термической обработки образцов со сварным соединением, возможно, целенаправленно влиять на формирование заданных механических свойства сварного шва за счет изменения структурно-фазового состава сварного шва.

Впервые для образцов со сварным соединением сплава 1420 системы Al-Mg-Li построены 3D-карты механических свойств (предела прочности, предела текучести, предельного относительного удлинения) в зависимости от температуры и времени старения.

Сравнение изломов сварных соединений без термообработки и с термообработкой показало, что при температуре испытаний T=85 °С на поверхности излома после усталостного растяжения присутствуют террасы, прилегающие к газовым порам. При температуре испытаний T=20 и -60 °С с необработанным швом отсутствует разрыв по границе шва и ЗТВ, характерный для термообработанного шва, где он наблюдается на значительной части поверхности излома, при необработанном шве разрушение всегда проходило внутри шва.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

В результате сравнения циклического нагружения сварных соединений без термообработки и с термообработкой установлено, что при $T=85\text{ }^{\circ}\text{C}$ для термообработанного сварного шва резко снижается усталостная долговечность по сравнению с не термообработанным. У обработанного и у необработанного шва при $T=-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ не отмечается отрицательного влияния низкой температуры на усталостную долговечность. При температуре испытаний $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ предельное число циклов для необработанного шва составило 14000, а для обработанного шва при той же начальной деформации и температуре испытаний предельное число циклов равно 22000.

На основе полученных результатов можно предположить, что высокопрочные сварные соединения из сплава 1420 системы Al-Mg-Li, можно применять в неотвественных сварных изделиях, работающих в интервале температур 20; $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$

1. Abd El-Aty A, Xu Y, Guo X, Zhang SH, Ma Y, Chen D. Strengthening mechanisms, deformation behavior, and anisotropic mechanical properties of Al-Li alloys: A review. // J. Adv. Res. 2018 V.10 P.49–67. doi:10.1016/j.jare.2017.12.004
2. Оришич А. М., Маликов А. Г., Карпов Е. В. и др. Исследование влияния закалки на прочностные свойства сварных соединений алюминиевых сплавов системы Al-Mg-Li, выполненных методом лазерной сварки // Международная конференция "Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций"; X Международная конференция "Химия нефти и газа": тезисы докладов. Томск. 2018. С. 524-525. DOI: 10.17223/9785946217408/338
3. Маликов А. Г., Оришич А. М., Карпов Е. В. Малоцикловые испытания лазерных сварных соединений алюминий-литиевых на пульсирующее растяжение при повышенных и пониженных температурах // Международная конференция "Перспективные материалы с иерархической структурой для новых технологий и надежных конструкций"; X Международная конференция "Химия нефти и газа": тезисы докладов. Томск. 2018. С. 517. DOI: 10.17223/9785946217408/332

Благодарность

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда проект №17-79-20139.

DOI: 10.17223/9785946218412/398

РЕЗКА АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ ИЗЛУЧЕНИЕМ ИМПУЛЬСНО-ПЕРИОДИЧЕСКОГО СО₂-ЛАЗЕРА С МОДУЛЯЦИЕЙ ДОБРОТНОСТИ В УСЛОВИЯХ РАЗВИТОГО ИСПАРЕНИЯ МАТЕРИАЛА

Шулятьев В.Б., Оришич А.М.

Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН, Новосибирск

Алюминиевые сплавы широко используются в авиационной промышленности и других отраслях благодаря относительно высокой прочности при малом удельном весе и коррозионной стойкости. Преимуществами лазерной резки листовых материалов является сочетание высокой скорости и высокого качества обработки, и качественная алюминиевая резка алюминиевых сплавов является актуальной задачей. Лазерная резка алюминия и сплавов затруднена из-за высокого коэффициента отражения и высокой теплопроводности материала. Поэтому для резки алюминия требуется большая мощность, чем для металлов с меньшей теплопроводностью. Большой поток тепла в материал создаёт значительную зону термического влияния и затрудняет получение качественного реза. Для уменьшения ЗТВ и шероховатости приходится обеспечивать большой расход технологического газа для удаления расплава из канала реза. Затраты на технологический газ могут составлять большую часть всех затрат на лазерную резку.

При резке алюминиевых сплавов непрерывным лазерным излучением проводят тщательную многопараметрическую оптимизацию процесса резки для получения реза с минимальной шероховатостью [1], исследуются характеристики реза в зависимости от химического состава материала [1, 2], рода технологического газа и способа формирования струи газа [2]. Во всех случаях для достижения приемлемого качества реза необходим высокий расход технологического газа. Это связано с тем, что единственным механизмом удаления расплава с фронта и из канала реза является силовое действие потока газа – расплав течёт по фронту реза и затем срывается с нижней кромки под действием сил давления и вязкого трения.

Цель настоящей работы – исследование лазерной резки алюминиевых сплавов импульсно-периодическим излучением с высокой пиковой мощностью, когда создаются условия для развитого испарения материала. При этом на поверхность расплава действует сила, вызванная импульсом отдачи паров, и расплав может выбрасываться из области взаимодействия в виде капель. Это создаёт дополнительный механизм удаления расплава с фронта и из канала реза.

Исследовалась лазерная резка алюминиевых сплавов излучением импульсно-периодического СО₂-лазера с механической модуляцией добротности с максимальной средней мощностью 4,5 кВт [3], который позволяет генерировать последовательность импульсов с пиковой мощностью до 150 кВт. При этом обеспечивается режим развитого испарения и оптический пробой вблизи поверхности мишени.

Разрезались листы из авиационных алюминиевых сплавов с содержанием лития 1420 и 1441 толщиной 1 и 1,5 мм. Структура поверхности реза и характер зависимости шероховатости поверхности от давления существенно различны при резке непрерывным и импульсно-периодическим излучением. На рис. 1 показана поверхность реза листа из сплава 1441 толщиной $t = 1$ мм при резке импульсно-периодическим излучением при частоте следования импульсов 40 кГц и непрерывным излучением при одинаковой средней мощности W излучения, скорости V , давлении P воздуха в форкамере лазерного резака и фокусном расстоянии линзы $F = 63,5$ мм.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

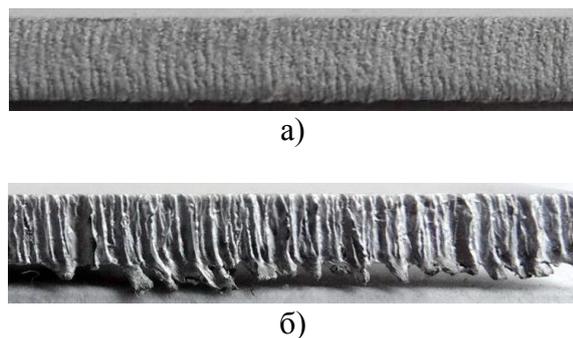


Рис. 1. Поверхность реза сплава 1441, $t = 1$ мм, $W = 1,4$ кВт, $V = 1,5$ м/мин, $P = 0,5$ кг/см², а) – импульсно-периодическое излучение, б) – непрерывное излучение.

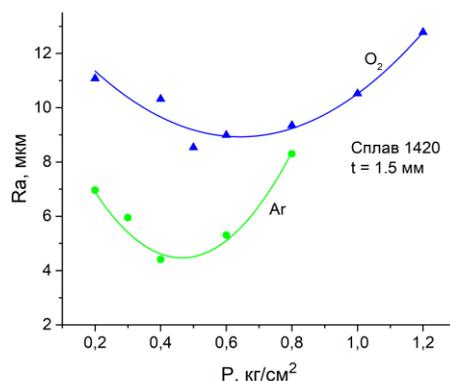


Рис. 2. Зависимость шероховатости поверхности от давления технологического газа при резке сплава 1420 импульсно периодическим излучением, $t = 1,5$ мм, $W = 1,4$ кВт, $f = 40$ кГц, $V = 1,1$ м/мин, $F = 127$ мм.

При резке непрерывным излучением наблюдается ясно выраженная бороздчатая структура с высокой шероховатостью и грат – затвердевший расплав на нижней кромке реза. При резке импульсно периодическим излучением поверхность имеет иную структуру – грат отсутствует, бороздчатая структура выражена слабо, поверхность имеет зернистую структуру, шероховатость поверхности значительно ниже. При резке импульсно периодическим излучением часть расплава выбрасывается с фронта реза в виде капель и выносится из канала реза. Часть расплава оседает в виде капель на поверхности реза, что и обуславливает его структуру. По фронту течёт значительно меньше расплава, чем при резке непрерывным режимом, поэтому борозды менее выражены, грат практически отсутствует.

На рис. 2 показана зависимость шероховатости поверхности R_a (арифметическое среднее высоты неоднородностей) от давления технологического газа в форкамере лазерного резака для кислорода и аргона. Зависимости имеют выраженный минимум, в то время как при резке непрерывным излучением при отсутствие развитого испарения, когда единственным механизмом удаления расплава является выдувание его струёй газа, зависимость является монотонной – шероховатость уменьшается с ростом давления и расхода газа. Минимум достигается при давлении газа в камере резака $0,5...0,6$ кг/см², в то время как при резке непрерывным излучением для достижения безгратового качественно реза необходимо давление $5...7$ кг/см². Применение для резки алюминиевых сплавов импульсно-периодического CO_2 -лазера с высокой пиковой мощностью позволяет существенно снизить расход технологического газа при получении качественного реза.

1. M. Sharifi, M. Akbari. Experimental investigation of the effect of process parameters on cutting region temperature and cutting edge quality in laser cutting of AL6061T6 alloy. *Optik*. 2019. V. 184. P. 457-463.
2. A. Rivero, F. Quintero, J. del Val, M. Boutinguiza, D. Wallerstein, R. Comesana, F. Lusquinos, J. Pou., Laser cutting of aluminium alloy 2024-T3. *Procedia Manufacturing*. 2017. V. 13. P. 396-401.
3. А.Н. Малов, А.М. Оришич, В.Б. Шулятьев. Мощный импульсно-периодический CO_2 -лазер с механической модуляцией добротности и его применение для исследований в аэродинамических установках. *Квантовая электроника*. 2011. Т. 41. №. 11. С. 1027 – 1032.

DOI: 10.17223/9785946218412/399

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ СВАРКИ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА CoCrFeNiMn-0.9%С

Шайсултанов Д.Г., Степанов Н.Д., Высоцкий И.В., Жеребцов С.В.

Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород

В последнее время значительное внимание исследователей привлекают многокомпонентные сплавы приблизительно эквивалентных композиций, получившие устойчивое название высокоэнтропийных сплавов (ВЭСов). Согласно оригинальному определению, ВЭСы – это сплавы, которые содержат 5 и более элементов в эквимольных концентрациях с содержанием каждого элемента от 5 до 35 ат.% [1]. Многочисленные исследования продемонстрировали, что ВЭСы могут обладать рядом привлекательных свойств, включающих в себя высокую твердость, износостойкость, коррозионную стойкость, хорошим сочетанием прочности и пластичности при комнатной температуре, высокой прочностью при повышенных температурах [2–10].

На сегодняшний день одним из хорошо изученных сплавов является эквивалентный сплав CoCrFeNiMn, имеющий однофазную структуру твердого раствора с гранцентрированной кубической (ГЦК) решеткой. Сплав демонстрирует высокую пластичность при комнатной температуре и удивительно высокие прочностные и пластические свойства при криогенных температурах – предел текучести и пластичность в 2 раза выше, чем при комнатной температуре [2,3]. Известно, что свойства сплава могут быть улучшены как за счет термомеханической обработки [11], так и за счет дополнительного легирования [11–13] В качестве потенциального легирующего элемента особое внимание привлекает такой элемент внедрения как углерод [11,12], поскольку приводит к значительному упрочнению твердого раствора и может использоваться для изменения механизма деформации из-за сильного влияния на энергию дефекта упаковки ГЦК матрицы [11].

Между тем, высокий уровень механических свойств не является единственной и важной характеристикой для возможного применения любого конструкционного материала. Возможность применения в ВЭСах такого технологического процесса как сварка, также имеет важное значение. Одним из универсальных технологий, имеющих большие перспективы в различных отраслях производства, является сварка трением с перемешиванием (СТП). СТП показала высокую эффективность для создания высококачественных и высокопрочных неразъемных соединений различной геометрии из стали, алюминиевых, медных, титановых и жаропрочных сплавов. Использование такого метода получения сварных соединений из ВЭСов может позволить существенно расширить области их применения. Однако отсутствие информации о влиянии сварки трением с перемешиванием на микроструктуру и механические свойства сварных швов из ВЭСов затрудняет разработку режимов сварки для получения высокопрочных и высококачественных соединений.

В данной работе был использован сплав CoCrFeNiMn–0,9%С (ат.%), полученный методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС). В качестве исходного материала использовалась смесь порошков: оксиды из выбранных элементов (NiO, Cr₂O₃, Co₃O₄, Fe₂O₃, MnO₂), чистый углерод (С) и Al, необходимый для воспламенения. Перед сваркой трением с перемешиванием литой сплав подвергался холодной прокатке до 80% и отжигу при 900°С в течение 1 часа для получения однородной, мелкозернистой структуры. Структура сплава после отжига состояла из рекристаллизованной ГЦК-матрицы со средним размером зерна 9,2 мкм и мелких карбидов типа M₂₃C₆ объемной долей 2%. Сварка осуществлялась на воздухе с использованием инструмента на основе WC-Co. Скорость перемещения инструмента соответствовало 100 мм/мин, а частота вращения - 600 об/мин, 800 об/мин и 1000 об/мин. Полученные сварные соединения не имели видимых дефектов. Микроструктура сплава после СТП состояла из относительно равноосных зерен. Установлено, что увеличение частоты оборотов от 600 об/мин до 1000 об/мин приводило к росту среднего

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

размера зерна в зоне перемешивания (ЗП) от $3,2 \pm 0,7$ мкм до $4,6 \pm 2,4$ мкм, соответственно. Во всех состояниях в ЗП, подобно зоне основного материала (ОМ), находились частицы карбидов типа $M_{23}C_6$. При 1000 об/мин объемная доля карбидов составила $\sim 7\%$.

Механические свойства сварных соединений оценивались по результатам измерения микротвёрдости и испытаний на растяжение. Показано, что во всех состояниях ЗП демонстрирует высокую твердость по сравнению с основным материалом. Так, максимальное значение твердости в зоне шва составило 260 HV (600 об/мин), а в основном материале – 180HV. Вероятно, повышение твердости связано с уменьшением размера зерна в зоне сварки в соответствии с механизмом Холла-Петча. Результаты испытаний на растяжение поперечных образцов после СТП показали довольно близкие значения предела прочности с основным материалом ($\sigma_B=683$ МПа - ОМ и $\sigma_B=690-698$ МПа после СТП), но разные значения относительного удлинения - 70% и $\sim 30\%$, соответственно. Максимальные прочностные свойства в продольном направлении наблюдаются при сварке 600 об/мин. Так, $\sigma_{0,2}$ и σ_B равны 644МПа и 790МПа, соответственно, а $\delta = 21\%$. Повышение частоты до 800 об/мин ведет к снижению предела текучести (552 МПа) и предела прочности (756МПа), а также повышению пластичности (30%). При частоте 1000 об/мин пластичность возрастает до 60%, а прочностные свойства снижаются до значений 440МПа ($\sigma_{0,2}$) и 723МПа (σ_B). Изменение прочностных и пластических свойств коррелирует с изменением размера зерен, зависимости от доли частиц карбидов не наблюдается.

1. Yeh J.-W. Recent Progress in High-Entropy Alloys // *Ann. Chim.* 2006. Vol. 31. P. 633–648.
2. Cantor B. et al. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys // *Mater. Sci. Eng. A.* 2004. Vol. 375–377, № 1-2 SPEC. ISS. P. 213–218.
3. Otto F. et al. The influences of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy // *Acta Mater.* 2013. Vol. 61, № 15. P. 5743–5755.
4. Stepanov N.D. et al. Structure and mechanical properties of a light-weight AlNbTiV high entropy alloy // *Mater. Lett. Elsevier*, 2015. Vol. 142. P. 153–155.
5. Senkov O.N. et al. Oxidation behavior of a refractory NbCrMo0.5Ta0.5TiZr alloy // *J. Mater. Sci.* 2012. Vol. 47, № 18. P. 6522–6534.
6. Senkov O.N. et al. Refractory high-entropy alloys // *Intermetallics*. Elsevier Ltd, 2010. Vol. 18, № 9. P. 1758–1765.
7. Senkov O.N. et al. Development of a refractory high entropy superalloy // *Entropy*. 2016. Vol. 18, № 3. P. 1–13.
8. Senkov O.N. et al. Mechanical properties of Nb₂₅Mo₂₅Ta₂₅W₂₅ and V₂₀Nb₂₀Mo₂₀Ta₂₀W₂₀ refractory high entropy alloys // *Intermetallics*. Elsevier Ltd, 2011. Vol. 19, № 5. P. 698–706.
9. Wu Z. et al. Recovery, recrystallization, grain growth and phase stability of a family of FCC-structured multi-component equiatomic solid solution alloys // *Intermetallics*. 2014. Vol. 46. P. 131–140.
10. Wu Y.D. et al. Phase composition and solid solution strengthening effect in TiZrNbMoV high-entropy alloys // *Mater. Des.* 2015. Vol. 83. P. 651–660.
11. Stepanov N.D. et al. Effect of thermomechanical processing on microstructure and mechanical properties of the carbon-containing CoCrFeNiMn high entropy alloy // *J. Alloys Compd.* Elsevier B.V, 2017. Vol. 693. P. 394–405.
12. Stepanov N.D. et al. Effect of carbon content and annealing on structure and hardness of the CoCrFeNiMn-based high entropy alloys // *J. Alloys Compd.* 2016. Vol. 687, № September. P. 59–71.
13. Stepanov N.D. et al. Effect of Al on structure and mechanical properties of Fe-Mn-Cr-Ni-Al non-equiatomic high entropy alloys with high Fe content // *J. Alloys Compd.* Elsevier B.V, 2019. Vol. 770. P. 194–203.

DOI: 10.17223/9785946218412/400

СРАВНЕНИЕ ПРОЧНОСТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МЕТАЛЛА ШВА СО СЛОИСТОЙ СТРУКТУРОЙ, ПОЛУЧЕННОГО СВАРКОЙ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ, С ХАРАКТЕРИСТИКАМИ ПОСЛОЙНО НАПЛАВЛЕННОГО МЕТАЛЛА

¹Калашникова Т.А., ¹Утяганова В.Р., ¹Калашников К.Н.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

В настоящее время важной задачей для развития сварки трением с перемешиванием (СТП) является изучение формирования слоистой структуры в зоне перемешивания сварного соединения. В работах [1, 2], исследован характер переноса материала инструментом при сварке трением с перемешиванием на примере формирования слоев переноса в результате адгезионного взаимодействия пары «алюминиевый сплав – сталь» при трении скольжения. Такой массоперенос происходит в твердом состоянии и представляется интересным сравнить его характеристики с материалом со слоевой структурой, полученной при аддитивной наплавке. Аддитивное производство изделий из алюминиевых сплавов является одним из новых направлений, однако, уже сейчас можно выделить основные особенности формирования слоистой структуры в жидкой фазе. Граница между последовательно перенесенными слоями при аддитивной наплавке на макроуровне аналогична границе между «луковыми кольцами» при сварке трением с перемешиванием. Ключевой особенностью этих методов является послойное нанесение металла.

Для изготовления изделий электронно-лучевой аддитивной технологией используется металлическая проволока, которая подается специальным устройством. В условиях вакуума проволока попадает под электронный луч, формирующий ванну расплава, и с перемещением стола формирует слой наплавленного материала. Далее, перемещаясь по оси Z, путем нанесения материала слой за слоем формируется изделие. Перенос металла в процессе сварки трением с перемешиванием осуществляется по частям, которые затем последовательно соединяются в зоне перемешивания. Слой пластифицированного металла за счет адгезии материала к инструменту при его движении вперед и одновременном вращении переносится в зону за инструментом, где происходит взаимодействие с ранее перенесенным металлом шва и их соединение.

Для сравнения прочностных характеристик металла шва со слоистой структурой, полученного сваркой трением с перемешиванием, с характеристиками послойно наплавленного металла были получены образцы из алюминиевого сплава АМг5 электронно-лучевой аддитивной технологией и СТП соединения из алюминиевых сплавов 01570 и АМг5. В таких образцах с использованием оптического микроскопа исследовалась микроструктура, были проведены испытания на растяжения.

В результате проведенных работ было выявлено, что, несмотря на схожую слоистую структуру, образованную при сварке трением с перемешиванием и аддитивном производстве, данные процессы различны по структуре и механическим свойствам, полученных образцов.

Процесс сварки трением с перемешиванием сопровождается твердофазным формированием структуры. Слоистая структура зоны перемешивания представлена измельченными зёрнами, формой близкой к равноосной. Прочность соединений, полученных данным методом, составляет 367-385 МПа и 320 МПа для сплавов 01570 и АМг5, соответственно.

В случае жидкофазного массопереноса, образованные слои представлены в основном дендритной структурой. Прочность образцов, полученных аддитивным методом, в 1,5-1,8 раза меньше, чем в образцах полученных сваркой трением с перемешиванием.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

1. Tarasov S. Yu. Adhesion transfer in sliding a steel ball against an aluminum alloy / S. Yu. Tarasov, A. V. Filippov, E. A. Kolubaev, T. A. Kalashnikova // Tribology International. 2017. V. 115. P. 191–198.

2. Tarasov S. Y. A proposed diffusion-controlled wear mechanism of alloy steel friction stir welding (FSW) tools used on an aluminum alloy / S. Y. Tarasov, V. E. Rubtsov, E. A. Kolubaev // Wear. 2014. V. 318. P. 130-134.

DOI: 10.17223/9785946218412/401

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ СПЛАВА «WC - Ni₃Al» ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ ВНЕ ВАКУУМА

¹Крылова Т.А., ¹Чумаков Ю.А., ²Домаров Е.В., ²Корчагин А.И.

¹ *ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН), Томск*

² *ФГБУН Институт ядерной физики Сибирского отделения Российской академии наук (ИЯФ СО РАН), Новосибирск*

Научные коллективы большинства развитых стран мира ведут разработки, направленные на создание новых материалов с целью их применения в авиационной и космической промышленности, автомобильной, станко- и судостроительной отраслях, химическом производстве и ядерной энергетике. Весьма перспективными в этом плане являются интерметаллидные сплавы, среди которых алюминиды никеля, в частности Ni₃Al, вызывают наибольший интерес у исследователей, что обусловлено их повышенной температурой плавления, высокой химической стойкостью низкой плотностью. Для алюминиды Ni₃Al помимо указанных свойств характерна аномальная зависимость предела текучести от температуры нагрева. Однако широкому применению в промышленности препятствует ряд особенностей алюминидов никеля, в первую очередь – низкий уровень пластичности и трещиностойкости. Одним из путей решения данной проблемы может быть получение композиционных покрытий на поверхности интерметаллидных сплавов на основе фаз Ni₃Al для улучшения их свойств, используя принципы экономного легирования тугоплавкими соединениями с применением высокоэнергетического пучка электронов выведенного в атмосферный воздух. Применение высокоэнергетического электронного пучка релятивистских электронов позволит выйти на новый уровень получения композиционных материалов на интерметаллидных сплавов на основе Ni₃Al. Проведен большой цикл работ по поверхностному модифицированию стальных образцов с применением вневакуумной электронно-лучевой наплавки. Так же имеется ряд работ по легированию титановых и алюминиевых сплавов. Исследования влияния электронно-лучевого воздействия вне вакуума на другие материалы рассмотрено в единичных работах. Все проведенные ранее работы по поверхностному модифицированию с применением электронно-лучевой обработки вне вакуума показывают повышение твердости, износостойкости, коррозионной стойкости и ряд других эксплуатационных свойств.

Таким образом в работе проведены исследования возможности получения композиционных покрытий методом электронно-лучевой наплавки вне вакуума порошка карбида вольфрама на подложку интерметаллического соединения Ni₃Al, полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС).

Показано, что наплавка в пучке релятивистских электронов позволяет формировать композиционные покрытия «WC – Ni₃Al», где алюминид никеля является матрицей. Такой тип образующейся структуры приводит к повышению микротвердости в 2-2,5 раза и износостойкости в 1,2-1,6 раз выше по сравнению с материалом подложки - интерметаллического соединения Ni₃Al. Толщина покрытий варьируется от 2 до 2,5 мм. Показано, что выбор флюса является одной из важных задач при реализации наплавки, от которого зависит качество получаемого покрытия, а именно содержание легирующих компонентов в наплавленном слое и защита от окислительного воздействия окружающей среды.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы (Проект № 23.2.2).

Авторы выражают благодарность Голковскому Михаилу Гедалиевичу (Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН) за оказанную помощь в проведении электронно-лучевой наплавки.

DOI: 10.17223/9785946218412/402

MANUFACTURE OF ALUMINUM-STEEL BIMETAL BY FRICTION STIR WELDING

Eliseev A.A., Rubtsov V.E.¹

*Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, Russia
alan@ispms.ru*

A new trend in industry is the use of multi-layered, heterogeneous materials in the design of responsible use. This type of material, called poly- and bimetal, is used in shipbuilding, aerospace, machinery and other industries. Aluminum-steel bimetal is often used in applications requiring high strength, lightness and corrosion resistance at the same time, as well as for welding aluminum and steel through an adapter. Production of such bimetal by traditional fusion welding methods is complicated by the appearance of brittle intermetallics at the interface. A reliable solution can be to produce aluminum-steel bimetal by friction stir welding.

The purpose of this study is to reveal the features of the joint formation of stainless steel 12Cr18Ni10Ti and aluminum alloy 5056 by friction stir welding.

The thickness of AA5056 sheet was 1.5 mm, steel plates 12Cr18Ni10Ti - 5 mm. Friction stir welding was performed on the side of the aluminum sheet overlapping on the steel sheet. For welding the tool from tool high-speed steel T11302-M2 with length of a pin of 1.5 mm was used. Welding was carried out at different technological parameters: rotation rate 800-1000 rpm, axial force on the tool 700-850 kg, feed rate 250-350 mm/min. The weld structure was studied using optical light and scanning electron microscopy.

The geometry of the experiment was organized in such a way that the pin of the tool in the process of welding in order to avoid wear stirred only the material of the AA5056 and did not touch the steel substrate, but at a high force created by the lifting movement of the aluminum material also due to the adhesion forces tightened the material of the steel substrate. This effect is generally called "hooking", since the substrate material to be tightened has a hook shape. It has been established that changes in the technological parameters of friction stir welding affect the size of this hook. In particular, the largest hook was observed at medium parameters, which provided the greatest adhesion. Thus on boundary of layers on all modes there was no formation of brittle intermetallics, and joint represented a mechanical mixture.

From the results of the study it can be concluded that the formation of a bimetallic aluminum-steel joint by friction stir welding does not require contact between the tool and the substrate, and the most influential factor in the quality of the joint is adhesion.

DOI: 10.17223/9785946218412/403

ПРОЦЕСС ДУГОВОГО ПРОТОТИПИРОВАНИЯ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ ПОДОГРЕВОМ ПРОВОЛОКИ

¹Крампит М.А., ¹Кузнецов М.А., ²Крампит А.Г., ¹Зеленковский А.А..

¹ Юргинский технологический институт (филиал) Национального исследовательского Томского политехнического университета, Юрга
²АО «НПП «Исток» им. Шокина», Фрязино

Одна из основных проблем при дуговом прототипировании – высокий нагрев изделия, что приводит к снижению точности изготовления готового продукта вследствие изменения геометрических размеров валика, зависящих от температуры заготовки. Происходит увеличение ширины наплавленного валика, а, в случае, формирования тонкостенных изделий – перегрев, стекание стенки и искажение геометрических размеров. Также большой нагрев изделия в целом приводит к его окислению.

Одним из способов решения данной проблемы является применение способа электродугового выращивания с периодическими разрывами дуги и с предварительным подогревом электродной проволоки.

Сущность процесса заключается в нарушении равенства «скорость подачи проволоки – скорость плавления проволоки». На низком энергетическом интервале скорость подачи проволоки немного превышает скорость ее плавления. Длина дуги поддерживается наложением импульсов тока. После формирования капли происходит короткое замыкание и перенос капли. Во время короткого замыкания накладывается большой импульс по току, который разрывает дугу. После этого происходит ее повторное зажигание и процесс повторяется (рисунок 1).

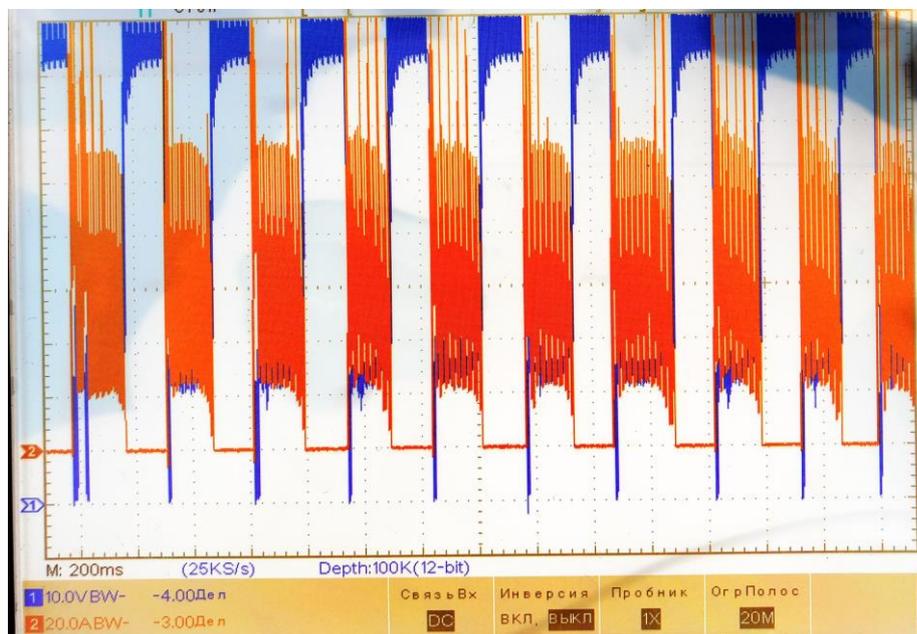


Рис. 1. Оциллограмма процесса

Для того, чтобы повысить объем наплавленного металла и снизить тепловложения в наплаваемый слой происходит подогрев проволоки в диапазоне 350-650 °С. Это позволяет более быстрое формирование и перенос капли на том же токе, что приведет к снижению тепловложения в наплаваемый слой и в выращиваемое изделие в целом.

Процесс электродугового выращивания проходит стабильно, импульс тока во время короткого замыкания облегчает повторное зажигание сварочной дуги. Частота переноса – 2-10 Гц. Наплавленный валик получается усиленный, зона перегрева небольшая и выражена

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

неявно, что приводит к выращиванию изделия с более точными размерами и без искажения их геометрических размеров.

Реализация данного процесса позволит снизить:

- размер зоны термического влияния (ЗТВ);
- внутренние остаточные напряжения в изготовленном изделии;
- тепловложения в наплавляемый слой.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00036.

1. В.В. Жуков, Г.М. Григоренко, В.А. Шаповалов Аддитивное производство металлических изделий (обзор) // Автоматическая сварка.– 2016. – № 5-6. – С. 148-153.
2. В.Н. Коржик, В.Ю. Хаскин, В.И. Ткачук, С.И. Пелешенко, В.В. Коротенко, А.А. Бабич Трехмерная печать металлических объемных изделий сложной формы на основе сварочных плазменно-дуговых технологий // Автоматическая сварка.– 2016. – № 5-6. – С. 127-134.

DOI: 10.17223/9785946218412/404

ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ПОДАЧИ НА КАЧЕСТВО БИМЕТАЛЛА ТИТАН-АЛЮМИНИЙ, ПОЛУЧЕННОГО СВАРКОЙ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ

Ермакова С.А., Елисеев А.А., Рубцов В.Е.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия

svetlana.boek@yandex.ru

Актуальной темой для науки и производства на сегодняшний день является получение биметаллических материалов, которые перспективны для использования в аэрокосмической индустрии. Особо остро стоит вопрос получения биметаллов титан-алюминий, поскольку традиционные плавящие способы сварки не позволяют получать качественные сварные соединения. Большое тепловложение приводит к образованию слоя хрупких интерметаллидов, разупрочняющих соединение, и высоких напряжений на границе раздела разнородных слоёв, что вызвано различными термодинамическими свойствами сплавов. Сварка трением с перемешиванием, которая происходит без плавления материала, позволяет успешно сваривать большинство разнородных традиционных конструкционных материалов с удовлетворительным качеством. В случае пары титан-алюминий, достигнут некоторый успех в стыковой сварке и сварке внахлест через алюминий. На границе раздела также образуется слой интерметаллидов, но меньшей толщины, а также соединение представляет собой механическую смесь, которая тем прочнее, чем сильнее развита поверхность раздела. В точки зрения развития поверхности раздела, нахлесточная сварка через титан может быть более успешна, поскольку замешивание алюминия со стороны корня шва может сравнительно проще. Такой способ в настоящий момент почти не исследован.

В данной работе ставится цель исследовать особенности формирования биметалла титан-алюминий сваркой трением с перемешиванием и зависимость поверхности раздела от технологических параметров сварки.

Толщина листового проката АМг5 составляла 2,5 мм, пластины титанового сплава ВТ1-0 – 2,5 мм. Сварка трением с перемешиванием в среде аргона осуществлялась со стороны листа титана, расположенного внахлест на листе алюминия. Для сварки использовался инструмент из жаропрочного сплава ЖС6У с длиной пина 2,8 мм. Сварка проводилась при различных технологических параметрах: частота вращения инструмента 950 об/мин, аксиальная нагрузка на инструмент 800 кг, подача инструмента 100-180 мм/мин. Структура шва исследовалась с применением оптической световой и растровой электронной микроскопии. Для выявления механических свойств полученных соединений проводились механические испытания на растяжение.

Результаты исследований показали, что качество биметалла титан-алюминий в целом обратно пропорционально росту скорости подачи инструмента.

DOI: 10.17223/9785946218412/405

ГИБРИДНАЯ ЛАЗЕРНО-ДУГОВАЯ СВАРКА СТАЛИ 12Х18Н10Т: СТРУКТУРА И МИКРОТВЕРДОСТЬ МЕТАЛЛА ШВА

Воронцов А.В., Калашникова Т.А., Дмитриев А.В.

Институт физики прочности и материаловедения, Томск

Гибридная лазерно-дуговая сварка имеет различные модификации такие как лазер+MIG/MAG, лазер+TIG и может применяться для различных целей. Сваривание толстостенных, крупногабаритных конструкций в судостроении, авиастроении, нефтегазовой, транспортной промышленности всегда является актуальной задачей. Большая производительность, возможность сваривания толстостенных конструкций, наименьшая требовательность к величине зазора между свариваемыми листами делает гибридную сварку очень перспективной для промышленности. Гибридные процессы позволяют обеспечить лучшую свариваемость и снизить требования подготовки стыков по сравнению с лазерными технологиями, а также повысить производительность и качество сварного шва, уменьшить деформацию изделия по сравнению с дуговыми технологиями.

В этой работе гибридную лазерно-дуговую сварку (ГЛС) проводили на листовом прокате нержавеющей стали 12Х18Н10Т. В качестве заготовок использовались пластины толщиной 12 мм и размером 300×120мм.

В процессе сварки использовали иттербиевый волоконный лазер IPG YLR-15000 с максимальной мощностью 15 кВт, длина волны 1070 nm. В данной постановке эксперимента, лазер имел лидирующее положение относительно дуговой горелки. Расстояние между лезером и дугой составляло 6 мм. Лазерное излучение было направлено нормально к поверхности заготовок. Для эффективного проникновения лазерного излучения к корню шва выдерживался воздушный зазор величиной 0.8 мм. Кромки свариваемых листов не подвергались механической обработке, разделки кромок не осуществлялось. Фокус лазерного излучения находился на лицевой поверхности заготовок. Дуговая горелка была наклонена в противоположную сторону от лазера на $\alpha=50^\circ$. Мощность лазерного излучения при сварке составляла 12 кВт, ток дуги – 210 А, напряжение дуги – 25.7 В, скорость сварки – 2.5 м/мин.

Измерения микротвердости проводили методом Виккерса на микротвердомере Duramin 5 при нагрузке в 50 г. Первая линия измерений микротвердости проходит полностью в зоне воздействия дугового источника. Вторая горизонтальная линия проходит через зону сварочной ванны полученной лазерным источником. Вертикальная траектория измерений микротвердости – от лицевой стороны шва до корня шва. Вертикальная траектория измерений качественно покажет изменения в значениях микротвердости, происходящие с переходом от зоны плавления дуговым источником к зоне плавления лазерным источником.

На рис. 2а приведена структура шва с выделенными основными зонами плавления сварочного процесса. Желтым оттенком отмечена зона плавления дуговым источником, она представляет собой широкую область у лицевой стороны шва. Дендритная структура в данной области представляет собой вытянутые вдоль роста при затвердевании зерна. Оттенком зеленого цвета показана зона плавления лазером. Эта зона представляет собой узкую область переплавленного металла с более мелкими зернами, по сравнению с зоной плавления дуговым источником.

Исследования микротвердости показали особенности формирования металла шва обеих зон плавления (рис. 2б). Максимальное значение в области дуговой сварки находится на уровне 3.05 ГПа. В области плавления дуговым источником при рассмотрении вертикального профиля микротвердости наблюдается вначале понижение значений микротвердости на 0.25 ГПа к центру области переплавленного дугой металла. Приближаясь к зоне плавления лазером, наблюдается постепенное повышение значений микротвердости. Достигая значения 2.95 ГПа, с переходом в зону плавления лазерным источником значения микротвердости имеют небольшой спад до значений 2.90 ГПа.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

На рис. 2б область измерения микротвердости в зоне плавления лазерным источником показана красными точками. В зоне плавления лазерным источником наблюдается пиковое значение микротвердости более 3.10 ГПа. При приближении к корню шва в значениях профиля микротвердости наблюдается качественный спад. Спад значений микротвердости происходит постепенно, это наблюдается на рис. 2б.

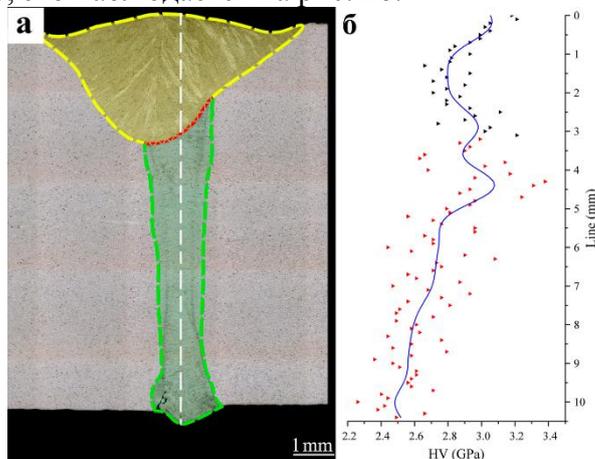


Рис. 2. а – форма сварного шва; б – профиль микротвердости по вертикальной траектории 3

При рассмотрении профиля микротвердости зоны дуговой сварки в поперечном сечении по горизонтальной траектории 1 (рис. 1б) постепенное увеличение микротвердости, достигающее свое пиковое значение в 2.8 ГПа вблизи границы зоны плавления. Далее происходит снижение значения микротвердости к центру области плавления дуговым источником.

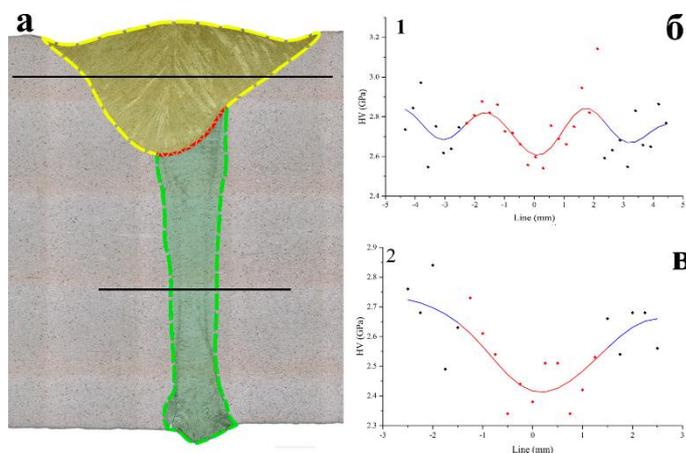


Рис. 3. а – траектории измерения микротвердости зоны плавления дуговым и лазерным источником; б, в – профили микротвердости сварного шва по траекториям 1 и 2, соответственно

Профиль значений микротвердости, измеренный в области лазерной сварки, траектория 2 (рис. 1б), показан также на рис. 3с. Наблюдается снижение микротвердости к центру шва до значений 2,40 ГПа.

Финансирование

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.607.21.0190, идентификатор проекта RFMEFI60717X0190)

DOI: 10.17223/9785946218412/406

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МЕТАЛЛА ШВА СТАЛИ 12Х18Н10Т, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ ГИБРИДНОЙ ЛАЗЕРНО-ДУГОВОЙ СВАРКИ

Воронцов А.В., Калашникова Т.А., Дмитриев А.В.

Институт физики прочности и материаловедения, Томск

Гибридная лазерно-дуговая сварка является перспективным методом получения сварных соединений. Отличительной особенностью данного процесса является взаимодействие двух источников тепла в одной сварочной ванне расплава. С помощью данного вида сварки возможно сваривание за один проход толстостенных металлических заготовок без разделки кромок с высокой скоростью. Исследования сварных швов на примере нержавеющей стали 12Х18Н10Т являются очень важными в сварочном производстве.

Целью работы является исследование структуры и механических свойств сварного шва нержавеющей стали 12Х18Н10Т, полученного методом гибридной лазерно-дуговой сварки.

Исследования сварных швов гибридной лазерно-дуговой сварки (ГЛС) проводились на листовом прокате нержавеющей стали 12Х18Н10Т. Химический состав используемой стали: Fe, <0.12% С, 17-19% Cr, 9-12% Ni, <2% Mn, <1% Si, 0.3-0.7% Ti, <0.045% P, <0.03% S. В качестве заготовок использовались пластины толщиной 10 мм и размером 300×120мм.

Для получения неразъемных соединений использовался иттербиевый волоконный лазер производства компании IPG с длиной волны 1.07 мкм. При сварке лазерное излучение было направлено перпендикулярно к плоскости заготовок, фокус лазерного излучения находился на плоскости лицевой поверхности сварных заготовок. Для достижения полного проплавления выдерживался воздушный зазор между свариваемыми пластинами, величина которого составляла 0.8 мм.

Сварочная горелка дугового источника находилась позади лазерного источника на расстоянии $D_L=6.0$ мм, что дало возможность разделить две взаимодействующие зоны: сварочную ванну от лазерного источника и сварочную ванну от дугового источника. Сварочная горелка была отклонена на угол $\alpha=50^\circ$. Мощность лазерного излучения при сварке составляла 12 кВт, ток дуги – 210 А, напряжение дуги – 25.7 В, скорость сварки – 2.5 м/мин.

Исследования на статическое растяжение проводились на специально подготовленных образцах меньшего размера, позволяющих испытать металл шва разных зон плавления – дуговой и лазерной.

На рис. 2а приведена макроструктура шва с выделенными основными зонами сварочного процесса. Черным контуром обозначена зона плавления дуговым и лазерным источниками. Структура зон влияния тепловых источников в сварочном процессе под бóльшим увеличением показана на рис. 2б,в. Металл шва, переплавленный посредством лазерного излучения, отличается более измельченной столбчатой структурой, по сравнению со столбчатыми зернами зоны плавления дуговым источником. Это также обусловлено более высокой скоростью охлаждения в зоне 2-3 (рис. 2б,в).

В зоне плавления лазером визуально наблюдаются зоны повышенного травления, обозначенные красным пунктиром на рис. 2б,в. Зона 3, присутствующая на протяжении всей глубины проплавления источником лазерного излучения менее однородна. Мы полагаем, что это происходит из-за повышенных энергозатрат в процессе сварки. При повышенном значении энергии лазерного источника тепло, отражаясь от границы раздела нижней части образца, течет в обратном направлении. Дополнительный нагрев провоцирует неравномерное охлаждение по глубине сварного шва. Образованные границы показывают насколько эффективно свариваемые пластины отводят тепло с зоны плавления.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

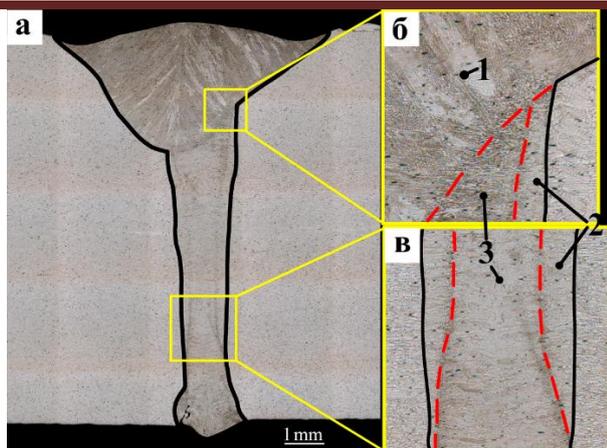


Рис. 2. Структура сварного соединения. а - макроструктура сварного соединения гибридной лазерно-дуговой сварки, б – структура металла шва в месте воздействия дугового и лазерного источника, в – структура металла шва в месте воздействия лазерного источника

Проведен ряд испытаний на статическое растяжение. Ввиду того, что прочность данного сплава в литом состоянии сравнима с прочностью основного металла в состоянии проката, были вырезаны нестандартные образцы, позволяющие оценить механические свойства металла шва в различных зонах.

По результатам испытаний сварного шва на статическое растяжение (табл. 1) можно сделать вывод, что предел прочности металла шва, образцов типа 3, в зоне плавления дуговым источником оказался в среднем выше, чем в зоне плавления лазерным излучением. При этом прочность металла шва при наложении нагрузки вдоль роста дендритов (образцы типа 1, 2), оказалась выше у зоны плавления лазерным источником. Прочность металла шва зоны плавления дуговым источником оказалась наименьшей.

Данные испытаний образцов, вырезанных из области границы между дуговой и лазерной зоной плавления неоднозначны. Значения прочности находятся между значениями прочности зон плавления по отдельности. По полученным данным сложно сказать о прочностных характеристиках этой зоны. Образец под маркировкой «ОМ» – образец для определения предела прочности основного металла.

Таблица 1 Результаты испытаний металла шва разных зон сварки на статическое растяжение.

Образец	Тип образца	Положение разрушения	Среднее значение предела прочности при растяжении, МПа
laser	3, попер	металл шва	742
laser	2, вдоль	металл шва	752
arc+laser	3, попер	металл шва	757
arc+laser	1, вдоль	металл шва	722
arc	3, попер	металл шва	776
arc	1, вдоль	металл шва	667
ОМ	1	основной металл	698

Проведенные испытания на статическое растяжение металла шва дуговой и лазерной зон плавления различны между собой. В зависимости от направления роста дендритов по отношению к напряжению при испытаниях, наблюдается анизотропия металла шва.

Финансирование

Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.607.21.0190, идентификатор проекта RFMEFI60717X0190)

DOI: 10.17223/9785946218412/407

**ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ЗОН ТЕРМИЧЕСКОГО ВЛИЯНИЯ
ЛАЗЕРНОГО СВАРНОГО СОЕДИНЕНИЯ НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ ФЕРРИТО-
ПЕРЛИТНОЙ СТАЛИ**

¹Деревягина Л.С., ¹Гордиенко А.И., ²Оришич А.М., ²Маликов А.Г., ¹Сурикова Н.С.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

²*Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН,
Новосибирск*

Процесс сварки является неотъемлемой частью трубопроводного строительства, активно развиваемого во многих регионах нашей страны. При проведении сварки механические свойства и вязкость разрушения трубных изделий могут существенно снижаться. Это связано с тем, что при высокоскоростном нагреве и быстром охлаждении в зоне сварного шва формируется неоднородная градиентная структура. Она может состоять из целого спектра продуктов промежуточного превращения (гранулярный бейнит, верхний и нижний бейнит, мартенсит, дисперсные частицы вторых фаз и др.). Среди разных способов реализации сварочного процесса использование высококонцентрированных потоков энергии лазерного излучения в настоящее время является перспективным направлением развития технологий получения неразъемных соединений.

Вследствие этого, целью настоящей работы являлось изучение строения и условий формирования микроструктур промежуточного превращения в сварном шве низкоуглеродистой стали 10Г2ФБЮ после лазерной сварки.

Лазерная сварка пластин стали 10Г2ФБЮ размерами 55×55×1.2 мм осуществлялась за один проход на автоматизированном лазерном технологическом комплексе «Сибирь-1», включающем непрерывный CO₂-лазер с мощностью до 8 кВт. Мощность лазерного излучения P составляла 1.2 кВт, скорость сварки V – 1 мм/мин., заглубление фокуса Δf – 2 мм от верхней поверхности листа. Для защиты сварного шва и корня шва использовался инертный газ (гелий). Для пластин со сварным швом был проведен дополнительный отжиг при температуре 550°C в течении 60 мин.

Травление шлифов для металлографических исследований проводили в 3% спиртовом растворе HNO₃. Структурно-фазовое состояние сварного шва исследовали с использованием оптического микроскопа (ОМ) марки Zeiss Axiovert, просвечивающих электронных микроскопов (ЭМ) SM-12 и HT-7700 (Hitachi). Концентрационное распределение элементов в зонах сварного шва определяли методом энергодисперсионного микроанализа на микроскопе LEO EVO 50. С целью локального исследования структур в узких зонах термического влияния (ЗТВ) для вырезки фольг использовали систему фокусируемого ионного пучка FIB (FIB2100).

После лазерной сварки стали получен тонкий сварной шов шириной 2220 мкм. В сварном соединении выделялись зона сплавления (ЗС) и ЗТВ с размерами соответственно 1220 мкм и 1000 мкм. Вследствие высоких скоростей охлаждения в ЗС сформировалась дендритная структура с типичным реечным пакетным мартенситом. Ширина реек мартенсита варьируется от 80 до 700 нм. Между рейками мартенсита и внутри них обнаружены включения цементита в виде тонких прослоек шириной, соответственно, 20-40 нм и 5-10 нм.

В ЗТВ обнаружено два основных участка: полной и частичной перекристаллизации. Подобная классификация использована в работе [1]. Положительным фактором является отсутствие участка крупного зерна, что связано с высокими скоростями охлаждения после лазерной сварки. Участки полной перекристаллизации непосредственно примыкают по обе стороны к ЗС и протяженность их составляет 150-200 мкм. Микроструктура в них имеет переходную структуру верхнего бейнита и мартенсита, рейки которых ограничены границами бывших аустенитных зерен, что свидетельствует о разогреве этой области до температурного интервала существования γ-фазы, т.е. выше критической точки Ac₃.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

Участки полной перекристаллизации занимают основную часть ЗТВ и характеризуются полосчатостью структурных составляющих, светлые ферритные области (рис. 1, а, области А, В) чередуются с более темными (рис.1, а, области С, D). Последние резко переходят в перлитную фазу в зоне основного материала. В ЗТВ в областях D, которые соответствовали бывшим перлитным зернам, обнаружены глобулярный и нижний вырожденный бейнит. Нижний бейнит имеет речную морфологию феррита с участками М/А составляющей на границах реек бейнита (рис. 1, б), присутствие которой подтверждает темнопольное изображение, полученное в рефлексе аустенита (рис.1, в). В структуре присутствовали два типа М/А составляющей в виде тонких реек (slender shape) и блочных участков (blocky-type shape). Толщина тонких реек М/А составляющей находилась в пределах 20-60 нм, а их длина 120-800 нм. Ширина участков М/А составляющей блочной формы – 80-120 нм. Строение М-А составляющей представляет собой чередующиеся пластинки мартенсита и аустенита. В структуре также присутствовали небольшие участки сдвойнированного мартенсита. Ширина дисперсных пластинок в сдвойнированном мартенсите составляла 5-7 нм.

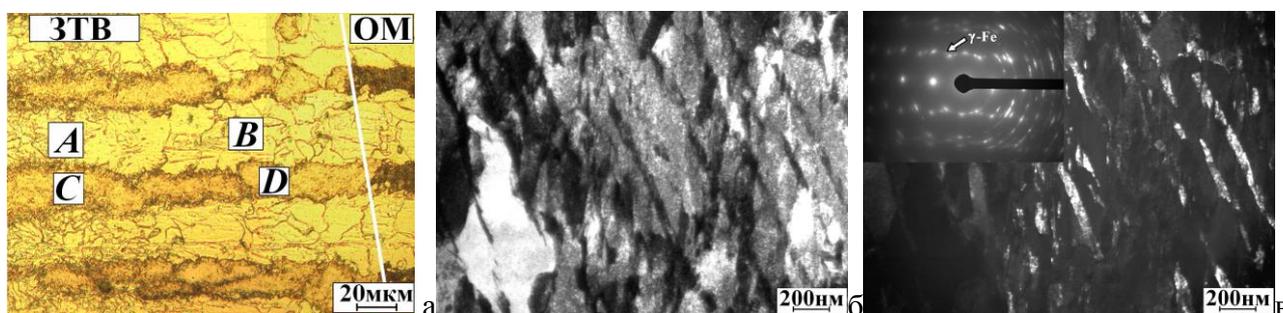


Рис.1. Микроструктуры стали в ЗТВ: ОМ-изображение (а), ЭМ-изображения (б, в): светлопольное изображение в области D (б); соответствующая дифракционная картина и темнопольное изображение в рефлексе γ -Fe (в)

После отжига образцов со сварным швом качественных изменений в ЗС не произошло, дендритная структура сохранилась. Однако локально произошел распад мартенситной структуры. Между рейками мартенсита выделились округлые частицы Fe_3C . Такая структура характерна для отпущенного мартенсита. Более значительные изменения структуры произошли в ЗТВ. На участке частичной перекристаллизации сохраняется полосчатость структурных элементов. Но по сравнению с состоянием до отжига наблюдается увеличение размера ферритных зерен в областях А и В за счет протекания процесса рекристаллизации. При исследовании тонкой структуры областей D в ЗТВ после отжига обнаружено, что речная структура нижнего бейнита сохраняется. Ширина реек находится в интервале 110-250 нм. На дифракционной картине отсутствуют рефлексы аустенита и присутствует множество цементитных рефлексов. В местах, где раньше находились участки М-А составляющей, обнаружено присутствие большого количества частиц Fe_3C в виде удлиненных пластин шириной 20-40 нм и линзовидных частиц шириной 40-60 нм. Таким образом, после отжига М/А составляющая распадается с образованием карбида Fe_3C и структура соответствует сорбиту отпуска.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

1. Иванов А.Ю., Сулягин Р.В., Мотовилина Г.Д., Хлусова Е.И. Структура и свойства зоны термического влияния труб из стали класса прочности X80 при сварке с разной погонной энергией // *Металлург.* 2011. №6. С.58-64.

DOI: 10.17223/9785946218412/408

ВЛИЯНИЕ ФРИКЦИОННОЙ ПЕРЕМЕШИВАЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА

Миронов Ю.П., Лотков А.И., Гришков В.Н., Рубцов В.Е., Белобородов В.А.
ФГБУН Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Представлены результаты исследования влияния воздействия, подобного сварке трением с перемешиванием (СТП), на структурно-фазовое состояние пластин толщиной 1.2 мм листового проката сплавов на основе никелида титана двух составов Ti-50.9(ат.%)Ni и Ti-50.2(ат.%)Ni производства МАТЭК-СПФ, Россия. Использование СТП для сплавов на основе никелида титана (TiNi) позволит создавать сложные конструкции из этих материалов [1], а также материалы с градиентной структурой (или составом) [2].

Процесс имитации СТП осуществляли на лабораторном стенде для экспериментальных исследований технологических режимов сварки трением с перемешиванием [3] посредством внедрения специального вращающегося инструмента (рис.1), изготовленного из жаропрочного сплава на никелевой основе ЖС6У в закреплённую пластину никелида титана. Вращающийся инструмент, подаваемый под осевой нагрузкой, в результате фрикционного взаимодействия с пластиной, разогревает её и переводит в состояние, когда может быть сравнительно легко осуществлена пластическая деформация. После погружения инструмента в пластину до уровня заплечиков инструмента, ему придавалось поступательное движение, которое формировало дорожку с модифицированной структурой. Для защиты дорожки от окисления производили подачу инертного газа аргона в зону разогрева. Нами было опробовано несколько технологических режимов СТП в диапазонах: нагрузка на инструмент – 600-1800 кг; частота вращения инструмента – 800-950 об/мин.; линейная скорость перемещения инструмента – 80-150 мм/мин.

Проведен сравнительный анализ структурно-фазового состояния никелида титана вышеуказанных составов: 1) в состоянии поставки; 2) в зоне термического влияния дорожки (ЗТВ); 3) в дорожке СТП непосредственно после её естественного охлаждения; 4) в дорожке после травливания поверхностного слоя толщиной 0.05 мм.

Удаление поверхностного слоя дорожки производили её травлением в водном растворе $\text{HNO}_3 + \text{HF}$. Рентгенодифракционный анализ образцов проводили на дифрактометре ДРОН-7 (Буревестник, Россия), с использованием фильтрованного $\text{Co-K}\alpha$ излучения.

В большинстве режимов СТП, за исключением минимальных нагрузок, получены дорожки без дефектов (в частности, без микротрещин). Несмотря на принятые меры, наблюдали окисление поверхностных слоев обработанных сплавов (рис.1). ЗТВ характеризуется лишь слабым пожелтением поверхности, примыкающей к дорожке, т.е. незначительным окислением.

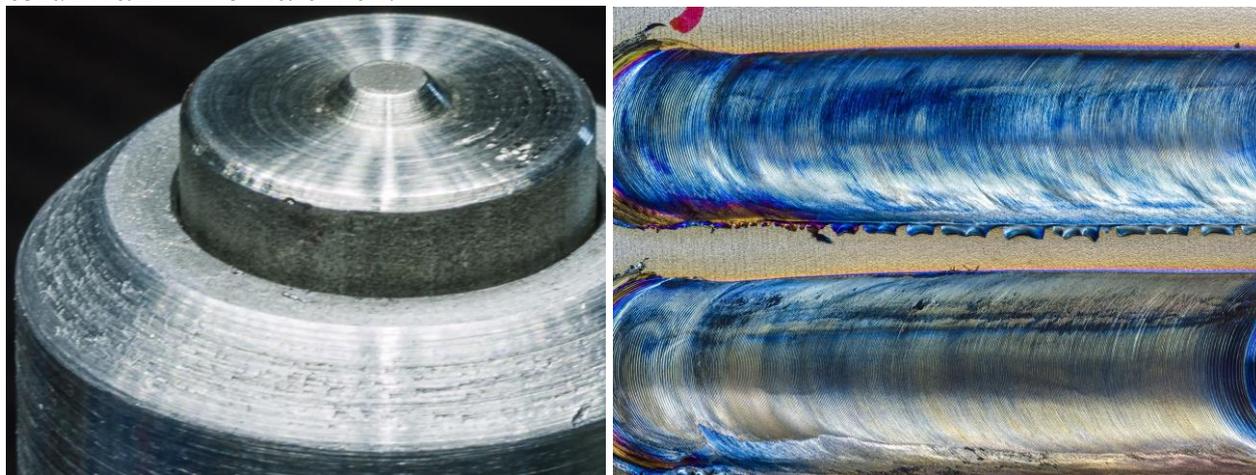


Рис.1. Наконечник инструмента, изготовленный из сплава ЖС6У и две дорожки СТП.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

В состоянии поставки оба сплава имеют широкие дифракционные отражения, затрудняющие идентификацию фаз малого содержания. Сплав с 50.9(ат.%)Ni при комнатной температуре находится в состоянии высокотемпературной фазы B2 (параметр решётки ОЦК $a_{B2} \approx 3.010 \text{ \AA}$), обладающей текстурой прокатки. Разделение вкладов в физическое уширение рефлексов решётки B2 показало как наличие малого среднего размера ОКР – $\langle D \rangle \approx 40 \text{ нм}$, так и высокую величину микродеформации, связанной с напряжениями II-го рода – $\varepsilon^{II} \approx 0.9\%$. Сплав с 50.2(ат.%)Ni находится в двухфазном состоянии B19'+R (мартенситные фазы с моноклинной и ромбоэдрической структурой, соответственно). Удаление поверхностного слоя исходных образцов травлением не приводит к изменению структурно-фазового состояния обоих сплавов.

В ЗТВ вблизи дорожки, образцы сплава с 50.9(ат.%)Ni сохраняют состояние фазы B2 ($a_{B2} = 3.0116 \pm 0.0003 \text{ \AA}$). Текстура прокатки исчезает. Рентгеновские отражения становятся узкими, т.е. происходит рекристаллизационный отжиг. Это позволяет идентифицировать наличие малого количества фазы типа Ti_2NiO_x , определить низкое значение микродеформации решётки B2 – $\varepsilon^{II} \approx 0.1\%$ и рост её среднего размера ОКР свыше предельного для метода ($\langle D \rangle \geq 150 \text{ нм}$).

В ЗТВ сплава с 50.2(ат.%)Ni также наблюдается сужение дифракционных отражений. Фиксируется неоднородность фазового состава: можно наблюдать как смесь фаз B2+R+B19', так и подавляющее содержание мартенситной фазы B19'. В обоих случаях на пороге обнаружения наблюдается примесная фаза Ti_2NiO_x .

В приповерхностном слое дорожки образцы сплава с 50.9(ат.%)Ni в основном сохраняют состояние фазы B2 с узкими рефлексами и отсутствием текстуры ($a_{B2} = 3.011 \div 3.013 \text{ \AA}$, с наличием зависимости от кристаллографического направления). В большей степени в это же состояние переходят и образцы сплава с 50.2(ат.%)Ni ($a_{B2} = 3.0114 \pm 0.0005 \text{ \AA}$). При этом сохраняется небольшое количество мартенситной фазы B19'. Кроме того, в дорожках СТП образцов обоих сплавов наблюдается текстурированный поверхностный слой TiO_2 , со структурой рутила, а также увеличение содержания фазы Ti_2NiO_x .

После удаления травлением поверхностного слоя дорожки толщиной 0.05 мм, в ней не обнаружено макроскопических дефектов или включений. В образцах сплава с 50.9(ат.%)Ni наблюдается фаза B2, а в образцах сплава с 50.2(ат.%)Ni – двухфазное состояние B19'+B2. В обоих образцах фиксируется малая объемная доля фазы типа Ti_2NiO_x и отсутствие TiO_2 .

Таким образом, обработка никелида титана, моделирующая процесс СТП, показывает возможность применения данного метода при выбранных типе инструмента и режимах. Подобная обработка приводит к исчезновению текстуры, характерной для исходных образцов, и слабо влияет на структурно-фазовое состояние сплавов. Фазовый состав внутренних объёмов материала дорожки в сплаве с 50.9(ат.%)Ni сохраняет состояние фазы B2, а в сплаве с 50.2(ат.%)Ni, R фаза испытывает превращение в состояние B2. Применённый защитный обдув образцов аргоном при СТП не предохраняет поверхностный слой от окисления. В то же время, толщина окисленного слоя составила менее 0.05 мм.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.

1. Mani Prabu S.S., Madhu H.C., Perugu C.S., Akash K. et al. Mater. Sci. Eng. A (2017), 693, 233-236. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.03.101>.
2. Huang G.Q., Yan Y.F., Wu J., Shen Y.F., Gerlich A.P. J. Alloys Compd. (2019), 786, 257-271. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.01.364>.
3. Kalashnikov K.N., Tarasov S.Y., Chumaevskii A.V. et al. Int J Adv Manuf Technol (2019). <https://doi.org/10.1007/s00170-019-03631-3>.

DOI: 10.17223/9785946218412/409

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ДЕФОРМАЦИИ И РАЗРУШЕНИЯ НЕРАЗЪЕМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СТАЛИ 09Г2С, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГИБРИДНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СВАРКИ

Гурьянов Д.А., Воронцов А.В., Чумаевский А.В.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Гибридная лазерная сварка различных сплавов и сталей является на настоящее время перспективным методом получения неразъемных соединений в промышленности. Данная технология основана на синергетическом эффекте от совместного использования лазерного луча и сварочной дуги, позволяющего проводить сварку с высокой производительностью листового проката, в том числе – больших толщин, что затруднительно в случае использования только источника лазерного луча, без дополнительного нагрева от электрической дуги. В ранее проведенных работах коллектива был произведен подбор параметров процесса гибридной лазерной сварки алюминиевых сплавов и сталей, в том числе с ультразвуковым воздействием. В работах производились металлографические исследования структуры сварных швов, исследования прочностных параметров при растяжении и изгибе, измерения микротвердости, распределения химических элементов и др. Проведенные исследования показывают, что сварные соединения, получаемые из алюминиевого сплава АМг5, аустенитной стали 12Х18Н10Т и феррито-перлитной стали 09Г2С формируются методом гибридной лазерной сварки с небольшим количеством дефектов, в основном, в виде пор и имеют достаточно высокие прочностные показатели. Но, в цикле работ, посвященном данным материалам, не исследованы усталостные характеристики неразъемных соединений, полученных методом гибридной лазерной сварки, хотя в ряде конструкций, работающих в условиях постоянных или циклически повторяющихся вибраций данный вид деформации и разрушения может быть основным. Настоящая работа посвящена исследованию деформационного поведения стали 09Г2С при испытаниях в условиях малоциклового усталости.

Исследования неразъемных соединений листового проката стали 09Г2С толщиной от 2,5 до 5,0 мм, полученных методом гибридной лазерной сварки проводили на универсальной испытательной машине BISS UT-04-0100 при частоте от 10 до 80 Гц в интервале нагрузок от 0,3 до 0,7-0,9 от предела прочности. Испытания проводили таким образом, чтобы в различных режимах проявлялись как упругие, так и пластические свойства материала шва. На каждый режим испытания изготавливалось и испытывалось не менее трех образцов сварного шва. Количество режимов испытания подбиралось не менее четырех, но достаточное для выявления точки или области упругопластического перехода на диаграмме. Испытания проводили до разрушения образцов с фиксацией количества циклов до разрушения и последующим анализом поверхности разрушения на растровом электронном микроскопе Zeiss LEO EVO 50 в режиме вторичных электронов.

Проведенные исследования показывают, что в режиме упруго-пластического деформирования с максимальным напряжением в цикле до 0,9 от предела прочности материала образцы демонстрируют наименьшее количество циклов до разрушения (менее 40 тысяч циклов) и, что более важно, локализацию деформации и разрушения в области за пределами сварного шва, что соответствует локализации деформации при испытаниях на статическое растяжение. В испытаниях при режиме с меньшей долей пластических деформаций с максимальным напряжением в цикле до 0,7 от предела прочности разрушение происходит в центральной части сварного шва. Количество циклов при этом максимально и доходит до 100 тысяч циклов и более. Аналогичная ситуация наблюдается и при анализе влияния частоты циклирования на процесс разрушения - большая частота циклирования увеличивает склонность материала к разрушению по сварному шву, меньшая - в зоне около шва. Таким образом, наличие дефектов в сварном шве стали 09Г2С, полученном методом гибридной лазерной сварки, в большей степени влияет на процесс разрушения при большем количестве циклов и меньшей амплитуде напряжений и деформации, чем при деформации в условиях большей амплитуды и меньшего количества циклов до разрушения.

Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.607.21.0190, идентификатор проекта RFMEFI60717X0190).

DOI: 10.17223/9785946218412/410

ВЗАИМОПРОНИКНОВЕНИЕ ВЕЩЕСТВА, КАК ФАКТОР УВЕЛИЧЕНИЯ СЦЕПЛЕНИЯ БЕТОНОВ В СБОРНО-МОНОЛИТНЫХ КОНСТРУКЦИЯХ

Иванов Д.А., Молодин В.В.

Новосибирский государственный архитектурно-строительный университет, Новосибирск

Надёжность и прочность сборно-монолитных конструкций, в которых после замоноличивания сборные и монолитные части работают совместно, в большей мере обеспечиваются качественным соединением в узлах. Вопрос сцепления зрелого бетона и бетона, уложенного и твердеющего позже, в таких конструкциях становится весьма актуальным.

Бетон является капиллярно-пористым телом. Капилляры пронизывают его тело, обеспечивая паро- и водопроницаемость. При укладке бетонной смеси в сборно-монолитную конструкцию, жидкость затворения проникает в поры и капилляры зрелого бетона (массоперенос) и влияет на сцепление [1, 2, 3].

Исследования автора, позволившие исследовать глубину проникновения жидкости затворения вглубь бетона методом кондуктометрии, показали, что в зависимости от величины температурного градиента она может достигать у обычных бетонов 60-80 мм. Выполненные ранее исследования дают основание полагать, что миграционный поток влаги увлекает с собой частицы цемента и продукты его гидратации, что ведет к увеличению силы сцепления [2, 5, 8]. Очевидно, что продукты гидролиза и гидратации цементного клинкера, проникая в поры и капилляры зрелого бетона и вступая в химические реакции друг с другом, превращаются там в новообразования, формирующие цементный камень. Изучению этого явления посвящено настоящее исследование.

Процесс структурообразования в портландцементе протекает с наличием двух взаимодействующих структур – гидросульфатоалюминатной и гидросиликатной. Основную роль при твердении играют силикаты кальция, которые образуют при гидратации гидросиликаты и гидроксид кальция $\text{Ca}(\text{OH})_2$. В этот период количество продуктов гидратации, в том числе гидросульфатоалюмината кальция – этtringита и гексагональных кристаллов $\text{Ca}(\text{OH})_2$ невелико. Затем наблюдается резкий рост пластической прочности с усиленным образованием кристаллов и этtringита и гидросиликатов кальция [4].

Таким образом, в процессе растворения клинкера и последующего структурообразования цементного камня, в первые 6-12 часов, после растворения, наблюдается большое количество пластинчатых кристаллов гидроксида кальция $\text{Ca}(\text{OH})_2$ [4, 5, 6]. Но, к концу стандартного твердения его количество сводится к минимуму, то есть в зрелом бетоне он практически отсутствует. Следовательно, гидроксид кальция может служить маркером наличия новообразований цементного камня в теле зрелого бетона.

Для исследования из бетона класса В20 изготавливались бетонные образцы размером $150 \times 150 \times 150$ мм, которые выдерживались в нормальных условиях твердения 60 суток. Перед испытанием образцы из зрелого бетона зажимались в форму, где занимали её половину и замораживались в холодильной камере. Во вторую половину, после охлаждения модели, укладывалась бетонная смесь того же состава, что и зрелый бетон, которая подвергалась форсированной термообработке при температуре 80°C , для создания температурного градиента в $1000-1500^\circ\text{C}/\text{м}$. С целью создания одномерного температурного поля модель тщательно утеплялась, за исключением торцов. Через 1 час после начала термообработки модель раскалывалась перпендикулярно шву. Из центральной части образца брались пробы цементного камня из зрелого бетона и из только что схватившейся смеси. Образцы немедленно отправлялись на рентгеноструктурный анализ [7].

Результаты анализа проб, показали, что в свежей смеси (точки 1 и 2), а также в зрелом бетоне 60-суточного возраста, в зонах, куда не проникла влага (точка б), наличие гидроксида кальция не обнаружено. В увлажненных зонах зарегистрировано появление кристаллов

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

$\text{Ca}(\text{OH})_2$. При этом содержание ее кристаллической фазы, судя по величине пиков меняется, от меньшего в зоне контакта к большему в глубине образца.

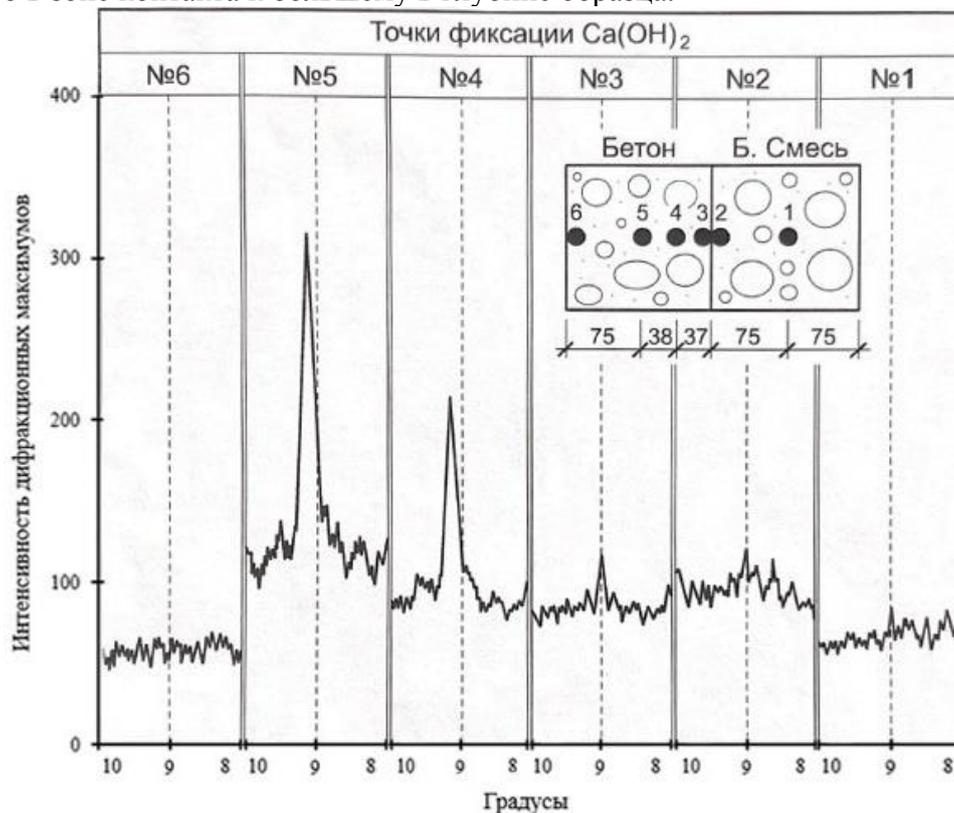


Рис. 1. Рентгенограмма цементного камня и свежей смеси по сечению стыка «зрелый бетон – свежий бетон» через 0,5 часа после термообработки

Полученные данные хорошо объясняют и дополняют картину массообмена в стыке, подвергающемся термообработке. Через 0,5 часа после термообработки в свежем бетоне образование кристаллов гидроксида кальция еще не началось. В зрелом бетоне, не подвергавшемся увлажнению, ее содержание мало и отклика на рентгенограмме практически не дает. Просочившееся в бетон цементное молоко увлажняет его в разной степени. В зависимости от влажности, кристаллизация $\text{Ca}(\text{OH})_2$, просочившейся с жидкостью затворения, началась и дала отклик. В зонах, где увлажнение слабо (точка 5) кристаллизация идет давно, и кристаллов образовалось больше, чем в зонах, где влажность выше. По высоте пиков рентгенограммы можно установить, что элементы цемента, растворенные в воде, за время термообработки проникают вглубь зрелого бетона аналогично влаге, определённой автором ранее методами кондуктометрии, на глубину до 75 мм. Однако, главным образом, она сосредотачиваются в приконтактной зоне, в 20-30 мм от поверхности.

1. Feret R. Resistances des betons a cohérence et décollement comparées a la compression, a la flexion, a la traction. Paris 1930.
2. Утенков В.Ф., Власова М.А. Заделка стыков сборных железобетонных конструкций в зимних условиях. Москва, 1958.
3. Ле Тхой Зыонг, Глаголев А.В. Факторы, влияющие на сцепление старого и нового бетона // Точная наука, 2017. №7. С. 35-38.
4. Мчедлов-Петросян О.П. Химия неорганических строительных материалов. Москва, 1971.
5. Тейлор Хел, Химия цемента. Москва, 1996.
6. Суворова А.А., Пришлецова Т.Д., Сычева Г.Н., Соболев Р.П. Химия неорганических вяжущих материалов. Москва, 2007.
7. Китайгородский А.И. Рентгеноструктурный анализ. Москва, 1950.

DOI: 10.17223/9785946218412/411

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ПРОВЕРКА ТОЧНЫХ РЕШЕНИЙ НЕЛИНЕЙНОГО ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОГО УРАВНЕНИЯ ДЛЯ ЗАДАЧ ЗИМНЕГО БЕТОНИРОВАНИЯ

Молодин В.В., Чиркунов Ю.А., Лазарев А.А.

Новосибирский государственный архитектурно-строительный университет (Сибстрин)

Уже первые опыты производства бетонных работ в условиях отрицательных температур потребовали ответа на основной вопрос зимнего бетонирования – как рассчитать остывание конструкции забетонированной на морозе и какую прочность при-обретёт бетон за это время.

Сегодня, температурные режимы бетона, подвергающегося термообработке, определяются либо приблизительно [1], либо точными, но очень сложными решениями [2].

Задачей настоящего исследовательского проекта является получение практического подтверждения теории, основанной на принципиально новом, простом решении уравнения интегрального теплового баланса Фурье (1).

$$\bar{Q} = -\lambda \cdot grad(T) \cdot S \quad (1).$$

методами группового анализа дифференциальных уравнений для реальных конструкций неидеальной формы, предложенных заведующим кафедрой высшей математики НГАСУ, доктором физико-математических наук, профессором Ю.А. Чиркуновым [3].

Исследование актуально и направлено на облегчение расчетов тепловых режимов и прочности твердеющего бетона в реальных производственных условиях бетонирования в зимних условиях.

Для подтверждения гипотезы выбрана одна из предложенных функций (2), описывающая процесс распространения тепла в неоднородном стержне при наличии внешнего нестационарного источника тепла:

$$T = \left[\frac{\beta}{(\alpha - 2)(2 - \alpha + \beta)} \right]^{\frac{1}{\beta}} \cdot x^{\frac{2-\alpha}{\beta}} \cdot [(\ln(\varepsilon(t)))']^{\frac{1}{\beta}} \quad (2).$$

В ходе исследования устанавливалась зависимость между:

T – температурой прогрева, t – временем прогрева и x – текущей координатой внутри стержня.

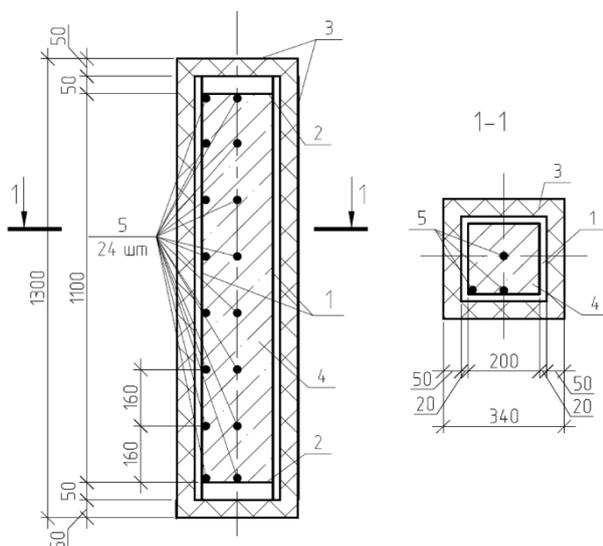


Рис. 1. Экспериментальная модель

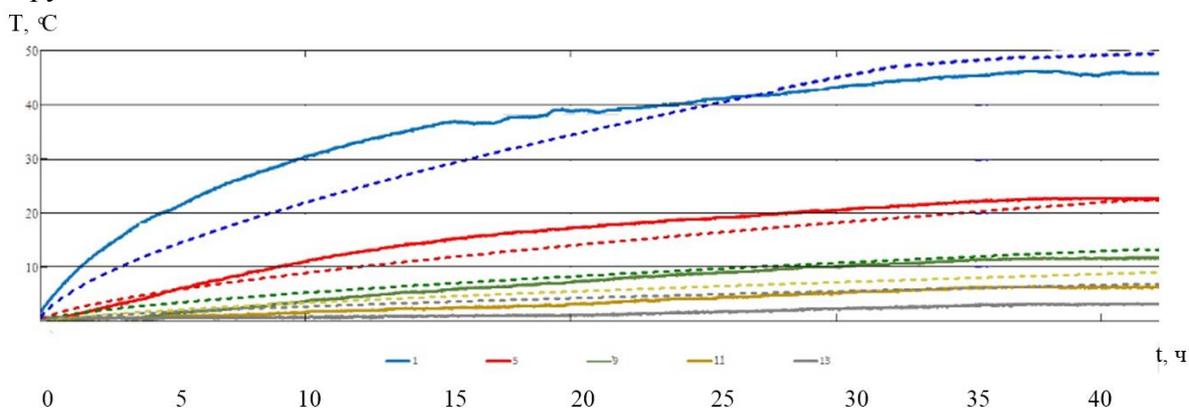
В рамках эксперимента ставилась задача определить тепловую волну в неоднородном стержне и подтвердить или опровергнуть теоретические положения на которых строится новая модель расчёта. С целью приближения процесса к реальному бетонированию, было принято решение заменить стержень моделью колонны.

Экспериментальная модель (см. рис. 1) представляет собой опалубку (1); два нагревательных прибора (2), расположенных у верхнего и нижнего торца колонны; утеплитель боковых граней из плит пенополистирола (3); модельного тела (смесь бентонитовой глины, песка, воды и крупного заполнителя, имитирующая бетонную смесь) (4); термодатчиков (5), установленных вдоль

продольной оси модельного тела с шагом 160 мм по боковой поверхности и в центре.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

В результате обработки данных, считанных с термодатчиков в ходе эксперимента получены следующие графики зависимости температуры от времени. На рисунке (см. рис. 2) представлен характер распределения фактических температур в экспериментальной конструкции для случая, когда нагреватели установлены сверху конструкции. Пунктирной линией на экспериментальном графике показана расчётные кривые изменения температуры в конструкции



Заключение

На основе графиков, построенных по экспериментальным данным и графикам, полученных путем построения зависимостей, предложенных Ю.А. Чиркуновым, можно сделать следующие выводы:

- 1) Сравнение теоретической и экспериментальной кривых изменения температуры для одной точки в конструкции, подвергающейся термообработке, показывает их хорошую сходимость.
- 2) Графики изменения температуры по времени для разных точек конструкции имеют схожий характер и описываются предложенной зависимостью;
- 3) Представляется возможным найти некие коэффициенты, при которых график теоретический будет полностью идентичен результатам эксперимента, что существенно упростит его практическое использование;
- 4) Чтобы снизить погрешность, имеет смысл построить трёхмерный график зависимости $T(t,x)$, где x – расстояние до исследуемой точки;
- 5) Представляется разумным, провести дополнительные исследования с целью анализа тепловой волны, исходящих от нагревающих элементов, находящимися в других плоскостях конструкции (в том числе и на боковых гранях), для усовершенствования технологии прогнозирования режимов термообработки бетонных конструкций.

1. Руководство по производству бетонных работ в зимних условиях в районах Дальнего Востока, Сибири и Крайнего Севера / ЦНИИОМТП Госстроя СССР. – М. : Стройиздат, 1982. – 213 с.
2. Молодин В. В. Бетонирование монолитных строительных конструкций в зимних условиях: монография / В. В. Молодин, Ю. В. Лунев. – Новосибирск : НГАСУ (Сибстрин), 2006. – 300 с.
3. Чиркунов Ю.А. Нелинейное распространение тепла в неоднородном стержне при воздействии нестационарного источника тепла применительно к задачам зимнего бетонирования. // Известия ВУЗов. Строительство. 2018. № 2. С. 70–76.

DOI: 10.17223/9785946218412/412

ОДНОСТАДИЙНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПОЛИСТИРОЛБЕТОННЫХ ИЗДЕЛИЙ

¹Васенков Е.В., ²Молодин В.В.

¹Новосибирский государственный архитектурно-строительный университет, Новосибирск

²Новосибирский государственный архитектурно-строительный университет, Новосибирск

Исследования свойств полистиролбетона ведутся более 40 лет. Результаты исследований советских и российских ученых приведены в научных работах и публикациях В.А. Рахманова и В.Г. Довжика [1-3], Т.И.Милых [4], А.И.Козловского [5] и др. Результаты исследований европейских ученых представлены в научных статьях Ж.И.Драгицы [6], Ш.Веньбо [7] и др.

Актуальной проблемой применения полистиролбетона является неравномерность распределения гранул заполнителя – полистирола вспененного гранулированного. Фактическая плотность зерен заполнителя с учетом насыщения водой и растворной частью, заметно отличается от средней плотности окружающей растворной части. Как следствие, смесь склонна к расслоению из-за всплытия крупного заполнителя. Один из вариантов решения этой задачи – применения компонентов смеси одного порядка по плотности. Таким материалом является бисерный полистирол. Его насыпная плотность составляет 1050 кг/м³. Вспененный полистирол марок ПСВ и ПСВ-С получают путем одно/многостадийного вспенивания при температурах 90-100°С [8]. Для достижения таких t° может использоваться технология электроразогрева смеси.

Проведенные теоретические исследования позволили выдвинуть рабочую гипотезу: форсированный электроразогрев уложенной в опалубку полистиролбетонной смеси, содержащей полистирольные гранулы, позволяет вспенить гранулы заполнителя в момент потери подвижности цементно-песчаного раствора. Вспенивающиеся гранулы полистирола равномерно распределяются по объему и уплотняют цементно-песчаную смесь при их расширении под действием высоких температур. Это позволяет достичь улучшенных показателей однородности.

В лаборатории кафедры технологии и организации строительства НГАСУ (Сибстрин) были проведены серии пробных испытаний предложенной и традиционной технологий. С этой целью были спроектированы и изготовлены две формы для изготовления полистиролбетонных блоков по одностадийной и традиционной технологиям.

Для определения однородности проводились послойные измерения теплопроводности готовых образцов при помощи прибора для измерения теплопроводности ПИТ-2. Результаты измерения теплопроводности образцов представлены в таблице 1.

Таблица 1. Послойная теплопроводность образцов полистиролбетона различной плотности.

Образец, технология, плотность	Теплопроводность (Вт/(м·К))				Расслоение, %
	1 слой	2 слой	3 слой	4 слой	
Образец 1, одностадийная, 1200 кг/м ³	0,2107	0,2061	0,2044	0,2033	3,51
Образец 2, одностадийная, 700 кг/м ³	0,1483	0,1474	0,1468	0,1461	1,48
Образец 3, традиционная, 1200 кг/м ³	0,2192	0,2156	0,2112	0,1968	10,23
Образец 4, традиционная, 700 кг/м ³	0,1516	0,1481	0,1457	0,1414	6,73

Для определения прочностных свойств одностадийного полистиролбетона, были произведены испытания для определения кубиковой прочности одностадийных и традиционных образцов. Результаты испытаний представлены в таблице 2.

Таблица 2. Набор прочности полистиролбетоном.

Вид твердения, плотность	3 суток, R, МПа	7 суток, R, МПа	14 суток, R, МПа	28 суток, R, МПа
Электроразогрев, 1200кг/м ³	3,83	7,71	9,38	11,53
Электроразогрев, 700 кг/м ³	2,72	4,75	5,47	6,39
Естественное твердение, 1200 кг/м ³	3,21	5,53	7,10	9,89
Естественное твердение, 700 кг/м ³	1,77	2,44	3,38	5,35

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

Поскольку фазовый состав цементного камня существенно влияет на прочность полистиролбетона, он был исследован и определены основные компоненты. Фазовый состав определяли с помощью рентгеновского дифрактометра.

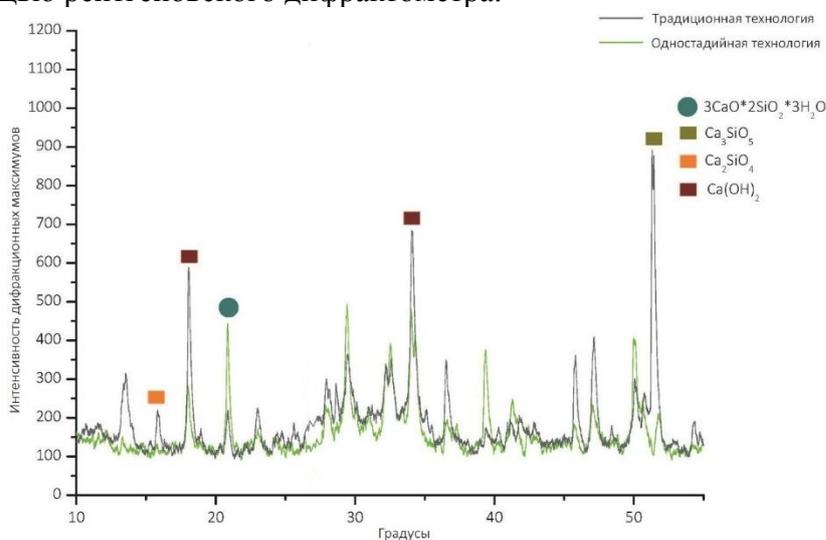


Рис. 1 Рентгенограмма цементного камня 2 образцов.

Поисковыми исследованиями, проведёнными с целью определения целесообразности использования одностадийной технологии получения качественного полистиролбетона:

1. Подтверждено положительное влияние одностадийной технологии на однородность готовых изделий. По сравнению в традиционной технологией показатель однородности вырос более чем в 4 раза для образцов средней плотности 700 кг/м^3 .

2. Выявлено положительное влияние электроразогрева смеси на прочность готовых изделий. Увеличение прочности для образцов средней плотности 700 кг/м^3 составило 16,28%.

3. Выявлено ускоренное образование продуктов твердения цементного камня при термической обработке полистиролбетона.

4. Определены оптимальные режимы и рациональные методы разогрева смеси средней плотности 1200 кг/м^3 и 700 кг/м^3 .

1. Довжик В.Г. Факторы, влияющие на прочность и плотность полистиролбетона // Бетон и железобетон. 2004. № 3. С. 5-11.

2. Довжик В. Г., Рахманов В. А. Амханский Г. Я. Улучшение свойств и оптимизация составов полистиролбетона // П-я Всероссийская (Международная) конференция по бетону и железобетону, «Бетон и железобетон - пути развития». 2005. С. 35-47.

3. Довжик В.Г., Россовский В.Н., Савельева Г.С., Иванова Ю.В. Хаймов И.С., Семенова Т.Д., Сафонов А.А. Технология и свойства полистиролбетона для стеновых конструкций // Бетон и железобетон. 1997. № 2. С. 5-9.

4. Милых Т.И. Конструкционно-теплоизоляционный полистиролбетон // Бетон и железобетон. – 1988. № 10. С. 11-13.

5. Рахманов В.А. Козловский А.И. Варламова А.В. Об экологической безопасности применения полистиролбетона в строительстве // Бетон и железобетон. 1997. № 2. С. 18-20.

6. Драгица Ж.И. Свойства цементной композиции, содержащей гранулы пенополистирола и полипропиленовое волокно. // Химическая инд. 2000. № 11. С. 501-504.

7. Вэньбо Ш. Демпфирующие свойства легкого пенополистиролбетона при динамическом циклическом нагружении // Журнал юго-восточного университета. 2016. №16. С. 179-183.

8. Мелихов В.И., Козловский А.И., Россовский В.Н. Возможности получения особо легкого пенополистирольного заполнителя // Бетон и железобетон. 1997. №2. С. 17-18.

DOI: 10.17223/9785946218412/413

**УПРАВЛЕНИЕ СТРУКТУРОЙ И СВОЙСТВАМИ НАПЛАВЛЕННЫХ ПОКРЫТИЙ
МОДИФИЦИРОВАНИЕМ МЕЛКОРАЗМЕРНЫМИ КОМПОЗИЦИОННЫМИ
ПОРОШКАМИ РАСПЛАВА В РЕЖИМЕ НИЗКОЧАСТОТНОЙ МОДУЛЯЦИИ ТОКА***

Сараев Ю.Н., Безбородов В.П., Перовская М.В., Семенчук В.М.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

litsin@ispms.tsc.ru

Наплавка является экономичным и широко применяемым в промышленности методом восстановления деталей машин и механизмов, придания их рабочей поверхности износостойкости. Наиболее распространённые износостойкие наплавочные материалы включают сплавы с хромом, вольфрамом, бором, молибденом и т.д. Такие материалы: Fe-C-Cr; Fe-C-Mn; Fe-C-W; Fe-C-Cr-Mn; Fe-C-Cr-B; Fe-C-Cr-Ni; Fe-C-Mo; Fe-C-Cr-Mo; Fe-C-Cr-W; Fe-C-Cr-W-V; Fe-C-Cr-W-B и т.д. Для защиты от абразивного износа широко применяются сплавы с высоким содержанием карбидной фазы. Износостойкость этих наплавочных материалов сильно зависит от типа и количества карбидной фазы в сплавах. Чаще всего, упрочняющие фазы в таких наплавочных сплавах содержат карбиды, бориды и нитриды Fe, Cr; W; V, Ti, Mn, Mo и т.д., а также карбобориды и карбонитриды этих элементов. Процесс наплавки из-за различий величин вложений тепла и свойств электродных материалов оказывает специфическое влияние на свойства покрытий.

Свойства наплавленного металла снижаются из-за различных дефектов, которые возникают в процессе наплавки вследствие отклонений и действия остаточных и эксплуатационных напряжений. Эти факторы часто приводят к ускорению разрушению покрытий.

Современные способы наплавки позволяют регламентировать скорость охлаждения материала покрытий и управлять процессами их плавления и кристаллизации, формированием структуры и физико-механическими свойствами.

Важной задачей является исследование влияния технологических режимов наплавки на механические и эксплуатационные характеристики покрытий применением новых присадочных материалов, модифицирующей формируемый расплав, и импульсных процессов снижающих вложения тепла и структурную неоднородность металла.

В настоящее время уже почти исчерпаны все возможности увеличения прочности и износостойкости наплавленного металла. Дополнительные возможности появляются при создании новых композиционных порошков. Это позволяет получать композиции без существенных ограничений по составу и числу компонентов.

Целью данной работы являлось: Повышение свойств наплавленных покрытий применением импульсно-дуговых методов наплавки при модифицировании расплавляемого металла композиционными порошковыми материалами с микрокристаллической структурой.

Были проведены исследования наплавленных слоев, полученных наплавкой электродами Т590 на постоянном токе и на импульсном режиме. В работе были исследованы образцы из стали 09Г2С. Наплавка осуществлялась от источника питания ФЕБ-315 «МАГМА» с пультом «Пульс» для реализации импульсно-дугового процесса с модуляцией тока - на частотах 1-5 Гц. Смесь гранул порошков со связующим жидким стеклом наносили тонким слоем на покрытия электродов.

Изменение параметров процесса наплавки влияет на уровень легирования наплавленного металла.

В качестве модифицирующей смеси использовались порошковые модификаторы на основе дисперсных частиц карбидов, боридов и нитридов. Варьирование составов электродного материала позволяет изменять состав наплавленного металла, обладающего различными свойствами после наплавки. При наплавке на постоянном токе формируется крупнодендритная структура наплавленного металла покрытия, а при использовании импульсного режима - мелкодендритная структура (рисунок 1).

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

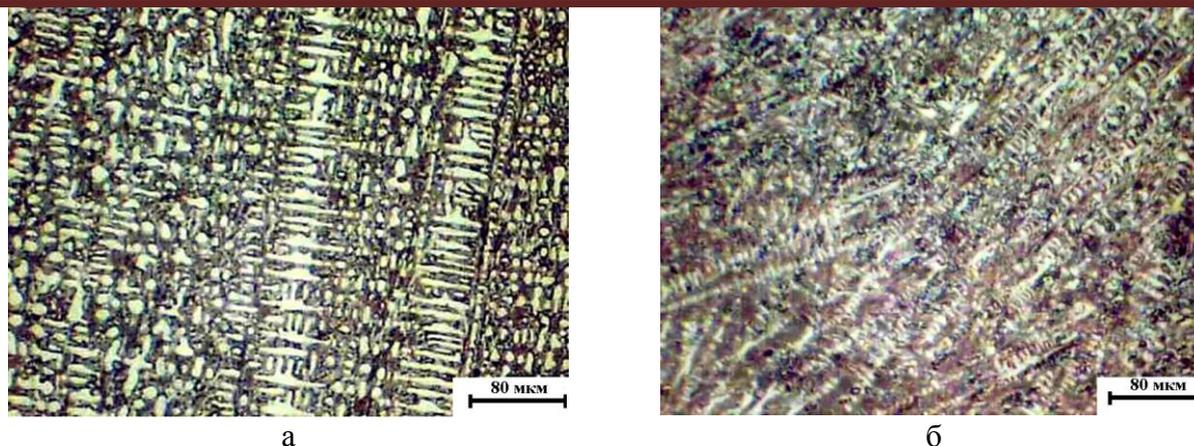


Рисунок 1. Микроструктура наплавленного слоя покрытия, полученного электродами Т590 после наплавки: а) на постоянном токе, б) импульсно-дуговой.

Материал наплавленного покрытия имеет твердость 270-300 НV, ЗТВ 210-230 НV. При постоянном токе температура нагрева выше, что вызывает больший рост зерна. Температура в зоне действия источника тепла в процессе наплавки может превышать температуру плавления тугоплавких соединений. Это приводит к их растворению в расплаве ванны. При наплавке на постоянном токе зона с укрупненным размером зерна шире, чем при модуляции тока, что свидетельствует о более высоких вложениях тепла и длительности термическом воздействии горячей дуги.

Измельчение зерна является одним из способов повышения прочности покрытий. Металлографические исследования наплавленных покрытий выявили измельчение структурных составляющих материала после импульсной технологии в ~ 1,5 раза. Это объясняется особенностями импульсного режима наплавки с интенсивным перемешиванием расплава и образованием центров кристаллизации. При изменении режима наплавки меняются процесс расплавления материала и химическая однородность наплавленного слоя. На свойства покрытий оказывает влияние содержание сохранность упрочняющих фаз, размеры и их расположение в матричном материале.

Графики изменения микротвердости покрытий, наплавленных электродами Т590, представленные на рисунке 2, свидетельствуют о характере приведенных зависимостей.

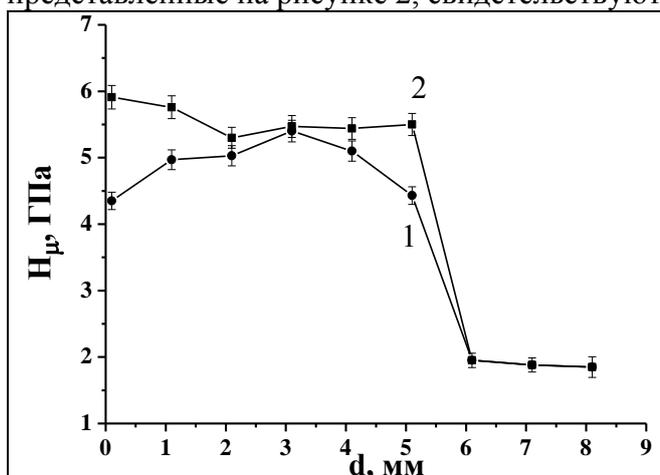


Рисунок 2. Изменение микротвердости по глубине стальной основы и наплавленных покрытий: 1) на постоянном токе, 2) на импульсном режиме.

Таким образом, использование технологии импульсно-дуговой наплавки позволяет через программируемый ввод тепла в зону покрытия управлять процессами плавления и переноса каждой капли электродного металла и измельчать структуру металла покрытия и повышать его свойства. Покрытие, наплавленное на импульсном режиме, имеет более однородную структуру. Опробовано восстановление геометрических размеров изношенных изделий с применением импульсно-дуговой наплавки электродами, близкими по своим свойствам основного металла изделия, и последующее упрочнение поверхностного слоя восстановленных изделий электродами

Т590, обеспечивающих им повышение физико-механических свойств.

**Работа выполнена в соответствии с программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, проект III.23.2.1.*

DOI: 10.17223/9785946218412/414

CONTROL OF STRUCTURE AND PROPERTIES OF DEPOSITED WEAR-RESISTANT COATINGS BY MODIFICATION OF THE MELT OF THE LOW-FREQUENCY MODULATION TAKE

Saraev Y.N., Bezborodov V.P., Perovskaya M.V., Semenchuk V.M.
Institute of strength physics and materials science SB RAS, Tomsk
litsin@ispms.tsc.ru

Annotation. The work investigated the influence of modes of electric arc welding of steel 09G2S electrodes T590 on the properties of the coatings.

The influence of electric arc influence on the structure, physical, mechanical and operational properties of coatings deposited by T590 electrodes was studied.

It is found that this modification allows to increase the uniformity of the structure of the deposited coatings, grind it and increase the hardness. Application of the method of pulsed arc welding saves in the coatings, deposited electrodes T590, previously formed the reinforcing phase.

Electric arc welding with electrodes is an economical and widely used in industry method of restoring machine parts and mechanisms, giving their working surface wear resistance [1, 2]. The most common wear-resistant surfacing materials include alloys with chromium, tungsten, boron, molybdenum, etc., the wear Resistance of these surfacing materials is highly dependent on the type and quantity of these phases in the alloys.

Deposition processes due to differences in heat inputs and properties of electrode materials have a specific effect on the properties of coatings. The decrease in the properties of the deposited metal occurs due to defects that may occur during the deposition [3-4]. This can lead to accelerated destruction of coatings [5-8]. Modern methods of surfacing allow to regulate the cooling rate of the coating material and control the processes of melting and crystallization, the formation of the structure and physical and mechanical properties [1-2].

An important task is to study the influence of technological modes of deposition of electrodes on the characteristics of the coatings by using pulsed processes that reduce the heat input and structural heterogeneity of the metal. Purpose: to Improve the properties of the deposited coatings using pulsed arc methods.

Materials and methods of research. The study of the deposited layers obtained by welding electrodes T 590. As a substrate on which surfacing was made, samples of steel 09G2S were used. Surfacing was carried out by the FEB-315 MAGMA power source with the Pulse console for the implementation of the pulse-arc process. For surfacing coatings used methods: a) direct current, b) pulse mode with frequency modulation current within 1 - 5 Hz. Registration of the parameters of the electrode deposition process was carried out using a digital oscilloscope AKIP 4122/1V. The microstructure was investigated by optical microscope NEOPHOT-21 in a section perpendicular to the longitudinal axis of the deposited coating. The microhardness of the deposited coatings, the heat-affected zone and the base metal was measured on the Leika microhardometer at a load of 0.5 N on the indenter.

The possibility of obtaining the necessary coating composition is determined by the initial concentration of elements and the degree of absorption of these elements by the metal during the formation of the drop and the melt bath.

Research results and discussion. Characteristic oscillograms of current and voltage on the arc when surfacing with coated electrodes are shown in figure 1.

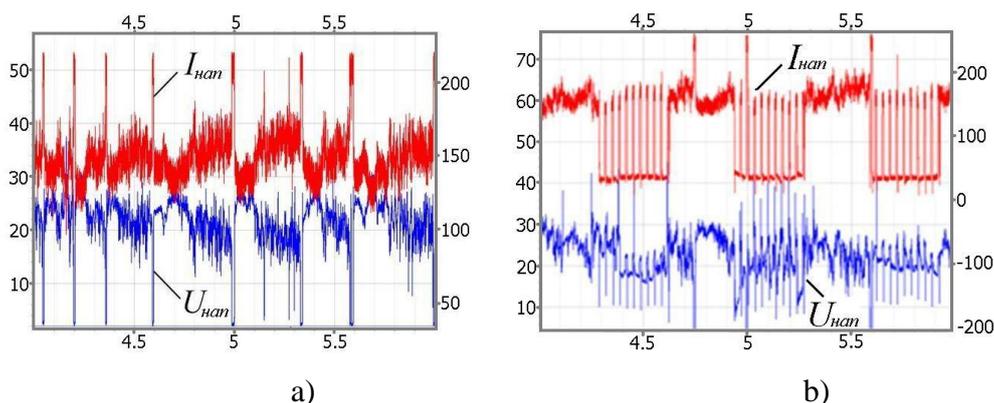


Figure 1. Typical oscillograms of current and voltage during surfacing coated electrodes: a) – direct current deposition mode, b) – mode of welding with modulated current; I NAP – current welding , U surfacing voltage.

Microstructure studies were carried out in the Central parts of the first and second layers of deposition by electrodes, in the transition zone from the coating to the base metal - in the areas of overheating and normalization. The microstructure of the base metal 09G2S is perlite and ferrite with a grain size of ≈ 4.7 microns. The volume fraction of perlite is ≈ 20 %. In surfacing coating electrodes T 590 is formed malagentia the structure of the metal coating (figure 2).

The microstructure of HAZ consists of several sections after surfacing: area of overheating with widmanstatten structure and area normalization is characterized by more fine-grained ferrite-perlitic structure. In the initial state, the base metal - steel 09G2S has a hardness of ~ 250 HV. The hardness of the coating material deposited by the coated electrodes is $\sim 270-300$ HV. ZTV hardness: 210-230 HV.

As a result of the pulse mode of surfacing grain size coatings and the width of the heat affected zone is smaller.

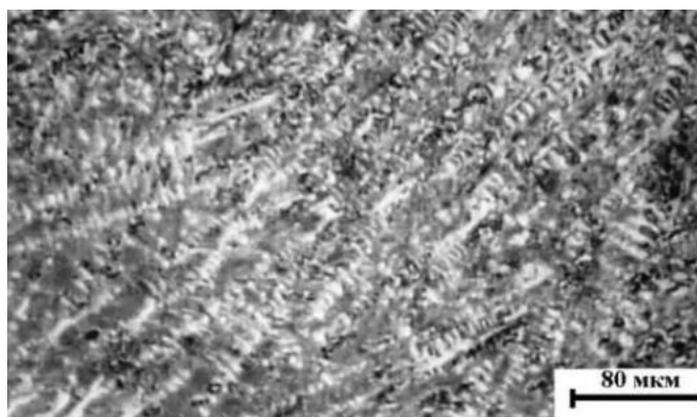


Figure 2. Dendritic structure of the coating deposited by electrodes T 590.

This indicates an increase in the quality of the deposited coating. When applying the coating on a DC mode, the heating temperature of the surfacing bath is higher, which, as a consequence, causes the growth of grain. When coating on pulse modes, by directed low-frequency high-energy action of the electric arc on the formed metal, due to the constant reciprocating motion of the melt with the frequency of current modulation, a more homogeneous structure with smaller structural components is formed. This formation of the coating metal is a consequence of the active mixing of the melt, which helps to equalize its heat content by controlling the movement of the metal in the weld pool, and also regulates the amount of molten metal under the arc to the beginning of the current pulse, thereby reducing the penetration depth. The periodic movement of the metal in the melt also contributes to a more uniform distribution of alloying elements in the volume of the molten metal.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

The use of pulsed-arc deposition technology with coated electrodes allows to control the processes of crystallization of the molten metal through programmable heat input into the coating zone, and, as a result, to grind the structure of the coating metal and improve its properties. For manual arc welding not provided by management cephaperason. When surfacing carbon steels hardening occurs due to the formation of a new surface layer. The properties of the deposited surface of steels depend on the type of alloying elements that determine the phase composition, phase transition boundaries and mechanical characteristics. The structure of the deposited metal and its properties are influenced by the technological parameters of the electrode deposition process, the number and size of the alloying elements.. The properties of the coatings deposited by the electrodes are influenced by the carbon content, preservation of the reinforcing phases (carbides, borides, etc.) in the process of surfacing, their size and location in the matrix material. The coating deposited using the pulse mode have: 1) ledeburite structure - electrodes T 590 (figure 3).

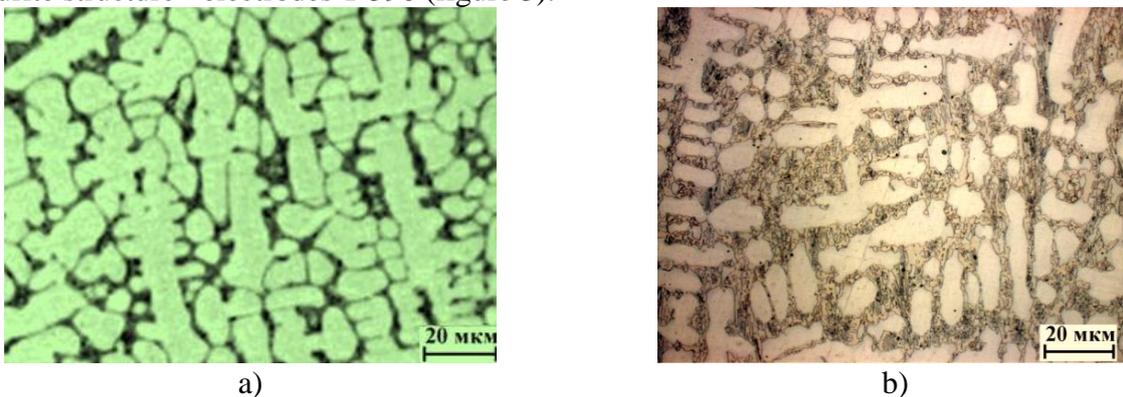


Figure 3. The structure of the deposited coating electrodes T 590 (a, b) on the modes: DC (a), pulse changes in the energy parameters of the mode (b).

In the process of the thermodeformation cycle of deposition of coatings by electrodes, as a rule, there is a formation of cracks (hot and cold), which leads to a decrease in the properties, which are lower, the higher the structural heterogeneity in the coating. By grinding the structure and reducing the structural heterogeneity, on the contrary, the properties of coatings are increased. Grinding of the coating structure obtained using a pulsed mode leads to an increase in its properties: hardness, wear resistance and other indicators [1-5].

This can be due to changes in the temperature in the area of the heat source during the deposition process, often exceeding the melting point of even refractory compounds when surfacing at a constant current. As a consequence, this leads to their dissolution in the bath melt. In the case of pulsed deposition mode can be achieved the formation of a metal, regardless of the brand of the electrode used, with a more uniform and fine-grained structure. The graph of changes in the microhardness of the electrode coatings T 590, deposited on the pulse mode, the zone of thermal influence and the base is shown in figure 4.

The average value of microhardness of coating metal is higher than 5000 MPa. The anal dependence is observed after surfacing in DC mode, only with lower values of microhardness of the coating.

Summary

1. The influence of modification by electric arc influence at pulse-arc surfacing by T 590 electrodes on the structure and properties of coatings is studied. Modification of materials of surfaced coatings on low-carbon steel 09G2S can improve the uniformity and dispersion of the structure, as well as hardness.

2. Using the method of pulse-arc surfacing of coatings deposited with electrodes T 590 allows them to retain the reinforcing phase.

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

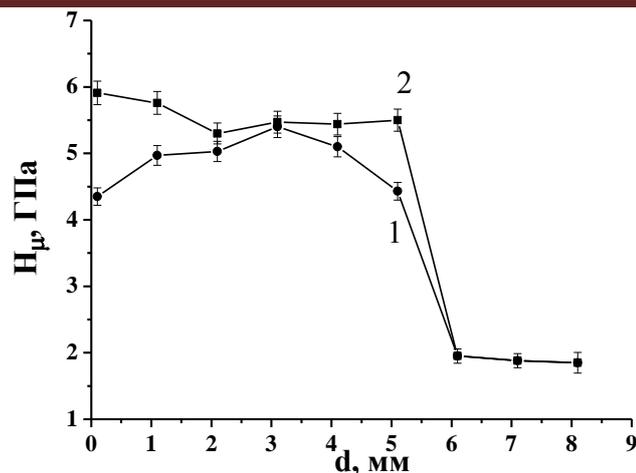


Figure 4. The change of microhardness the depth of the steel base and the deposited coatings: 1) direct current, 2) pulse mode.

**The work was carried out within the framework Of fundamental research programs of the state academies of Sciences for 2018-2020, project III.23.2.1*

- [1] E.I. Kivinema Particulate - reinforced metal matrix composite as a weld deposit/E. I. Kivineva, D.L. Olson, D.K. Maltock//Welding Journal. - 1995. - N 3. - P. 83-92.
- [2] B. Cantor, I.T.H. Chang, P. Knight, A.J. B. Vincent Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys//Materials Science and Engineering. - 2004. - P. 213-218.
- [3] Y.J. Zhou, Y. Zhang, Wang F.J., Wang Y.L., Chen G.L. Effect of Cu addition on the microstructure and mechanical properties of AlCoCrFeNiTi0.5 solid-solution alloy//Journal of Alloys and Compounds. - 2008. - V. 466. – P. 201–204.
- [4] Sheng Guo, Ng Chun, Lu Jian, C.T. Liu Effect of valence electron concentration on stability of fcc or bcc phase in high entropy alloys//Journal of Applied Physics. - 2011.- V. 109. - № 10. - P. 103505.
- [5] Sheng Guo, C.T. Liu Phase stability in high entropy alloys: Formation of solid-solution phase or amorphous phase//Progress in Science: Materials International. - 2011. - V. 21. - P. 433-446.
- [6] Jien -Wei Yeh, Shou -Yi Chang Yu - Der, Hong, Swe - Kai Chen, Su - Jien Lin. Anomalous decrease in X-ray diffraction intensities of Cu-Ni-Al-Co-Cr-Fe-Si alloy systems with multi-principal elements//Materials Chemistry and Physics. - 2007. - V. 103. - P. 41-46.
- [7] Yu.N. Saraev, V.P. Bezborodov, A.A Grigoryeva, N.I. Golikov, V.V. Dmitriev, I.I. Sannikov. Distribution of residual stresses in welded joints in 09G2S steel produced by adaptive pulsed-arc welding//Welding International. - 2015. - V. 29. - №. 2. - P. 131-134.
- [8] Yu.N. Saraev, V.P. Bezborodov. Effect of the Energy Parameters of the Welding Process on the Structure and Properties of welded Joints in low-alloy Steels//Welding International. - 2013. - №. 9. - P. 678-680.

DOI: 10.17223/9785946218412/415

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ТРИБОЛОГИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ ПРИ АДГЕЗИОННОМ ТРЕНИИ В УСЛОВИЯХ ВЫСОКИХ НАГРУЗОК И СЛОЖНОЙ КОНФИГУРАЦИИ КОНТРЕЛА

Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Исследованиям пластической деформации и фрагментации материалов при сварке трением с перемешиванием и фрикционной перемешивающей обработке в настоящее время посвящено большое число работ как в отечественном, так и в зарубежном научно-исследовательском секторе. Основные работы, касающиеся процесса сварки трением с перемешиванием, посвящены технологической стороне данного аспекта, заключающейся в соединении между собой различных материалов с однородной или разнородной структурой. При этом небольшое количество работ посвящено фундаментальной стороне изучения процесса формирования структуры при движении материала вокруг инструмента с достаточно сложной конфигурацией пина и плеч в процессе сварки или обработки трением с перемешиванием. На настоящее время процесс пластической деформации в материалах в условиях адгезионного трения достаточно детально изучался в испытаниях как по схеме "диск-палец", так и по схемам "диск-кольцо", "диск-диск" и др. Исследовались режимы трения образцов в широких пределах с механизмами изнашивания от нормального механохимического износа до образования в поверхностных объемах образцов фрагментированного наноструктурированного зеренно-субзеренного слоя, в котором за счет механизмов зернограницного скольжения реализован процесс как ламинарного, так и турбулентного течения материала в направлении трения. Одним из основных механизмов формирования зоны перемешивания при фрикционной перемешивающей обработке или сварке является процесс деформации до образования такого слоя и его сложное движение по контуру инструмента, имеющему различные составляющие, такие как "пин" или "плечи". В настоящей работе целью исследований являлось изучение формирования потоков материала вокруг инструмента при адгезионном трении с высокой нагрузкой алюминиевых сплавов в паре со стальными контртелами сложной формы для установления закономерностей течения материала по контуру различных составляющих инструмент для сварки трением с перемешиванием элементов.

В работе исследовано взаимодействие с контртелом в виде "клина", "шара" и "кольца" материала алюминиевого сплава в условиях трения с нагрузкой до 400-700 кг и скоростью вращения до 700 об/мин. Форма контртел имитировала процесс внедрения инструмента, его вращение внутри образца и движение зоны касания "плеч". Образцы испытаны на лабораторной установке для сварки трением с перемешивания в Институте физики прочности и материаловедения. Процесс трения происходил после внедрения под заданной нагрузкой контртела в образец от 30 секунд до 2 минут. После проведения испытаний образцы подвергались разрезке на электроискровом станке и исследованиям с использованием растровой электронной и оптической микроскопии.

Проведенные исследования показывают, что при трении с высокой нагрузкой и скоростью вращения по контуру зоны контакта образца и контртела в структуре алюминиевого сплава происходит образование потоков металла различной структурной конфигурации, четко выделяющихся на обзорных изображениях зоны пластической деформации образцов. При трении с шарообразным контртелом в структуре выделяется наличие тороидальных потоков, в структуре образцов, испытанных с контртелом в виде кольца - преимущественно ламинарное течение материала. В образцах в виде конического "клина" при внедрении и последующем трении образуется зона пластической деформации с течением материала в основном вдоль конуса контртела с наибольшей интенсивностью на краях конуса и наименьшей - в центральной части. Таким образом, экспериментально получены при фрикционном контакте с большой нагрузкой различные по своей конфигурации и особенностям потоки материала в зоне перемешивания.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23, и при поддержке РФФИ и Администрации Томской области (проект № 18-48-703046 p_мол_a).

DOI: 10.17223/9785946218412/416

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ТРИБОЛОГИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ ПРИ АДГЕЗИОННОМ ТРЕНИИ С ВНЕДРЕНИЕМ УЛЬТРАЗВУКА В ЗОНУ ТРЕНИЯ

Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Процесс фрикционного перемешивающего взаимодействия в условиях сварки или обработки трением с перемешиванием происходит сложным и неоднородным образом, что приводит к образованию структуры со слоистым строением, четко выделяющейся при исследованиях материала с применением оптической, растровой электронной микроскопии или EBSD-анализа. При сварке разнородных материалов процесс фрикционного перемешивающего взаимодействия в условиях высокой температуры приводит к образованию интерметаллидных прослоек, снижающих прочность и пластичность соединения и создающих ограничения на свариваемость материалов. При сварке материалов со структурой на основе одного металла в условиях использования, например, термически упрочняемого металла или сплава, возможно снижение эксплуатационных характеристик при изменении объемной доли или распределения частиц вторичных фаз за счет избыточного выпадения при избыточном тепловом воздействии. Внедрение ультразвукового воздействия в процессе сварки трением с перемешиванием позволяет расширить границы технологических режимов для получения неразъемных соединений из различных металлов и сплавов. При этом процесс пластической деформации и фрагментации при сварке трением с перемешиванием является многофакторным и зависит от большого числа переменных. Для определения механизмов воздействия ультразвука на процесс фрагментации в условиях фрикционного перемешивания в настоящей работе проведены исследования деформационного поведения алюминиевого сплава при адгезионном высоконагруженном трении в паре со стальным контртелом с внедрением ультразвукового воздействия в процессе испытания.

Исследовательские испытания проводили на лабораторной установке для сварки трением с перемешиванием в Институте физики прочности и материаловедения. Скорость вращения контртела в процессе испытания составляла от 500 до 700 об/мин. Нагрузка на образец изменялась в пределах от 300 до 700 кг. Мощность вводимого ультразвукового воздействия составляла не более 1 кВт. В качестве материалов были выбраны образцы термически упрочняемого сплава Д16 и термически не упрочняемого АМг5. После испытаний образцы подвергались резке на электроискровом станке и исследованиям металлографических шлифов на оптическом и растровом электронном микроскопах.

Проведенные исследования показывают, что в процессе фрикционного взаимодействия при внедрении ультразвука происходит перераспределение компонентов сплава с изменением объемной доли интерметаллидных фаз. При этом общий характер трения в условиях высокой нагрузки и скорости вращения сохраняется, в поверхностных слоях образуется фрагментированный слой с зеренно-субзеренной структурой - зона перемешивания, при отдалении от зоны перемешивания располагается зона термомеханического влияния, далее зона термического влияния. Происходит изменение размеров зон перемешивания и термомеханического влияния, четко выделяющееся по изменению травимости в сплаве Д16 при исследовании травленных шлифов методом оптической микроскопии. В сплавах обоих типов четко выражены описанные выше изменения, но более ярко влияние внедрения ультразвука прослеживается для сплава Д16. Таким образом, в работе прослежено влияние внедрения ультразвукового воздействия на структуру алюминиевых сплавов в условиях интенсивного термомеханического воздействия при адгезионном трении.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23, и при поддержке РФФИ и Администрации Томской области (проект № 18-48-703046 p_мол_a).

DOI: 10.17223/9785946218412/417

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И АДГЕЗИЯ МЕДНО-ЦИНКОВЫХ ПОКРЫТИЙ, СФОРМИРОВАННЫХ НА ПОВЕРХНОСТИ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА МЕТОДОМ ФРИКЦИОННОЙ ПЕРЕМЕШИВАЮЩЕЙ ОБРАБОТКИ

Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Формирование композиционных материалов на металлической основе является одним из наиболее перспективных направлений развития прикладной области промышленности и материаловедения. В настоящее время имеется большое количество методик формирования металлических функционально градиентных полиматериалов, к которым относятся различные методики аддитивного производства, осаждения металлических покрытий из газовой или жидкой фазы и др. Одним из методов, позволяющих получать композиционные материалы или металлические детали с покрытиями из разнородных сплавов без плавления, является перемешивающая фрикционная обработка. С помощью данной технологии получают как структуры с измененным строением поверхностного слоя из измельченного металла исходного материала, так и полностью отличным от исходного сплава состоянием за счет внедрения в поверхностный слой другого материала. При этом в результате образования интерметаллидных фаз возможно образование структур слабо связанных со структурой основного металла, в связи с чем в настоящее время имеется задача: получение полиметаллических структур в поверхностных слоях из структурно-разнородных материалов и повышение адгезии покрытий к подложке и в целом механических свойств, чего можно добиться путем проведения комплексных многоуровневых исследований структуры и механических свойств таких систем. В настоящей работе производилось получение покрытий из смеси материалов подложки - сплава АМг5 и медного сплава Л63, методом фрикционной перемешивающей обработки.

Работа выполнялась на экспериментальном оборудовании для сварки трением с перемешиванием в Институте физики прочности и материаловедения. Образцы получали вмешиванием в поверхностный слой сплава АМг5 материала листового проката сплава Л63 толщиной 2 мм инструментом для сварки трением с перемешиванием от 2,5 до 3 мм. Полученные структуры исследованы методами оптической и растровой электронной микроскопии. Проведение экспериментальных исследований на определение адгезии происходило на универсальной испытательной машине с использованием образцов крестообразной формы (для осуществления отрыва покрытия от подложки). Испытания на растяжение проводились на образцах, вырезанных вдоль линии обработки.

Проведенные испытания показывают достаточно высокую прочность сцепления покрытия и подложки в испытаниях на отрыв, но при этом в ряде экспериментов адгезия покрытия к подложке оказывалась недостаточной, и происходил отрыв покрытия от подложки по контуру линии соприкосновения (рисунок 1).

Напряжение отрыва покрытия от подложки для таких образцов составляло 55 МПа и менее, в то время как для образцов с нормальной связью покрытия и подложки отрыв происходил при напряжениях более 120-150 МПа и вплоть до разрушения образца по краю без отрыва покрытия. Для данных образцов характерно также и падение механических свойств в испытаниях на растяжение вдоль линии обработки.

В структуре образованного излома в данном случае наблюдается большое количество трещин и включений меди или твердых растворов на основе меди (рисунок 2). Отсутствие большого количества следов пластического деформирования в зоне отрыва свидетельствует об охрупчивании материала в зоне контакта.

Проведенные испытания показывают, что в образцах с покрытиями из сплавов на основе разнородных металлов возможно получение покрытий с высокой адгезией, но при отдельных

Секция 8. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

сочетаниях параметров процесса происходит охрупчивание материала в граничной зоне и резкое падение прочности сцепления с подложкой и механических свойств.



Рисунок 1. Область отрыва покрытия от подложки

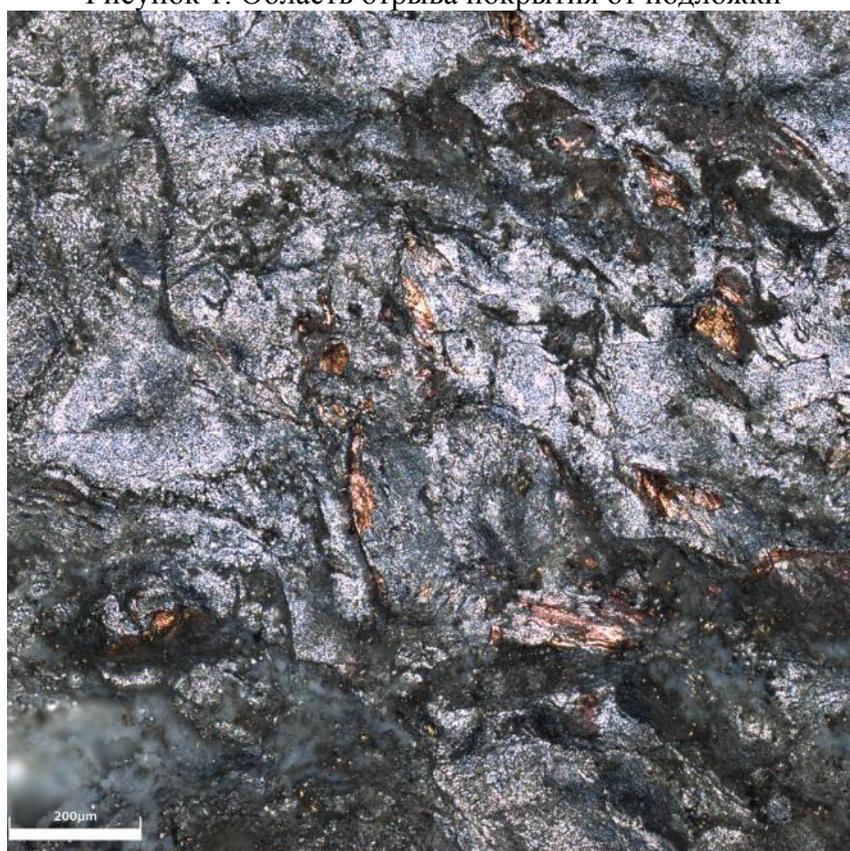


Рисунок 2. Строение излома после испытания на адгезию

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23, и при поддержке РФФИ (проект № 18-38-00645 мол_a).

DOI: 10.17223/9785946218412/418

ЦИКЛИЧЕСКАЯ ПРОЧНОСТЬ НЕРАЗЪЕМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ГИБРИДНОЙ ЛАЗЕРНОЙ СВАРКИ ИЗ СТАЛИ 12X18H10T

Иванов А.Н., Гусарова А.В., Чумаевский А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Одним из наиболее производительных методов создания неразъемных соединений сталей и сплавов является гибридная лазерная сварка. Данная технология основана на использовании для создания дополнительного нагрева в зоне сварки лазером электрической дуги, способствующей полному проплавлению металла на всю толщину листового проката, в том числе большой толщины. Среди используемых в промышленности металлов и сплавов для изготовления резервуаров, работающих в условиях низких температур и агрессивных сред, является аустенитная нержавеющая сталь 12X18H10T. Аустенитные стали обладают хорошей свариваемостью, и сварные конструкции из данных материалов применяются в широком спектре изделий. Неразъемные соединения, получаемые в ранее выполненных работах, как показали ранее проведенные исследования, полученные соединения обладают высокой прочностью на изгиб, растяжение и ударную вязкость. Но в настоящее время для соединений, полученных гибридной лазерной сваркой, в том числе с ультразвуковым воздействием, нет сведений о свойствах в условиях испытаний на мало- и многоцикловую усталость, хотя при различных условиях эксплуатации возможно более существенное влияние на изделия именно циклического характера нагружения. В связи с вышеуказанной целью настоящей работы является исследование взаимосвязи режима испытания неразъемных соединений стали 12X18H10T, полученных гибридной лазерной сваркой, на количество циклов до разрушения и закономерности пластической деформации и разрушения при малоцикловой усталости.

Образцы получены при различных параметрах мощности лазерного луча и электрической дуги на оборудовании ЗАО "Чебоксарское предприятие "Сеспель". Из экспериментальных образцов производилась вырезка образцов для испытаний на малоцикловую усталость на универсальной испытательной машине BISS UT-04-0100. Частота циклирования изменялась от 10 Гц до 80 Гц, наименьшее напряжение в цикле - $0,3\sigma_b$, наибольшее напряжение в цикле - $0,65-0,95\sigma_b$. После испытаний производились исследования строения изломов на растровом электронном микроскопе Zeiss LEO EVO 50 в режиме вторичных электронов.

Проведенные исследования показывают, что пластическая деформация и разрушение в стали 12X18H10T при различных режимах циклирования происходит аналогично с другими металлами и сплавами. При больших значениях максимального напряжения в цикле $0,95\sigma_b$ пластическая деформация достигает достаточно больших величин с образованием в образце "шейки" перед разрушением. Изломы имеют структуру, характерную и для разрушения при статическом растяжении, с вязким ямочным строением. Локализация разрушения при этом в большинстве образцов приходится на случайное место в образце за пределами сварного шва. При меньших максимальных напряжениях в цикле $0,65\sigma_b$ локализация деформации происходит без образования "шейки", и разрушение в этом случае происходит в центральной области сварного шва. Строение изломов характерно для усталостного разрушения. Для больших напряжений характерны небольшие количества циклов - менее 20 тысяч, для деформации при небольших напряжениях при испытаниях образцы демонстрируют более 110 тысяч циклов. Таким образом, проведенные испытания показывают, что образцы неразъемных соединений из стали 12X18H10T показывают достаточно высокие значения количества циклов до разрушения в испытаниях на малоцикловую усталость.

Работы выполнены при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки России (Соглашение № 14.607.21.0190, идентификатор проекта RFMEFI60717X0190).

DOI: 10.17223/9785946218412/419

СКАНИРУЮЩАЯ ТУННЕЛЬНАЯ МИКРОСКОПИЯ ПОДЛОЖКИ ИЗ СТАЛИ 09Г2С ПОСЛЕ ИСПЫТАНИЯ НА УДАРНУЮ ВЯЗКОСТЬ В СОСТАВЕ КОМПОЗИЦИИ «ПОДЛОЖКА– ПОКРЫТИЕ» И ЕЕ МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

^{1,2}Панин В.Е., ^{1,2}Кузнецов П.В., ¹Гальченко Н.К.

¹ Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, Russia

²National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

В настоящее время большое внимание уделяется разработке и совершенствованию композиционных покрытий, полученных методом ручной дуговой наплавки и работающих в условиях абразивного изнашивания и ударных нагрузок. Для улучшения таких показателей как износостойкость, пластичность, хладостойкость, трещиностойкость наиболее перспективным является модифицирование структуры наплавленных слоев путем введения в сварочную ванну легирующих компонентов и тугоплавких соединений, например, микродисперсных частиц карбонитридов титана $TiC_{0.5}N_{0.5}$

Вместе с тем, механические свойства композиции «наплавка – стальная подложка» определяются не только свойствами наплавленного слоя, но и свойствами материала основы, зависящими от структуры и размера зон сплавления и термического влияния и их химического состава, обусловленного процессами перемешивания и диффузионного перераспределения элементов между твердой и жидкой фазами в процессе наплавки. Наличие зон термического влияния в композиции «наплавка – подложка» особенно резко проявляется при их эксплуатации в условиях динамических и циклических нагрузок.

В настоящей работе исследовали материал подложки (сталь 09Г2С) после испытания на ударную вязкость образцов с покрытиями, полученными электродуговой наплавкой электродами МР-3 (ГОСТ 9466-75), содержащими СВС-частицы $TiC_{0.5}N_{0.5}$ размером 400~700 нм. Расчетное содержание карбонитридов в опытных образцах составляло 0,15, 0,25 и 1,0 мас.%. Толщина наплавленного слоя – 3 мм. Образцы для испытания на ударную вязкость с V-образным надрезом глубиной 2 мм имели размер 10×10×55 мм. Толщина модифицированного покрытия в вершине V-образного надреза – 1 мм. Результаты исследования наплавки с добавками наночастиц карбонитридов титана изложены в [3].

Образцы стали 09Г2С толщиной около 1 мм вырезали из композиции «подложка – покрытие» на расстоянии около 3 мм от границы раздела между наплавкой и подложкой после испытания на ударную вязкость. В образцах стали 09Г2С, вырезанных из композиций «подложка – покрытие» с 0,15вес.%TiCN и 0,25мас.%TiCN наблюдали увеличение модулей Юнга по сравнению с исходным состоянием стали на 4 и 20% соответственно. С помощью СТМ выявлены морфологические признаки образования верхнего и нижнего бейнита в подложке с покрытием 0,25мас %TiCN. Анализ профилей поперечного сечения бейнитной структуры, показал, что ее образование может объясняться в рамках симпатического зародышевого механизма продольного роста. Обсуждаются механизм структурных изменений материала подложки при нанесении покрытия и в процессе испытания на ударную вязкость и влияние изменений структуры на механические свойства композиции «подложка-покрытие».

1. Dong.J., et al. (2017). doi org/10.1016/j.fusengdes.2017.05.084.

2. V. V. Golovko, V. A. Kostin, and G. M. Grigorenko, Paton Welding J. 7, 11–17 (2011).

2. P. V. Kuznetsov, N. K. Galchenko, T. V. Rakhmatulina, V. P. Samartsev, K. A. Kolesnikova, R. S. Laptev, M. N. Babikhina, AIP Conference Proceedings 1909, 020114 (2017); <https://doi.org/10.1063/1.5013795>

Секция 9. Иерархическая организация
объектов в геодинатике

DOI: 10.17223/9785946218412/420

**КОМБИНИРОВАННЫЙ ВЫЧИСЛИТЕЛЬНЫЙ ПОДХОД ДЛЯ КОМПЬЮТЕРНОГО
МОДЕЛИРОВАНИЯ ОПОЛЗНЕВЫХ ЯВЛЕНИЙ**

¹Малинникова О.Н., ¹Трофимов В.А., ¹Шиповский И.Е., ²Wen-Jie Xu,

¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки*

Институт проблем комплексного освоения недр

им. академика Н.В. Мельникова Российской академии наук

²*State Key Laboratory of Hydrosience and Hydraulic Engineering, Department of Hydraulic Engineering, Tsinghua University, Beijing, China*

Поведение крупномасштабных горнопородных масс с большими деформациями определяет основу работы и производительность геотехнических сооружений и горных предприятий и должно быть должным образом учтено при их моделировании, анализе и проектировании. Для быстрого принятия решений по предотвращению и минимизации ущерба от опасных оползневых явлений большое значение имеет оперативная оценка их геомеханических параметров. Пример этому недавний оползень на Бурейском водохранилище, произошедший 11 декабря 2018 г., который вызвал полное перекрытие каньонной части, прекратив сток воды между равнинными участками и тем самым создав угрозу подтопления объектов социально-экономической и транспортной инфраструктуры. В этой связи анализ устойчивости склонов неизменно актуален для оценки инженерно-геологических опасностей. На сегодняшний день наиболее популярным подходом, применяемым в прогнозе устойчивости склонов, является метод предельного равновесия в сочетании с современными методами компьютерного моделирования. Так метод сглаженных частиц (SPH) положительно зарекомендовал себя при решении краевой задачи с большими деформациями и проявлениями динамического разрушения бортов карьера [1,2], рассматриваемых как гомогенной сплошной материал. Метод дискретных элементов (DEM) [3] используется для получения нелинейного отклика материала от малой деформации до конечной деформации и дает преимущество в расчете сил взаимодействия между отдельными блоками массива склона без предположений о гомогенности материала. В настоящее время известно, что механизмы иерархического взаимодействия многоуровневых геомеханических процессов в значительной степени определяют нелинейное поведение сложных природных систем при различных внешних воздействиях. В работе представлена новая схема иерархической связи в интеграции методов SPH и DEM для многомасштабного моделирования больших деформаций в анализе устойчивости склонов. Предложенная структура связывания не только наследует преимущества SPH в решении масштабных инженерных задач деформации по сравнению с использованием сеточных методов, где затруднительно избежать искажения сетки, но также позволяет при помощи DEM моделирования связать информацию о масштабе зерна и ключевые микромеханические механизмы с макроскопическим описанием гранулированных геосред на всех уровнях деформации, от начальной стадии малых деформаций на пути к режиму больших деформаций до разрушения.

Для демонстрации возможностей, новой платформы SPH-DEM в данной работе моделирование разрушения борта карьера выполнено для условий плоской деформации. Имитируется полная выемка массивного блока горной породы за короткий отрезок времени. Используется модель упруго - пластической деформации, параметры которой зависят от показателя накопления повреждений, определяемого по аппроксимации критерия Кулона - Мора, известной как соотношение Друккера - Прагера. Кроме того, применяемый численный метод сглаженных частиц реализует двойственную модель представления повреждаемости геосреды, которая отражает разрыхление горной породы при выполнении заданного критерия разрушения и расхождение частиц материала при потере действия сил взаимосвязи, определяемых алгоритмом численного метода. Эти качества позволяют достаточно реалистично моделировать процессы развития деформаций и разрушения.

На рисунке 1 представлены расчетные картины разрушения массива, подработанного выемкой крупного блока, представляющие динамическое сдвижение, разрушение и фрагментацию горной породы под действием собственного веса всей нависающей толщи породы по высоте.

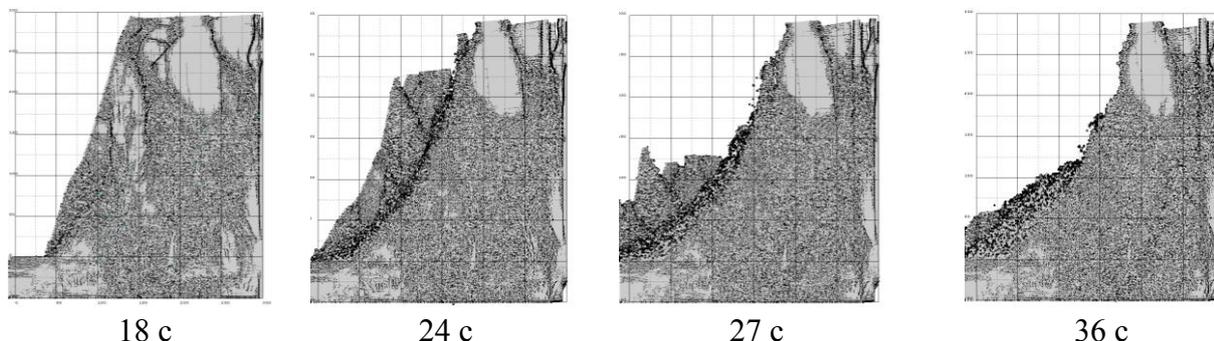


Рис. 1. Рассчитанная кинограмма сдвижения породы склона карьера

Это динамическое сдвижение заканчивается обрушением породы на дно карьера. Процесс последовательной фрагментации, формирования крупных блоков и их динамического сдвижения объясняет системное проявление геодинатических явлений, проявляющихся в виде кластеров на сейсмограммах полученных в размещенных в толще массива сейсмодатчиках.

Расчеты позволяют оценить последствия обрушения и получить рекомендации по проведению мероприятий для укрепления склона в зависимости от параметров породы окружающего массива.

1. Трофимов В.А., Шиповский И.Е. Компьютерное моделирование динамического разрушения бортов карьера // Материалы Пятой международной конференции «Триггерные эффекты в геосистемах», Москва, 2019.
2. Малинникова О.Н., Трофимов В.А., Шиповский И.Е. Метод сглаженных частиц в моделировании разрушения и обрушения кровли выработки // Материалы Международной научно-практической конференции «Подземная угледобыча XXI век». 2018.Т. 2 С. 464-475.
3. Wen-Jie Xu, Guang-Yu Liu, Daniel N. Wilke, Trofimov V. A. 3D random Voronoi models for simulation of rock fractures based on GPU-accelerated discrete element method // Материалы «1 Международной научной конференция «Проблемы геомеханики сильно сжатых горных пород и массивов». Владивосток, 2019.

DOI: 10.17223/9785946218412/421

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗЛУЧЕНИЯ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ПРИ ВНЕШНЕМ
ИНИЦИИРОВАНИИ ДИНАМИЧЕСКОГО СРЫВА**

Остапчук А.А.

Институт динамики геосфер Российской академии наук им. М.А.Садовского, Москва

Согласно современным представлениям, крупные землетрясения происходят в результате проскальзывания по уже существующим разломам и крупным трещинам. Для возникновения быстрого фрикционного проскальзывания должны выполняться ряд условий. Зона локализации деформаций должна проявлять свойства скоростного разупрочнения, а реологическая жесткость разлома должна превышать жесткость вмещающего массива. В тоже время напряжения на разломе должны быть близки к пределу прочности. При этом если разлом находится в метастабильном состоянии, любое даже самое слабое воздействие может инициировать скольжение.

В настоящей работе в лабораторных экспериментах исследуются закономерности излучения АЭ в ходе лабораторного сейсмического цикла и проявления "внешнего" инициирования динамических срывов. Был проведен детальный статистический анализ излучения АЭ и особенности излучения АЭ при "внешнем" инициировании. Анализ АЭ на постдинамической стадии сейсмического цикла дает принципиальную возможность говорить об особенностях инициирования динамических срывов.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 17-05-01271).

DOI: 10.17223/9785946218412/422

УПРУГИЕ ДЕФОРМАЦИИ НА ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА ПРИ УЧЕТЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И РАЗМЕРОВ

Чертова Н.В.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Реальные материалы и среды, к числу которых относятся композиты, поликристаллы, пористые и геологические среды, имеют иерархически организованную внутреннюю структуру, важным элементом которой являются границы раздела. В монокристаллах элементы структуры и границы раздела формируются в процессе деформации. Границы раздела представляют двумерные дефекты и оказывают существенное влияние на физические и эксплуатационные свойства материалов и сред, определяя закономерности процессов деформации и разрушения твердых тел.

Напряженно-деформированное состояние формируется в процессе распространения, взаимодействия и затухания волн. Для исследования напряженно-деформированного состояния на границе раздела рассмотрим задачу прохождения упругой волны через границу. Традиционно при решении этой задачи находятся коэффициенты Френеля и определяются потоки энергий вторичных волн [1]. Коэффициенты Френеля позволяют определить и проанализировать деформационные моды на границе, характеризующие изменение и поворот бесконечно малого элемента среды. Впервые это было сделано для свободной поверхности упругого тела. Аналогичная задача на границе раздела двух упругих тел при условии идеального контакта изучена в [2], в [3] рассмотрено условие идеального скольжения.

Классический подход механики сплошной среды предполагает, что граница раздела представляет бесконечно тонкий слой. В действительности граница имеет некоторый объем и обладает физико-механическими свойствами отличными от свойств контактирующих тел. Существует ряд подходов к построению моделей сред, структурная неоднородность которых обусловлена наличием границ раздела [4-5]. Рассмотрим закономерности деформаций на границах раздела, представляющих структурный элемент, в рамках модели блочных сред, предложенной Садовским [5]. Согласно этой модели граница обладает толщиной и характеризуется набором механических параметров, определяющих ее поведение. В данной работе на основе этой модели, широко используемой при численном моделировании динамического поведения структурно неоднородных сред [6], рассматриваются закономерности распространения упругих волн через границу раздела и исследуются деформации на границе в зависимости от ее размеров и свойств.

Как предполагается в модели [5], поведение упругих границ задается уравнением движения и законом Гука, на основе которых можно получить граничные условия для задачи контакта двух тел. В простейшем случае нормального падения продольной и поперечной волны граничные условия запишутся в виде

$$\rho_b \partial_i^2 (U^2_i + U^1_i) / 2 = (\sigma^2_{zi} - \sigma^1_{zi}) / h, (U^2_i - U^1_i) / h = (\sigma^2_{zi} + \sigma^1_{zi}) / (2L_b), i=z, y. \quad (1)$$

Здесь и далее все приводимые величины определены в декартовой системе координат x, y, z , связанной с границей, нормаль которой $n \parallel z$, U^1_i , U^2_i , σ^1_{zi} , σ^2_{zi} – смещения и напряжения в граничащих средах, ρ_b , L_b , μ_b – плотность и упругие модули границы, h – толщина границы. В случае падающей волны сдвига ($i=y$) вместо модуля L_b во втором выражении (1) необходимо использовать $2\mu_b$. Выражения (1) получены на основе уравнения движения и закона Гука при замене пространственных производных дискретными выражениями и величин на границе средними значениями в контактирующих средах. При $h \rightarrow 0$ из (1) следуют условия идеального контакта.

$$U^2_i - U^1_i = 0, \sigma^2_{zi} - \sigma^1_{zi} = 0, i=z, y.$$

Подставляя в (1) выражения для смещений падающих U^0_i , отраженных U^-_i ($U^1_i = U^0_i + U^-_i$) и преломленных волн U^2_i , а также найденные на их основе выражения для деформаций и напряжений, получим системы уравнений для определения коэффициентов Френеля.

Аналитические выражения для коэффициентов отражения и преломления существенно упрощаются в случае границы раздела двух одинаковых сред, что позволяет исследовать их экстремальные значения в зависимости от изменения безразмерных параметров, характеризующих толщину границы и ее упругие свойства. На основе аналитических решений были проанализированы условия резонансов для коэффициентов Френеля на границах раздела одинаковых и различных упругих сред. Коэффициенты Френеля и амплитуды деформаций на границе раздела различных упругих тел исследовались численно. В ходе проведенных расчетов были рассмотрены возможности экстремальных значений деформаций на границе в зависимости от размеров и упругих свойств границы для различных контактирующих тел.

Полученные результаты показывают, что напряженно-деформированное состояние на границе раздела упругих сред существенно зависит от используемой физико-математической модели границы. Границы, представляющие структурные элементы, по сравнению с классическим аналогом механики сплошных сред могут иметь деформации более опасные с точки зрения разрушения при определенных упругих свойствах контактирующих тел и границы, а также ее размеров. Это необходимо учитывать при прогнозировании разрушений структурно неоднородных тел и их эксплуатации.

1. Бреховский Л.М., Годин О.А. Акустика слоистых сред. М.: Наука. 1989. 416с.
2. Чертова Н.В., Гриняев Ю.В. Особенности напряженно-деформированного состояния на границе раздела упругих сред при идеальном контакте // Физ. мезомеханика. 2018. Т. 21. №. 2. С.56-67.
3. Чертова Н.В., Гриняев Ю.В. О характере деформаций на границе раздела упругих сред при условии скольжения // Письма в ЖТФ. 2018. Т. 44. В. 9. С.88-94.
4. Sadovskii V.M., Sadovskaya O.V. Modeling of elastic waves in a blocky medium based on equations of the Cosserat continuum //Wave Motion. 2015.V. 52. P. 138-150.
5. Садовский М.А. Естественная кусковатость горной породы // ДАН СССР. 1979. Т. 247. № 4. С. 829-832.
6. Сарайкин В.А. Распространение низкочастотной составляющей волны в модели блочной среды // ПМТФ. 2009. Т. 50. № 6. С.177-185.

DOI: 10.17223/9785946218412/423

ДЕФОРМАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ ПОЛИМИНЕРАЛЬНЫХ УЧАСТКОВ КВАРЦ-ПИРИТОВОГО СОСТАВА (ГАБРИЭЛЕВСКОЕ РУДОПРОЯВЛЕНИЯ)

Лычагин Д.В., Зырянова Л.А., Бибко А.А.

*Национальный исследовательский Томский государственный университет, Россия
bibko.geology@gmail.com*

Процессы формирования геологических структур при динамометаморфизме происходят при постоянном воздействии давления и температуры. Порода, представленная различными наборами минералов с различными свойствами, могут образовать разные деформационные структуры с помощью различных механизмов деформации: межзерновое проскальзывание, деформационное двойникование, статическая и динамическая рекристаллизация и т. д. Рассмотрение структуры пород и минералов, связанное с проявление выше названных механизмов может служить индикаторами условий их образования.

На месторождение Габриелевском, находящемся в центральной части Бутачихинско-Кедровской зоны на юго-западном крыле крупного Синюшинского горст-антиклинория, наблюдаются породы характерной структуры (милониты) с определенной минеральной ассоциацией: кварц (SiO_2), ортоклаз ($\text{K(AlSi}_3\text{O}_8)$), серицит ($\text{KAl}_2[\text{AlSi}_3\text{O}_{10}](\text{OH,F})_2$) из рудных минералов присутствуют пирит (FeS_2), халькопирит (CuFeS_2), сфалерит (ZnS) и галенит (PbS).

Наиболее индикаторными, в данном случае, для определения параметров деформации, являются кварц и рудные минералы.

Были проведены исследования кварц-пиритовых участков на предмет наличия следов пластических деформаций при помощи метода дифракции отраженных электронов на микроскопе с вольфрамовым катодом. При выбранном режиме съемки достоверный минимальный размер разориентированных областей составляет 1...2 мкм при шаге сканирования три точки на рассматриваемой области. Аппроксимация границ разориентации, с учетом границ разбиения на области малоугловых границ $2...15^\circ$ и большеугловых границ $>15^\circ$, построение прямых полюсных фигур, фазовых карт, определение размеров зерен и статистических параметров распределения, производили при помощи программного обеспечения Channel5.

Пробы были отобраны с одной глубины, что позволяет говорить об одинаковом литостатическом давлении и, как следствие, напряжении. Были исследованы деформированные участки с разной объемной долей пирита. Следы пластической деформации были обнаружены в кварце. Наблюдается образование субграниц внутри материнского зерна. Чем меньше объемная доля пирита в исследованной кварц-пиритовой ассоциации, тем выше плотность деформационных границ в кварце. Таким образом, сдвиговое напряжение пласта будет определяться объемной долей пирита, чем она выше, тем выше сопротивление сдвигу. Так как пирит и кварц испытывают пластические деформации в одном диапазоне температур (выше 1000°C) и имеют близкий предел ползучести, то можно полагать, что преимущественная деформация кварца связана с его гидrolитическим ослаблением. В этом случае в кварце происходит гидролиз кремнекислородных связей и, как следствие, понижается температура, при которой начинаются пластические деформации. Увеличение содержания воды приводит к активизации плоскостей ромбоэдра и призмы, что подтверждает анализ полюсных фигур кварца. Активизация этих плоскостей говорит о низких температурах и низких скоростях деформации. Подобное явление характерное для силикатов и алюмосиликатов. Оно не наблюдается для пирита.

Исследования проводили с использованием оборудования центра коллективного пользования «Аналитический центр геохимии природных систем» НИ ТГУ.

DOI: 10.17223/9785946218412/424

О ВОЗМОЖНОСТИ УПРАВЛЕНИЯ ТЕХНОГЕННЫМИ ВОЗДЕЙСТВИЯМИ СЕЙСМООПАСНЫХ ДЕФОРМАЦИЙ В ЗОНАХ АКТИВНЫХ ТЕКТОНИЧЕСКИХ РАЗЛОМОВ

¹Ружич В.В., ²Цсахье С.Г., ^{2,3}Шилько Е.В.

¹Институт земной коры СО РАН, Иркутск

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

³Томский государственный университет, Томск

Начиная с 1999 года, ИЗК СО РАН совместно ИФПМ СО РАН осуществлялись комплексные систематические исследования, направленные на изучение механизмов сеймотектонической деструкции и разработку способов управления сеймотектоническими деформациями в сегментах сейсмоопасных разломов для безопасного снижения их избыточного сейсмического потенциала. Для решения поставленных задач использовались методы физического и численного моделирования процессов деформирования и динамического разрушения в природных разломно-блоковых средах различного типа – геологической и ледовой. Исследования проводились в рамках рабочих семинаров, совещаний и полевых экспедиций с организацией стационарных наблюдений, мониторинга естественных деформаций и сейсмичности, натурных экспериментов в зонах активных разломов Прибайкалья, Якутии, Монголии. В камеральные периоды осуществлялись обработка, анализ собранных материалов и численное моделирование управления деформациями средствами достижений в области физической мезомеханики с использованием собранных сведений в полевых экспедициях. Большое внимание уделялось созданию новой измерительной высокоточной аппаратуры для прецизионной регистрации деформаций и сейсмического излучения из разномасштабных разрывных нарушений в массивах горных пород.

Многолетние исследования проводились в зимние периоды и на ледовом покрове Байкала, имеющем многомасштабное блочное строение, где при термоактивированных деформациях происходят ледовые удары – мощные сейсмические импульсы с энергией, соответствующей слабым тектоническим землетрясениям [1] (рисунок 1). Было, в частности, установлено, что слабыми подледными взрывами и деформациями с применением мощных домкратов возможно инициировать ледовые удары или ослаблять их реальное проявление периодическими слабыми техногенными воздействиями, распределенными вдоль трещин.

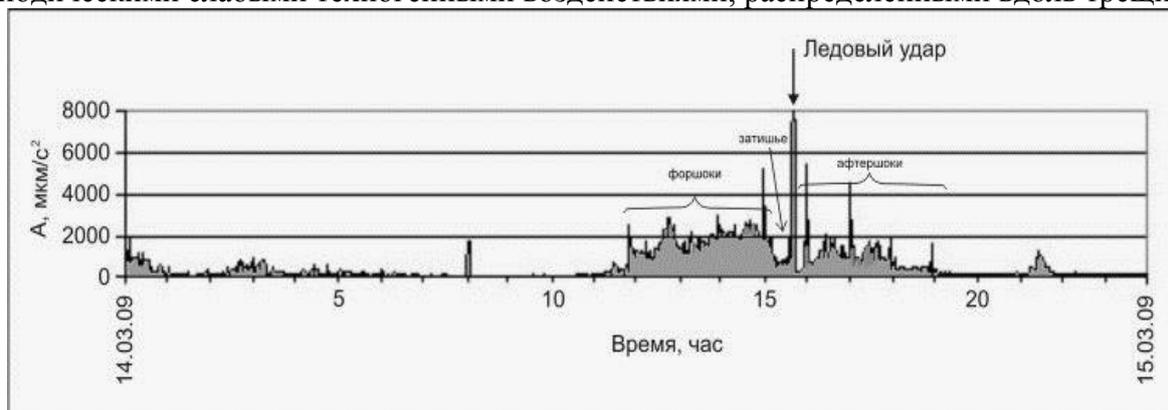


Рис. 1. Сейсмическая запись одного из ледовых ударов, сходных по реологическим параметрам со слабыми землетрясениями в Байкальской рифтовой впадине.

Значительные успехи были достигнуты в исследованиях разломных зон в горных массивах Прибайкалья, на территории Монголии и в сверхглубоком карьере в Республике Саха с применением взрывных и квазистатических силовых воздействий в сочетании с закачками воды в сегменты разломов. В качестве примера на рис.2. показан один из таких испытательных полигонов на участке Ангарского сейсмоактивного разлома вблизи поселка Листвянка Иркутской области. Результаты натурных испытаний на сегменте Ангарского разлома стали основой для получения патента о способе управляющего техногенного

воздействия на разломы с применением виброимпульсных воздействий и с закачками растворов в разлом [2].

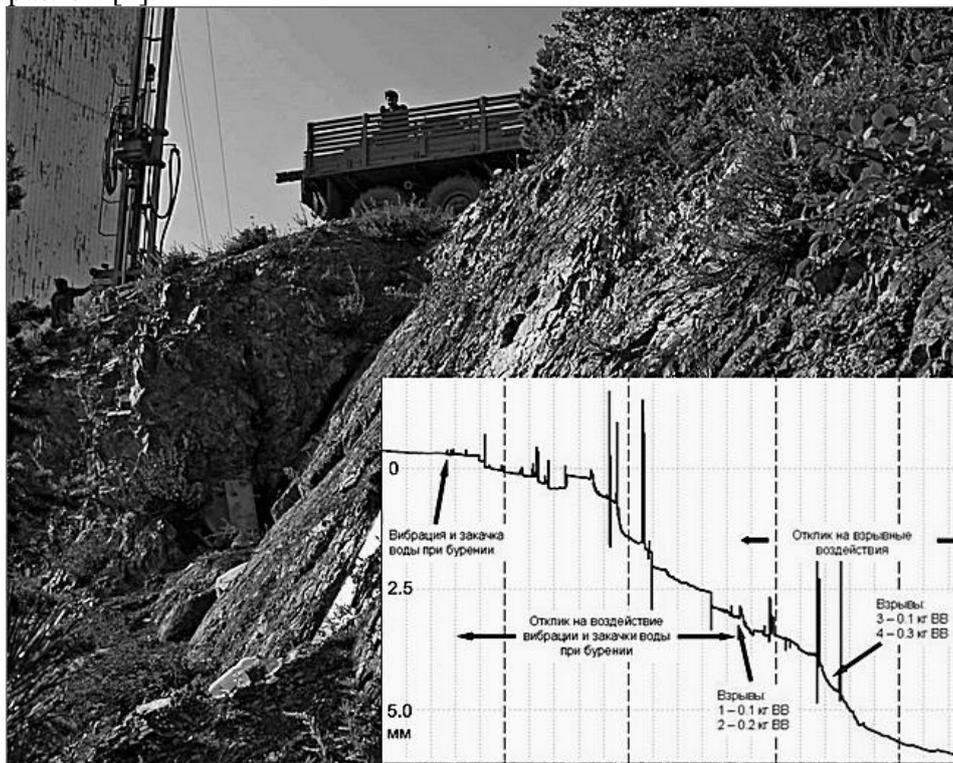


Рис.2. Бурение скважин на участке Ангарского разлома для проведения закачек водных растворов в зону сместителя разлома и проведение кумулятивных взрывов. На врезке представлен график смещений в зоне разлома после проведенных виброимпульсных воздействий, вызвавших ускоренные смещения с суммарной амплитудой до 8 мм в сочетании с серией значительных по амплитуде сейсмических импульсов. После проведения испытаний сейсмореформационная активность участка разлома значительно снизилась на многие годы.

Последующими многолетними фундаментальными исследованиями коллективов сотрудников двух институтов под руководством член-корреспондента РАН С.Г. Псахье, проводимых в течение 15 лет в разных регионах Восточной Сибири и Монголии, удалось многократно расширить и обосновать правомерность выбранного научного направления по созданию принципиально новых методических подходов к решению проблем обеспечения сейсмобезопасности путем проведения превентивных управляемых техногенных воздействий на выявленные потенциально опасные сегменты разломов [3]. Выбранное направление исследований остается в мировой науке пионерным до настоящего времени и находит все большее понимание и привлекает последователей не только в России, но и за рубежом [4].

1. Ruzhich, V.V.; Psakhie, S.G.; Chernykh, E.N.; Shilko, E.V.; Levina E.A.; Dimaki A.V. (2018) Baikal Ice Cover as a Representative Block Medium for Research in Lithospheric Geodynamics / Physical mesomechanics, V. 21/3, Pp. 223-233.
2. Псахье С.Г., Попов В.Л., Шилько Е.В., Астафуров С.В., Ружич В.В., Смекалин О.П., Борняков С.А. Способ управления режимом смещений во фрагментах сейсмоактивных тектонических разломов: пат. № 2273035 Рос. Федерация / Заявитель ИФПМ СО РАН, патентообладатели: ИФПМ СО РАН, ИЗК СО РАН. - № 2004108514/28(008997).
3. Ruzhich V. V., Psakhie S. G., Shilko E. V., Vakhromeev A. G., Levina E. A. On the Possibility of Development of the Technology for Managing Seismotectonic Displacements in Fault Zones // AIP Conference Proceedings. 2018. V. 2051, Iss. 1. Pp. 020261–1–4.
4. Savage, H. M., J. D. Kirkpatrick, J. J. Mori, E. E. Brodsky, W. L. Ellsworth, B. M. Carpenter, X. Chen, F. Cappa, and Ya. Kano. Scientific Exploration of Induced Seismicity and Stress (SEISMS). - Sci. Drill., 23, 57–63, 2017.

DOI: 10.17223/9785946218412/425

ПАРАМЕТРИЗАЦИЯ СЛАБЫХ СЕЙСМИЧЕСКИХ СОБЫТИЙ НА КОРОБКОВСКОМ МЕСТОРОЖДЕНИИ КУРСКОЙ МАГНИТНОЙ АНОМАЛИИ

Беседина А.Н.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт динамики геосфер имени академика М.А. Садовского
Российской академии наук, Москва*

Влияние экзогенных воздействий на деформационный режим разломной зоны, а, следовательно, и на процесс инициирования техногенно-тектонических землетрясений, наиболее отчетливо проявляется в виде слабой сейсмичности приуроченной к активному разлому. Данные о расположении очагов и их механизмах содержат сведения как о структуре и гетерогенности разлома [1, 2], так и о напряженно-деформированном состоянии [3].

В данной работе проведен анализ микросейсмичности, инициированной в процессе разработки Коробковского месторождения. Для этого были выбраны наиболее опасные участки смыкания Главной и Стретенской залежей, которые характеризуются как зоны тектонических нарушений общей мощностью около 100 м. Мониторинг сейсмических событий в этой области проводился периодически в течение года в дни проведения массовых взрывов [4]. Измерительная система, включающая акселерометры Briel&Kjaer 8306 (0.08 Гц-1 кГц) с частотой опроса 10 кГц, была установлена на вертикальной стенке выработки, на глубине около 300 м от свободной поверхности. Геометрия системы измерений представляла собой линейный профиль или систему крест. Выделение слабых сейсмических событий проводилось по методике, которая позволяет детектировать события в присутствии помех на разных частотах [4]. Для единой параметризации массовых взрывов по эпицентральному расстоянию и максимальному количеству взрывчатого вещества (ВВ) в одной ступени рассчитывалась максимальная скорость смещения грунта, которая составила 0.37-96.59 мм/с для взрывов на расстоянии 125-2400 м от измерительной точки и максимальном количестве ВВ в одной ступени 522-1435 кг.

Для решения поставленных задач разработана методика классификации слабых сейсмических событий по механизму очага. Параметры сейсмических событий, для которых развитие разрыва описывается моделью сдвиговой трещины проведено с помощью решения обратной задачи для модели Дж. Брюна [5]. Для выделенных событий угловая частота составила 80-1000 Гц, что, согласно модели, соответствует 7-10 порядку сейсмического момента или моментной магнитуде -1.3...1. Параметризация событий, которые описываются трещиной отрыва, проводилась как при исследовании спектрального состава, так и при анализе кинематических параметров событий (параметры нарастания сейсмических импульсов).

Проведено исследование относительных вариаций во времени жесткости разломной зоны и групповой скорости сейсмических волн во времени. Мониторинг вариаций скорости вблизи разломной зоны с помощью кросс-корреляция сейсмических шумов может позволить проследить изменение напряженно-деформированного состояния массива горных пород. Отработка и адаптация метода для проведения измерений на малых базах в диапазоне высоких частот была проведена в [6]. Полученные значения жесткости области дезинтеграции центральной зоны разлома находятся в хорошем соответствии с зависимостью жесткости разлома от масштаба по мировым данным. Например, для разломов длиной около 3-4 км характерные средние значения нормальной и сдвиговой жесткости составляют 600 МПа/м и 150 МПа/м соответственно [7]. Результаты длительного мониторинга вариаций скорости с помощью кросс-корреляции шумов зарекомендовали себя при определении физических механизмов деформирования разломной зоны.

Работа выполнена при поддержке Российского Научного Фонда (проект № 16-17-00095).

2. Goebel T.H.W., Becker T.W., Schorlemmer D., Stanhitz S., Sammis C., Rybacki E., Dresen G. Identifying fault heterogeneity through mapping spatial anomalies in acoustic emission statistics // J. Geophys. Res. 2012. N. 117. P. B03310.
3. Liu J., Xu S., Li Y. and Lei G., Rock Mech. Rock Eng. (2018). <https://doi.org/10.1007/s00603-018-1541-y>.
4. Besedina A.N., Kishkina S.B., Pavlov D.V. Reaction of the fault zone to periodic seismic impact by example of the Korobkovo ore deposit // AIP Conference Proceedings. 2018. N. 2051. P. 020028, doi: 10.1063/1.5083271.
5. Madariaga R. Earthquake scaling laws // Extreme Environmental Events: Complexity in Forecasting and Early Warning. Robert A. Meyers ed. Springer. 2010. P. 364-381.
6. Besedina A.N., Ostapchuk A.A. Microseismic ambient noise analysis for estimation of the deformation characteristics of a fault zone // AIP Conference Proceedings. 2018. N. 2051. P. 020029, doi: 10.1063/1.5083272.
7. Кочарян Г.Г. Геомеханика разломов. М.: ГЕОС, 2016, 424 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/426

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ПОДГОТОВКИ СЕЙСМИЧЕСКИХ СОБЫТИЙ С ПОМОЩЬЮ АНАЛИЗА НИЗКОЧАСТОТНОГО СЕЙСМИЧЕСКОГО ШУМА

Беседина А.Н., Ряховский И.А., Павлов Д.В.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт динамики геосфер имени академика М.А. Садовского
Российской академии наук, Москва*

В последнее десятилетие сформировалась гипотеза о том, что при переходе очаговой области будущего землетрясения в метастабильное состояние механические характеристики разломной зоны должны заметно изменяться, а в последние годы эта гипотеза была подтверждена и экспериментально [1, 2]. Если этот эффект имеет место в природных условиях, то может существовать возможность инструментального контроля изменений напряженно-деформированного состояния разломной зоны на заключительной стадии подготовки землетрясения. Эти изменения могут быть обнаружены, в частности, при анализе параметров низкочастотного микросейсмического шума.

В работе проведен анализ микросейсмического фона в диапазоне низких частот за десятилетний период для Чилийского региона. Для анализа были привлечены данные сейсмических станций LCO, LVC и TRQA международной сейсмической сети IRIS (<http://ds.iris.edu/ds/nodes/dmc/forms/breqfast-request/>). Выборка землетрясений и их основных параметров проводилась по данным сейсмического каталога USGS Earthquake catalog (<https://earthquake.usgs.gov/earthquakes/search/>). Для количественной характеристики микросейсмического фона и оценки характерной частоты собственных колебаний был использован алгоритм центра масс. Проводилась оценка спектрального центроида, который указывает где, главным образом, сосредоточена энергия колебаний. Помимо долгосрочного анализа микросейсмического фона, проводилось исследование результатов регистрации микросейсм до и после крупных удаленных землетрясений. В ходе исследования параметров сейсмического фона выделены землетрясения, перед которыми наблюдается понижение спектральной частоты. В целом, минимальное значение спектрального центроида перед землетрясениями с $M > 8$ согласуется с теоретическими значениями частот собственных колебаний, полученных для модели колебаний блока на пружине [3]. Для событий с $7 < M < 8$ накоплена малая статистика, поскольку эпицентральные расстояния до регистрируемых станций зачастую больше размеров очага регистрируемых землетрясений. Для событий с $6 < M < 7$ ожидаемые значения спектрального центроида совпадают с характерными частотами первичных и вторичных микросейсм.

Поиск собственных частот колебаний блоков, которые могут быть обнаружены в спектре сейсмических шумов, проводился и на меньшем иерархическом уровне. Для анализа были привлечены данные записи высокочастотных акселерометров на глубине ~ 300 км от свободной поверхности в районе г. Губкин, где ведётся разработка залежей железной руды и регулярно проводятся взрывные работы. Меньшая, по сравнению с крупными землетрясениями, длина волны, возникающая при массовых взрывах, позволит провести исследование на меньшем масштабе. Однако повышенный уровень сейсмического фона вблизи участков ведения горных работ создает трудности обработки и требует адаптации методики выделения и идентификации нестационарных событий низкочастотного микросейсмического шума.

Проведение измерений выполнено в рамках государственного задания (проект № 0146-2019-0006). Обработка и анализ сейсмических данных выполнены при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 18-05-00923).

1. Кочарян Г.Г., Остапчук А.А., Павлов Д.В., Будков А.М. О перспективе обнаружения процесса подготовки землетрясения в спектре сейсмического шума. Лабораторный эксперимент // Физика Земли. 2018. № 6. С. 117-129.
2. Kocharyan G.G., Ostapchuk A.A., Pavlov D.V. Traces Of Laboratory Earthquake Nucleation In The Spectrum Of Ambient Noise // Scientific Reports. 2018. N. 8. P. 10764, <https://doi.org/10.1038/s41598-018-28976-9>.
3. Besedina A.N., Ostapchuk A.A. Parametric analysis of the low-frequency seismic noise as the basis for monitoring changes of the stress-strain state of rock // AIP Conference Proceedings. 2018. N. 2051. P. 020030, doi: 10.1063/1.5083273.

DOI: 10.17223/9785946218412/427

**РЕЖИМ ДЕФОРМИРОВАНИЯ ВОДОНАСЫЩЕННОГО КОЛЛЕКТОРА ПО
ДАНЫМ ПРЕЦИЗИОННОГО МОНИТОРИНГА УРОВНЯ ПОДЗЕМНЫХ ВОД**

Кабыченко Н.В., Горбунова Э.М., Беседина А.Н.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт динамики геосфер
им. М.А. Садовского Российской академии наук, Москва*

Приливной анализ широко используется для оценки фильтрационных свойств водонасыщенного коллектора – водопроницаемости и проницаемости и основан на исследовании фазового сдвига между приливными волнами, выделенными в вариациях уровня водоносных горизонтов и объемной деформацией пласта. Основные результаты исследований в этом направлении отражены в многочисленных работах Hsieh et al., 1987; Doan et al., 2006; Cutillo, Bredehoeft, 2011; Burbey et al., 2012; Lai, Wang, 2013; Vinogradov et al., 2017; Барабанов и др., 1988; Багмет и др., 1989; Любушин и др., 1993; Копылова и др., 2009; Беседина и др., 2015 и др.

В статье [1] обоснована информативность долговременных высокоточных измерений уровня при исследовании зон разломов по сравнению с результатами обработки данных последовательно проведенных откачек. Приливной анализ позволяет дистанционно определять низкие значения проницаемости коллектора *in situ*, которые невозможно оценить, используя традиционные методы гидрогеологического опробования. Амплитуды суточных и полусуточных приливных волн в вариациях уровня могут зависеть от раскрытия (апертуры) трещин, ориентации (падения и простирания), протяженности трещин и сжимаемости шероховатостей [2]. Соотношение теоретических значений амплитуд основных типов волн объемной деформации пород по составляющим С – Ю и В – З различается с учетом широты расположения пункта измерений [3]. Вариации уровня напорного водоносного горизонта рассматриваются в качестве одного из индикаторов пороупругого отклика водонасыщенного коллектора на земные приливы.

Целью настоящей работы явилось исследование приливного отклика, соответствующего разным типам волн, выделенным в уровне напорного водоносного горизонта по данным прецизионного мониторинга уровня подземных вод, проводимого на территории геофизической обсерватории ИДГ РАН «Михнево» [4]. Водовмещающие породы представлены карбонатным коллектором трещинно-порового типа (известняками, доломитами с подчиненными прослоями глин). Были рассмотрены ежемесячные ряды гидрогеологических данных за период 2017 - 2018 гг. за исключением результатов измерений, проведенных в марте 2018 г. из-за технических помех, осложняющих регистрацию сигнала.

К обработке выбранного ряда гидрогеологических наблюдений применена новая методика, которая позволила четко выделить приливные волны в уровне подземных вод. Были определены среднемесячные значения амплитуд для восьми типов приливных волн, включая 4 полусуточных – K_2 , S_2 , M_2 , N_2 и 4 суточных - K_1 , P_1 , O_1 и Q_1 . Объемная деформация пород рассчитана с использованием программного пакета ETERNA 3.0 [5] применительно к координатам наблюдательной скважины.

Режим напорного водоносного горизонта подвержен сезонным вариациям. Увеличение напора за период наблюдений составило 3.3 м. С июня 2018 г. прослежен устойчивый тренд снижения уровня на 1.4 м, который может быть связан с влиянием региональной воронки депрессии, сформированной в пределах Московского региона. Таким образом, в пределах рассматриваемого ряда наблюдений выделяются участки естественного и техногенно-нарушенного режима подземных вод, которые характеризуются изменением параметров подземного потока – направления, уклона и скорости движения. Соответственно в естественных и техногенно-нарушенных гидрогеологических условиях, как при подъеме, так и при снижении уровня напорного горизонта к магистральным – основным водопроницающим трещинам относятся системы гидрогеологически активных трещин разных направлений.

В связи с вышесказанным сравнительный анализ значений амплитуд приливных волн, выделенных в уровне подземных вод по экспериментальным данным и рассчитанных для объемной деформации пород, выполнялся поэтапно. В первую очередь была выполнена оценка амплитудного фактора по углу наклона линейной зависимости между среднемесячными значениями амплитуд приливов в уровне и теоретической деформации пород. Устойчивая взаимосвязь отмечена в мае 2017 г. и 2018 г. по сравнению с остальными месяцами наблюдений (см. рис. 1).

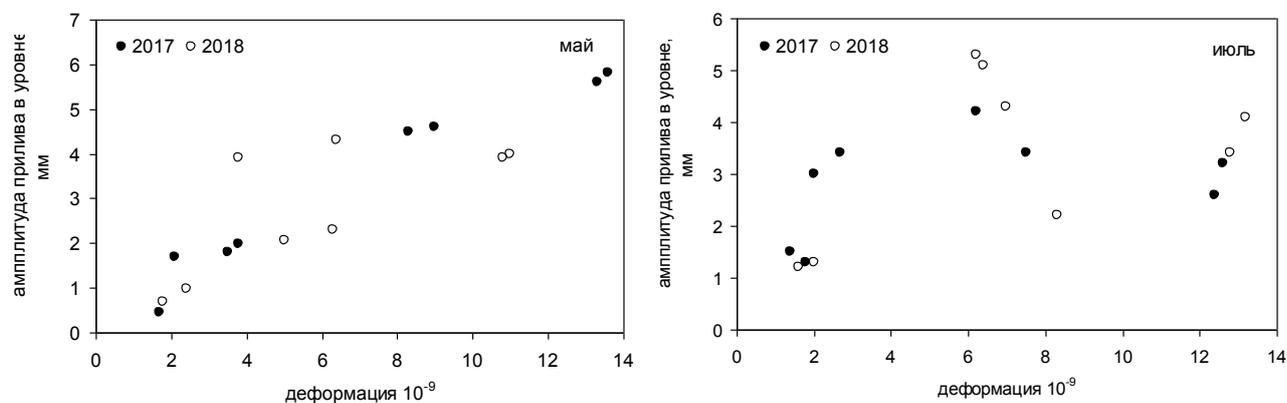


Рис. 1. Амплитудный фактор напорного водоносного горизонта за май и июль 2017 г. и 2018 г.

На следующем этапе был исследован амплитудный фактор для каждого типа приливных волн за двухлетний период наблюдений. Пороупругий отклик на деформирование коллектора наиболее выражен для приливных волн лунного типа N_2 и главной солнечной волны P_1 . Далее среди основных типов приливных волн было рассмотрено помесечное соотношение амплитуд отклика, выделенных в уровне напорного горизонта и рассчитанных для объемной деформации. Для главной суточной волны O_1 , начиная с июля 2018 г., прослежено увеличение амплитуды гидрогеологического отклика на фоне уменьшения амплитуды, теоретически рассчитанной деформации за исключением октября и ноября 2018 г. Подобное расхождение значений амплитуд откликов в уровне и деформации частично отмечено и для полусуточной волны лунного типа N_2 .

Полученные результаты позволяют предположить, что различия в соотношении интенсивности отдельных приливных волн, выделенных в уровне напорного водоносного горизонта, может косвенно свидетельствовать об изменении направления магистрального движения воды на микроуровне по системам водопроводящих трещин. Планируется продолжить работы по прослеживанию взаимосвязи между вариациями амплитуд различных типов приливных волн.

Работа выполнена в рамках госзадания АААА-А17-117112350020-9 и при финансовой поддержке РФФИ (проект № 19-05-00809).

1. Allegre V., Brodsky E., Xue L., Nale S.M., Parker B.L., Cherry J.A. Using earth-tide induced water pressure changes to measure in situ permeability: A comparison with long-term pumping tests // *Water Resources Research*. 2016. 52.
2. Bower D. R. Bedrock fracture parameters from the interpretation of well tides // *Journal of geophysical research*. Vol.88. No. B6. June 10. 1983. P.5025-5035.
3. Мельхиор П. Земные приливы. М.: Мир. 1968. 483 с.
4. Беседина А.Н., Виноградов Е.А., Горбунова Э.М., Кабыченко Н.В., Свинцов И.С., Пигулевский П.И., Свистун В.К., Щербина С.В. Отклик флюидонасыщенных коллекторов на лунно-солнечные приливы. Часть 1. Фоновые параметры приливных компонент в смещении грунта и уровне подземных вод // *Физика Земли*. 2015. № 1. С.73-82.
5. Wenzel H.G. Earth tide analysis package ETERNA 3.0 // *BIM*. 1994. № 118. P. 8719-8721.

DOI: 10.17223/9785946218412/428

**АВТОСОЛИТОННАЯ КОНЦЕПЦИЯ МЕДЛЕННЫХ
ДЕФОРМАЦИОННЫХ ВОЛН В ЗЕМЛЕ**

^{1,2}Макаров П.В.

¹*Томский государственный университет, Томск*

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

К настоящему времени в геодинатике на основе почти пятидесятилетних наблюдений за процессами миграции геофизических полей и миграций сейсмических активизаций сформировалась концепция медленных деформационных волн Земли. Эти медленные движения распространяются в геосредах со скоростями на 5-7 порядков меньшими, чем скорости звука. Стало также понятно, что подобная медленная динамика нагруженной геосреды является важнейшей частью общего процесса эволюции напряженно-деформированного состояния геосреды как типичной нелинейной динамической системы. Следующий этап становления концепции деформационных волн Земли связан с синергетическим взглядом на их физическую природу. Медленные деформационные возбуждения стали рассматривать как автоволновые процессы, развивающиеся в нагруженной т.е. активной среде.

В представляемом сообщении предлагается общая модель, описывающая процесс совместной генерации и распространения в нагружаемой прочной среде как обычных волн напряжений, распространяющихся со скоростями звука, так и медленных автоволновых возмущений неупругой природы, скорости распространения которых на много порядков ниже скоростей звука. Изучение параметров и свойств медленных деформационных возмущений выявило их автосолитонную природу. Полученные решения показали, что в нагружаемой прочной среде формируются три типа автосолитонов: 1) статические; 2) пульсирующие; 3) бегущие.

Причем, при определенных условиях бегущие автосолитоны взаимодействуют как не вполне упругие частицы, отталкиваются либо сливаются со статическими, формируя в прочной упругопластической среде диссипативные структуры – полосы локализованной деформации.

Полученные результаты позволили сформулировать автосолитонную концепцию медленных деформационных волн в Земле и процессов формирования в геосредах диссипативных структур, к которым следует отнести разломы.

DOI: 10.17223/9785946218412/429

АВТОСОЛИТОНЫ В ГЕОСРЕДАХ

^{1,2}Макаров П.В., ²Перышкин А.Ю.

¹*Томский государственный университет, Томск*

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

В работе численно изучены процессы распространения автосолитонных возмущений в геосредах. Исследованы как особенности распространения медленных деформационных возмущений по разломам, так и межразломные автоволновые процессы. Изучены процессы формирования в нагруженной прочной среде волн переключения, обычных автоволн и бегущих автосолитонов неупругой природы. Показано, что при встрече двух бегущих автосолитонов они взаимодействуют как не вполне упругие частицы, отталкиваясь друг от друга. Также показано, что цуги бегущих автосолитонов при взаимодействии со стационарным, либо пульсирующим автосолитоном сливаются с ним образуя более мощную стационарную динамическую структуру.

Таким образом, численно воспроизведен процесс формирования разломов в активной нагружаемой геосреде.

DOI: 10.17223/9785946218412/430

КОМПЬЮТЕРНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ГЕОТЕКТОНИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ НА ТЕРРИТОРИИ СИБИРСКОЙ ПЛАТФОРМЫ И ЕЁ ОБРАМЛЕНИЯ^{1,2}Ахметов А.Ж., ^{1,2}Смолин И.Ю., ^{1,2}Макаров П.В. ²Перышкин А.Ю.¹*Томский государственный университет, Томск*²*Институт физики прочности и проектирования СО РАН, Томск*

По геологическим данным Енисейский кряж и Якутско-Вилуйская изверженная провинция, которые находятся на территории Сибирской платформы, существенно различаются как по геологии, так и по развитию в них тектонических процессов. Если в области Енисейского кряжа преобладают деформации сжатий-сдвигов ввиду наличия Приенисейского сдвиго-надвигового пояса, то в Якутско-Вилуйской изверженной провинции ярко выражены растяжения-сдвиги, обусловленные, в том числе, и вулканизмом [1,2].

В работе выполнено моделирование геотектонических течений в этих областях с учётом особенностей их структурного строения. Проведена оценка вида напряженно-деформированного состояния (НДС) в этих областях на основе расчётов глобальных тектонических течений в Центральной Азии как результата процесса коллизии на границах Евразийской плиты (Индостан, Аравия на юге, Североамериканская плита на северо-востоке). Также выполнен расчёт локальных современных тектонических течений этих регионов, обусловленных особенностями их геологического строения.

В математической постановке были использованы основные уравнения механики деформируемого твёрдого тела и определяющие соотношения упругопластической среды с неассоциированной моделью Друкера-Прагера-Николаевского [3,4]. Компьютерное моделирование было проведено с помощью конечно-разностного метода Уилкинса [5]. В уравнение состояния системы не были внесены тепловые параметры, влияющие на характер напряженно-деформированного состояния, поэтому был проведён лишь учёт геотектонических преобразований, возникших в результате процесса коллизии на территории Енисейского Кряжа и процесса растяжения в Якутско-Вилуйской изверженной провинции. Граничные условия представлены в качестве боковых смещений, которые параллельно возникают с влиянием силы тяжести, выраженным ускорением свободного падения.

Для более подробного исследования вида НДС Енисейского кряжа были проведены расчёты для геологических разрезов вдоль профилей «Батолит-1982» и «Шпат», на основе данных ГСЗ, полученные центром ГЕОН [6]. Полученные результаты показали наличие областей локализованной неупругой деформации в районе надвига Приенисейского сдвиго-надвигового пояса. Также в обоих профилях полосы локализованной неупругой деформации распространяются на поверхность горного массива именно в области нахождения сибирских рек Енисей и Вельмо. Максимальные значения отрицательных горизонтальных напряжений сосредоточены в области границы Мохо. На общую картину напряженного состояния в обоих профилях существенно влияют неоднородность физико-механических свойств и кривизна слоёв земной коры. В Якутско-Вилуйской изверженной провинции выявлены заметные растяжения-сдвиги, обусловленные их геологическим строением и особенностями регионального вида НДС.

Данное научное исследование выполнено в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23, а также в рамках проекта № 53 «Численное моделирование плавления в земной коре и литосфере при растяжении и коллизии (на примере Сибирской платформы и её обрамления)» Комплексной программы фундаментальных исследований СО РАН «Междисциплинарные интеграционные исследования на 2018–2020 гг».

1. Vernikovskiy, V.A., Metelkin D.V., Vernikovskaya, A.E., Matushkin, N.Yu., Kazansky, A.Yu., Kadilnikov, P.I., Romanova, I.V., Wingate, M.T.D., Larionov, A.N., Rodionov, N.V. Neoproterozoic tectonic structure of the Yenisei Ridge and formation of the western margin of the Siberian craton based on new geological, paleomagnetic, and geochronological data // Russian Geology and Geophysics. 2016. №52. P. 24–39. DOI: 10.1016/j.rgg.2010.12.003

Секция 9. Иерархическая организация объектов в геодинамике

2. Polyansky O.P., Prokopiev A.V., Koroleva O.V., Tomshin M.D., Reverdatto V.V., Selyatitsky A.Yu., Travin A.V., Vasiliev D.A. Temporal correlation between dyke swarms and crustal extension in the middle Palaeozoic Vilyui rift basin, Siberian platform // *Lithos*. 2017. v. 282-283, P. 45-64. dx.doi.org/10.1016/j.lithos.2017.02.020.
3. Нелинейная механика геоматериалов и геосред. // Под ред. Л.В. Зуева. Н.: Академическое изд-во «Гео», 2007. 235с.
4. Николаевский В. Н. Механические свойства грунтов и теория пластичности // *Механика твёрдых деформируемых тел*. Т. 6. Итоги науки и техники. М.:ВИНИТИ АН СССР, 1972. С.5 – 85
5. Уилкинс М. Л. Расчет упругопластических течений // *Вычислительные методы в гидродинамике*. – М.: Мир, 1967. С. 212 – 263.
6. Костюченко С.Л., Мухин А.В., Кадурын И.Н., Неядько В.В., Ракитов В.А., Чернышев Ю.Г. К 50-летию юбилею деятельности центра ГЕОН // *Разведка и охрана недр*. 2018 №02. С.28 – 37

DOI: 10.17223/9785946218412/431

ЭТАПЫ ФОРМИРОВАНИЯ РАЗЛОМНОЙ ЗОНЫ ПРИ СДВИГЕ ПО ПРОСТИРАНИЮ. КИНЕМАТИКА БЛОЧНОЙ СТРУКТУРЫ

^{1,2}Бакеев Р.А., ^{2,1}Стефанов Ю.П., ³Кочарян Г.Г.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

²*Институт нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН, Новосибирск*

³*Институт динамики геосфер РАН, Москва*

Скорость деформации, а соответственно и смещений по разрыву, зависит от скорости разупрочнения в результате накопления повреждений и снижения сцепления, а также величины и закона изменения трения. При этом величина смещения определяется протяженностью разрыва, накопленной энергией и внешними условиями. Таким образом, динамические явления связанные как с формированием, так и развитием разрыва зависят от множества факторов, в число которых входит строение и этап эволюции разломной зоны.

В работе представлены результаты численного исследования формирования магистрального разлома и оперяющих разломных структур в осадочном чехле в условиях продольного сдвига блоков фундамента (strike-slip). Показано, что можно выделить несколько этапов формирования и развития разрыва, на каждом из которых последовательно формируются отдельные зоны нарушений. Начальные этапы характеризуются наиболее плавным развитием деформации, в ходе чего происходит зарождение множества нарушений в вершине разлома в основании осадочного чехла, а также формированием полос локализации в поверхностных слоях. По мере увеличения смещения происходит рост оперяющих структур от вершины разреза в основании к поверхности. На следующем этапе происходит дальнейшее смещение блоков геосреды вдоль оперяющих нарушений, их скорость существенно возрастает в момент выхода сколов на поверхность. Форма оперяющих нарушений и магистрального разлома определяется как начальным напряженным состоянием, так и упругопластическими свойствами среды. Заключительной стадией является замыкание разломов верхней и нижней частей по всей высоте и формирование магистрального разлома. Относительное смещение блоков вдоль оперяющих нарушений прекращается, и массивы по разные стороны от разлома движутся как целое.

Моделирование осуществлялось в трёхмерной постановке, решалась система уравнений динамики упруго-хрупкопластической среды. Неупругое поведение среды описывалось в рамках модифицированной модели Друккера-Прагера-Николаевского с неассоциированным законом течения.

Данное научное исследование выполнено в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23, и при поддержке РФФИ, грант №19-05-00378.

DOI: 10.17223/9785946218412/432

РАСЧЕТ ГРАВИТАЦИОННЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В СЛОЕ ГЕОСРЕДЫ

^{1,2}Бакеев Р.А., ^{2,1}Стефанов Ю.П.,

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск*

²*Институт нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН, Новосибирск*

Определение напряженно-деформированного состояния, вызванного силой тяжести, является начальным этапом в решении многих задач геомеханики, как фундаментальных – моделирование движения тектонических плит, развитие разломов, так и прикладных, связанных с бурением скважин, горными выработками, строительством.

Применение традиционного подхода в рамках динамической модели, основанного на плавном наращивании силы тяжести, приводит к тому, что среда сжимается вдоль вертикальной оси. В результате такой усадки мы получим распределение напряжений в деформированной среде с искаженным рельефом и внутренней структурой, не соответствующими первоначально заданным. Легко оценить, что при толщине модели в десятки километров даже в упругом состоянии искажения геометрии будут значительны. При пластической деформации искажения могут быть значительно больше. Таким образом, возникает серьезная проблема расчета напряженного состояния соответствующего заданным структуре и рельефу, например, горной системы.

В представленной работе предложен алгоритм расчета напряженного состояния моделируемой области геосреды в поле силы тяжести с сохранением заданного рельефа поверхности и геометрии неоднородностей. Разработанный алгоритм апробирован для упругого и упругопластического поведения среды. В качестве примеров приведены решения одно, двух и трехмерных задач определения напряженно-деформированного состояния в слое геосреды. Приведены решения как однородных сред и для сред со структурой – модель горы, солевые диапиры. Результаты расчетов показали, что применение разработанного алгоритма обеспечило сохранение рельефа и структуры или их минимальные искажения по сравнению с традиционным подходом расчета начального напряженного состояния, обусловленного действием силы тяжести.

Данное научное исследование выполнено в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23 и IX.128.1.1.

DOI: 10.17223/9785946218412/433

**УЧЕТ СФЕРИЧНОСТИ ПРИ ЧИСЛЕННОМ МОДЕЛИРОВАНИИ ПРОЦЕССОВ
ДЕФОРМАЦИИ В ЗЕМНОЙ КОРЕ**

^{1,2}Стефанов Ю.П., ^{2,1}Бакеев Р.А., ¹Суворов В.Д., ¹Мельник Е.А.

¹*Институт нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН, Новосибирск*

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

В основе численного расчета напряженно-деформированного состояния в геологических средах лежат методы, разработанные в механике сплошной среды. Однако при решении задач геомеханики возникает ряд специфических проблем, связанных с большими размерами исследуемых областей, недостатком сведений о свойствах среды и условиях деформирования. Остается открытым вопрос о влиянии и необходимости учета сферичности при рассмотрении процессов деформации для областей разной протяженности и глубины.

Для решения этой задачи была проведена адаптация численного алгоритма решения краевой задачи в рамках шаблона, построенного для декартовой системы координат. Построена цилиндрическая расчетная сетка, учтено изменение вектора силы тяжести, существенно переработан расчет граничных условий на случай произвольных криволинейных границы, что позволило без введения цилиндрической системы координат, учесть кривизну границы.

В качестве примера рассмотрена задача о напряженно-деформированном состоянии трёхслойной блочной модели земной коры и верхов мантии, вдоль профиля Тарим–Алтай протяженностью 2500 км и глубиной 90 км. Результаты расчетов показали, что применение разработанного алгоритма расчета гравитационных напряжений обеспечило сохранение рельефа после расчета начального напряженного состояния, обусловленного действием силы тяжести. На втором этапе расчета рассмотрено влияние тектонического сжатия на изменение напряженно-деформированного состояния, рост горных систем и формы границы Мохо. Проведено сравнение решений, полученных с учетом сферичности и для прямоугольной области. Показано заметное влияние учета сферичности на напряженно-деформированное состояние.

Моделирование процессов деформации выполнено для условий плоской деформации. Решалась система уравнений динамики упругопластической среды. Описание деформации за пределом упругости осуществлялось в рамках модифицированной модели Друккера–Прагера–Николаевского.

Данное научное исследование выполнено в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направления III.23 и IX.128.1.1.

DOI: 10.17223/9785946218412/434

ОСОБЕННОСТИ РАЗВИТИЯ РЕЛЬЕФА СКЛАДЧАТО-НАДВИГОВЫХ ПОЯСОВ

¹Татаурова А.А., ^{1,2}Стефанов Ю.П.¹Институт нефтегазовой геологии и геофизики СО РАН, Новосибирск²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Одной из основных моделей нагружения среды складчато-надвиговых поясов является модель «бульдозера» [1]. Ее суть сводится к тому, что осадочная толща в виде клина, залегающая на жестком фундаменте, сжимается в результате смещения стенки в тыловой части слоя (см. рис.1). Вследствие этого происходит утолщение и изменение рельефа клина. Устойчивое состояние такой клин достигает в случае, когда сумма углов наклона дневной поверхности и фундамента достигают критической величины, определяемой теорией критического клина [1]. В этом случае деформация осадочной толщи ограничивается скольжением по плоскости срыва вдоль фундамента. Величина критического угла определяется углом внутреннего трения породы и трением на фундаменте.

Данная теория используется в многочисленных работах для оценки величины наклона рельефа. Она подтверждается физическими экспериментами [2], а также соответствует ряду геологических объектов, например, складчато-надвиговым поясам Тайвани, Барбадоса [3] и др. В то же время, ряд работ свидетельствуют о том, что в условиях нагружения по схеме модели «бульдозера» угол наклона дневной поверхности не соответствует теории критического клина [4]. В работе [4] показано, что угол наклона дневной поверхности в случае применения модели «бульдозера» для эксперимента с песком изменяется в диапазоне $\sim 10^\circ$ в зависимости от величины смещения задней стенки и превышает теоретическое значение более чем в два раза. Таким образом остаются вопросы, связанные с применимостью теории критического клина для описания формирования рельефа дневной поверхности предгорья для условий, соответствующих модели «бульдозера».

В представленной работе проведено численное моделирование деформирования клиновидного слоя при условиях нагружении, соответствующих модели «бульдозера» и выполнен сравнительный анализ полученных результатов с данными экспериментов на сыпучих средах [4] и теоретическими оценками модели [1]. Сопоставлялись параметры, характеризующие геометрию деформированного слоя. Для этого решалась задача о деформировании усеченной модели клина (см. рис.1) в упругопластической постановке. Были рассмотрены две модели: в первом случае величина базального трения (μ_b) (трения на фундаменте) была постоянной, а во втором – трение являлось функцией от интенсивности пластической деформации [5].

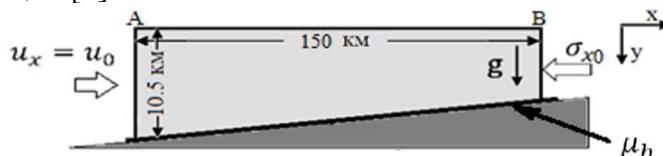


Рис. 1 Модель среды для используемая для численного эксперимента с граничными условиями

Согласно теории критического клина, при коэффициенте внутреннего трения и базальном трении $\mu_b=0.1$ наклон дневной поверхности должен быть равен $\alpha=3.4^\circ$. Средняя величина наклона поверхности, полученная при численном моделировании, составила $\alpha\sim 3.3^\circ$ (см. рис.2а). Однако данная теория не позволяет рассчитать наклон дневной поверхности при изменяющемся в процессе деформации трении. В этом случае можно оценить лишь верхний предел наклона дневной поверхности при максимальном значении трения. Так, при $\mu_b=0.3$ наклон будет 11° . По результатам численного моделирования было выделено два участка с разными углами наклона рельефа. В тыловой части он пологий, не более 1° , в то время как во фронтальной части, над зоной изменения трения, где наиболее интенсивно развивается необратимая деформации угол наклона составил примерно 6.2° . Полученное различие в 4.8°

является следствием понижения трения на основании в процессе деформации. Кроме того, определенный вклад в формировании рельефа вносит еще один параметр прочности – когезия.

Результаты численных расчетов для обоих рассматриваемых вариантов показали, что величина угла наклона дневной поверхности увеличивается с ростом смещения задней стенки, но спустя некоторое время достигает стабильное значение с погрешностью, не превышающей $\pm 1.5^\circ$. При постоянном трении горные структуры описываются единым наклоном рельефа. Результаты по данным физического эксперимента [4] показывают, что рост гор вследствие утолщения осадочного слоя пропорциональны корню из смещения тыловой границы умноженные на нормировочный коэффициент. Однако результаты расчетов показали более сложную зависимость роста гор от смещения в результате утолщения деформируемого слоя (см. рис.2б).

Для второго случая, когда трение снижалось с ростом необратимой деформации, выделяются участки с разным наклоном поднятия. Первый участок пологий, он формируется в тыловой части и для него характерен медленный прирост высоты, соответствующий низкому трению. Второй участок более крутой, он располагается во фронтальной части поднятия, где происходит рост гор, идет развитие процесса необратимой деформации, а в основании изменяется трение.

На рис. 2в показан график протяженности горного сооружения в зависимости от смещения боковой стенки. При постоянном трении на графиках рельефа трудно выделить связь с деформационными структурами, которые формируются в процессе деформации толщи. В то время как для модели с понижающимся трением каждая разломная структура проявляется в рельефе поверхности. Выходу каждого разлома на поверхность соответствует ступенька на графике рельефа. Такой вид рельефа согласуется с данными физических экспериментов [4], но общая форма графика плохо соответствует кривой выведенной из результатов физического эксперимента. В тоже время данные с постоянным трением более хорошо согласуются с функцией квадратичного корня от смещения. Тем не менее, полученные графики дают возможность предполагать дальнейшее развитие горных структур в зависимости от смещения границы области.

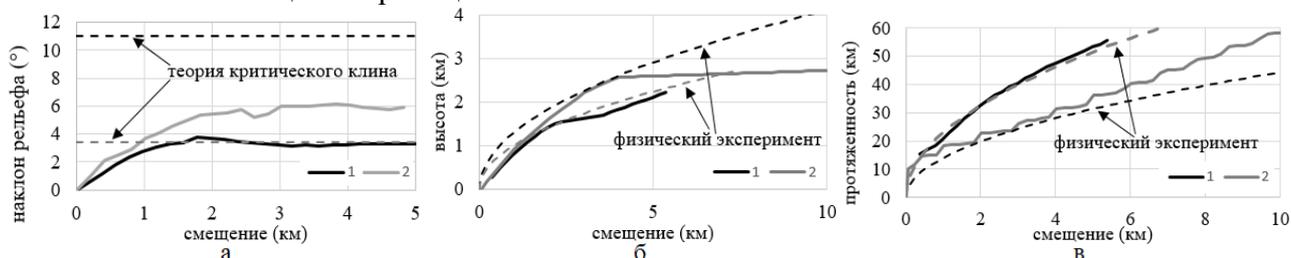


Рис.2 Именные рельефа в зависимости от смещения боковой стенки. а) наклон рельефа; б) изменение высоты рельефа вблизи тыловой стенки; в) протяженность горного сооружения. 1 – постоянное трение; 2 – понижающиеся в процессе деформации трение.

1. Davies D., Suppe J., Dahlen F. Mechanics of fold-and-thrust belt and accretionary wedges // J. Geophys. Res. 1983. № 88(B2). С. 1153–1172.
2. Dahlen F. Critical taper model of fold-and-thrust belts and accretionary wedges // Annu. Rev. Earth Planet. Sci. 1990. №18. С. 55–99.
3. Suppe J. Absolute fault and crustal strength from wedge tapers // Geology. 2007. № 35(12). С. 1127–1130.
4. Hofmann F., Rosenau M., Schreues G. Critical taper is sandbox experiments? Investigations into the differences between pushed and pulled wedge experiments International Geological Modeling Conference GeoMod 2010. URL: <http://geomod2010.fc.ul.pt/abstracts/Hofmann%20et%20al.pdf>.
5. Стефанов Ю.П., Татаурова А.А. Влияние трения и прочностных свойств среды на формирование зон локализации деформации в надвиговых структурах// Физическая мезомеханика. 2018. Т. 21. № 5. С. 46-55.

DOI: 10.17223/9785946218412/435

**ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРНОЙ ИЕРАРХИИ И ПЕРВОНАЧАЛЬНОЙ АНИЗОТРОПИИ
НА НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ ГЕОКОНСТРУКЦИЙ**

^{1,2}Чанышев А.И., ¹Абдулин И.М., ¹Белоусова О.Е.

¹*Институт горного дела СО РАН, Россия*

²*Новосибирский Государственный Университет Экономики и Управления, Россия*

При анализе прочности тех или иных геоконструкций необходимо учитывать строение материалов, в первую очередь первоначальную анизотропию и структурную иерархию. В данной работе производится анализ влияния блочности (размеров блоков, соотношения жесткости блоков и межблочного пространства, количества блоков на единицу длины) на характер напряженно-деформированного состояния массива пород вокруг выработок цилиндрической и сферической форм. Рассматриваются состояния упругости и пластичности, запредельного деформирования. Определяются напряжения, деформации, смещения, строятся соответствующие диаграммы изменения этих величин от параметров блочности. Также производится анализ влияния первоначальной анизотропии массива горных пород на величину предельной нагрузки при внедрении клиновидного инструмента в полупространство на заданную глубину. Устанавливается характер влияния параметров анизотропии на процесс внедрения инструмента.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-05-00757).

DOI: 10.17223/9785946218412/436

АДСОРБЦИЯ ГЕМОСТАТИЧЕСКОГО СРЕДСТВА НАНОЛИСТАМИ AlOOH И $\text{Fe}(\text{OH})_2$: МОЛЕКУЛЯРНАЯ ДИНАМИКА¹Цуканов А.А., ²Мамонова Е.В., ²Гаврилова Л.О., ³Садовой М.А.¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия²Инновационный медико-технологический центр

(Медицинский технопарк), Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Новосибирский государственный медицинский университет" Министерства здравоохранения Российской Федерации, Новосибирск, Россия.

Разработка наночастиц (окси)гидроксидов металлов, выступающих в качестве агрегатора коагуляционных белков и способных изменять ионный баланс биологической среды, является перспективным направлением для создания материалов с гемостатическим действием. В частности, (окси)гидроксиды Al и Fe со слоистой структурой являются хорошими кандидатами в качестве агентов для модуляции параметров биологических жидкостей [1], благодаря большой удельной поверхности [2, 3], высокой плотности поверхностного заряда [4] уникальным кислотно-щелочным или амфотерным свойствам [5], а также селективности в адсорбции биомолекул и ионов биосреды [6, 7]. Более того, недавно было показано, что такие наноматериалы могут проявлять гемостатическое действие, в частности, волокнистый материал, содержащий низкоразмерные электроположительные наноструктуры оксигидроксида алюминия ($\gamma\text{-AlOOH}$), сокращает время паренхиматозного кровотечения [8]. Кроме того, согласно результатам [9], наноструктуры бемита AlOOH , гематита Fe_2O_3 и гетита FeOOH избирательно адсорбируют и агрегируют компоненты крови, что может быть фактором, влияющим на гемостаз.

В настоящем исследовании с целью получения численных оценок, характеризующих способность наноллистов AlOOH и $\text{Fe}(\text{OH})_2$ накапливать биоактивное соединение, образуя иерархический наноагент, проведено молекулярно-динамическое моделирование с анализом изменения свободной энергии Гиббса при адсорбции-десорбции молекулы серотонина (в катионном и цвиттер-ионном состоянии) на регулярной поверхности этих наноматериалов. Используя управляемую молекулярную динамику и анализ потенциала средней силы, показано, что адсорбция серотонина AlOOH может происходить с образованием водородных связей как аминогруппой с атомами кислорода поверхностных гидроксидных групп, так и кислородом фенольного кольца с водородом OH-групп наноллиста в зависимости от pH (Рис. 1). При этом взаимодействие как цвиттер-ионного, так и катионного серотонина с наноллистом гидроксида двухвалентного железа $\text{Fe}(\text{OH})_2$ характеризуется слабой адсорбцией.

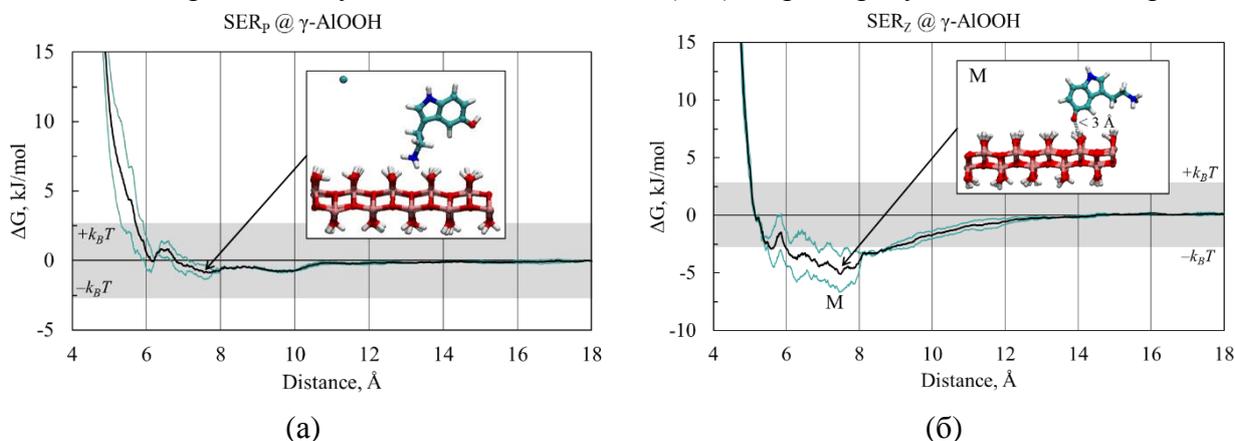


Рис. 1. Оценка профилей изменения свободной энергии серотонина в катионном (а) и цвиттер-ионном (б) состояниях при адсорбции-десорбции наноллистом AlOOH .

Одним из возможных механизмов воздействия низкоразмерных гидроксидов Al и Fe на биологическую среду является адсорбция различных ее компонентов, что приводит к очистке среды и облегчению действия лекарств или биологически активных соединений, что особенно важно для гемостатических агентов. Точный механизм потенцирования действия гемостатических агентов низкоразмерными гидроксидами металлов в настоящее время не полностью ясен, поэтому представляется важным исследовать взаимодействие этих наноматериалов с биомолекулами и лекарственными средствами, в частности, с точки зрения их конкурентной адсорбции.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Соглашение № 14.604.21.0156, Идентификатор проекта RFMEFI60417X0156). Исследование проводится с использованием оборудования общих исследовательских мощностей вычислительных ресурсов высокопроизводительных вычислений МГУ им. М.В. Ломоносова [10, 11].

1. M. I. Lerner et al., *Nano Letters* 18(9), 5401–5410 (2018).
2. O. V. Bakina et al., *Advanced Powder Technology*. 26(6), 1512-1519 (2015).
3. M. Krizek et al., *AIP Conf. Proc.* 1489(1), 88-94 (2012).
4. S. Lozhkomoev et al., *Nanotechnology* 27(20), 205603 (2016).
5. S. Lozhkomoev et al., *Nanotechnologies in Russia* 11(7-8), 506–511 (2016).
6. S. Lozhkomoev et al., *Physical Mesomechanics* 20(2), 134–141 (2017).
7. R. Chitrakar et al., *J. of Colloid and Interface Science* 298(2), 602-608 (2006).
8. M. I. Lerner et al., *AIP Conf. Proc.* 1623(1), 339-342 (2014).
9. S. Lozhkomoev and S. O. Kazantsev, *IOP Conf. Series: Mater. Sci. and Engineer.* 447(1), 012072 (2018).
10. V.I. Voevodin, et al. *Supercomputing Frontiers and Innovations* 6(2), 4–11 (2019).
11. V. Adinets et al., *Numerical methods and programming: Advanced Computing* 13(4), 160–166 (2012).

DOI: 10.17223/9785946218412/437

**ЭВОЛЮЦИЯ ВЗГЛЯДОВ НА ФИЗИЧЕСКУЮ ПРИРОДУ МЕДЛЕННЫХ
ДЕФОРМАЦИОННЫХ ВОЗМУЩЕНИЙ В ГЕОСРЕДАХ**

^{1,2}Макаров П.В., ^{1,2}Перышкин А.Ю.

¹*Институт физики прочности и материаловедения, Томск*

²*Томский государственный университет, Томск*

В работе рассмотрена эволюция взглядов на физическую природу медленных деформационных возмущений в геосредах. Отмечены накопившиеся противоречия и явные заблуждения, изложена автосолитонная концепция медленной деформационной динамики в активной (нагруженной) нелинейной геосреде.

К настоящему времени в науках о Земле прочно утвердилась парадигма неомобилизма. Эта парадигма включает обширную совокупность современных идей, гипотез и теорий, предполагающих ведущую роль горизонтальных движений земной коры и значительные горизонтальные перемещения континентальных масс. Однако, в рамках этой глобальной парадигмы сосуществует множество идей и представлений, в том числе остродискуссионных и противоречивых, относительно физических причин и конкретных механизмов её реализации.

К таким остродискуссионным проблемам можно отнести и концепцию медленных деформационных «волн» Земли [1-7].

Как проявление медленной динамики, медленные деформационные возмущения вносят существенный вклад как в процессы перераспределения деформаций и напряжений в нагруженной, т.е. активной геосреде, так и в перераспределении в ней энергии и в формирование очагов разрушения [6,7].

Одним их первых обзоров по этой тематике, выполненный С.В. Гольдиным с соавторами в 2002 г., называется «Медленные движения: миф или реальность?» [1]. Из названия видно, что изучаемые деформационные возмущения не рассматриваются как волновые, однако в последующих работах, различные авторы стали использовать термин «волна». Скорости таких деформационных возмущений оценивались в 1-100 км/год [1,2,5]. Были также выявлены более быстрые деформационные миграции со скоростями 1-10 км/сутки. По этой тематике написаны подробные обзоры [1-5], к которым и отсылаем читателей.

История вопроса связана с попытками объяснить явление направленной миграции сейсмических активизаций вдоль разломов. Это открытие было сделано Е.Ф. Рихтером (E.F. Richter) в 1958 году [8]. Было выдвинуто предположение, что миграции сейсмических активизаций вдоль разломов обусловлены распространением по разлому медленных деформационных волн. В дальнейшем и сам процесс сейсмических активизаций стал рассматриваться как волновой.

Следующий этап эволюции концепции медленных движений связан с пониманием их автоволновой природы [5-7,9]. Геосреда находится в поле сил тяжести и тектонических напряжений. По этой причине является активной средой, в которой возможны деформационные возмущения в виде автоволн, как бегущих, так и статических [Мы, Зуев]. Известно, что при встрече двух автоволн они аннигилируют. Рассчёты медленных деформационных возмущений, выполненные нами по модели, изложенной в работах [6,7], выявили их автосолитонную природу [7]. При встрече таких двух бегущих деформационных возмущений они взаимодействуют как не вполне упругие частицы. После взаимодействия они расходятся с изменениями амплитуд и формы возмущений [7]. Наблюдаются также статические и пульсирующие деформационные автосолитонные возмущения. Области локализации деформационных процессов, т.е. области формирующихся разломов в этой модели есть статические автосолитоны. Эти представления являются более общими и расширяют понятие медленных деформационных возмущений, как автоволнового процесса.

1. Гольдин С.В., Юшин В.И., Ружич В.В., Смекалкин О.П. Медленные движения миф или реальность?//Физические основы прогнозирования разрушения горных пород: Матер. IX Межд. школы-семинара, Красноярск, 2002. -Новосибирск: Акад. изд-во «Гео», 2002. - С. 213-220.
2. Быков В.Г. Деформационные волны Земли: концепция, наблюдения и модели// Геология и геофизика. -2005. - Т. 46. -№ 11. -С. 1176-1190.
3. Быков В.Г. Нелинейные волны и солитоны в моделях разломно-блоковых геологических сред // Геология и Геофизика. 2015. Т.56. - №.5. – с. 1008-1024.
4. V.G. Bykov, S.V. Trofimenko Slow strain waves in blocky geological media from gps and seismological observations on the amurian plate // Nonlinear processes in geophysics. 2016. 23(6). P. 467–475.
5. Кузьмин Ю.О. Деформационные автоволны в разломных зонах//Физика Земли. -2012. -№ 1. -С. 3-19.
6. P.V. Makarov and A.Yu. Peryshkin Slow motions as inelastic strain autowaves in ductile and brittle media // Physical Mesomechanics. 2017. 20(2), p. 209-221.
7. P.V. Makarov Yu.A. Khon and A.Yu. Peryshkin Slow deformation fronts: model and features of distribution // Geodynamics and Tectonophysics. 2018. - 9(3), p. 755–769.
8. Richter C.F., 1958. New dimensions in seismology: earthquakes are characterized by geographical position, instant of occurrence, depth, and magnitude. Science 128 (3317), 175–182.
9. Зуев Л.Б., Данилов В.И., Баранникова С.А. Физика макролокализации пластического течения. -Новосибирск: Наука, 2008. -328 с.

Секция 10. Иерархически организованные
структуры в молекулярной биологии

DOI: 10.17223/9785946218412/438

ИЗМЕНЕНИЯ ИЕРАРХИЧЕСКИ ОРГАНИЗОВАННЫХ СТРУКТУР НЕФТИ В ПРОЦЕССЕ ФЕРМЕНТАТИВНОЙ БИОДЕСТРУКЦИИ

Сваровская Л.И., Алтунина Л.К.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск

Биодеструкция углеводородов нефти лежит в основе многих биотехнологий, в том числе биотехнологии увеличения нефтеотдачи и рекультивации нефтезагрязненных почв. В модельном эксперименте, приближенном к условиям залежи, биодеструкцию нефтей Западной Сибири проводили в жидкой среде при постоянном перемешивании в течение 60 суток. Процесс перемешивания улучшает водо-воздушный режим и повышает ферментативную окислительную активность микроорганизмов. Для эксперимента отобраны нефти Северо-Комсомольского (С-К), Ханты-Мансийского (Х-М) и Казанского (КАЗ) месторождений. Отмечено, что в процессе биодеструкции происходит одновременное изменение иерархически организованных структур: ароматических углеводородов и высокомолекулярных фрагментов нефти - смол и асфальтенов, играющих значительную роль в изменении физико-химических свойств нефтей [1]. Сравнительный анализ физико-химических свойств сырых и биодеструктированных нефтей показал значительные изменения вязкости и плотности (рис. 1). Причиной может служить образование эмульсии «вода в нефти» с увеличением содержания смол и асфальтенов.

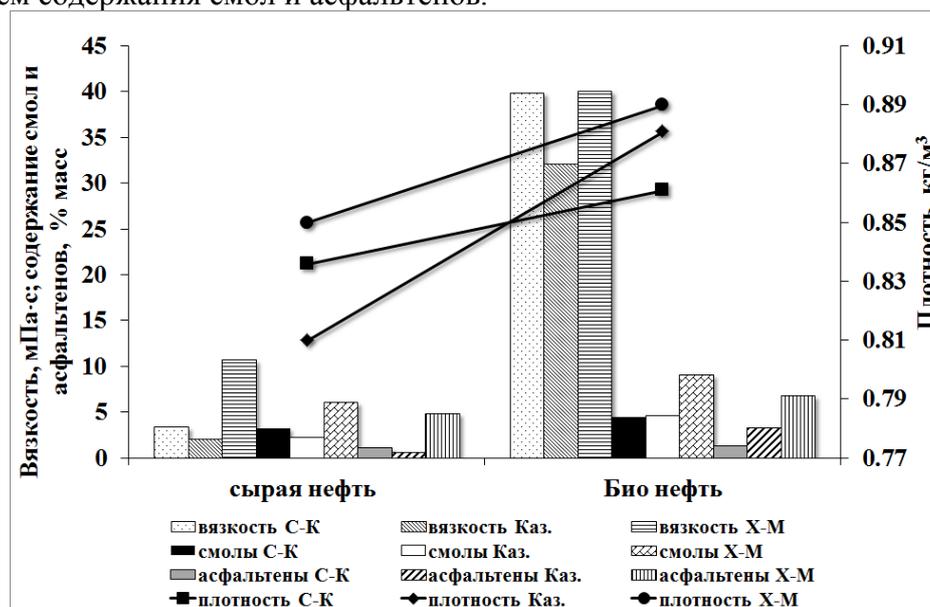


Рис. 1. Биодеструктивные изменения физико-химических свойств и гетероатомных соединений в составе нефтей.

Смолисто-асфальтеновые вещества (САВ) не относятся к отдельному классу органических веществ, они представляют собой смесь высокомолекулярных полициклических ароматических структур, соединенных между собой гетероатомными соединениями, содержащими серу, кислород и азот. Смолы и асфальтены генетически зависят друг от друга и влияют на изменение плотности и вязкости нефтей. Наиболее разнообразными по химическому составу и строению являются нефтяные смолы, которые представляют собой малоподвижные вязкие жидкости или аморфные твердые тела от темно-коричневого до темно-бурого цвета, плотностью несколько выше единицы и молекулярной массой 600-1200 а.е. Асфальтены – это продукты конденсации нескольких молекул смол, являются твердыми веществами с кристаллоподобной структурой, химически активны и легко окисляются [2]. Для асфальтенов характерна высокая ароматичность и полидисперсность.

В процессе биодеструкции при контакте микроорганизмов с нефтью образуются кислородсодержащие соединения, подтверждающие наличие процессов биодеструкции.

Секция 10. Иерархически организованные структуры в молекулярной биологии

Исследование структурно-химических характеристик сырых и биодegradированных нефтей проводили методом ИК-спектрометрического анализа. Так кислородсодержащие соединения, как продукты метаболизма (спирты, кислоты, альдегиды), при окислении насыщенных ациклических углеводородов формируют полосу поглощения (п.п.) в области спектра 1700-1710 см⁻¹. Окисление ароматических углеводородов протекает с накоплением кетонов и сложных эфиров, которые формируют п.п. в области 1735 см⁻¹. Данные ИК – спектрометрии позволили рассчитать величину спектральных коэффициентов, характеризующих более точные изменения в процессе биодеструкции углеводородов нефти (табл.).

Таблица 1. Спектральные коэффициенты нефтей.

Спектральные коэффициенты	Месторождение нефти								
	Казанское			Северо - Комсомольское			Ханты - Мансийское		
	исх.	био30	био60	исх.	био30	био60	исх.	био30	био 60
С ароматичности	0.56	0.60	0.67	0.51	0.55	0.59	0.46	0.54	0.71
С алифатичности	7.17	6.9	6.24	6.73	6.67	6.52	9.55	6.21	5.89
С разветвленности	0.56	0.53	0.52	0.53	0.48	0.46	0.56	0.52	0.51
С окисленности	0.02	0.04	0.06	0.021	0.027	0.05	0.02	0.03	0.06

Коэффициенты алифатичности и разветвленности, характеризующие изменения в содержании парафинов, во всех вариантах опыта уменьшаются. Разрушение одновалентных связей в структуре парафинов не требуют значительной затраты энергии. Их окисление проходит в первую очередь. Величина остальных коэффициентов, отражающих отношение оптических плотностей ароматических структур и активность окислительных процессов, увеличивается.

В процессе биодеструкции нефтей при образовании эмульсий, доля смол и асфальтенов, содержащих основную часть микроэлементов нефти, обычно увеличивается. Между содержанием ароматических углеводородов, смол и асфальтенов, плотностью и вязкостью нефтей существует четкая положительная корреляция (среднее $\rho = 0.8$), которая определяет иерархическую зависимость физико-химических свойств нефтей [3].

Работа выполнена в рамках государственного задания ИХН СО РАН (Проект V. 46.1.2), финансируемого Министерством науки и высшего образования Российской Федерации.

1. Обороин А.А. Нефтезагрязненные биоценозы. Изд-во УрО РАН. Пермь. 2008. 511 с.
2. Ollivier B., Cayol J.L., Fauque G. Sulphate-reducing bacteria from oil field environments and deepsea hydrothermal vents //Sulphatereducing bacteria. Environmental and engineered systems, L.L. Barton and W.A. Hamilton (Eds.). Cambridge University Press. 2007. P. 305–328.
3. Tissot B.P., Welte D.H. Petroleum formation and occurrence //Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York. 1978. P. 501.

DOI: 10.17223/9785946218412/439

**РАЗРАБОТКА ПОЛИМЕРНОГО КАРКАСА КАК ОСНОВЫ ДЛЯ СОЗДАНИЯ
ТКАНЕИНЖЕНЕРНОГО СОСУДИСТОГО ПРОТЕЗА**

Великанова Е.А., Матвеева В.Г., Кривкина Е.О., Севостьянова В.В., Ханова М.Ю.,
Кудрявцева Ю.А., Антонова Л.В.

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Научно-исследовательский институт комплексных проблем сердечно-сосудистых заболеваний», Кемерово

Важным направлением тканевой инженерии является разработка протезов сосудов малого диаметра. [1] Для успешного решения этой задачи в условиях *in vitro* необходимо сочетание трех основных условий: формирование каркаса из биосовместимого материала, использование оптимальной культуры клеток, обеспечение, по возможности, максимально физиологических условий формирования эндотелиального монослоя.

Активные исследования ведутся в области разработки скаффолда – подбор материалов, способных формировать поверхность, пригодную для роста клеток и при этом выдерживать биомеханическую нагрузку, сопровождающую функционирование кровеносного сосуда. В настоящее время популярны различные синтетические полимеры, обладающие оптимальными механическими и физико-химическими характеристиками; однако в большинстве случаев они требуют дополнительной модификации поверхности для увеличения биосовместимости и стимуляции адгезии и роста клеток. В частности, в различных исследованиях было показано успешное использование с этой целью коллагена [2].

Цель исследования: создание биосовместимого полимерного трубчатого каркаса методом электроспиннинга и формирование на его основе эндотелиального слоя в условиях пульсирующего потока.

Материалы и методы

Графты изготавливали методом электроспиннинга из поли(3-гидроксипропирата-ко-3-гидроксивалерата) и поли(ε-капролактона) в соотношении 1:2, растворенных в 1,1,1,3,3,3-гексафлуоро-2-пропанол. Для улучшения биосовместимости в состав внутренней трети стенки графтов вводился коллаген I типа. Для проведения экспериментов были использованы полученные из периферической крови пациентов с ИБС колониеформирующие эндотелиальные клетки (ECFCs). Клетки получали по протоколу Koble [4]. Эксперименты проводили в стерильных условиях, культивировали в условиях CO₂-инкубатора при 37°C, 5% CO₂. Внутреннюю поверхность графтов покрывали раствором фибронектина человека в концентрации 10 мкг/мл. В графты вводили суспензию клеток в концентрации 700 тыс./мл. Для предварительного заселения поверхности клетками графты культивировали в статических условиях. Затем графты подключали в систему пульсирующего биореактора и культивировали с постепенным увеличением значения напряжения сдвига до 2,85 дин/см². Общее время культивирования составило 7 суток. В качестве контроля использовали графты, культивированные в статических условиях. Структуру поверхности графтов изучали методом сканирующей электронной микроскопии. Проводили иммунофлуоресцентное окрашивание внутренней поверхности графта на маркеры эндотелиальных клеток: CD31, VEGFR2, CD144, vWF, маркер адгезии F-actin, ламинин, талин и на коллаген IV типа.

Результаты и обсуждение.

Сканирующая электронная микроскопия показала, что сосудистые графты обладали высокопористой структурой и гомогенными хаотично переплетенными волокнами диаметром от 0,7 до 3,0 мкм, при этом волокна покрыты коллагеном. Таким образом, архитектура поверхности соответствует ожидаемой для использования в качестве клеточного носителя.

Оценка количества клеток на поверхности графта показала, что покрытие фибронектином значительно увеличивало адгезию клеток, а также равномерность их

распределения по поверхности. Поэтому для дальнейших исследований использовали графты, покрытые фибронектином.

Культура ECFCs при культивировании в статике и в условиях потока сохраняла фенотип, интенсивно экспрессируя маркеры эндотелиальных клеток CD31, CD144. Под действием напряжения сдвига значительно усиливалась экспрессия VEGFR2. Был отмечен выраженный синтез vWF, коллагена IV типа, а также ламинина., что свидетельствует о функциональной активности клеток. Как в статике, так в динамике в клетках обнаруживали выраженные филаменты F-актина, при этом при культивировании в динамических условиях отмечали их большую упорядоченность и тенденцию к ориентированию по направлению потока (Рис.1).

Таким образом, ECFCs демонстрировали адаптацию к действию напряжению сдвига, выражавшуюся в увеличении синтетической активности, усилении экспрессии VEGFR2, механотрансдукции, ориентации клеток по направлению потока.

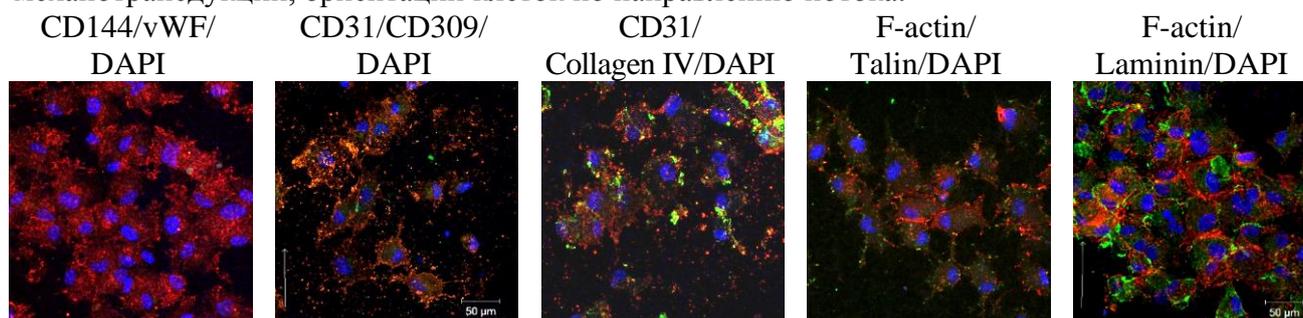


Рис. 1. Результаты культивирования ECFCs в пульсирующем потоке. Иммунофлуоресцентное окрашивание. Лазерная сканирующая микроскопия, ув. х63.

Заключение. С помощью отдельной подачи растворов ПГБВ/ПКЛ и коллагена I методом электроспиннинга есть возможность формировать каркас сосудистого графта, пригодного для поддержания клеточной жизнеспособности. Дополнительная обработка поверхности раствором фибронектина улучшает адгезию клеток. Хорошая биосовместимость графта подтверждается успешным культивированием колониеформирующих эндотелиальных клеток на поверхности в условиях пульсирующего потока.

Данное исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда (грант №17-75-20004 «Разработка физиологически обоснованной технологии изготовления персонализированного тканеинженерного сосудистого импланта малого диаметра in vitro в условиях имитации естественного кровотока с использованием клеточных технологий»).

1. Benrashid E, McCoy CC, Youngwirth LM, Kim J, Manson RJ, Otto JC, Lawson JH. Tissue engineered vascular grafts: Origins, development, and current strategies for clinical application. *Methods* 2016; 99:13-9.
2. Dippold, D.; Cai, A.; Hardt, M.; Boccaccini, A.R.; Horch, R.; Beier, J.P.; Schubert, D.W. Novel approach towards aligned PCL-collagen nanofibrous constructs from a benign solvent system. *Mater. Sci. Eng. C* 2017, 72, 278–283.
3. Kolbe M, Dohle E, Katerla D, Kirkpatrick CJ, Fuchs S. 2010. Enrichment of outgrowth endothelial cells in high and low colony-forming cultures from peripheral blood progenitors. *Tissue Eng Part C Methods*. 16(5): 877-886

DOI: 10.17223/9785946218412/440

VIBRON DRESSING IN THE THREE PARALLEL MACROMOLECULAR CHAIN STRUCTURE

¹Cevizovic D., ¹Ivic Z., ¹Galovic S., ²Chizhov A., ³Reshetnyak A.

¹¹*University of Belgrade, "Vinca" Institute of Nuclear sciences, Laboratory for Theoretical and Condensed Matter Physics, Belgrade, Serbia*

²*Joint Institute for Nuclear Research, Bogoliubov Laboratory of Theoretical Physics, Dubna, Russia*

³*Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, Russia*

The macromolecules like DNA as well as other biological structures that consist of several parallel macromolecular chains play important role in the process of bioinformation transmission in living cells [1]. On the other hand, due to its good features in the field of miniaturization of microelectronic and optoelectronic devices, there appears a renewed interest for application of such structures in construction of nanocrystals, nanowires, and molecular circuits.

Earlier, the properties of both the intramolecular vibrational excitation (vibron) in a quasi 1D macro-molecular structure, and the case of two macromolecular chains. were studied in our papers [9-11], in part, within improved Holstein molecular crystal model [2,3,4]. There it was supposed that due to the vibron interaction with optical phonon modes, vibron form partially dressed small polaron states. The properties of these states were investigated, in dependence on basic system parameters and temperature of a thermal bath

In this work, we studied the properties of the single intramolecular vibration excitation in the structure consisted of three parallel macromolecular chains. We again assumed that the vibration dressing occurs due to the vibrational excitation with optical phonon modes. The influence of the thermal bath temperature and the dipole-dipole interaction between nearest neighbouring structure elements on the quasiparticle properties was considered. In order to examine the influence of the strength of interaction coupling on the vibration dressing, we employed partial dressing method. We found that the vibration dressing continuously exchanges, from slightly dressed, practically free excitation, to heavy dressed small polaron excitation. Obtained results are compared to one predicted to standard small polaron theory [2-7].

1. Davydov A.S., The Theory of Contraction of Proteins under their Excitation // J. Theor. Biol. 1973. V.38 p.559-569.
2. Holstein T., Studies of polaron motion: Part I. The Molecular-Crystal Model; Part II. The "small" polaron// Ann. of Phys., 1959 V.8, P.325-342;343-389.
3. Čevizović D., Galović S., Ivić Z., Nature of the vibron self-trapped states in hydrogen-bonded macromolecular chains // Phys. Rev. E, 2011. V.84. P.011920.
4. Lang I.G., Firsov Yu.A., Zh. Eksp. Teor. Fiz., 1962 V.43. P.1843.
5. Yarkony D., Silbey R., Comments on exciton phonon coupling: Temperature dependence. // J. Chem. Phys. 1976. V.65. p.1042-1052.
6. Emin D., Phys. Rev. Lett. 1972. V.28. p.604.
7. Toyozawa Y., Self-trapping of an electron by the acoustic mode of the lattice vibration// Prog. Theor. Phys. 1961. V.26. p.29.
8. Čevizović D., Galović S., Reshetnyak A., Ivić Z., The vibron dressing in α -helical macromolecular chains // Chin. Phys. B, 2013, V.22. P.060501.
9. Čevizović D., Galović S., Petković S., Chizhov A., and Reshetnyak A., Vibron properties in quasi 1D molecular structures: the case of two parallel unshifted macromolecular chains // IOP Conf. Series: J. of Physics Conf. Ser. 2016, V. 670. P.012018.
10. Čevizović D., Ivić Z., Galović S., Chizhov A., Reshetnyak A., On the vibron nature in the system of two parallel macromolecular chains: the influence of interchain coupling // Physica B, 2016 V.490 P. 9-15.
11. Cevizovic D., Chizhov A., Reshetnyak A., Ivic Z., Galovic S., On the vibron-polaron damping in quasi 1D macromolecular chains // Journal of Physics: Conf. Series 2018. V,965. P. 012011.

Секция 11. Разработка оборудования для формирования материалов с иерархически организованной структурой и приборов для исследования их структуры, свойств и деформационного поведения

DOI: 10.17223/9785946218412/441

ВЛИЯНИЕ ХИМИКО-ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ АУСТЕНИТНОГО СПЛАВА

¹Попова Н.А., ^{1,2}Никоненко Е.Л., ³Ерболатова Г.У., ⁴Калашников М.П., ⁵Никоненко А.В.

¹Томский государственный архитектурно-строительный университет, Томск

²Национальный исследовательский Томский государственный политехнический университет, Томск

³Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д. Серикбаева, Усть-Каменогорск

⁴Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

⁵Томский государственный университет систем управления и радиоэлектроники, Томск

Методом просвечивающей дифракционной электронной микроскопии проведено исследование изменения фазового состава и тонкой структуры сплава аустенитного класса 40ХНЮ под действием химико-термической обработки – электролитно-плазменной нитроцементации. Электролитно-плазменная нитроцементация проводилась путем поверхностного насыщения азотом и углеродом в водном растворе (20% карбамид $\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$ + 15% кальцинированная сода Na_2CO_3 + 10% глицерин + 55% дистиллированная вода H_2O) в течение 5 минут при температуре 700 С. Изучение образцов проводилось в двух состояниях: 1) до модификации (исходное состояние) и 2) после модификации (нитроцементации) в приповерхностной зоне образца.

Установлено, что в исходном состоянии сплав 40ХНЮ является многофазным. Матрицей сплава (основной фазовой составляющей) является фаза $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$, **объемная** доля которой – 70%. Фаза $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$ – это твердый раствор атомов Al, Cr и Ni (основа – атомы Ni) с ГЦК кристаллической решеткой и ближним атомным порядком в расположении атомов (неупорядоченная фаза). Присутствует эта фаза в виде зерен, резко различных по размеру: вдоль границ крупных зерен (4-12 мкм), составляющих основу материала, располагаются мелкие зерна (1-4 мкм), объемная доля которых – не более 5% от общей доли зерен в сплаве. Мелкие зерна, как правило – однофазные, крупные – двух и трехфазные. Двухфазные зерна – это зерна $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$, внутри которых присутствуют либо пластинчатые выделения ОЦК фазы NiAl, либо в виде мелких зерен ГЦК фаза AlCrNi_2 . Трехфазные зерна – это зерна $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$, внутри которых присутствуют одновременно фазы и NiAl, и AlCrNi_2 .

Дислокационная субструктура в двухфазных зернах с пластинчатыми выделениями фазы NiAl – хаотическая и сетчатая; в однофазных и двухфазных с зернами фазы AlCrNi_2 – ячеисто-сетчатая; в трехфазных зернах – фрагментированная. В зернах фазы AlCrNi_2 дислокации образуют сетчатую субструктуру.

Нитроцементация привела к созданию на поверхности образца модифицированного слоя. В приповерхностной зоне, как и в исходном состоянии, матрицей является фаза $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$. Тем не менее, произошло изменение фазового состава на поверхности образца и, соответственно, вида зеренной структуры. А именно, в трехфазных зернах $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$, NiAl и AlCrNi_2 , которые присутствовали в исходном состоянии сплава, нитроцементация привела к образованию в матрице $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$ наночастиц Cr_2N округлой формы и Al_2Ni_3 игольчатой формы. В двухфазных зернах $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$ и AlCrNi_2 – в зернах AlCrNi_2 образовались наночастицы Cr_2N округлой формы.

Кроме того, установлено, что нитроцементация привела к неоднородности по концентрации твердых растворов $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$ и AlCrNi_2 . Об этом свидетельствуют нарушения дифракционных картин, полученных с соответствующих участков структуры (появление вблизи основных рефлексов сателлитов, тяжей, контраст на изображении в электронном микроскопе типа «соль-перец», хорошо заметный на темнопольных изображениях).

Тип дислокационной структуры в зернах фазы AlCrNi_2 не изменился, в зернах $\text{Al}_{0.7}\text{Cr}_{0.3}\text{Ni}_3$ – присутствуют только хаотически распределенные дислокации.

Секция 11. Разработка оборудования для формирования материалов с иерархически организованной структурой и приборов для исследования их структуры, свойств и деформационного поведения

DOI: 10.17223/9785946218412/442

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ РЕГИСТРАЦИИ ДИНАМИЧЕСКИХ НАГРУЗОК С ПОМОЩЬЮ ВОЛОКОННО-ОПТИЧЕСКИХ ДАТЧИКОВ

¹Аношкин А.Н., ¹Шипунов Г.С., ¹Воронков А.А. ¹Никифоров А.С.

¹Пермский национальный исследовательский политехнический университет, Пермь

В настоящее время использование композиционных материалов (КМ) в авиационной технике и конструкциях авиационных двигателей увеличивается с каждым годом. Замена металлических сплавов вызвана тем, что композиционные материалы более легкие, по сравнению с металлами, а, следовательно, использование таких материалов приводит к снижению веса самих авиационных конструкций и к повышению энергоэффективности. К сожалению, в настоящее время еще не снят вопрос о безопасности и надежности таких конструкций, изготовленных из полимерных композиционных материалов (ПКМ), испытывающих, как правило, динамические нагрузки во время эксплуатации. Таким образом становятся актуальными проблемы мониторинга таких конструкций, изготовленных из ПКМ, в режиме реального времени [1-3]. В связи с этим, актуальным является разработка системы мониторинга, которая необходима для регистрации полей деформаций конструкций при динамических нагрузках при помощи волоконно-оптических датчиков (ВОД) на основе решеток Брэгга.

Система мониторинга включает в себя: объект мониторинга, оснащенный волоконно-оптическими датчиками, интеррогатор, необходимый для регистрации данных с ВОД, и программное обеспечение, позволяющее обработать информацию, полученную с ВОД. Такая система мониторинга позволит в режиме реального времени располагать данными о состоянии конструкции, а именно работоспособна ли она или имеются повреждения, которые могут привести к разрушению.

Основным элементом системы мониторинга являются волоконно-оптические датчики. ВОД на основе решеток Брэгга представляют собой участок оптического волокна с наведенным периодическим изменением показателя преломления. На этом участке часть спектра отражается с определенной длиной волны [4-5]. Сдвиг спектрального положения резонансной длины волны волоконной брэгговской решетки напрямую зависит от деформаций, таким образом может быть получено поле деформаций в любой момент времени. При эксплуатации такой системы мониторинга интеррогатор излучает широкополосный спектр оптического излучения в диапазоне 1500-1600 нм на ВОД на основе решеток Брэгга, которыми оснащен объект мониторинга.

В качестве объекта исследования в данной работе рассматривается прямоугольный образец, изготовленный из полимерного композиционного материала с переплетенными углеродными нитями и внедренными в структуру ВОД. Для получения более полной информации при динамическом нагружении на поверхности образца были размещены три дополнительные решетки Брэгга. (Рисунок 1)

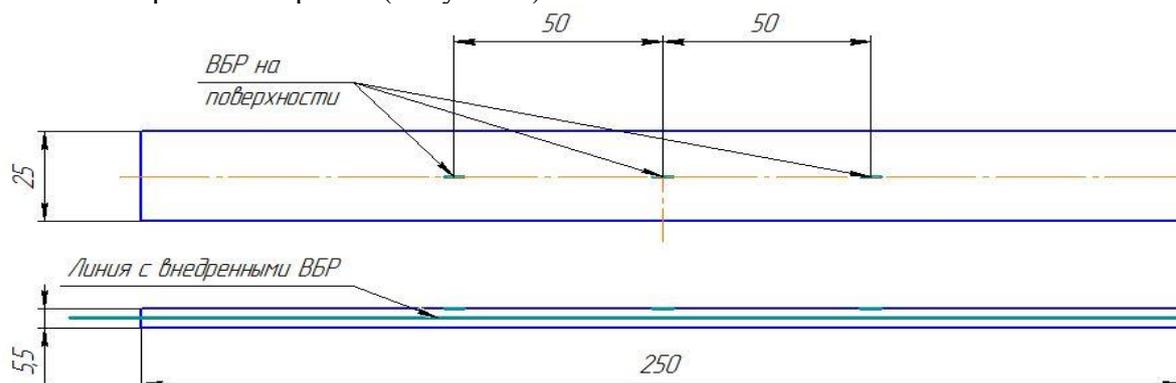


Рисунок 1. Схема образца

Секция 11. Разработка оборудования для формирования материалов с иерархически организованной структурой и приборов для исследования их структуры, свойств и деформационного поведения

Изготовленный образец консольно закреплялся на вибростенде для приложения к нему динамической нагрузки и получения необходимой информации об изменении полей деформаций. С целью увеличения амплитуды колебаний на конце образца был закреплен дополнительный груз. (Рисунок 2)

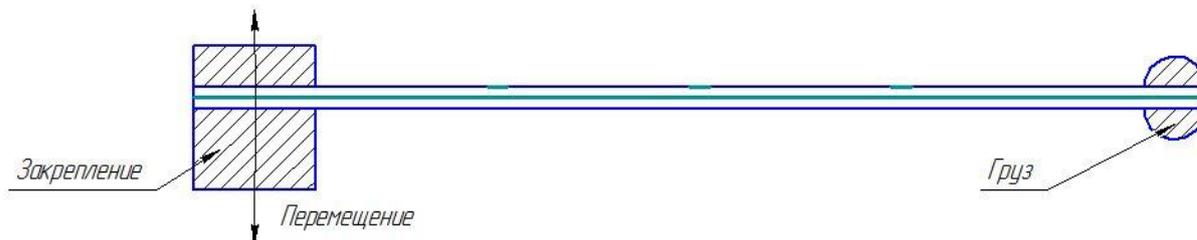


Рисунок 2. Схема испытаний

В ходе проведения эксперимента снимались показания с волоконно-оптических датчиков, которые были переданы в математическую модель для исследования повреждаемости исследуемого образца. В дальнейшем такой подход будет использоваться для оценки повреждаемости полноразмерных композитных конструкций работающих в условиях сложного динамического нагружения в процессе стендовых и летных испытаний.

Работа выполнена в рамках Государственного задания № 11.2391.2017/4.6

1. К вопросу об интеграции оптоволокна в ПКМ и измерении деформации материала с помощью волоконных Брэгговских решеток / М.А. Зуев, В.В. Махсидов, М.Ю. Федотов, А.М. Шиенок // Механика композиционных материалов и конструкций. – 2014. – Т. 20, № 4. – С. 568–574.
2. Fracture mechanism characterization of cross-ply carbon–fiber composites using acoustic emission analysis / Y. Mizutani, K. Nagashima, M. Takemoto, K. Ono // NDT&E Int. – 2000. – Vol. 33(2). – P. 101–110.
3. Варжель С.В. Волоконные брэгговские решетки / Ун-т ИТМО. – СПб., 2015. – 65 с.
4. Zhou G., Sim L. Evaluating damage in smart composite laminates using embedded EFPI strain sensors. Opt. Lasers Eng., 2009, vol. 47, pp. 1063-1068.
5. Yashiro S., Takeda N., Okabe T., Sekine H. A new approach to predicting multiple damage states in composite laminates with embedded FBG sensors. Composites Science and Technology, 2005, vol. 65, pp. 659-667.

Секция 11. Разработка оборудования для формирования материалов с иерархически организованной структурой и приборов для исследования их структуры, свойств и деформационного поведения

DOI: 10.17223/9785946218412/443

РАЗРАБОТКА ТРИБОМЕТРА ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ В ВАКУУМЕ

Жуков Л.Л., Соколов П.С., Белобородов В.А.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Проведение современных исследований невозможно без нового высокотехнологичного оборудования. Однако, коммерческие образцы испытательного оборудования для трибологических испытаний не всегда соответствуют возможностям исследовательских лабораторий. Также стандартное серийно выпускаемое оборудование не всегда соответствует требованиям к проводимым новым экспериментальным исследованиям. Особенно при испытании новых перспективных материалов. В связи с этим возникает необходимость модернизации существующего испытательного оборудования или создания нового.

Целью данной работы являлась разработка современного трибометра для исследования процесса сухого трения скольжения в вакууме и экспериментальная проверка его работоспособности.

Для разработки трибометра привлекался метод компьютерного твердотельного моделирования. С помощью которого была разработана общая компоновка оборудования. По завершению этапа разработки был изготовлен опытный образец трибометра. Трибологические испытания выполнены в условиях воздушной атмосферы и вакуума при сухом трении скольжения по схеме палец диск. Для трения в вакууме трибометр помещался в вакуумную камеру, где создавалось давление 9×10^{-3} Па. В качестве образцов использовались шарики из стали ШХ15, в качестве контртел использовались алюминиевые диски. Трение скольжения осуществлялось при скорости 0,3 м/с при комнатной температуре. В процессе трения регистрировалось значение силы трения, которое с учетом нормальной нагрузки пересчитывалось в коэффициент трения. После проведения испытаний с помощью лазерного сканирующего микроскопа Olympus проводилась оценка состояния поверхностей стальных шариков и алюминиевых дисков.

Проверка работоспособности трибометра в вакууме осуществлялась с применением вакуумной камеры электронно лучевой установки, ранее разработанной в ИФПМ СО РАН. В результате проведения проверочных испытаний получены графики изменения силы трения во времени в различных условиях. При трении в вакууме происходит повышение коэффициента трения скольжения, по сравнению с трением в воздушной атмосфере. После трения в воздушной среде поверхность дорожек трения на алюминиевых дисках темная, что свидетельствует о её интенсивном окислении с образованием оксидов алюминия. Следов обратного адгезионного переноса не наблюдается. После трения в вакууме на поверхности дорожки трения следов окисления значительно меньше, а также наблюдается множество «вырывов» и фрагментов слоя обратного адгезионного переноса. Результаты анализа поверхности стальных шариков коррелируют с состоянием дорожек трения на алюминиевых образцах. Так на шарике после трения в воздушной атмосфере наблюдается темное пятно оксидов и совсем небольшое количество налипшего алюминия. В свою очередь на шарике после трения в вакууме мы наблюдаем толстый слой налипшего алюминия. Интенсивное налипание алюминия на поверхность стального шарика и обратный адгезионный перенос провоцирует повышение силы трения.

Дальнейшее направление работ предполагает разработку оснастки для расширения функциональных возможностей трибометра. В частности планируется: во-первых, оснастить трибометр тепловизором для осуществления мониторинга тепловых полей в зоне трибосопряжения. Во-вторых, оснастить трибометр блоком внешнего нагрева зоны трибосопряжения для исследования влияния температуры на фрикционные процессы в вакууме.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, направление III.23.2.

**VIII ВСЕРОССИЙСКАЯ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ
КОНФЕРЕНЦИЯ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ,
ПОСВЯЩЕННАЯ 50-ЛЕТИЮ ОСНОВАНИЯ
ИНСТИТУТА ХИМИИ НЕФТИ**

«Добыча, подготовка, транспорт нефти и газа»

ОРГАНИЗАТОРЫ КОНФЕРЕНЦИИ

Институт химии нефти СО РАН, Томск

Министерство науки и высшего образования РФ, Москва

Сибирское отделение РАН, Новосибирск

Объединенный Научный совет РАН по химии нефти, газа, угля и биомассы,
Москва

Администрация Томской области, Томск

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск

Институт химии и химической технологии Монгольской академии наук, Улан-
Батор (Монголия)

Кафедра высокомолекулярных соединений и нефтехимии НИ ТГУ, Томск

Технологическая платформа «Технологии добычи и использования
углеводородов», Москва

Технологическая платформа «Глубокая переработка углеводородных
ресурсов», Москва

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ

Председатель

АЛТУНИНА Любовь Константиновна, Томск, Россия

Сопредседатель

ВОСМЕРИКОВ Александр Владимирович, Томск, Россия

Заместитель председателя

КРАСНОЯРОВА Наталья Алексеевна, Томск, Россия

Члены оргкомитета

Андреев Д.В. , Пермь, Россия	Максимов А.Л. , Москва, Россия
Дьяконов В.А. , Уфа, Россия	Носков А.С. , Новосибирск, Россия
Каширцев В.А. , Новосибирск, Россия	Телин А.Г. , Уфа, Россия
Кемалов А.Ф. , Казань, Россия	Чесноков Н.В. , Красноярск, Россия
Конторович А.Э. , Новосибирск, Россия	Чертенков М.В. , Москва, Россия
Лавренев А.В. , Новосибирск, Россия	Лакатош И. , Мишкольц, Венгрия
Лихолобов В.А. , Омск, Россия	Цэвээнжав Д. , Улан-Батор, Монголия

ПРОГРАММНЫЙ КОМИТЕТ

Сопредседатели:

Лихолобов В.А., ИППУ СО РАН, Омск, Россия
Коваленко Е.Ю., ИХН СО РАН, Томск, Россия

Заместитель председателя:

Мин Р.С., ИХН СО РАН, Томск, Россия

Члены комитета:

Головко А.К. - ИХН СО РАН, Томск, Россия	Савиных Ю.В. - ИХН СО РАН, Томск, Россия
Коботаева Н.С. - ИХН СО РАН, Томск, Россия	Сагаченко Т.А. - ИХН СО РАН, Томск, Россия
Манжай В.Н. - ИХН СО РАН, Томск, Россия	Чешкова С.В. - ИХН СО РАН, Томск, Россия

ИСПОЛНИТЕЛЬНЫЙ КОМИТЕТ

Председатель:

Красноярова Н.А. ИХН СО РАН, Томск, Россия

Ученый секретарь:

Свириденко Н.Н. ИХН СО РАН, Томск, Россия

Члены комитета:

Коваленко Е.Ю.	Харькова Н.С.	Очередько А.Н.
Кожевников И.С.	Овсянникова В.С.	Фофанцева М.В.
Воронцовская Н.Г.	Савинова И.А.	Корчагин В.А.

**VIII ВСЕРОССИЙСКАЯ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ
КОНФЕРЕНЦИЯ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ,
ПОСВЯЩЕННАЯ 50-ЛЕТИЮ ОСНОВАНИЯ
ИНСТИТУТА ХИМИИ НЕФТИ**

«Добыча, подготовка, транспорт нефти и газа»

Пленарные доклады

DOI: 10.17223/9785946218412/444

НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ ГЕЛИ И ЗОЛИ ДЛЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ И КОМПЛЕКСНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ УВЕЛИЧЕНИЯ НЕФТЕОТДАЧИ

¹Алтунина Л.К., ¹Кувшинов В.А., ¹Кувшинов И.В., ¹Стасьева Л.А.,

²Чертенков М.В., ³Андреев Д.В., ³Карманов А.Ю.

¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия*

²*ООО «ЛУКОЙЛ-Инжиниринг», г.Москва*

³*Филиал ООО «ЛУКОЙЛ-Инжиниринг» «ПермНИПИнефть» в Перми
alk@ipc.tsc.ru*

Для эффективного освоения трудноизвлекаемых запасов нефти, в том числе высоковязкой нефти, и дальнейшего увеличения ее добычи представляется перспективным широкомасштабное применение новых комплексных технологий увеличения нефтеотдачи, сочетающих базовое воздействие на пласт закачкой воды или водяного пара с физико-химическими методами, увеличивающими охват пласта и коэффициент нефтевытеснения при одновременной интенсификации разработки [1].

В ИХН СО РАН созданы «интеллектуальные» композиции с регулируемой вязкостью, плотностью и щелочностью: термотропные неорганические и полимерные золе- и гелеобразующие композиции, а также нефтевытесняющие композиции на основе поверхностно-активных веществ (ПАВ) для закачки в нефтяные пласты с целью увеличения нефтеотдачи, снижения обводненности добывающих скважин и интенсификации добычи нефти в осложненных условиях эксплуатации [1, 2]. В развитие этих работ создана многофункциональная химическая композиция на основе ПАВ с регулируемой вязкостью и щелочностью, низким межфазным натяжением и высокой буферной емкостью в диапазоне 2.5-10 ед. рН, высокой нефтевытесняющей способностью в области температур 20-250 °С, низкозастывающая, совместимая с минерализованными пластовыми водами, увеличивающая проницаемость пластов-коллекторов. В 2019 г. планируются ее промысловые испытания.

В последние годы созданы новые наноструктурированные гелеобразующие композиции для ограничения водопритока и увеличения нефтеотдачи при заводнении и паротепловом воздействии с двумя гелеобразующими компонентами – полимерным и неорганическим, образующие непосредственно в пласте связнодисперсные наноразмерные структуры типа «гель-в-геле» с улучшенными реологическими характеристиками и структурно-механическими свойствами. Высокотемпературная (60-200 °С) гелеобразующая композиция на основе системы «соль Al – простой эфир целлюлозы – карбамид – вода» при нагревании, за счет фазового перехода, сначала образует полимерный гель, а затем внутри него по механизму гидролитической поликонденсации, инициируемой продуктами гидролиза карбамида, возникает гель гидроксида Al, то есть связнодисперсная наноразмерная структура типа «гель-в-геле». Новая низкотемпературная (20-40 °С) гелеобразующая композиция на основе системы «поливиниловый спирт – полиол – многоосновная кислота – соль Al – карбамид – алифатический амин – вода» в пласте также образует связнодисперсные наноразмерные структуры типа «гель-в-геле».

Успешно проведены опытно-промышленные испытания композиций на Усинском месторождении высоковязкой нефти, республика Коми. Композиции эффективно блокируют поступление воды в добывающую скважину. После их закачки наблюдалось снижение обводненности на 12-40 % и увеличение дебитов по нефти на 116 т/мес. на скважину.

1. Алтунина Л.К., Кувшинов В.А., Стасьева Л.А., Кувшинов И.В. Тенденции и перспективы развития физико-химических методов увеличения нефтеотдачи месторождений тяжелой (обзор) // Химия в интересах устойчивого развития. – 2018. – Т. 26. – № 3. – С. 261-277.

2. Алтунина Л.К., Кувшинов В.А., Кувшинов И.В., Стасьева Л.А., Чертенков М.В., Шкрабюк Л.С., Андреев Д.В. Физико-химические и комплексные технологии увеличения нефтеотдачи пермокарбонатной залежи высоковязкой нефти Усинского месторождения // Нефтяное хозяйство. – 2017. – № 7. – С. 26–29.

DOI: 10.17223/9785946218412/445

**КАТАЛИТИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В НЕФТЕДОБЫЧЕ И ПЕРЕРАБОТКЕ
НЕТРАДИЦИОННОГО УГЛЕВОДОРОДНОГО СЫРЬЯ**

Носков А.С., Казаков М.О., Добрынкин Н.М.

Федеральный исследовательский центр

«Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН», Новосибирск, Россия

bic@catalysis.ru

Запасы нетрадиционного углеводородного сырья (тяжелой нефти, битуминозных песков и углеродистых сланцев) значительно превышают ресурсы традиционной нефти. Это ставит задачу разработки методов вовлечения нетрадиционного сырья в нефтепереработку.

В представленном докладе приводятся результаты исследования каталитических процессов превращения тяжелых углеводородов (в т.ч. асфальтенов) на неорганических породах нефтяных пластов. Протекание таких каталитических процессов позволяет влиять на вязкость тяжелых нефтей. Окисление легких углеводородов на неорганических матрицах обеспечивает увеличение температуры в нефтяных пластах и также влияет на нефтеотдачу. В докладе приводятся экспериментальные данные о процессах каталитического окисления углеводородов на неорганических породах.

Особое внимание в докладе уделено процессам гидрогенизации битуминозных пород и углеродистых сланцев. Показано, что процессы гидрогенизации эффективно протекают при их обработке водородом.

Неорганические матрицы битуминозных пород и углеродистых сланцев выполняют роль катализаторов, что обеспечивает практически полное превращение тяжелого углеводородного сырья в среднестиллятные нефтяные фракции и вакуумный газойль. В ходе таких процессов также происходит снижение содержания серы в 2,5-3 раза.

Полученные результаты могут служить основой для разработки новых процессов переработки битуминозных пород и углеродистых сланцев.

DOI: 10.17223/9785946218412/446

НОВАЯ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ ДОКТРИНА В НЕФТЕГАЗОВОЙ ГЕОЛОГИИ

Запивалов Н.П.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука
Сибирского отделения Российской академии наук, Новосибирск, Россия
ipgg@ipgg.sbras.ru*

Нефтегазонасыщенный пласт представляет собой целостную систему двух взаимосвязанных подсистем: породы (минералы) и флюиды (нефть, газ, вода). Залежь нефти – это «живая» флюидопородная система, свойства и параметры которой способны быстро изменяться в непрерывном режиме под действием природных и техногенных факторов в соответствии с законами спонтанной саморегуляции. Залежь нефти может сформироваться, расформироваться и вновь образоваться. Запасы нефти и газа могут быстро восполняться либо за счет вновь образующихся углеводородных масс внутри системы, либо за счет дополнительного притока из других частей земной коры. Поэтому, как подтверждают данные в разных регионах мира, многие нефтегазовые скопления являются молодыми [1].

В результате многолетней научной и практической работы в нефтяной геологии автор пришел к следующим принципиальным выводам:

- Углеводороды встречаются повсеместно и будут всегда.
- Нафтидогенез имеет очаговый характер; никаких особых региональных нефтематеринских пластов нет.
- Критический порог возмущения флюидонасыщенной системы определяется величиной депрессии на пласт: $P_{пл} - P_{заб} \leq 5 \div 8 \text{ МПа}$ [2].
- Формула энергетического состояния залежи: $dT/dP = 1/S_v$; S_v – плотность энтропии [1].
- Предложена концепция реабилитационных циклов для восстановления энергетического потенциала системы [2].

Следует сосредоточить усилия для извлечения остаточной (трудноизвлекаемой) нефти. Ее количество сейчас достигает 55-70% от разведанных запасов. Для этого необходимы принципиально новые концепции и технологии [3].

В разведке и добыче нефти много неопределенностей и рисков. Их можно символически описать следующим образом: $P = Ч + Г_1 + Г_2 + Г_3 + Т_1 + Т_2 + Э + К + Ф + П$, где Ч – человеческий фактор: профессионализм кадров всех уровней, включая менеджмент; $Г_1, Г_2, Г_3$, – геологическая, геофизическая и географическая информация в полном объеме, с обобщающими моделями; $Т_1, Т_2$ – техника и технология с учетом инновационных методик и систем эффективного управления производственными процессами; Э, К – экологические факторы, природные катастрофы; Ф – финансовые возможности; П – политические факторы. Снижению рисков будет способствовать организация опытных нефтяных полигонов, позволяющих осуществлять комплексное натурное моделирование [4].

1. Запивалов Н.П., Попов И.П. Флюидодинамические модели залежей нефти и газа. – Новосибирск: Гео, 2003. – 198 с. – ISBN 5-7692-0616-0.
2. Запивалов Н.П. Динамика жизни нефтяного месторождения // Известия Томского политехнического университета. – Томск: 2012. – Т. 321. – № 1. – С. 206–211.
3. Zapivalov N.P. Improved Oil Recovery vs. Enhanced Oil Recovery. In: Enhanced Oil Recovery: Methods, Economic Benefits and Impacts on the Environment. – Editors: Alicia Knight. – Nova Publishers, Inc., New-York, 2015. – Pp.81-94. – ISBN: 978-1-63463-943-9.
4. Запивалов Н.П. Как лечить «уставшие» месторождения // Недра и ТЭК Сибири: информационно-аналитический отраслевой журнал. – 2019. – № 4, с. 22-24.

DOI: 10.17223/9785946218412/447

ПАРАДОКСЫ ФИЗИКО-ХИМИИ НЕФТЯНОГО ПЛАСТА

Телин А.Г.

*Общество с ограниченной ответственностью
«Уфимский Научно-Технический Центр», Уфа
TelinAG@ufntc.ru*

В докладе будут представлены результаты работ по фильтрации эмульсий, а также сшитых полимерных систем, не подчиняющиеся закону линейной фильтрации Дарси. Показано, что в случае, когда имеют место химические превращения фильтрующихся жидкостей, меняющие их физические свойства (такие, как вязкость, пластичность, упругость, адсорбционная способность), отклонения от линейного закона весьма существенны [1, 2]. Также при фильтрации в пористой среде активные жидкости (кислоты, щёлочи) кардинально меняют структуру порового пространства. Кроме того, растворение горной породы, осаждение твёрдых частиц при солеобразовании – всё это изменяет во времени коэффициент проницаемости.

В нефтепромысловой практике закачка активных жидкостей происходит повсеместно, что требует учёта подобных нелинейных эффектов в дизайне обработки скважин и в определении эффективности технологии.

С позиции механохимии объясняются сверханомалии вязкости гелевых структур и эффект селективности по проницаемости при их закачке для выравнивания профиля приёмистости.

Рассматриваются вопросы фильтрации нефти и воды в сверхнизкопроницаемых коллекторах, также не подчиняющиеся линейному закону Дарси [3].

Все экспериментальные данные получены при физическом моделировании на натуральных кернах с соблюдением пластовых условий, на идеальной модели трещины, а также ячейке Хили-Шоу.

1. Ахметов А., Телин А., Глухов В., Мавлетов М., Силин М., Гаевой Е., Магадов Р., Хлобыстов Д., Байкова Е. Особенности течения высококонцентрированных обратных водонефтяных эмульсий в трещинах и пористых средах // Технологии ТЭК. - №4. – 2003. - С. 54-58.
2. Ф. Э. Сафаров, Е. И. Гусарова, Д. В. Каразеев, И. Р. Арсланов, А. Г. Телин, В. А. Докичев. Получение гидрогелей полиакриламида для ограничения водопритоков при разработке нефтегазовых месторождений // ЖПХ. - 2018. - Т. 91, № 5. - С. 755-759.
3. В. А. Байков, А. В. Колонских, А. К. Макатров, М. Е. Политов, А. Г. Телин, А. В. Якасов. Нестационарная фильтрация в сверхнизкопроницаемых коллекторах при низких градиентах давлений // Нефтяное хозяйство. - № 10. – 2013. – С. 52-56.

DOI: 10.17223/9785946218412/448

AGE OF CHEMISTRY IN OIL AND GAS RECOVERY

^{1,2}Lakatos I., ¹Lakatos-Szabo J., ^{1,2}Szentes G.

¹Research Institute of Applied Earth Sciences, University of Miskolc

²HAS/UM Geoengineering Research Group, Miskolc, Hungary

As the worldwide oil and gas consumption continues to grow, we are facing with unprecedented challenges: how will we be able to meet the world hydrocarbon demand throughout the 21st century. Although the present dominance of fossil fuels will be much less in the future, the hydrocarbons will probably remain indispensable for the humankind. Unfortunately, the recovery rate of conventional hydrocarbons is unacceptably low (~35%) at present and its improvement is highly limited using traditional production technologies. Under these circumstances, the basic alternatives are the following: further increase of recovery efficiency and replace of conventional hydrocarbons with unconventional ones. Despite attractive features of the later alternative (shale/tar sand oil, shale/tight sand gas, hydrates and CBM) it is a stunning circumstance that the recovery efficiency of unconventional hydrocarbons is often less than 10%.

Numerous, and gradually increasing number of papers prove that wider and routine application of advanced chemical methods will become inevitable part of production methods in the coming years, and emblematic authors postulate that all intensive technology are partly or fully based on chemical mechanisms. Since the present comprehension and interpretation of recovery methods seems to be obsolete and patchy, new interdisciplinary approach is necessary to step forward smart flooding and stimulation technologies, and chemistry, more exactly *oilfield chemistry* will play a fundamental role to realize those goals. Oilfield chemistry is a multidisciplinary branch of sciences integrating the knowledge of reservoir engineering, production engineering chemistry, and chemical engineering and many more. Mission of oilfield chemistry is to increase the recovery efficiency up to a possible ultimate limit making available the explored hydrocarbon resources and thus, meeting the global demand of humankind as long as possible. This new branch of engineering science deals with special and unique feature in respect to the source of problems, scientific approach, development, and practical application of technologies. Oilfield chemistry is focusing on processes taking place

- at high pressure and temperature,
- in multiphase (oil/water/gas/rock) systems,
- in heterogeneous porous and fractured reservoirs, and
- under dynamic conditions.

The oilfield chemistry already became a core element of exploration (geochemistry), drilling (mud chemistry), stimulation (fracturing, acidizing, bottomhole clean-up), productivity and injectivity improvement (chemical selective shutoff and conformance treatment), mitigation of formation damage (scale and corrosion chemistry, paraffin and asphaltene removal). In addition, IOR/EOR chemistry (chemical, gas and thermal and microbial methods), water management (water chemistry), phase separation and enrichment in surface facilities (emulsion and suspension breaking) are also part of enhanced chemical methods. Further, chemistry also has fundamental role in recovery of unconventional hydrocarbons by leaching and extraction of heavy oils and bitumens, tapping gas from tight sand shale reservoirs and basin concentrated gas accumulation, methane production from coal seams, chemical decomposition of hydrates, etc. All these areas will be addressed in the presentation focusing on the state-of-the-art and the predicted importance of chemicals and chemical technologies in the coming years. In addition a brand new classification of enhanced methods will be discussed using thermodynamic approaches. Namely, it will be indicated that "Age of Chemistry" is already alive, and chemistry will have a strong and beneficial effect on innovation of the upstream sector of the petroleum industry.

DOI: 10.17223/9785946218412/449

ПЕРЕРАБОТКА НЕФТИ: ПРОШЛОЕ И НАСТОЯЩЕЕ

Лавренов А.В., Булучевский Е.А., Карпова Т.Р., Непомнящий А.А., Федорова Е.Д.

Центр новых химических технологий Института катализа СО РАН, Омск

lavr@ihcp.ru

Сегодня нефть составляет основу энергетики и ряда других отраслей мировой промышленности, в том числе и российской. При этом моторные топлива являются основными продуктами переработки нефти, составляя 50-80% от общего объема продукции нефтеперерабатывающих заводов. В XXI веке нефтепереработка претерпевает значительные изменения, обусловленные увеличением глубины переработки нефти, вовлечением нетрадиционных нефтяных запасов, а также повышением качества моторных топлив и масел, в том числе для удовлетворения экологических требований.

Прямая перегонка долгое время была единственным способом переработки нефти, но с ростом потребности в бензине ее эффективность (выход бензина составлял 20-25 мас%) перестала удовлетворять существующий спрос. В конце XIX - начале XX в.в. был разработан процесс термического крекинга нефти, позволивший увеличить выход бензина до 70 мас%. С этого времени началась эпоха вторичных процессов нефтепереработки, таких как каталитический крекинг, риформинг, алкилирование и др., позволивших значительно улучшить не только выход, но и качество моторных топлив.

Повышение внимания к экологической безопасности товарных бензинов и дизельных топлив, связанной с ограничениями на содержание в них ароматических углеводородов и соединений серы, вызвало увеличение спроса на такие процессы нефтепереработки, как олигомеризация легких алкенов C₂-C₄, алкилирование изобутана и др. Дополнительные возможности получения компонентов экологически чистых моторных топлив связаны с процессами гидроизомеризации бензолсодержащих нефтяных фракций.

В промышленных процессах олигомеризации пропилена и бутенов, а так же алкилирования изобутана алкенами используются кислотные катализаторы («твердая фосфорная кислота», сульфоновые смолы, H₂SO₄, HF), которые обладают рядом принципиальных недостатков, а именно ограниченной регенерацией, низкой термостабильностью, токсичностью и коррозионной агрессивностью. В качестве перспективных гетерогенных кислотных и полифункциональных катализаторов для олигомеризации алкенов C₂-C₄, алкилирования изобутана бутенами, а также гидроизомеризации бензолсодержащих бензиновых фракций могут быть использованы материалы на основе анион-модифицированных оксидов металлов, в частности борат- и сульфатсодержащие оксиды алюминия и циркония, а также их композиции. Преимуществами использования подобных катализаторов помимо активности и селективности могут быть простота получения в промышленных условиях, низкая стоимость и термическая стабильность, обеспечивающая возможность проведения многократной окислительной регенерации.

Работа выполнена в рамках государственного задания ЦНХТ ИК СО РАН в соответствии с Программой фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы по направлению V.46, проект № V.46.2.5 (номер госрегистрации в системе ЕГИСУ НИОКТР АААА-А17-117021450096-8).

DOI: 10.17223/9785946218412/450

**НАУЧНЫЕ АСПЕКТЫ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛИЗИРОВАННОГО
ТЕХНИЧЕСКОГО УГЛЕРОДА**

Лихолобов В.А.

Федеральный исследовательский центр

Институт катализа им.Г.К.Борескова СО РАН, Новосибирск, Россия

likholobov47@mail.ru

В современном представлении технический углерод является углеродным наноматериалом, построенным из углеродных наноразмерных глобул диаметром от 10 до 100 нм, образованных из углеродных кластеров графитоподобной структуры, при этом углеродные наноглобулы могут срастаться в гроздья (агрегаты), содержащие до нескольких сотен таких глобул. Свойства этого материала зависят от размера наноглобул, формы агрегатов (нитевидные, разветвленные), числа глобул вокруг определенной глобулы (т.н. координационного числа) и от ряда других параметров (например, субструктурных характеристик первичных наноглобул, концентрации на поверхности кислородсодержащих функциональных групп и др.). Определяющими в формировании этих свойств являются условия синтеза технического углерода из углеводородов путём их окислительного пиролиза – высокие, порядка 1300 – 1700 °С, температуры и малые, порядка нескольких миллисекунд, времена контакта, не позволяющие варьировать в широких пределах потребительские свойства образующихся углеродных материалов. Поэтому, для расширения областей применения технического углерода в синтезе функциональных материалов необходимо разрабатывать методы т.н. «постреакторной» обработки (функционализации) частиц технического углерода путём их i) поверхностного или объёмного низкотемпературного модифицирования или ii) воздействия на них мощных источников энергии.

В докладе рассмотрены результаты исследований по функционализации технического углерода разных марок с целью создания современных материалов для различных областей применения. Рассмотрены: а) углеродные пигменты – класс специальных марок наноглобулярного углерода, обладающие свойством окрашивания поверхности в составе водных или масляных суспензий, или объёма - путём компаундирования; б) углеродные аэрогели – новый класс низкоплотных углеродных материалов, обладающих очень высокой пористостью, вследствие чего они перспективны для создания абсорбентов (например, для ликвидации разливов нефти), теплоизоляторов, шумопоглощающих материалов и др., в) углеродные медицинские сорбенты с «настроенными» биоспецифическими свойствами для борьбы с патогенными микроорганизмами с развитой устойчивостью к антибиотикам и антимикотинам (т.е. борьбы с антибиотикорезистентными штаммами), г) углеродные материалы, сочетающие в себе одновременно и высокую удельную поверхность, и высокую электропроводность, для электродов автономных электрохимических систем получения и хранения энергии (батареи, аккумуляторы, суперконденсаторы, топливные элементы и др.), д) материалы, построенные из углеродных оболочечных наночастиц с внутренними полостями, образующихся при воздействии на исходные глобулярные частицы технического углерода импульсного или непрерывного пучка электронов различной энергии вплоть до релятивистских (для электрокаталитических и сенсорных систем и др.).

DOI: 10.17223/9785946218412/451

Нелинейная мезомеханика материалов для арктических приложений

^{1,2}Панин В.Е., ¹Егорушкин В.Е.,

¹Сурикова Н.С., ¹Деревягина Л.С., ^{1,2}Панин С.В.

¹*Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, Россия*

²*Национальный исследовательский Томский Политехнический Университет, Томск, Россия*

paninve@ispms.tsc.ru

1. В общепринятой мезомеханике материалов рассматриваются трансляционно-ротационные моды пластической деформации в иерархии масштабов [макро÷микро]. В настоящей работе теоретически и экспериментально показано, что в мезомеханике арктических материалов принципиально важную роль играет однородно распределенная кривизна кристаллической решетки и трансляционно-ротационные моды пластического течения в интервале мезомасштабов [микро÷нано] механизмом пластической дисторсии.

2. Разработана нелинейная калибровочная теория самосогласованного развития пластических ротаций на мезоскопических масштабных уровнях, учитывающая кривизну решетки и роль электронной подсистемы на наномасштабном уровне. Самоорганизация мезоскопических трансляционно-ротационных мод пластического течения в широком интервале масштабов [макро÷нано] лежит в основе высокоэффективных релаксационных процессов в арктических материалах в условиях низких температур.

3. Проведено систематическое экспериментальное исследование механического поведения арктических сталей с ОЦК и ГЦК структурами, в которых создано однородное распределение кривизны решетки. Показано сохранение высокой ударной вязкости материалов до температур минус 70°C, когда сталь с ОЦК структурой разрушается хрупко. Наномасштабная мезосубструктура в зонах кривизны решетки многократно повышает усталостную долговечность арктических сталей и исключает их хладноломкость.

Благодарности. Работа выполнена в рамках Программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 гг» Минобрнауки РФ; Соглашение № 05.583.21.0089, идентификатор проекта RFMEFI58318X0089.

1. Panin V.E., Egorushkin V.E., Elsukova T.F., Surikova N.S., Pochivalov Y.I., Panin A.V. Multiscale Translation-Rotation Plastic Flow in Polycrystals. In: Schmauder S., Chen CS., Chawla K. et al (eds) Handbook of Mechanics of Materials. Springer, Singapore https://doi.org/10.1007/978-981-10-6855-3_77-1.

2. Sih G.C., Panin V.E., Panin S.V. Multiscale mesomechanics of spacetime directional variance of energy absorbed and expelled // Physical Mesomechanics. – 2018. – Vol. 20. – No 4.

Секция А. Физико-химические
и микробиологические методы увеличения
нефтеотдачи, газо-и конденсатоотдачи, в том
числе для месторождений с трудно извлекаемыми
запасами. Новые технологии обработки
призабойной зоны нефтяных и газовых скважин.
Проблемы добычи, подготовки и транспорта
высоковязких и высокопарафинистых нефтей,
проблемы освоения нефтегазовых месторождений
Арктического региона.

DOI: 10.17223/9785946218412/452

ВЯЗКОУПРУГИЕ ЖИДКОСТИ ДЛЯ НЕФТЕДОБЫЧИ

Дмитриева З.Т.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
ztd@ipc.tsc.*

В нефтяной индустрии вязкоупругие жидкости (ВУЖ) используют в технологических процессах: гидравлического разрыва газо- и нефтеносных пластов, бурения скважин, изоляции призабойной зоны пласта [1-2]. ВУЖ по требованиям технологий должны быть тиксотропными и термотропными. Главное требование, – экономическая и сырьевая доступность ВУЖ. Обнаружен неизвестный ранее эффект значительного увеличения динамической вязкости и термомеханической стабильности водомасляных эмульсий, полученных в присутствии сверхкритического (избыточного) содержания воды, в сравнении с тем же составом эмульсий, приготовленных в условии равновесного количества воды. Наблюдается закономерность в изменении состава эмульсий, - чем больше избыток воды задаётся экспериментом, тем меньше её эмульсируется с маслом (10W30, табл.). Например, вязкость эмульсий 8 и 12 изменяется: 342.4 и 549.7 Па*с (50⁰С); 330.2 и 526.0 Па*с (70 ⁰С). Они текут при сдвиговом напряжении 200 – 280 Па без изменения вязкости. В этих же условиях эмульсии 21 и 25 текут при напряжении 200 – 280 Па с уменьшением вязкости на 30 - 45 %. Экспериментально найдена аналогичная закономерность в увеличении вязкости и стабильности эмульсий, полученных на основе масел: Камаз, Автол, М8В, И-12 – И-40, 5W40, Rimula D, Shell в условии сверхкритического содержания воды в процессе эмульсации. Технология увеличения вязкости и стабильности водомасляных эмульсий не отягощена применением дорогостоящих и токсичных реагентов.

Таблица. Вязкость эмульсии в зависимости от способа её получения при 20 ⁰С

Эмульсия	Кол-во воды, взятое в эмульсацию, %мас.	Кол-во воды, вошедшее в эмульсию, %мас.	Вязкость эмульсии с избытком воды, Па·с	Эмульсия	Вязкость эмульсии с равновесным кол-ом воды, Па·с
1	86.0	62.3	232.4	14	40.6
2	85.7	65.4	323.6	15	55.8
3	85.6	64.9	330.8	16	52.6
4	85.5	63.2	349.3	17	75.9
5	85.4	63.1	344.6	18	71.5
6	85.0	71.0	357.0	19	73.6
7	84.7	72.0	331.0	20	86.0
8	84.5	76.2	340.0	21	105.2
9	84.0	78.5	346.0	22	190.0
10	83.0	80.3	405.0	23	297.3
11	82.9	81.0	389.7	24	378.0
12	82.7	82.0	548.5	25	451.0
13	82.5	82.5	595.0	26	595.0

1. Каневская Р.Д. Зарубежный и отечественный опыт применения гидроразрыва пласта. М.: ВНИИОЭНГ, 1998. - 40 с.
2. Tudor R., Poleschuk A. Low-viscosity, low-temperature fracture fluids // J. Canad. Petrol. Technol. – 1996. – Vol. 35. - № 7. – P.31-36.

DOI: 10.17223/9785946218412/453

РЕОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ С ДОБАВКАМИ ПОЛИМЕРОВ

Манжай В.Н., Фуфаева М.С.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
maria81@ipc.tsc.ru

Добыча и транспорт продукции от добывающих скважин до установок подготовки нефти осуществляется в подавляющем большинстве случаев в виде водонефтяной эмульсии. При разработке месторождений с высоковязкой нефтью, аномальные свойства которой обусловлены высоким содержанием асфальтенов, смол и парафинов, эмульсии чаще всего являются «обратными» системами (В/М). Для технологически грамотной перекачки таких эмульсий требуется максимально полная информация об их реологических свойствах.

На устойчивость и специфические свойства эмульсий существенное влияние также оказывает и присутствие синтетических полимеров. Высоковязкие нефти и их «обратные» эмульсии с добавками полимеров обладают неньютоновскими свойствами (рис. 1 и 2).

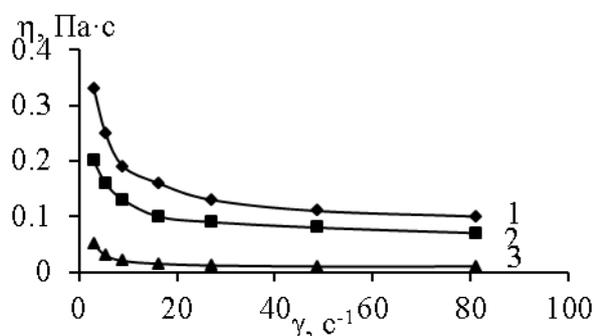


Рис. 1 – Зависимость динамической вязкости от скорости сдвига при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ для различных систем:

1. Эмульсия В/М (50% нефти и 50% воды);
2. Эмульсия В/М (10% нефти и 90% воды);
3. Обезвоженная нефть (при $\dot{\gamma} \rightarrow 100\text{ с}^{-1}$, вязкость $\eta \sim 10\text{ мПа}\cdot\text{с}$ и $\rho = 850\text{ кг/м}^3$)

Содержание в нефти ВМС:

Асфальтены – 3%; Смолы – 8%;

Парафины – 2 %

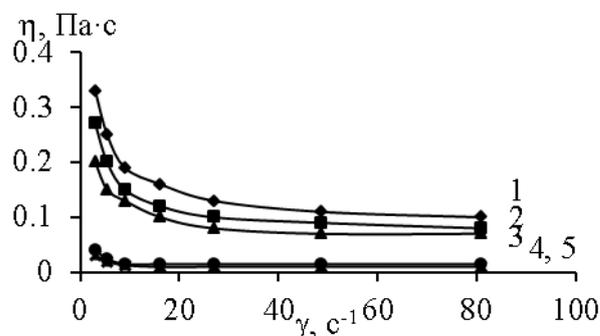


Рис. 2 – Зависимость динамической вязкости от скорости сдвига при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ для различных систем:

1. Эмульсия В/М (50% нефти и 50% воды);
2. Эмульсия В/М (50% нефти и 50% воды) с добавкой полиакриламида ПАА ($0,02\text{ кг/м}^3$);
3. Эмульсия В/М (50% нефти и 50% воды) с добавкой полигексена ПГ ($0,02\text{ кг/м}^3$);
4. Раствор ПГ в нефти ($0,02\text{ кг/м}^3$);
5. Раствор ПАА в воде ($0,02\text{ кг/м}^3$)

Интересной особенностью эмульсий с малыми добавками полимеров является экспериментально наблюдаемый факт не увеличения, а наоборот, уменьшения вязкости таких эмульсий (рис. 2, кривые 2 и 3). Причиной тому является то, что полимерные макромолекулы являются флокулянтами смол и асфальтенов (ВМС нефти) и выводят их из дисперсионной среды эмульсии в поверхностный слой стабилизированных капель воды (рис. 4 и 5 – черная окантовка капель воды), тем самым снижая вязкость коллоидной системы.

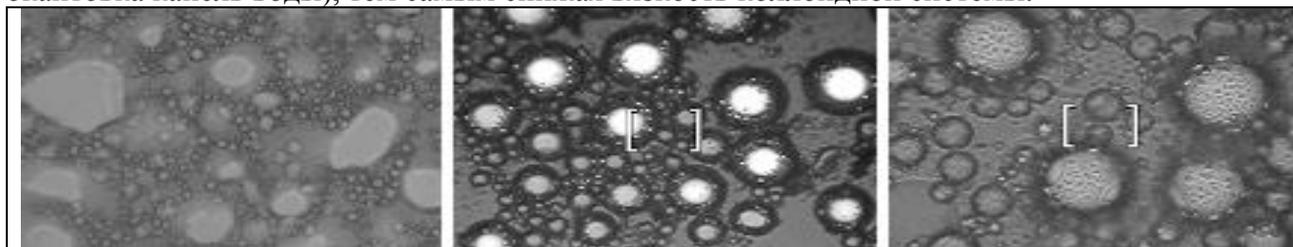


Рис. 3 – Водонефтяная эмульсия (50% нефти и 50% воды)

Рис. 4 – «Обратная» эмульсия В/М (50% нефти и 50% воды) + ПАА

Рис. 5 – «Обратная» эмульсия В/М (50% нефти и 50% воды) + ПГ

DOI: 10.17223/9785946218412/454

ИЗУЧЕНИЕ СОВМЕСТНЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ГИДРАТА МЕТАНА И КОМПОНЕНТОВ НЕФТИ МЕТОДОМ «ХОЛОДНОГО СТЕРЖНЯ»

^{1,2,3}Стопорев А.С., ^{1,2}Манаков А.Ю.

¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт неорганической химии им. А.В. Николаева Сибирского отделения
Российской академии наук, Новосибирск, Россия*

²*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский национальный исследовательский государственный университет», Россия, Новосибирск*

³*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина», Москва, Россия
stopor89@bk.ru*

Газовые гидраты – это соединения включения, в которых каркас хозяина, образованный молекулами воды, включает гостевые молекулы (метан, этан, пропан, углекислый газ и т. д.) [1]. Предотвращение образования гидратов является актуальной задачей при добыче и транспортировке многофазных потоков нефть–газ–пластовый рассол. Понимание взаимодействия гидратов с компонентами нефти при промысловых условиях на более детальном уровне требуется для разработки эффективных способов борьбы с твердыми отложениями (гидрат–АСПО; их предупреждение и ликвидация) в подобных системах. Поскольку нефть представляет собой сложную смесь, необходимо выяснить, какие именно компоненты нефти могут адсорбироваться на поверхности газогидрата и склонны образовывать с ним совместные отложения. Хотя многие соединения образуют гидраты кубической структуры I или II подобно метану или попутному нефтяному газу, соответственно, механизм образования гидратов и их поверхностные свойства могут значительно различаться в зависимости от типа гидратообразователя. Ранее подобные исследования проводились на модельных гидратах (например, гидрат фреона [2]), которые позволяют проводить исследования при атмосферном давлении. Представляет значительный интерес установить зависимость типа адсорбируемых и совместно выпадающих с гидратом соединений нефти от структуры гидрата и гидратообразующего агента. Нами была разработана и изготовлена установка для получения агломератов гидрата и нефтяных компонентов, позволяющая решать указанные выше задачи. Установка представляет собой «холодный стержень», способный работать в среде с высоким газовым давлением. Насколько нам известно, подобных исследований с гидратами метана и природного газа ранее не проводилось. Методика эксперимента была разработана и апробирована на гидрате метана. Более детальные исследования предполагается выполнить в дальнейшем.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ (проект 17-17-01085).

1. Sloan E. D., Koh C. A. Clathrate Hydrates of Natural Gases. – CRC Press (Taylor and Francis Group): Boca Raton, 2008. – 752 p.
2. Borgund A.E., Høiland S., Barth T., Fotland P., Askvik, K.M. Molecular analysis of petroleum derived compounds that adsorb onto gas hydrate surfaces // Applied Geochemistry. – 2009. – № 24. – P. 777–786.

DOI: 10.17223/9785946218412/455

СПОСОБ ОЦЕНКИ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЯЗКОУПРУГИХ КРИОГЕЛЕЙ

Фуфаева М.С., Манжай В.Н., Алтунина Л.К.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

maria81@ipc.tsc.ru

Решение задачи освоения природных ресурсов Арктики осложняется экстремальными климатическими условиями, предъявляющими повышенные требования к используемым технологиям и материалам. Перспективным конструкционным материалом для разработки новых технологий обустройства и ремонта добывающих скважин, у которых вследствие выхода на поверхность теплой нефти образуются приустьевые воронки (провалы грунта), являются криогели.

Водные растворы поливинилового спирта (ПВС) после замораживания ($T < 0^{\circ}\text{C}$) и последующего их оттаивания в области положительных температур переходят из вязкотекучего состояния в упругие полимерные тела – криогели, способные к большим обратимым деформациям. Свойства твердых тел принято оценивать модулем упругости (G). Упругие свойства криогелей исследовали на установке, принцип работы которой основан на реологической модели Максвелла (рис. 1). Результаты представлены на рис. 2

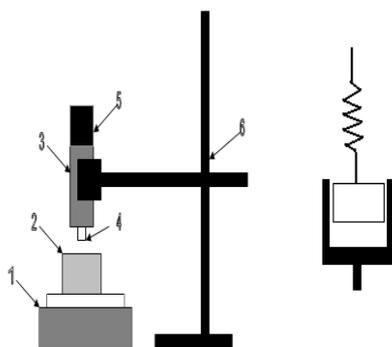


Рис. 1 – Установка, функционирующая на основе реологической модели Максвелла $\tau = \tau_0 \cdot \exp(-t/\theta)$

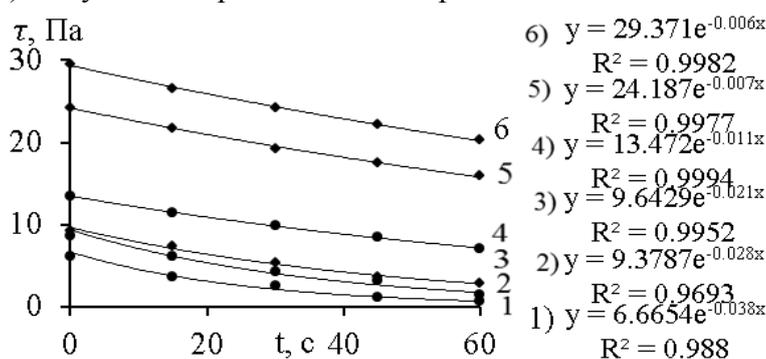


Рис. 2 – Зависимость напряжения от времени в криогелях, на основе растворов ПВС ($M = 75 \cdot 10^3$). Концентрация ПВС: 1 – 5 %; 2 – 6 %; 3 – 7 %; 4 – 8 %; 5 – 9 %; 6 – 10 %.

При проведении экспериментов исследователи для каждого конкретного образца получают изменяющуюся во времени величину значения напряжения (τ), поэтому при расчете модуля упругости по формуле Гука $G = \tau/\eta$ получают субъективную величину. Но соотношение между вязкостью (η) и упругостью, которое характеризуется величиной времени релаксации $\theta = \eta/G$, более объективно описывает реологические свойства полимерных тел. Значения времен релаксации криогелей, сформированных из двух растворов разной концентрации и молекулярной массы ПВС, представлены на рисунке 3. Из рисунка 3 следует, что величина времени релаксации криогелей независимо от молекулярной массы образцов ПВС (1 – $M_1 = 75 \cdot 10^3$; 2 – $M_2 = 150 \cdot 10^3$) увеличивается при повышении содержания в них макромолекул ПВС. Различные значения времен релаксации ($\theta = \eta/G$) у образцов криогелей с разной молекулярной массой обусловлены большей вязкостью высокомолекулярного образца ($\eta_2 > \eta_1$) по сравнению с низкомолекулярным криогелем.

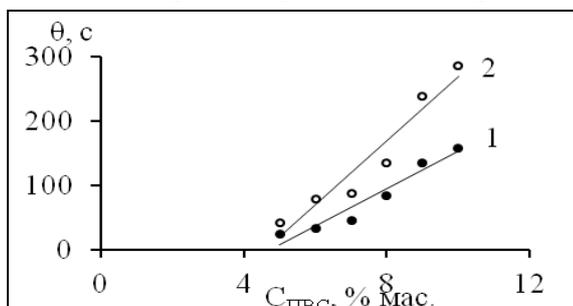


Рис. 3 – Зависимость времени релаксации криогелей от концентрации

DOI: 10.17223/9785946218412/456

ОСОБЕННОСТИ СОСТАВА ДОБЫТЫХ И ОСТАТОЧНЫХ ТЯЖЕЛЫХ НЕФТЕЙ УСИНСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ

Чуйкина Д.И., Петренко Т.В., Стахина Л.Д., Савиных Ю.В.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

VDI@ipc.tsc.ru

Добыча тяжелых нефтей неразрывно связана с применением гидродинамических методов воздействия на продуктивный пласт с целью увеличения нефтеотдачи. В результате этого пластовая нефть выводится из состояния начального термодинамического равновесия между нефтяными компонентами и породой, пластовой водой и т.д., вследствие чего происходит изменение состава подвижной и остаточной пластовой нефти [1]. В связи с этим представило интерес изучения состава добытой и выделенной из кернов остаточной нефти пермокарбонной залежи Усинского месторождения (Республика КОМИ). Остаточная нефтенасыщенность (ОН) образцов кернов определялась путем экстракции их в аппарате Сокслета. Исследование компонентного состава (масла, смолы, асфальтены) образцов добытой нефти показало, что образец из верхнего (ВО) объекта содержит больше масел и меньше смол и асфальтенов, чем из среднего (СО) объекта залежи. В составе остаточной нефти, выделенной из каждого керна, доля масел меньше (на 14 – 25 %%), чем в добытой нефти, а также происходит снижение отношения смолы / асфальтены (табл. 1).

Таблица 1 – Состав добытых и остаточных нефтей

Скважина №, объект	Образец	ОН, % мас.	Содержание, % мас.			Отношение смолы/асфальтены
			масла	смолы	асфальтены	
29XX, ВО	Нефть доб.	-	76,3	17,0	6,7	2,5
	Нефть ост.	4,2	51,2	31,3	17,5	1,8
53XX, СО	Нефть доб.	-	72,0	20,2	7,8	2,6
	Нефть ост.	6,1	57,8	28,6	13,6	2,1

Изучение структурно-группового состава исследуемых образцов с использованием ИК-спектроскопии показало, что нефти, добытые из скважины и остаточные, полученные из кернов, практически не отличаются по содержанию парафиновых структур, длинных алкановых цепей, а также конденсированных аренов. Однако для образцов из скважины 29XX различия в составе добываемой и остаточной нефти более выражены.

В результате исследования устойчивости данных образцов нефти к выпадению асфальтенов с использованием спектрофотометрического метода [2], установлено, что для добытых нефтей скорость осаждения неустойчивых частиц значительно меньше, чем для остаточных, кроме того начало осаждения этих частиц сдвигается на более позднее время. Изучение динамики осаждения асфальтенов также показало, что асфальтены, выделенные из добытой нефти, гораздо устойчивее, чем из остаточной нефти. Это связано с особенностями состава асфальтенов. На основании данных ИК-спектроскопии следует, что асфальтены, выделенные из добытой нефти, характеризуются меньшей степенью ароматичности при большем количестве разветвленных структур, а также содержании длинных алкановых цепей, что объясняет различия в устойчивости.

1. Kayukova G., Aglyamiyev A., Klyamova A., Sitdikova L., Sharipova N., Smelkov V. The composition of rocks and residual hydrocarbons in the flooded-out zones of romashkinskoye field reservoirs // Oil Industry. – 2010. – No 5, P. 100-103.
2. Петренко Т.В., Чуйкина Д.И., Стахина Л.Д. Применение метода спектрофотометрии для исследования устойчивости нефти Усинского месторождения // Химия в интересах устойчивого развития. – 2018. – Т. 26. – № 1. – С. 37–41.

DOI: 10.17223/9785946218412/457

КОНТРОЛЬ ЗА РАЗРАБОТКОЙ МЕСТОРОЖДЕНИЯ ПО ИЗМЕНЕНИЮ СОСТАВА ДОБЫВАЕМОЙ НЕФТИ ПОСЛЕ ПРИМЕНЕНИЯ КОМПЛЕКСНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

Стахина Л.Д., Савиных Ю.В., Чуйкина Д.И.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
sl@ipc.tsc.ru*

Ухудшение структуры запасов традиционного сырья приводит к повышенному интересу к разработке залежей высоковязкой тяжелой нефти. Применение тепловых и химических методов увеличения нефтеотдачи может приводить к изменению состава и физико-химических свойств добываемой нефти. В данном сообщении рассмотрены изменения состава тяжелой высоковязкой нефти Усинского месторождения после паротеплового воздействия в совокупности с закачкой нефтевытесняющих и потокоотклоняющих композиций НИНКА и ГАЛКА. Для изучения состава добываемой нефти был использован комплекс методов, включающий метод градиентно-вытеснительной хроматографии, газо-жидкостной хроматографии и ИК-спектроскопии.

Согласно геологическому профилю месторождения, скважины, расположенные в центральной части месторождения, эксплуатируют все три объекта, характеризующиеся разным составом [1]. Основные различия наблюдаются в содержании парафиновых, нафтеновых и ароматических УВ, что объясняет особенности состава нефтей из разных скважин на данном участке месторождения. Так, нефть нижнего объекта отличается самой высокой вязкостью и практически полным отсутствием н-алканов (1 % отн.). В то время как нефть верхнего объекта маловязкая с высоким содержанием н-алканов (35 % отн.). Нефти среднего объекта занимают промежуточное значение.

После закачки состав добываемых нефтей изменяется в сторону относительного увеличения парафино-нафтеновых углеводородов не более чем в 1,2 раза. Содержание смолисто-асфальтеновых компонентов значительных изменений не претерпело. По результатам, полученным методом ИК-спектроскопии показано, что в составе нефти наблюдается пониженное относительное содержание насыщенных УВ. Это согласуется со всеми полученными ранее данными по составу для нефти - молекулярно-массовое распределение н-алканов, минимальное содержание парафино-нафтеновых углеводородов, высокая плотность и вязкость добытой нефти.

Полученные результаты указывают на то, что под действием применяемых технологий происходит перераспределение фильтрационных потоков внутри пласта с последующим доотмывом более легкой нефти из порового пространства нефтенасыщенного пласта. Значительных изменений в составе исходных нефтей и добытых после применения технологий не наблюдается. Это может быть связано с тем, что продукция скважин представляет собой смесь тяжелой остаточной нефти и более легкой нефти из неохваченных заводнением целиков.

1. Чуйкина, Д.И. Особенности геологического строения залежи Усинского месторождения и состава добываемой нефти / О.В. Серебренникова, Л.Д. Стахина, Л.К. Алтунина // Экспозиция нефть газ. – 2018. – №1. – С. 18-21 (электронный журнал http://runeft.ru/archive/2017/1_2018.htm)

DOI: 10.17223/9785946218412/458

ПРИМЕНЕНИЕ КИСЛОТНОЙ НЕФТЕВЫТЕСНЯЮЩЕЙ КОМПОЗИЦИИ НА СКВАЖИНЕ С ТРЕЩИНОЙ ГИДРОРАЗРЫВА И В КАРБОНАТНОМ ПЛАСТЕ С ЕСТЕСТВЕННОЙ ТРЕЩИНОВАТОСТЬЮ

¹Пеньковский В.И., ¹Корсакова Н.К., ²Алтунина Л.К., ²Кувшинов В.А.

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт гидродинамики им. М.А.Лаврентьева отделения Российской академии наук, Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
penkov@hydro.nsc.ru, alk@ipc.tsc.ru

В работе использована, полученная методами теории упругой фильтрации математическая модель гидравлического разрыва, основанная на понятии растрескивания части пласта, примыкающей к скважине, как гетерогенной, трещиновато-пористой среды [1]. Согласно модели, если разность давления во флюиде достигает некоторого критического значения, то скелет пласта подвергается упруго-пластическому разрушению с образованием трещин. Увеличение объема системы трещин в зоне растрескивания приводит к уменьшению пористости блоков в соответствии с условием совместности деформации поровых объемов. Для величин радиуса растрескивания и раскрытия трещин получены инженерные формулы.

Дебит скважины с гидравлическим разрывом превосходит дебит обычной скважины. Однако эффективность гидравлического разрыва с течением времени падает. Это явление, которое характерно и для карбонатных пластов с естественной трещиноватостью, можно объяснить возрастающим действием капиллярного запираания пластовой воды, скапливающейся у стенок трещин.

Приведенные в данной работе результаты лабораторных исследований на плоской микромоделю пласта показали возможность восстановления дебита скважины с трещиной гидроразрыва путем закачки в неё композиции ГБК, разработанной в Институте химии нефти СО РАН. Композиция ГБК является кислотной нефтевытесняющей композицией на основе ПАВ, аддукта неорганической кислоты и многоатомного спирта. Композиция совместима с минерализованными пластовыми водами, имеет низкую температуру замерзания (минус 20 ÷ минус 60 °С), низкое межфазное натяжение на границе с нефтью и применима в широком интервале температур, от 10 до 230 °С. Композиция растворяет карбонатные породы без образования осадков, отличается пролонгированным действием, обладает водоотнимающей способностью, восстанавливает исходную проницаемость коллектора.

В опытах на плоской модели после достижения установившегося режима фильтрации между нагнетательной и откачивающей скважинами, расположенными в центре модели на определенном расстоянии друг от друга, была произведена импульсная закачка воды, которая привела к переупаковке частиц пористой среды микромоделю с образованием наполненных водой трещин гидроразрыва. С целью интенсификации притока флюидов к скважине была произведена инъекция порции композиции ГБК. Введение композиции привело к коалесценции капель нефти с образованием оторочки на границе проникновения ГБК. В результате дебит скважины постепенно увеличился 5-10 раз и затем стабилизировался.

Приведены результаты промысловых испытаний композиции ГБК на пермо-карбоневой залежи высоковязкой нефти Усинского месторождения с трещиновато-пористым типом породы коллектора.

1. Pen'kovskii V.I., Korsakova N.K. Effect of wave action on near-well zone cleaning. // IOP Conf. SERIES; Journal of Physics: Conf. Series 864. – 2017. – 012072. P. 1-6.
2. Алтунина Л.К., Кувшинов В.А., Кувшинов И.В. Увеличение нефтеотдачи в карбонатных коллекторах. // Neftegaz.RU. – 2017. – № 3. С. 96 – 103.

DOI: 10.17223/9785946218412/459

**ОПЫТ ПРИМЕНЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ МЕТОДОВ УВЕЛИЧЕНИЯ НЕФТЕОТДАЧИ
НА ПЕРМО-КАРБОНОВОЙ ЗАЛЕЖИ ВЫСОКОВЯЗКОЙ НЕФТИ УСИНСКОГО
МЕСТОРОЖДЕНИЯ**

Кувшинов И.В., Алтунина Л.К., Кувшинов В.А.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук (ИХН СО РАН), Томск, Россия
kiv@ipc.tsc.ru;*

В нефтедобывающей отрасли, как и в любой другой сфере деятельности, есть задача повышения эффективности. Методы увеличения нефтеотдачи (МУН) могут быть самыми разными: технологическими, физическими, химическими, гидродинамическими, даже чисто организационными. Далее речь пойдет о химических, или, несколько шире, физико-химических методах [1]. Основных целей у всех этих методов две. Первая – это увеличение количества добываемой нефти и интенсификация добычи. Так как нефть залегают в пористых или трещиноватых пластах и выкачивается оттуда под давлением, то для увеличения ее добычи необходимо или уменьшить вязкость нефти, повысить ее текучесть, или увеличить проницаемость самого пласта. В случае добычи нефти путем заводнения, т.е. закачки в пласт воды или пара (термическое заводнение), под увеличением добычи можно понимать и увеличение коэффициента вытеснения нефти водой, и ее дополнительного отмывания. В этом случае применяют различные кислотные составы, композиции на основе поверхностно-активных веществ (ПАВ) и щелочей. Вторая проблема, на решение которой нацелены МУН, – это снижение обводненности добываемой нефти. В этом случае необходимы так называемые гель-технологии, химические композиции, которые образуют в пласте водоизолирующий гелевый экран, препятствующий поступлению воды в скважину. Такой экран можно создавать как непосредственно в добывающей скважине для блокирования воды, так и в нагнетательной скважине системы заводнения, чтобы увеличить охват пласта и перенаправить поток закачиваемой воды или пара в еще неохваченные области.

В данном докладе рассматриваются результаты опытно-промышленных работ (ОПР) за 2016-2018 на пермо-карбоневой залежи высоковязкой нефти Усинского месторождения ООО «ЛУКОЙЛ-Коми» совместно ИХН СО РАН, филиалом ООО «ЛУКОЙЛ-Инжиниринг» «ПермНИПИнефть» и ООО «ОСК. Виды работ, рассматриваемые в докладе:

1. Ограничение водопритока (ОВП) с применением композиции с двумя гелеобразующими агентами при пароциклических обработках (ПЦО) и в зоне паротеплового воздействия.
2. ОВП гелеобразующей полимерной композицией для холодных скважин.
3. Комбинированная обработка горизонтальных горячих водонагнетательных скважин несколькими композициями различного назначения.
4. Применение термотропных химических композиций совместно с ПЦО.
5. Применение загущенной нефтевытесняющей композиции при площадной закачке пара.

Технологии с применением термотропных гелеобразующих и нефтевытесняющих композиций показали свою эффективность в промысловых условиях и были рекомендованы для дальнейших опытно-промышленных работ и промышленного внедрения. Точечная обработка одной добывающей скважины дает в среднем 1000-1500 т дополнительно добытой нефти за несколько месяцев. Применение гелей позволяют снизить обводненность на 20-30%. Применение комплексных методов для нагнетательных скважин способно дать значительный эффект по группе реагирующих скважин, который оценивается уже в десятки тысяч тонн дополнительно добытой нефти.

1. Алтунина Л.К., Кувшинов В.А., Стасьева Л.А., Кувшинов И.В. Тенденции и перспективы развития физико-химических методов увеличения нефтеотдачи месторождений тяжелой (обзор) // Химия в интересах устойчивого развития. – 2018. – Т. 26. – № 3. – С. 261-277.

DOI: 10.17223/9785946218412/460

РИСКИ ЗАГРЯЗНЕНИЯ НЕФТЬЮ И НЕФТЕПРОДУКТАМИ АРКТИЧЕСКИХ ТЕРРИТОРИЙ

Алексеева М.Н., Сваровская Л.И., Яценко И.Г.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
amn@ipc.tsc.ru*

Особое место в арктической зоне России занимает шельф Баренцева моря, который характеризуется значительными ресурсами нефти, составляющими 27,6 млрд. т условного топлива, в том числе 2,1 млрд. т нефти. Промышленное освоение в зоне Арктики проходит в сложнейших условиях и требует применения новых уникальных технологий. Недостаточное соблюдение мер по предупреждению аварийных разливов нефти нефтяными компаниями уже привело к масштабному загрязнению окружающей среды Арктической зоны России. Выявление зон экологического риска определит план мероприятий по профилактике возможных аварийных ситуаций.

Так, в районе Баренцево моря в 5 км от побережья о. Колгуев при помощи плавучего нефтепровода загружаются танкеры вместимостью в среднем 30 000 тонн, что повышает риск возникновения нефтяных пятен на поверхности морской воды. Утечки нефти и нефтепродуктов происходят как в штатном режиме эксплуатации нефтеналивного оборудования, так и в результате аварий. По данным от 18 сентября 2004 г. при перевозке дизельного топлива в результате аварии вблизи о. Колгуев (пос. Бугрино) утонул понтон с грузом 50 тонн солянки [1]. В результате аварии 19 сентября 2013 г. возле о. Колгуев в море вылилось 200 литров дизельного топлива. В 2014 г. в результате экспедиционных исследований в этой зоне были отобраны образцы нефтезагрязненной почвы, торфа и растительности. Концентрация загрязнения почвы определена в интервале 18-57 г/кг. Применение аборигенной нефтеокисляющей микрофлоры для восстановления нефтезагрязненных почв позволит охранять нативный микробиоценоз северных почв. Ремедиация углеводородов нефти составила 36-60 % при температуре +5⁰С [2].

Цель данной работы: выявление экологического риска загрязнения нефтью и нефтепродуктами территории и прибрежной зоны о. Колгуев на основе дистанционных и наземных данных.

На основе ГИС технологий с применением КС Landsat 8 и данных наземных исследований были выявлены зоны загрязнения территории и прибрежной зоны о. Колгуев:

1. Определена зона риска площадью около 2,5 км², включающая пос. Бугрино с прилегающим мелководьем.
2. Получена карта-схема зоны риска нефтезагрязнения производственных объектов, составляющая 129 км², включая санитарно-защитные полосы производственных объектов.
3. С использованием продукта MCD 43 A4 в районе морского нефтеналивного причала (терминала) о. Колгуев определена площадь нефтяного пятна около 20 км².

1. Бамбуляк, А., Францен, Б. Транспортировка нефти из Российской части Баренцева Региона. Экологический Центр. Сванхвд, 2005.- 92 с.
2. Altunina L. K., Svarovskaya L. I., Alekseeva M. N., Yashchenko I. G. Integrated assessment of anthropogenic contamination of oil-producing territories in Western Siberia // Petroleum Chemistry. 2014. Т. 54. V. 3. P. 234-238.

DOI: 10.17223/9785946218412/461

**ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ И ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОДЫ
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНОВ В НЕФТИ, НЕФТЕПРОДУКТАХ,
НЕФТЯНЫХ ОТХОДАХ И ОТЛОЖЕНИЯХ**

Суховерхов С.В., Логвинова В.Б.

ФБУН Институт химии ДВО РАН, Владивосток, Россия

svs28@ich.dvo.ru

Определение концентрации парафинов в нефти, нефтепродуктах, нефтесодержащих отходах и отложениях является важной практической задачей. Особенно актуальной эта задача при добыче, первичной подготовке и транспортировке высоковязких и высокопарафинистых нефтей, а также для нефти, идущей на экспорт - по ГОСТ Р 51858 содержание парафинов в ней ограничено 6 %.

Для определения содержания парафинов в нефти, нефтепродуктах и нефтесодержащих отложениях обычно используют гравиметрический (ГОСТ 11851, М 01-12-81, SMS 1769/88) или газохроматографический методы анализа.

В ИХ ДВО РАН разработан новый гравиметрический экспресс-метод определения содержания парафинов в нефти, нефтепродуктах и нефтесодержащих отложениях, позволяющий проводить анализ за 1 день. Предложено для осаждения асфальтенов использовать нефрас С80/120, а очистку от смолистых веществ проводить статическим методом на оксиде алюминия. Для ускоренного удаления растворителей рекомендуется использовать роторный вакуумный испаритель. Вымораживание парафинов осуществляется в течение 1-2 часов при температуре не выше минус 20 °С. Фильтрация выкристаллизовавшихся после вымораживания парафинов проводят под вакуумом. Погрешность разработанной методики 14 - 25 % в зависимости от содержания парафинов. На разработанный гравиметрический экспресс-метод определения содержания парафинов в нефти, нефтепродуктах и нефтесодержащих отложениях получен патент РФ.

При определении концентрации парафинов в нефти, нефтепродуктах и нефтесодержащих отложениях методом газовой хроматографии (ГХ) предложено использовать колонку со специальной поликарборанметил-силоксановой фазой UltraALLOY-DX30, разделение проводить при программировании подъема температуры от 50 °С до 400 °С со скоростью 10 °С/мин. При расчетах парафинами следует считать нормальные и изоалканы от C₂₀ до C₆₀ и выше. В этом случае данные гравиметрического и хроматографического методов анализа парафинов имеют близкие сопоставимые значения для нефти, нефтепродуктов и нефтесодержащих отложений (табл. 1).

Таблица 1 - Содержание парафина в образцах нефти, мазута и АСПО

Образец	Содержание парафина, %	
	Гравиметрический экспресс-метод	ГХ
Нефть из скважины РВ-320	0,30 ± 0,04	0,29 ± 0,15
Нефть из скважины РВ-352	0,64 ± 0,09	0,59 ± 0,15
Нефть из скважины РВ-310	1,16 ± 0,21	0,97 ± 0,40
Нефть из скважины РВ-305	2,61 ± 0,47	2,20 ± 0,40
Мазут марки М-100	5,2 ± 1,04	5,06 ± 0,65
АСПО из V-0937 РАВ-Чайво	40,23 ± 10,06	42,87 ± 11,3
АСПО из V-0937 РАВ-Чайво	50,3 ± 12,58	44,31 ± 11,0

В случае, если при анализе ГХ важно хорошее разделение нормальных и изоалканов рекомендуется использовать колонку с метилсилоксановой фазой UltraALLOY-1(MS/HT), а разделение проводить при программировании подъема температуры от 50 °С до 400 °С со скоростью 3-5 °С/мин.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки, номер гос. задания 0265-2019-0002. Исследования проводились с использованием оборудования ЦКП ДВЦСИ ИХ ДВО РАН.

DOI: 10.17223/9785946218412/462

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ГРАВИТАЦИОННОГО РАЗДЕЛЕНИЯ АСФАЛЬТЕНОВ В ПЛАСТЕ

Охотникова Е.С., Барская Е.Е., Ганеева Ю.М., Юсупова Т.Н., Тимиргалиева А.Х.

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова**ФИЦ Казанский научный центр РАН, Казань, Россия**ekaterina.okhotnikova@gmail.com*

Нефти представляют собой сложные природные системы, физико-химических свойства и состав которых может изменяться под действием внешних факторов. В работе [1] сделано предположение, что дополнительное поступление в залежь легких углеводородов приводит к неустойчивости асфальтенов и образованию в продуктивном нефтяном пласте их гравитационного градиента. В данной работе смоделирован процесс гравитационного разделения нефти в карбонатном нефтяном коллекторе. Модельная установка (рис. 1) представляет собой вертикальную стеклянную колонку (а) диаметром 2 см и длиной 50 см. Колонка заполнялась нефтенасыщенной породой (карбонатная порода и высоковязкая нефть в соотношении 3:1). Нефтенасыщенная порода была пропитана растворителем (н-гептаном) (из ёмкости б), после чего выдержана в течение месяца. Затем проведено вытеснение нефти с растворителем путем создания в системе перепада давления. В отдельные ёмкости (в) последовательно отобраны образцы нефти 1-5 (1 – нефть, вытесненная с нижней части установки, 5 – с верхней части установки). Определен состав вытесненной нефти (табл. 1). Показано, что образцы 1-5 практически не отличаются по содержанию смол, а в ряду 5→1 содержание масел уменьшается, а содержание асфальтенов увеличивается.

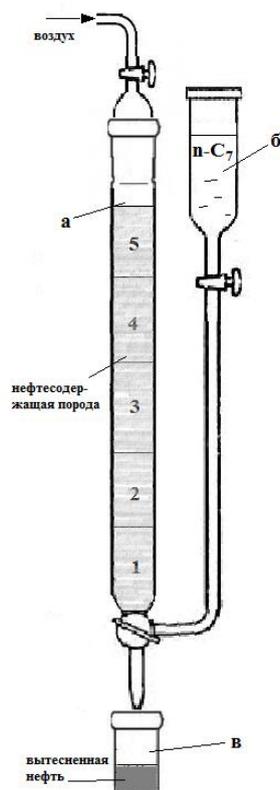


Рисунок 1- Схема модельной установки

Таблица 1 – Компонентный состав вытесненной нефти

Образец	Содержание компонентов, % масс.			
	масла	БС	СБС	асфальтены
5	66,0	21,8	11,2	1,0
4	62,1	23,6	11,9	2,4
3	63,9	22,2	10,2	3,7
2	62,2	22,8	11,0	4,0
1	61,1	22,0	11,6	5,3

Асфальтены, выделенные из вытесненной нефти обр. 1 и 5, исследованы методами ЭПР спектроскопии, элементного анализа и масс-спектрометрии MALDI. Показано, что исследованные асфальтены практически не отличаются по содержанию стабильных свободных радикалов и ванадилпорфириновых комплексов, соотношению углерода и водорода и по молекулярной массе.

Таким образом, доказана возможность появления в пласте концентрационного градиента асфальтенов при подтоке легких н-алканов. Различий в структуре асфальтенов, выделенных из нефти, отобранной сверху и снизу модельной установки, не установлено. Показано, что в процессе гравитационного разделения нефти совместного осаждения смол и асфальтенов не происходит.

1. Юсупова Т.Н., Ганеева Ю.М., Романов Г.В., Барская Е.Е. Физико-химические процессы в продуктивных нефтяных пластах. – М.: Наука, 2015. – 412 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/463

ВЛИЯНИЕ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ КОМПОНЕНТОВ НЕФТИ ИЗ КАРБОНАТНЫХ КОЛЛЕКТОРОВ НА ЕЕ ТЕМПЕРАТУРНО-РЕОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

Тимиргалиева А.Х., Барская Е.Е., Охотникова Е.Е., Ганеева Ю.М., Юсупова Т.Н.

*Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова ФИЦ
Казанский научный центр РАН, Казань, Республика Татарстан, Россия
timirgalieva94@mail.ru.*

Известно, что для легких традиционных нефтей вязкость обусловлена содержанием высокомолекулярных соединений нефти (смола, асфальтенов и парафинов). Однако для нефтей из карбонатных коллекторов эта зависимость не всегда выполняется, поскольку добыча этих нефтей осложнена как поверхностными свойствами минералов коллекторов, так и особенностями состава нефти. Поэтому изучение взаимосвязи «состав высокомолекулярных компонентов – реологические свойства» нефтей из карбонатных коллекторов является актуальным.

Были исследованы особенности состава и реологического поведения нефтей из карбонатных пластов (обр.1) по сравнению с нефтями добываемыми из терригенных пластов (обр.2). В качестве объектов исследования была выбрана пара средневязких нефтей с близкими значениями кинематической вязкости. Был определен компонентный состав нефтей, содержание в них компонентов практически одинаковое. Наблюдаются лишь небольшие отличия в содержании твердых парафинов (табл. 1).

Таблица 1 – Компонентный состав и физико-химические свойства нефтей.

Месторождение	НК-200оС	масла	тв. пар.	БС	СБС	Асф.	ρ_{20} , г/см ³	μ_{20} , мм ² /с
Елховское (обр.1)	18,8	54,7	3,8	16,7	6,3	3,5	0,8994	53,99
Ромашкинское (обр.2)	16,3	56,2	8,3	17,4	6,3	3,8	0,8989	49,5

Изучение реологического поведения нефтей показало, что нефтей обр. 1 при низких температурах структурная вязкость значительно выше (рис. 1). Энергия активации также выше для нефтей обр. 1, что говорит о том, что карбонатные нефти более структурированные. Это отличие нивелируется с увеличением скорости сдвига.

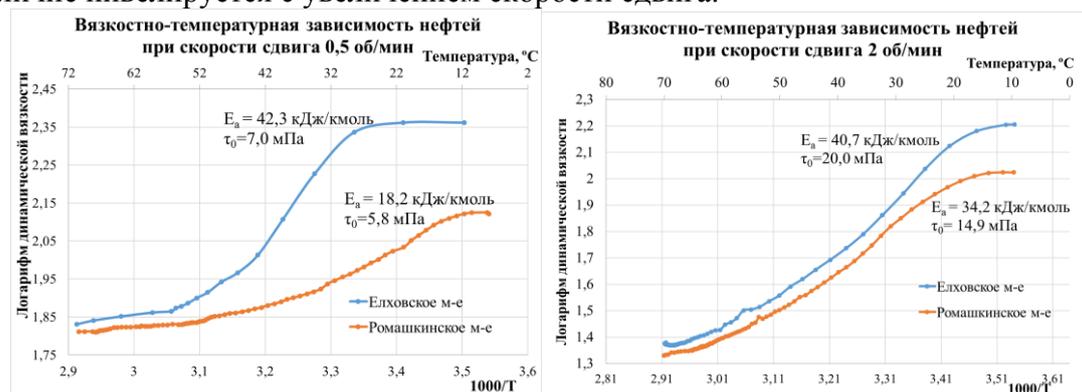


Рисунок 1 – Вязкостно-температурная зависимость нефтей при скоростях сдвига 0.5 и 2 об/мин.

Были обнаружены различия в составе высокомолекулярных компонентов нефти. По данным ИК-спектроскопии асфальтены обр. 1 характеризуются меньшими значениями алифатичности (А), окисленности (О) и разветвленности (R). Парафины обр 1 характеризуются большим содержанием высокомолекулярных углеводородов нормального строения.

Таким образом показано, что реологические характеристики нефтей одинакового строения в большей степени зависят от особенностей состава их высокомолекулярных компонентов.

DOI: 10.17223/9785946218412/464

**ГАЗОВЫЕ ГИДРАТЫ В НЕФТЯНЫХ ДИСПЕРСИЯХ: ОБЗОР ИССЛЕДОВАНИЙ
ЛАБОРАТОРИИ КЛАТРАТНЫХ СОЕДИНЕНИЙ ИХ СО РАН**¹Манаков А.Ю., ¹Стопорев А.С., ¹Адамова Т.П., ¹Скиба С.С., ¹Сагиддулин А.К.,¹Сизиков А.А., ¹Струков Д.А., ²Стрелец Л.А., ²Сваровская Л.И., ²Алтунина Л.К.¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки*Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия*²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки*Институт химии нефти СО РАН, Томск, Россия**manakov@niic.nsc.ru, canc@ipc.tsc.ru*

В докладе будет сделан обзор результатов исследований процессов образования и разложения газовых гидратов в нефтяных дисперсиях, выполненных сотрудниками лаборатории в 2018-2019 гг. В частности, будут обсуждаться исследования температурной зависимости скорости нуклеации газовых гидратов в эмульсиях воды в нефтях. Как оказалось, при увеличении температуры всего на 2 градуса (с -5 до -3°C, давление около 12 МПа) время, необходимое для гарантированного образования гидрата метана в образце возрастает в 4-5 раз. Анализ полученных результатов позволяет предсказать, что при температурах 7-10°C вероятность образования гидрата в таких эмульсиях будет практически нулевой, хотя с точки зрения термодинамики гидрат в этих условиях стабилен. Сравнение полученных данных с литературными показывает, что скорость нуклеации в эмульсиях как правило значительно ниже, нежели для двухслойных систем вода - нефть. Это может быть связано с наличием на границе фаз структурно-механического барьера из адсорбированных компонентов нефти, необходимого для стабилизации эмульсии. Будут представлены результаты исследований процессов образования/разложения гидратов в эмульсиях воды в двух типах нефтей в условиях, моделирующих «остановленный поток», т.е. при временном прекращении добычи, когда в скважинах и трубопроводах находится статичная дисперсия нефти, воды(рассола) и попутного газа. Наиболее интересны результаты, полученные для процессов разложения гидратов при температурах ниже 0°C. Показано, что самоконсервация малых (менее 30 мкм) частиц гидрата метана в нефтяных дисперсиях может происходить при температурах -5 – -20°C без предварительного глубокого замораживания образца. Отметим, что самоконсервация гидратов состоит в резком (на много порядков) уменьшении скорости разложения гидратов в условиях, когда поверхность гидратных частичек покрывается коркой льда. Явление самоконсервации предложено использовать для целей транспортировки природного газа в форме гидратов. Для нефтяных дисперсий малых частиц гидрата самоконсервация впервые обнаружена авторами данной работы. Кроме того, будут обсуждаться результаты экспериментов по получению и разложению гидрата метана в эмульсиях воды в нефти при интенсивном перемешивании, что моделирует движущийся в трубе многофазный поток нефть - вода(рассол) - газ. При изучении скоростей разложения гидрата обнаружено, что при температурах ниже 0°C самоконсервация гидратных частиц в перемешиваемых образцах менее выражена, а скорости разложения при этом ненамного ниже, чем при положительных температурах. Работа поддержана грантом Российского научного фонда № 17-17-01085.

DOI: 10.17223/9785946218412/465

ВЛИЯНИЕ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ И НЕФТЯНЫХ СМОЛ НА КРИСТАЛЛИЗАЦИЮ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ

Морозова А.В., Волкова Г.И.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
anastassiya_petukhova@mail.ru*

В мировой практике добычи нефти проблема борьбы с отложениями парафина возникла более ста лет назад. Однако только в последние десятилетия в связи с выработкой крупнейших высокопродуктивных месторождений легкой нефти и вводом в эксплуатацию месторождений нефти с высоким содержанием высокомолекулярных углеводородов нормального строения, смол и асфальтенов, проблема борьбы с отложениями парафина в промышленном оборудовании приобрела особо острый характер.

В настоящее время исследуется возможность применения ультразвуковой обработки (УЗО) для нужд нефтяной отрасли [1]. Немаловажное отличие ультразвуковых обработок от многих других является их абсолютная экологическая безопасность как для недр, так и для окружающей среды.

Проведено исследование влияния комплексного воздействия ультразвуковой обработки и добавки бензолных (БС) и спирто-бензолных (СБС) нефтяных смол на свойства 6 % мас. раствора нефтяного парафина в декане.

Таблица 1 – Влияние условий обработки на температуры фазовых переходов раствора НП-д

Образец	Температура, °С		
	начала кристаллизации	максимальной скорости кристаллизации	золь-гель перехода
НП-д	17,6	16,0	2,4
+УЗО	18,3	17,4	3,0
+УЗО+СБС	19,4	18,7	-8,3
+УЗО+БС	20,7	19,8	-6,7

Температура начала кристаллизации увеличивается с 17,6 для исходного раствора до 18,3 после УЗО, 19,4 и 20,7 °С после УЗО и последующего введения СБС и БС соответственно. Такая же зависимость наблюдается для температуры максимальной скорости кристаллизации. В то время как температура золь-гель перехода в обработанных комплексным методом растворах на 9-11 °С ниже, чем в исходном растворе (табл. 1).

Температура застывания исходного раствора НП-д составляет 10 °С. Комплексная обработка раствора способствует снижению температур застывания.

По площади петель гистерезиса рассчитаны значения удельной энергии разрушения структурированных систем (ΔW) под действием механического сдвига. Значения ΔW для растворов НП-д, НП-д + УЗО равны 54 и 99 кДж/м³ соответственно. В присутствии СБС и БС в обработанном ультразвуком растворе разрушается кристаллическая структура исходного образца, о чем свидетельствует слияние кривых течения прямого и обратного хода, а значения ΔW стремятся к нулю.

Таким образом, процесс кристаллизации складывается из двух стадий: образование центров кристаллизации (или зародышей) и их рост. Комплексная обработка, согласно полученным результатам, сдвигает первую стадию кристаллизации в область более высоких температур, но при этом стабилизирует первичные кристаллические образования, замедляя, тем самым, процесс осадкообразования.

1. Anufriev R.V., Volkova G.I. Structural and mechanical properties of highly paraffinic crude oil processed in high-frequency acoustic field // Key Engineering Materials. – 2016. – V. 670. – P. 55 – 61.

DOI: 10.17223/9785946218412/466

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА РАЗРУШЕНИЕ УСТОЙЧИВЫХ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ

Волкова Г.И., Юдина Н.В.

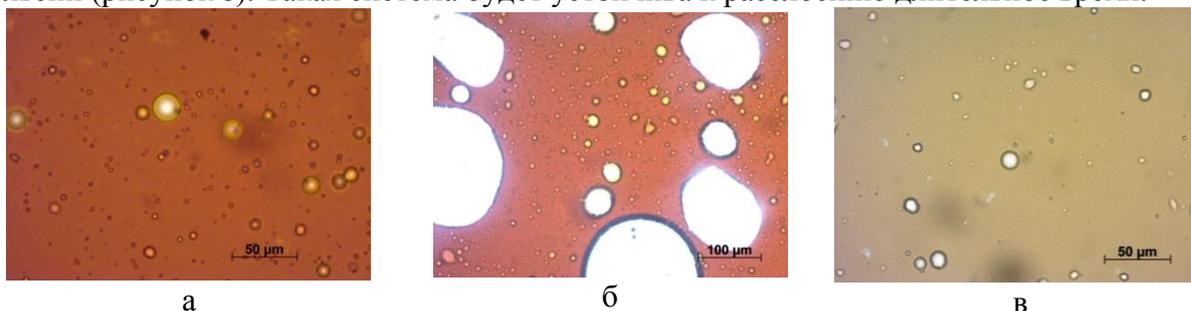
² Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
galivvol@yandex.ru

В большинстве случаев добыча нефти сопровождается извлечением на поверхность эмульсий, содержание пластовой воды в которых колеблется в очень широком диапазоне. Технологии разрушения эмульсий разнообразны и постоянно совершенствуются. В данной работе исследовано влияние условий акустического воздействия при частоте 22 кГц на разрушение устойчивой водонефтяной эмульсии.

Нативная эмульсия нефти Баклановского месторождения содержит 19 % мас. пластовой воды и не расслаивается в течение длительного времени. Ультразвуковую обработку (УЗО) эмульсии проводили в течение 10 и 15 мин при температуре бани 0 и 20 °С, интенсивности поля 2 и 18 Вт/см². Согласно полученным результатам уже после 10 мин обработки, независимо от интенсивности ультразвукового поля, эмульсия расслаивается сразу после прекращения перемешивания, а остаточное содержание воды в нефтяном слое составляет 6-7 % мас. Через сутки содержание воды в этих образцах снижается на 1 % мас. Эмульсия, обрабатываемая в течение 15 мин при $I=18$ Вт/см², расслаивается в процессе воздействия. Остаточное содержание воды в нефти составляет 4 % мас. и через сутки, также как после 10 мин обработки, понижается на 1 % мас. Обработка эмульсии в течение 15 мин полем меньшей интенсивности ($I=2$ Вт/см²) при температуре бани 20 °С позволяет снизить содержание воды сразу до 3 % мас. и это значение сохраняется через 24 ч.

УЗО нефти ($I=18$ Вт/см²) при температуре бани 0 °С менее эффективна: содержание остаточной воды равно 7-8 % мас.

На рисунке приведены микрофотографии эмульсии нефти до и после УЗО. Видно, что исходная эмульсия представлена, в основном, частицами воды до 10 мкм (рисунок а). УЗО в течение 15 приводит к агрегированию частиц дисперсной фазы с образованием частиц до 200 мкм, что сопровождается выделением водной фазы (рисунок б). Через 24 ч в органической фазе присутствуют капли воды, размеры которых не превышают 10 мкм, как и в исходной эмульсии (рисунок в). Такая система будет устойчива к расслоению длительное время.



а – исходная, б – после 15 мин УЗО при интенсивности 18 Вт/см², в - после 15 мин УЗО при интенсивности 2 Вт/см² через 24 ч

Рисунок – Микрофотографии эмульсии нефти Баклановского месторождения

Снижение содержания воды в нативной эмульсии нефти Баклановского месторождения после УЗО обусловлено превалированием процесса агрегирования частиц воды над процессом диспергирования. При прочих равных условиях расслоение эмульсий протекает эффективнее при более высоких температурах.

Низкочастотный ультразвук может быть перспективной технологией для транспорта и переработки сырой нефти. По-видимому, турбулентность в эмульсии, вызванная кавитацией, в поле интенсивностью 2-18 Вт/см² достаточна, чтобы нарушить плёнку на границе раздела фаз, стабилизирующую эмульсию, и вызвать коалесценцию капель воды.

DOI: 10.17223/9785946218412/467

АЗОТСОДЕРЖАЩИЕ ОСНОВАНИЯ АСФАЛЬТЕНОВ НЕФТИ УСИНСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ

Герасимова Н.Н., Сагаченко Т.А., Мин Р.С.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
canc@ipc.tsc.ru*

Информация о химической природе нефтяных асфальтенов, их термической стабильности, реакционной способности и функциональном состоянии гетероатомов (S, N, O) имеет большое значение для разработки и совершенствования технологий добычи и переработки тяжелого углеводородного сырья. Особый интерес представляют данные об особенностях состава и структуры азотсодержащих оснований (АО) асфальтеновых компонентов, которые являются природными ПАВ и каталитическими ядами.

Основной азот содержится, главным образом, в полициклическом ароматическом ядре молекул асфальтеновых веществ, экранированном нефтяными и алкильными фрагментами. В связи с этим для изучения АО асфальтенов битуминозной высокосернистой нефти Усинского месторождения был использован метод термической деструкции, позволяющий получить более низкомолекулярные и простые по составу соединения основного азота. Термолиз асфальтенов осуществляли при 450 °С в реакторе с полупроточным режимом и добавлением гексана для удаления из зоны реакции образующихся соединений.

Исследуемая нефть содержит 7,6 % асфальтенов с молекулярной массой (ММ) 1405 а.е.м. и содержанием основного азота ($N_{\text{осн.}}$) 0,41 % мас. В процессе термического разложения они генерируют 52,4 % растворимых в гексане продуктов (термолизатов) с ММ=478 а.е.м. и содержанием $N_{\text{осн.}}$ =0,23 % мас. Термолизаты деасфальтенизировали гексаном, из мальтенов, с использованием методов осаждения и экстракции, выделяли высокомолекулярные (893 а.е.м, выход 9,7 % мас.) и низкомолекулярные (390 а.е.м., выход 1,1 % мас.) АО [1].

Сравнительный анализ показал, что высокомолекулярные АО, составляющие большую часть выделенных соединений, заметно отличаются по структурно-групповым характеристикам от исходных асфальтенов. Их средние молекулы преимущественно состоят из меньшего числа структурных блоков ($m_a=2,1$ против 2,9), которые беднее насыщенными циклическими структурами ($K_n^*=2,3$ против 5,5). Отличительной чертой структурных блоков АО является более высокое число атомов углерода в парафиновых фрагментах ($C_n^*=6,5$ против 1,7). Количество метильных групп, не соединенных с ароматическим ядром и гетерофункциями, близко к 2 ($C_\gamma^*=1,6$), что составляет сравнительно малую долю от C_n^* . Это указывает на наличие в структурном блоке АО линейных или слабо разветвленных алифатических цепей. Структурные блоки асфальтенов не содержат алкильных фрагментов длиннее метильных. ($C_n^*=C_\gamma^*=1,7$). По средним размерам ароматических ядер структурные блоки молекул АО и асфальтенов различаются незначительно ($K_a^*=2,8$ против 3,2). Высокие значения параметра ($C_\alpha^*=5,0$ и 4,2), отражающего количество насыщенных атомов углерода, находящихся в α -положении к ароматическим циклам, указывают на центральное положение ароматических ядер в нафтеноароматической системе структурных блоков как молекул исходных асфальтенов так и молекул АО. Сохранность внутреннего расположения ароматических ядер при термическом воздействии, вероятнее всего связана с высокой степенью экранизации атома азота в гетероциклах молекул асфальтенов, следствием чего является достаточно высокая устойчивость соединений.

1. Чешкова Т.В., Герасимова Н.Н., Сагаченко Т.А., Мин Р.С. Химический состав нефти Крапивинского месторождения (сообщение 4) // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов. – 2017. – Т. 328. – № 8. – С. 6–15.

DOI: 10.17223/9785946218412/468

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ ГЕЛЕОБРАЗУЮЩИЕ КОМПОЗИЦИИ ДЛЯ ОГРАНИЧЕНИЯ ВОДОПРИТОКА

^{1,2}Козлов В.В., ^{1,2}Алтунина Л.К., ¹Стасьева Л.А., ¹Рождественский Е.А., ¹Кувшинов В.А.

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет», Томск, Россия
alk@ipc.tsc.ru, kozlov_vv2004@mail.ru

В Институте химии нефти СО РАН на основании комплекса лабораторных исследований для ограничения водопритока (ОВП) и увеличения нефтеотдачи пермо-карбоновой залежи Усинского месторождения при паротепловом и пароциклическом воздействии, ранее были созданы гелеобразующие наноструктурированные композиции МЕГА и МЕГА-ПРО [1], для которых фактором, вызывающим гелеобразование, является тепловая энергия пласта или закачиваемого теплоносителя, без сшивающего агента. В основе композиций лежат две гелеобразующие системы: полимерная и неорганическая.

В развитие этих работ созданы низкотемпературные (20 – 70 °С) гелеобразующие композиции МЕГА-НТ и МЕГА-НТ-ПРО с двумя гелеобразующими компонентами – полимерным и неорганическим, образующие непосредственно в пласте наноструктурированные системы типа «гель-в-геле» с улучшенными реологическими характеристиками, для чего в состав композиций вводили терморегулятор гелеобразования.

В работе представлены результаты исследования влияния закачки композиций МЕГА-НТ и МЕГА-НТ-ПРО для ОВП на неоднородных моделях пласта, находящегося в естественном режиме эксплуатации, при закачке горячей воды и в условиях, моделирующих пароциклическое воздействие на пермо-карбоновую залежь Усинского месторождения, на нефтевытесняющую способность композиций и фильтрационные характеристики.

Исследование влияния закачки композиций на фильтрационные характеристики и коэффициент нефтевытеснения высоковязкой нефти пермо-карбоновой залежи Усинского месторождения на неоднородных моделях пласта в условиях, моделирующих прорыв воды при площадной закачке пара и пароциклической обработке (ПЦО), показало, что образование в модели пласта наноструктурированного геля приводит к существенному снижению подвижности жидкости, выравниванию/перераспределению фильтрационных потоков в модели пласта, при этом увеличивается коэффициент нефтевытеснения, особенно в более низко проницаемых моделях пласта. При закачке гелеобразующих композиций МЕГА-НТ и МЕГА-НТ-ПРО в нагнетательные, пароциклические или реагирующие добывающие скважины с забойной температурой от 20 до 70 °С непосредственно в пласте будет происходить образование наноструктурированного геля с повышенными вязко-упругими характеристиками. Это приведет к селективному ограничению водопритока, изменению направления фильтрационных потоков, снижению обводнённости, ограничению прорывов закачиваемого рабочего агента в добывающие скважины. Ожидаемый результат – интенсификация добычи нефти и прирост коэффициента извлечения нефти (КИН).

Созданные низкотемпературные композиции МЕГА-НТ и МЕГА-НТ-ПРО с улучшенными структурно-механическими свойствами перспективны для создания отклоняющих экранов в нефтяных пластах, перераспределения фильтрационных потоков, увеличения нефтеотдачи и ограничения водопритока.

1. Алтунина Л.К., Кувшинов В.А., Стасьева Л.А., Кувшинов И.В. Тенденции и перспективы развития физико-химических методов увеличения нефтеотдачи месторождений тяжелой нефти (обзор)//Химия в интересах устойчивого развития. – 2018.– Т.26.– № 3.– С. 261-277.

DOI: 10.17223/9785946218412/469

ВЛИЯНИЕ ПРИСАДКИ НА СВОЙСТВА МОДЕЛЬНЫХ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ

Саврасова Е.А., Прозорова И.В., Юдина Н.В.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
sanc@ipc.tsc.ru*

Длительная эксплуатация нефтяных месторождений и заводнение нефтеносных пластов приводят к образованию стойких водонефтяных эмульсий. Обводненность нефти вызывает интенсивное образование асфальтосмолопарафиновых отложений, повышает температуру застывания нефти, увеличивает вязкость, таким образом, создавая дополнительные проблемы при ее транспорте до пункта сбора и хранения продукции [1]. Использование полимерных присадок зачастую является решением проблемы осадкообразования [2], однако промышленные присадки ориентированы на перекачку товарной (обезвоженной) нефти. Поэтому особый интерес представляют исследования по влиянию полимерных присадок на структурно-механические характеристики водонефтяных эмульсий различного состава.

В качестве объектов исследования использовали искусственно приготовленные водонефтяные эмульсии. Дисперсионная среда эмульсий – высокопарафинистая модельная система, содержащая 7 % нефтяного парафина; дисперсная фаза – дистиллированная вода, содержание которой варьировалось от 10 до 40 %. В основе полимерной присадки представлен 50%-ный раствор полиалкилметакрилата C₁₅-C₁₉, модифицированного додециламином, в толуоле. Присадку вводили в концентрации 0,05 % (мас.).

Чтобы оценить прочность надмолекулярной структуры исходной модельной системы и водонефтяных эмульсий, были сняты кривые течения прямого и обратного хода при температуре 17 °С. По площадям петель гистерезиса рассчитаны величины внутренней энергии разрушения надмолекулярной структуры дисперсной системы ($E_{\text{внутр}}$), полученные значения представлены в таблице 1.

При появлении в составе нефтяной системы воды внутренняя энергия повышается, что свидетельствует об увеличении структурированности системы. Использование присадки приводит к снижению энергии модельной системы примерно в 16,5 раз, что связано с образованием ассоциатов между парафиновыми углеводородами и присадкой, прочность которых ниже, чем прочность ассоциатов в исходной системе.

С появлением воды в системе эффективность действия присадки растет по сравнению с исходной моделью. Энергии разрушения надмолекулярной структуры для 10 и 20% эмульсий в присутствии присадки снижаются 17-20 раз. Дальнейший рост доли водной фазы в эмульсии ведет к снижению эффективности действия присадки.

Таблица 1 – Влияние присадки на значение внутренней энергии модельной системы и водонефтяных эмульсий с различным содержанием воды

Содержание воды, % (мас.)	0	10	20	30	40
$E_{\text{внутр}}$ исходная, кДж/м ³	22,4	30,3	36,3	28,9	46,6
$E_{\text{внутр}}$ с присадкой, кДж/м ³	2,4	1,3	1,8	5,7	16,5

1. Туманян Б.П. Научные и прикладные аспекты теории нефтяных дисперсных систем. – М.: Техника, 2000. – 336 с.
2. Агаев С. Г. О механизме действия ингибиторов парафиновых отложений // Материалы всероссийской научно-технической конференции «Нефть и газ Западной Сибири». – 2007. – Т.1. – С. 219-222.

DOI: 10.17223/9785946218412/470

ВЛИЯНИЕ ИНГИБИТОРА НА НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ И РЕОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОПАРАФИНИСТОЙ НЕФТИ

Шаронова А.Е., Шишмина Л.В.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Томск, Россия
shishmina@tpu.ru

Одним из последствий наличия в нефти твердых высокомолекулярных углеводородов, является образование парафиновых отложений, осложняющих добычу, сбор и подготовку таких нефтей. Это зачастую приводит к потерям в добыче, возрастанию энергетических затрат, капитальных и эксплуатационных расходов [1].

Наиболее перспективным методом борьбы с отложениями парафинов, является добавление в поток нефти ингибиторов парафиноотложений. Их принцип действия заключается в предотвращении выпадения парафина на оборудовании, стенках трубопроводов и НКТ.

Основными параметрами, по которым можно оценить эффективность влияния ингибитора – являются вязкость и температура застывания нефти.

Исследование заключается в оценке влияния ингибитора, при его добавлении к высокопарафинистой нефти Герасимовского месторождения Томской области. В качестве ингибитора парафиноотложений используется регулятор вязкости, представляющий собой раствор неионогенных поверхностно-активных веществ в органическом растворителе.

В таблице 1 представлены значения температур, полученные на измерителе «Кристалл» SX800 [2] без ингибитора и при его добавлении в концентрациях 400 г/т и 800 г/т. С увеличением концентрации наблюдается смещение температуры застывания нефти в область низких значений.

Таблица 1 – Значения температуры застывания нефти.

t застывания исходной пробы	t застывания при добавлении присадки C=400 г/т	t застывания при добавлении присадки C=800 г/т
+4°C	+2,9°C	минус 6,1°C

На рисунке 1 представлены характерные вязкостно-температурные зависимости, полученные на измерителе «Кристалл» SX850 [2]. Анализируя полученную зависимость, следует отметить, с увеличением концентрации добавляемой присадки вязкость снижается.

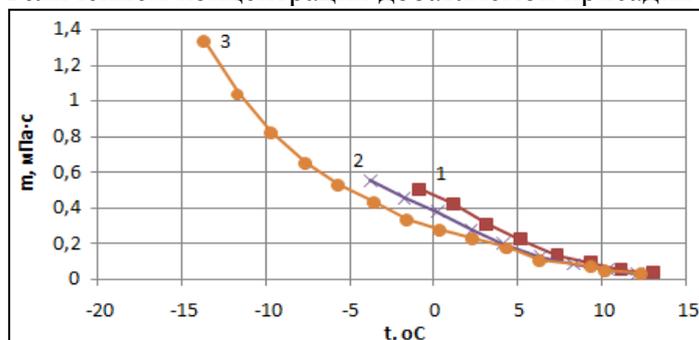


Рисунок 1 – Вид вязкостно-температурной зависимости
1 – исходная проба, 2 – при добавлении присадки C=400 г/т,
3 - при добавлении присадки C=800 г/т

1. Влияние ингибирующей присадки на процесс образования асфальтосмолопарафиновых отложений в высокопарафинистой нефти / И.В. Прозорова [и др.] // Химия в интересах устойчивого развития. – 2012. – №20. – С. 457-463.

2. Измеритель низкотемпературных показателей нефтепродуктов «Кристалл» руководство пользователя 11 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/471

НАНОДОБАВКИ ДЛЯ УВЕЛИЧЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ ПЛАСТОВ В ПРИЗБОЙНОЙ ЗОНЕ ПАРОНАГНЕТАТЕЛЬНЫХ СКВАЖИН

Руненков А. В.

*Автономная некоммерческая образовательная организация высшего образования “Сколковский институт науки и технологий”, Москва, Территория ИЦ “Сколково”
anton.runenkov@skoltech.ru*

Увеличение мирового энергопотребления стимулирует развитие добычи высоковязкой нефти и битума, в том числе в России. Однако этот процесс является труднореализуемым, поскольку практически невозможен без искусственного нагрева пластов при помощи закачки теплоносителя (пара или горячей воды). С одной стороны, внедрение термических методов, способствует многократной интенсификации добычи высоковязкой нефти и битума особенно в терригенных пластах, с другой - сопряжено со значительными энергетическими затратами на производство теплоносителя, отрицательным воздействием на окружающую среду в результате выбросов CO₂ и дорогостоящей очисткой попутно добываемой воды. Для улучшения показателей эффективности на месторождениях высоковязкой нефти и битума все чаще применяют гибридные технологии в виде комбинаций различных видов термических методов или термических и химических методов увеличения нефтеотдачи пластов, а также закачки суспензий наночастиц Al₂O₃, TiO₂, NiO, CuO, Fe₂O₃ и других соединений [1, 2].

Данная работа также посвящена лабораторному обоснованию и компьютерному моделированию гибридной технологии на основе закачки пара через гравийные фильтры с наночастицами. Потенциального снижения паро-нефтяного отношения и увеличения нефтеотдачи пластов в процессе закачки в них теплоносителя через скважины, пробуренные с поверхности или из подземных горных выработок, можно добиться при помощи модификации теплопроводности пластов в призабойной зоне этих скважин за счет нанодобавок к установленным гравийным фильтрам. Известно, что значение теплопроводности терригенных и карбонатных пород при стандартных условиях изменяется в диапазоне от 2 до 4 Вт/(м*К), а значение теплопроводности некоторых наночастиц также при стандартных условиях достигает 20 - 40 Вт/(м*К), т.е. в 10 раз больше. В результате темп прогресса пластов может возрасти, а теплопотери закачиваемого теплоносителя во вмещающие породы - наоборот сократиться [3].

В работе представлены результаты экспериментальных и численных исследований о преимуществах изменения теплопроводности пластов в призабойной зоне паронагнетательных скважин за счет нанодобавок к гравийным фильтрам. На основе полученных данных установлено, что чем выше контрастность между значениями теплопроводности нано-добавок и базового материала, из которого изготовлен гравийный фильтр, тем выше результирующая теплопроводность при одинаковой концентрации нанодобавок в системе, модификация теплопроводности вблизи паронагнетательных скважин оказывает влияние не только на призабойную зону этих скважин, чем больше радиус гравийного фильтра с нанодобавками, тем быстрее устанавливается тепловое взаимодействие между нагнетательными и добывающими скважинами и выше добыча нефти, по крайней мере, на начальной стадии закачки теплоносителя.

1. Van Heel, A. P., van Dorp, J. J., & Boerrigter, P. M. (2008, January 1). Heavy-Oil Recovery by Steam Injection In Fractured Reservoirs. Society of Petroleum Engineers. doi:10.2118/113461-MS
2. Tarek, M. (2015, September 28). Investigating Nano-Fluid Mixture Effects to Enhance Oil Recovery. Society of Petroleum Engineers. doi:10.2118/178739-STU
3. Hamed Shokrlu, Y., & Babadagli, T. (2010, January 1). Effects of Nano-Sized Metals on Viscosity Reduction of Heavy Oil/Bitumen During Thermal Applications. Society of Petroleum Engineers. doi:10.2118/137540-MS

DOI: 10.17223/9785946218412/472

ВЛИЯНИЕ КИСЛОТНОЙ КОМПОЗИЦИИ ГБК И ПЛАСТОВОЙ МИКРОФЛОРЫ НА СОСТАВ И ЭФФЕКТИВНОСТЬ ВЫТЕСНЕНИЯ НЕФТИ УСИНСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ

Щербакова А.Г., Овсянникова В.С., Алтунина Л.К.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук (ИХН СО РАН), Томск, Россия
varja@ipc.tsc.ru

В Институте химии нефти СО РАН для увеличения проницаемости карбонатного коллектора была разработана кислотная композиция на основе аддукта неорганической кислоты, полиола и поверхностно-активного вещества (ГБК). Композиция совместима с минерализованными пластовыми водами, не образует нерастворимых осадков, оказывает обезвоживающее действие на нефть и может применяться как при низких температурах, так и в сочетании с тепловыми методами добычи.

В работе исследовано влияние композиции ГБК на рост, углеводородокисляющую активность и вытеснение нефти Усинского месторождения пластовой микрофлорой при моделировании биодegradации и нефтевытеснения. Разбавленные растворы композиции ГБК стимулируют рост пластовой микрофлоры за счет карбамида и глицерина как источников азота, углерода и энергии. При биодegradации нефти динамика численности микрофлоры имела несколько пиков, соответствующих утилизации углеводов (УВ) с разной биодоступностью – насыщенных, ароматических, гибридных (рисунок, а), в присутствии композиции ГБК численность и ферментативная активность была выше контроля на протяжении всего опыта. В составе нефти возросли окисленность и ароматичность (рисунок, б), изменился групповой состав, а также распределение моно-, би- и триароматических УВ.

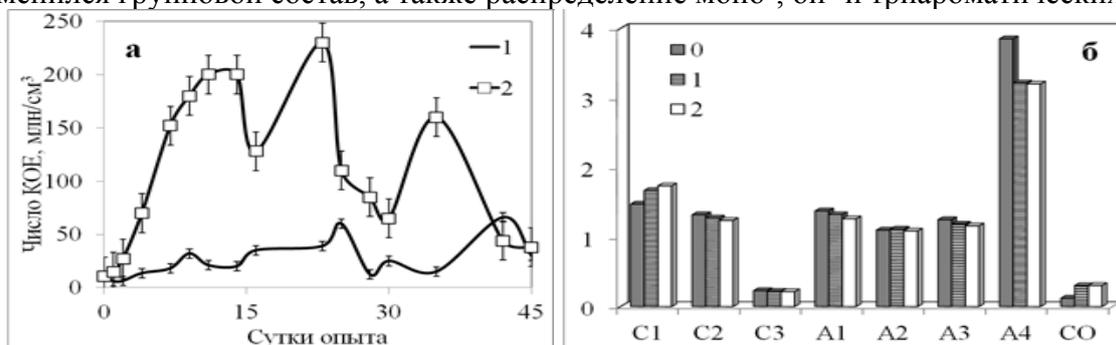


Рисунок – Численность микрофлоры (а) и изменение структурного состава (б) при биодegradации нефти Усинского месторождения в присутствии композиции ГБК
Таблица – Характеристики моделей и параметры вытеснения нефти композицией ГБК и пластовой микрофлорой (м/о)

Параметр	№ 1 10% ГБК	№ 2 10 % ГБК + м/о	№ 3 м/о	№ 4 10 % ГБК + м/о
Проницаемость, мкм ²	433.0	504.0	39.6	37.6
Поровый объем, см ³	40.5	40.4	37.8	38.0
Отн. прирост коэфф. нефтевытеснения, %	16.6	21.5	9.3	13.4

Физическое моделирование вытеснения нефти Усинского месторождения при высокой (модели №№ 1 и 2) и низкой (модели №№ 3 и 4) проницаемости показало более высокие приросты коэффициента вытеснения при совместном воздействии композиции и углеводородокисляющей микрофлоры, что может косвенно свидетельствовать о вкладе микрофлоры в дополнительную добычу нефти в промышленных условиях.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России, в рамках ФЦП, Соглашение №14.604.21.0176, от 26.09.2017 г., уникальный идентификатор – RFMEFI60417X0176 с использованием оборудования ЦКП ТНЦ СО РАН.

DOI: 10.17223/9785946218412/473

**ТЕРМОБАРИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ МНОГОФУНКЦИОНАЛЬНОЙ
ХИМИЧЕСКОЙ КОМПОЗИЦИИ НА ОСНОВЕ ПАВ**

Филатов Д.А., Рождественский Е.А., Алтунина Л.К.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук (ИХН СО РАН), Томск, Россия
canc@ipc.tsc.ru*

В Институте химии нефти СО РАН разработана многофункциональная химическая композиция на основе ПАВ, которая одновременно обладает как нефтewытесняющими, так и потокоотклоняющими свойствами.

Исследования по изучению физико-химических свойств разработанной многофункциональной нефтewытесняющей композиции проводили на установке периодического действия «Parr 5500», оснащенной автоматическим контроллером управления «Parr 4848», который позволяет проводить эксперименты в диапазонах температуры от 23 до 225 °С и давления от 0,1 до 20,3 МПа.

Эксперименты проводили при температуре 100 °С и трех значений давления (7,5; 9,5 и 12 МПа), трех значений концентрации диоксида углерода (20; 40 и 60 % мол.) и без добавления CO₂ в реактор и тех же давлениях.

Проанализировав значения межфазного натяжения исследованной композиции на границе с нефтью с добавлением CO₂, было установлено, что межфазное натяжение исходной композиции является низким и составляет 0,93 мПа·с, что свидетельствует об её высоких нефтewотмывающих свойствах. После термостатирования композиций с CO₂ с концентрациями 20; 40 и 60 % мол. при температуре 23-25 °С и давлении в реакторе от 75 до 120 атмосфер их межфазное натяжение остается низким и находится в интервале 0.14-3.22 мПа·с, при этом для большинства исследованных систем увеличение содержания углекислого газа приводит к уменьшению величины межфазного натяжения.

После теплового воздействия – термостатирования при 100 °С, рН растворов возрастает вследствие гидролиза карбамида, который с компонентами композиции образует щелочную боратно-аммиачную буферную систему. Вязкость композиции так же увеличивается вследствие взаимодействия солей алюминия с продуктами гидролиза карбамида CO₂ и NH₃, которые образуют золи гидроксида алюминия за счет реакции гидролитической поликонденсации ионов алюминия. При этом с увеличением концентрации CO₂ в реакторе вязкость композиции уменьшается, что обусловлено снижением скорости реакций гидролитической поликонденсации и гидролиза карбамида, а также смещением равновесия реакции гидролиза в сторону образования исходного вещества – карбамида.

Анализ физико-химических свойств многофункциональной композиции после термостатирования при 100 °С и трех значений давления (7,5; 9,5 и 12 МПа) без добавления CO₂ показали, что характер изменения физико-химических свойств композиции практически такой же, как и при термостатировании с CO₂. Межфазное натяжение композиций на границе с нефтью после термостатирования также остается низким и находится в интервале 0,62-3,99 мПа·с, что свидетельствует о сохранении высоких нефтewотмывающих свойств композиции. Значение водородного показателя – рН после термостатирования также увеличивается. При этом в щелочной области увеличение рН приводит к уменьшению величины межфазного натяжения. Повышение давления от 7,5 до 12 МПа приводит к уменьшению значения рН композиции, так как равновесие реакции гидролиза карбамида с образованием газообразных продуктов смещается в сторону обратной реакции, то есть в сторону образования карбамида. Вязкость растворов также увеличивается за счёт образования золь гидроксида алюминия.

На основании проведенных исследований можно заключить, что в целях увеличения нефтewотдачи возможна закачка в пласт многофункциональной химической нефтewытесняющей композиции как совместно с углекислым газом, так и без него.

DOI: 10.17223/9785946218412/474

**ВЛИЯНИЕ НЕФТЕВЫТЕСНЯЮЩЕЙ КОМПОЗИЦИИ НА ОСНОВЕ ПАВ
НА ОКИСЛЕНИЕ ВЫСОКОВЯЗКОЙ ВЫСОКОПАРАФИНИСТОЙ НЕФТИ**

Филатов Д.А., Овсянникова В.С.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук (ИХН СО РАН), Томск, Россия
canc@ipc.tsc.ru

Характерной особенностью мировой структуры сырьевых углеводородных ресурсов является увеличение доли трудноизвлекаемых запасов, к которым относятся высоковязкие высокопарафинистые нефти. В ИХН СО РАН разработаны нефтевытесняющие композиции на основе поверхностно-активных веществ (ПАВ), имеющие высокие моющие свойства и увеличивающие добычу нефти на 15-20 %, которые при многократном разбавлении могут служить питательным субстратом для увеличения роста пластовой микрофлоры.

Микроорганизмы нефтяного пласта способны существовать в широком диапазоне температур и давлений, вырабатывать продукты метаболизма с поверхностно-активными свойствами, снижающими межфазное натяжение на границе раздела фаз «нефть – вода – порода». Дополнительная добыча нефти, связанная с активностью углеводородоокисляющей пластовой микрофлоры, может достигать 5-7 % [1].

Цель исследования: изучить процесс окисления высоковязкой высокопарафинистой нефти аборигенной пластовой микрофлорой с применением нефтевытесняющей композиции, содержащей азотистые субстраты и ПАВ (нефтенол ВВД и NP-50).

Объектом исследования являлась высоковязкая высокопарафинистая нефть месторождения Дзуунбаян (вязкость 22900 мПа·с, содержание n-алканов 22 %). Биодegradацию нефти исследовали в лабораторных условиях при периодическом культивировании в жидкой минеральной среде Раймонда в течение 30 суток. Опыт проводили в колбах объемом 1000 мл, объем питательной среды составлял 300 мл, нефть вносили из расчета 3 % (по объему). Композиции вносили в концентрации 0,5 % (по объему). В каждую колбу вносили 5 мл пластовой воды, содержащую аборигенную микрофлору соответствующего месторождения. Контрольная колба без внесения композиции.

Пластовая микрофлора месторождения Дзуунбаян насчитывала $2-2,5 \cdot 10^4$ КОЕ/мл. Доминировали представители рода *Bacillus*. Численность пластовой микрофлоры в присутствии нефти (без внесения композиции) не превышал $1,5-2 \cdot 10^6$ КОЕ/мл. Нефтевытесняющие композиции на основе нефтенола ВВД и NP-50 стимулировали рост пластовой микрофлоры более чем на 3 порядка по сравнению с контролем. Данные ИК-спектроскопии показывают наличие кислородсодержащих соединений в биодegradированных нефтях, которые являются промежуточными продуктами окисления n-парафинов, обладают поверхностно-активными свойствами и способствуют эмульгированию нефти в воде, что увеличивает площадь поверхности ее контакта с микрофлорой, то есть увеличивается доступность к окислению.

Показано, что нефтевытесняющая композиция на основе ПАВ стимулирует рост численности микроорганизмов на 3-4 порядка, ферментативную активность – в 4-12 раз. Это сопровождается снижением алифатичности и увеличением окисленности нефти.

Результаты исследования могут быть использованы для создания комплексного физико-химического и микробиологического метода увеличения нефтеотдачи, который имеет перспективы на обводненных месторождениях, содержащих углеводородоокисляющую микрофлору.

1. Алтунина Л.К., Сваровская Л.И., Овсянникова В.С. Перспективы применения комплексного физико-химического и микробиологического метода повышения нефтеотдачи на месторождении Белый Тигр (Вьетнам) // Нефтехимия. – 2008. – Т. 48, № 6. – С.474-478.

DOI: 10.17223/9785946218412/475

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ НА ЭНЕРГИЮ АКТИВАЦИИ ВЯЗКОГО ТЕЧЕНИЯ

Небогина Н.А., Юдина Н.В.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
nebogina@ipc.tsc.ru

Состояние любой термодинамической системы зависит от соотношения энергии межмолекулярного взаимодействия и теплового движения, поэтому для нефтяной системы оказываются взаимосвязанными энергия вязкого течения и параметр ассоциативности (структурированности) жидкости.

Расчет значений энергии активации вязкого течения для нефти и 10 – 30 % водонефтяных эмульсий, сформированных при 10, 20, 40 и 60 °С, показал, что исследуемые системы характеризуются двумя значениями $E_{1акт}$ и $E_{2акт}$, что связано со скачкообразным изменением степени ассоциации молекул в НДС и свидетельствует о произошедших фазовых переходах (табл. 1). Введение воды в нефтяную систему и увеличение ее содержания при всех исследуемых температурах приводит к увеличению значений $E_{1акт}$ более чем в 10 раз. При этом максимальные значения $E_{1акт}$ и $E_{2акт}$ наблюдаются у нефтяных систем, сформированных при 40 °С, что свидетельствует о значительном увеличении степени ассоциативности исследуемых систем, образованных в этих условиях. Эмульсии, сформированные при 60 °С, характеризуются самыми низкими значениями $E_{2акт}$. Увеличение содержания воды в эмульсиях до 30 %, сформированных при 10, 20 и 40 °С приводит к росту значений $E_{1акт}$. Обратная тенденция наблюдается для $E_{2акт}$ – снижение энергия активации вязкого течения в среднем на 20 – 60 % наблюдается при увеличении водной фазы эмульсии.

Таблица 1 – Энергия активации вязкого течения нефти и водонефтяных эмульсий, сформированных при различных температурах

Образец	Температура формирования, °С							
	10		20		40		60	
	$E_{1акт}$	$E_{2акт}$	$E_{1акт}$	$E_{2акт}$	$E_{1акт}$	$E_{2акт}$	$E_{1акт}$	$E_{2акт}$
нефть	2,3	321,0	2,5	354,0	4,7	355,6	3,5	207,8
10 %	29,9	360,0	29,1	376,4	48,2	428,0	35,7	265,9
20 %	47,4	327,0	33,2	364,5	57,3	363,0	44,9	234,0
30 %	63,3	306,7	68,1	295,0	93,9	267,6	46,5	218,6

Реологические свойства для всех исследуемых 40 % эмульсий в исследуемом температурном диапазоне имеют три значения энергии активации вязкого течения ($E_{1акт}$, $E_{2акт}$ и $E_{3акт}$, табл. 2), то есть увеличение содержания воды до 40 % приводит к увеличению фазовых переходов.

Таблица 2 – Энергия активации вязкого течения 40 % водонефтяных эмульсий, сформированных при различных температурах

Температура формирования, °С											
10			20			40			60		
$E_{1акт}$	$E_{2акт}$	$E_{3акт}$	$E_{1акт}$	$E_{2акт}$	$E_{3акт}$	$E_{1акт}$	$E_{2акт}$	$E_{3акт}$	$E_{1акт}$	$E_{2акт}$	$E_{3акт}$
298,3	34,0	223,0	197,8	44,9	239,0	332,0	49,6	212,0	171,2	51,3	226,9

Для 40 % эмульсий, сформированных при 40 °С, наблюдается значительное увеличение $E_{1акт}$, что, вероятно, связано с образованием более крупных и прочных надмолекулярных структур, по сравнению с 40 % эмульсиями, сформированными при других температурах.

Таким образом, температура формирования определяет прочность связей в образующихся ассоциативных комплексах исследуемых водонефтяных эмульсий.

DOI: 10.17223/9785946218412/476

ИССЛЕДОВАНИЕ ФИЛЬТРАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК И НЕФТЕВЫТЕСНЯЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ КИСЛОТНОЙ КОМПОЗИЦИИ ДЛЯ УВЕЛИЧЕНИЯ НЕФТЕОТДАЧИ^{1,2}Чернова У.В., ²Шолидодов М.Р., ^{1,2}Козлов В.В., ^{1,2}Алтунина Л.К.¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук (ИХН СО РАН), Томск, Россия²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет», Томск, Россия
alk@ipc.tsc.ru, kozlov_vv2004@mail.ru

Более 20 лет в Институте химии нефти СО РАН ведется разработка новых технологий увеличения нефтеотдачи, созданы различные физико-химические методы увеличения коэффициента извлечения нефти [1].

В настоящей работе представлены результаты лабораторных фильтрационных испытаний новой кислотной нефтевытесняющей композиции на основе координирующего растворителя, поверхностно-активного вещества и комплексного соединения, созданной для реализации новых технологических решений интенсификации разработки и увеличения нефтеотдачи месторождений высоковязкой нефти на естественном режиме и в сочетании с тепловыми методами для условий пермокарбонатной залежи Усинского месторождения. Механизм действия кислотной нефтевытесняющей композиции основан на ее химической эволюции непосредственно в пласте с приобретением коллоидно-химических свойств, оптимальных для целей нефтевытеснения. Под влиянием термобарических пластовых условий, а также в результате взаимодействия с породой коллектора и пластовыми флюидами композиция способна образовывать эффективные нефтевытесняющие жидкости для интенсификации добычи и увеличения нефтеотдачи месторождений высоковязкой нефти.

Эксперименты по физическому моделированию процесса нефтевытеснения с использованием композиции проводили на установке для изучения фильтрационных характеристик модели неоднородного пласта, состоящей из двух параллельных колонок, заполненных дезинтегрированным керновым материалом и имеющих различную проницаемость. Значения газопроницаемости приготовленных колонок составляли от 0,58 до 3,08 мкм². Отношение проницаемостей параллельных колонок лежало в интервале 1,2:1–4,0:1. Перед экспериментом колонки насыщали моделью пластовой воды для определения порового объема, которую затем вытесняли моделью нефти, в результате чего получали водо-нефтенасыщенную колонку с известной нефтенасыщенностью. Через модель неоднородного пласта фильтровали модель пластовой воды до полной обводненности продукции на выходе. Коэффициент нефтевытеснения из колонок при этом составил 2,7–50,0 % в зависимости от проницаемости колонок. После этого проводили закачку раствора кислотной нефтевытесняющей композиции и после термостатирования вновь фильтровали модель пластовой воды. Прирост коэффициента нефтевытеснения из колонок составил 2,3–31,0 %, в среднем по модели неоднородного пласта 15,9–19,5 %. Под действием пластовых условий компоненты нефтевытесняющей композиции образуют сильную кислоту, способную взаимодействовать с карбонатной породой, увеличивая ее приемистость, высокая отмывающая способность ПАВ, входящих в состав композиции, обусловлена оптимальными условиями за счет образования в пласте буферной системы большой емкости. Таким образом, установлено, что кислотная нефтевытесняющая композиция имеет высокую нефтевытесняющую способность и может быть рекомендована для промысловых испытаний.

1. Алтунина Л.К., Кувшинов В.А. Физико-химические методы увеличения нефтеотдачи пластов // Вестник Санкт-Петербургского университета. – 2013. – № 4 (2). С. 46–76.

DOI: 10.17223/9785946218412/477

**ПРИМЕНЕНИЕ ФИЗИЧЕСКИХ МЕТОДОВ БОРЬБЫ С ОТЛОЖЕНИЯМИ
АСФАЛЬТОСМОЛОПАРАФИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ**

¹Валиев Д.З., ¹Кемалов Р.А., ¹Кемалов А.Ф.

¹*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет», Казань, Россия
public.mail@kpfu.ru*

На сегодняшний день одним из наиболее серьезных осложнений при добыче и транспортировке нефти являются отложения асфальтосмолопарафиновых веществ (АСП-В). Как показывает практика, предотвращение отложения тяжелых органических соединений является менее дорогостоящим методом, чем их постоянное удаление. При этом достигается наиболее устойчивая и безаварийная работа оборудования, снижаются затраты на перекачку углеводородного сырья, сокращаются простои оборудования [1].

Одним из перспективных методов является использование физических методов, а также совместное использование нескольких способов воздействия на нефтяные дисперсные системы, например, применение различных вариантов электрических, электромагнитных, магнитных, вибрационных или акустических полей [2].

Физические методы основаны на воздействии механических и ультразвуковых колебаний (вибрационные методы), а также электрических, магнитных и электромагнитных полей на добываемую и транспортируемую продукцию. Акустические способы борьбы с отложениями представлены вибрационными методами, используемыми на практике как для предотвращения, так и для удаления отложения АСП-В. Они позволяют создавать высоко- (ультразвуковые) и низкочастотные колебания в области парафинообразования, которые, воздействуя на кристаллы парафина, вызывают их микроперемещение, что препятствует осаждению парафина на стенках труб. Основные физико-химические эффекты, которые возникают в жидкости под действием акустических полей, обусловлены главным образом нелинейными эффектами, из которых наиболее важным является кавитация [3].

Ныне существуют предприятия, выпускающие различные ультразвуковые приборы, реакторы и депарафинизаторы. Например, автономное электрическое устройство (АЭУ) – виброакустическая установка производства НПП «ЭНЕРГОМАГ» – используется для предотвращения и ликвидации отложений на металле, ликвидации пробок, восстановления и интенсификации потока нефти. Рабочие частоты находятся в пределах 40–60 Гц. Предприятие «МПК ТЕХПРОМ ВМП» выпускает аппараты «ШТОРМ УКМ НП», которые являются высокоэффективным и высокотехнологичным, импортозамещающим промышленным оборудованием по очистке и защите нефтескважин, труб НКТ, насосов различной модификации, нефтепроводов, узлов перекачки/перегонки нефти и другого оборудования от АСПО, парафинов и прочих различных отложений. Принцип работы данного устройства, основан на радиочастотном импульсном методе воздействия.

Физические методы при умелом применении уже сегодня позволяют эффективно бороться с отложениями АСП-В при добыче и транспорта нефти. Для каждого конкретного случая может примениться тот ли иной способ воздействия.

1. Валиев Д.З., Кемалов А.Ф., Кемалов Р.А. Анализ современного состояния проблемы предотвращения образования и утилизации отложений асфальтосмолопарафиновых веществ в нефтяной отрасли // Экспозиция Нефть Газ. – 2019. - №2. С. 103-108.
2. Волкова Г.И. и др. Подготовка и транспорт проблемных нефтей (научно-практические аспекты). – Т: Изд. Дом ТГУ, 2015. – 136 с.
3. Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф., Валиев Д.З. Термодинамика активации вязкого течения и структурно-динамический анализ высоковязкой нефти при ультразвуковом воздействии // Нефтяное хозяйство. – 2012. – №12. – С. 2-5.

DOI: 10.17223/9785946218412/478

АНАЛИЗ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ИЗМЕНЕНИЯ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НЕФТЕЙ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ГЛУБИНЫ ЗАЛЕГАНИЯ

¹Ященко И.Г., ²Крупницкий В.В., ¹Полищук Ю.М.

¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия*

²*Югорский научно-исследовательский институт информационных технологий, Ханты-Мансийск, Россия
sric@ipc.tsc.ru, office@uriit.ru*

Анализ информации из базы данных по физико-химическим свойствам нефтей показывает [1], что наибольшие запасы нефтяных ресурсов сосредоточены на глубинах до 2 км. Проведенный анализ распределения нефтей по физико-химическим свойствам на глубинах до 6 км показал, что в разных нефтяных бассейнах плотность и вязкость нефтей снижается с глубиной. Содержание серы, смол и асфальтенов с глубиной сокращается, а содержание парафинов – до глубины 3-4 км растет, а далее с ростом глубины уменьшается. Для объяснения причин и механизмов формирования указанных закономерностей обратимся к результатам геофизических исследований и геологического моделирования.

Результаты проведенных исследований [2] дают возможность следующим образом описать флюидодинамическую модель формирования залежей в кровле палеозойских отложений. В процессе эволюции нефтегазоносных резервуаров нефтепроизводящие отложения вступают в основную фазу нефтегазообразования, в результате чего формируются первичные залежи углеводородов в осадочном чехле. Последующие процессы эволюции тектонических движений приводят к изменению пластового давления в массивах пород. Происходящее изменение давления инициирует движение флюидов, в том числе и углеводородов, в декомпрессионные зоны [2]. Проведенное моделирование напряженного состояния пород показывает, что на границе осадочного чехла и фундамента на краях опускающихся блоков формируются зоны минимальных значений давления, называемых зонами декомпрессии.

Таким образом, в результате описанной эволюции тектонических движений возникают условия для формирования глубокозалегающих вторичных залежей, как правило, характеризующихся меньшими вязкостью и плотностью нефтей и меньшей концентрацией основных показателей химического состава (серы и асфальто-смолистых веществ). Следовательно, на глубинах ниже трех километров в породах, обладающих минимальной первичной пористостью и прошедших все стадии литогенеза, направленность флюидодинамических процессов в значительной степени определяется эволюцией их напряженно-деформированного состояния, что и может служить обоснованием указанных выше закономерностей изменения физико-химических свойств нефтей.

1. Ященко И.Г., Полищук Ю.М. Трудноизвлекаемые нефти: физико-химические свойства и закономерности размещения. – Томск: Изд-во «В-Спектр», 2014. – 154 с.
2. Глухманчук Е.Д., Тетенов Е.В., Крупницкий В. В. Формирование декомпрессионных зон в осадочном чехле как фактор, инициирующий нисходящую миграцию углеводородов в условиях Западной Сибири // Пути реализации нефтегазового потенциала ХМАО / Матер. 10-й научно-практ. конф. – Ханты-Мансийск: Изд. дом «ИздатНаукаСервис». 2007. – С. 254-257.

DOI: 10.17223/9785946218412/479

СОНОХИМИЧЕСКИЙ МОДУЛЬ ПЕРЕКАЧКИ ВЫСОКОВЯЗКОЙ НЕФТИ¹Муллакаев М.С., ²Муллакаев Р.М., ³Волкова Г.И.¹ФГБУН Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова РАН, Москва, Россия²Российский государственный университет нефти и газа имени И.М. Губкина, Москва, Россия³ФГБУН Институт химии нефти СО РАН, Томск, Россия

mullakaev@mail.ru, r.m.mullakaev@mail.ru

Работа посвящена разработке оборудования и сонохимической технологии подготовки к транспортировке высокопарафинистых и смолистых нефтей. Для этой цели использовали акустическое воздействие колебаниями низкой и высокой частоты, приводящее к разрушению надмолекулярной структуры нефтяной дисперсной системы (НДС).

На первом этапе в лабораторном масштабе были изучены реологические свойства, кинетика релаксационных процессов в НДС после акустического воздействия, кинетическая и агрегативная устойчивость НДС, измерены температура застывания, температуры начальной и спонтанной кристаллизации, скорость осадкообразования, и рассчитаны энергетические параметры вязкого течения. В результате проведенных исследований выявлены рациональные условия обработки нефтей различного группового состава, приводящей к снижению вязкости,

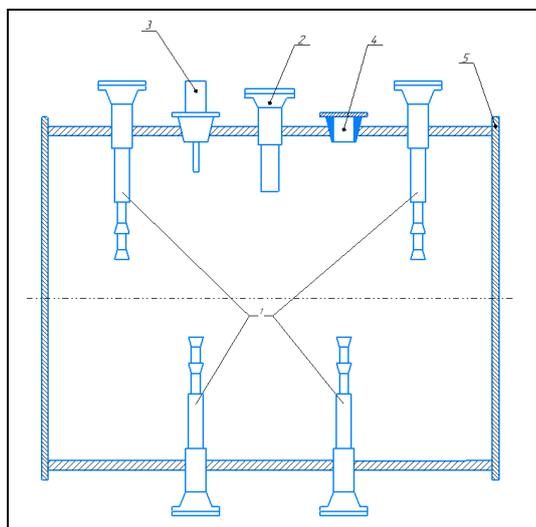


Рисунок - Сонохимический модуль перекачки высоковязкой нефти;

- 1 - электроакустические преобразователи;
- 2 - гидродинамический излучатель;
- 3 – насос для слива воды;
- 4 – люк для химических реагентов;
- 5 – фланец трубопровода.

температуры застывания и скорости образования АСПО, подобраны химические реагенты, улучшающие вязкостно-температурные характеристики нефтей, проведена комплексная обработка исследуемых нефтей, включающая высокочастотную акустическую и химическую обработку, показан синергизм комплексного воздействия [1-3].

Для осуществления сонохимического воздействия на НДС сконструирован ряд высокоэффективных проточных промышленных реакторов. На рисунке приведена одна из схем компоновки сонохимического модуля.

Проведены полевые испытания созданных прототипов проточных реакторов, определены режимные и технологические параметры обработки, выбор оптимальной конструкции оборудования, а также уточнение составов присадок. Учитывая способность обработанной нефти сохранять низкую эффективную вязкость в течение не менее 30 ч, можно утверждать, что использование предлагаемой технологии позволяет сократить количество тепловых станций, а также снизить мощность промежуточных насосных станций.

1. Муллакаев М.С. Ультразвуковая интенсификация добычи и переработки нефти. - М.: ОАО "ВНИИОЭНГ", 2014. - 168 с.

2. Mullakaev M.S. Ultrasonic intensification of the processes of enhanced oil recovery, processing of crude oil and oil sludge, purification of oil-contaminated water. - М.: HELRI, 2018. - 376 p.

3. Mullakaev M.S., Volkova G.I., Gradov O.M. Effect of ultrasound on the viscosity-temperature properties of crude oils of various compositions // Theoretical Foundations of Chemical Engineering. - 2015. - Vol. 49. - No. 3. P. 287 – 296.

DOI: 10.17223/9785946218412/480

ОСОБЕННОСТИ РЕОЛОГИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ НЕФТЯНЫХ СИСТЕМ

Стрелец Л.А.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
sanc@ipc.tsc.ru*

Вязкость нефтей и нефтепродуктов – довольно сложное явление, хотя этот параметр стандартно используется для характеристики этих веществ. Нефть это многокомпонентная нестабильная система, содержащая сотни химических веществ, которые в зависимости от соотношения концентраций друг к другу и внешних условий (температура, давление) могут существовать как отдельные соединения, так и в виде сложных комплексов. Это в свою очередь сильно влияет на физико-химические свойства нефти, особенно на вязкость.

Классически вязкость определяется как внутреннее трение, свойство текучих и твердых материалов. Различают кинетическую вязкость, динамическую, объемную, условную, эффективную, относительную и пр., каждая из которых характеризует определенное состояние вещества, и соответственно существуют разные определения, разные физические модели, описываемые отдельными уравнениями.

На практике для одной и той же нефти часто бывает несовпадение значений вязкости, взятых из разных источников; на результаты измерений сильно влияет методика и режим измерений, тип прибора (капиллярный, ротационный, вибрационный), тепловая предыстория образца. Последняя (особенно для парафинистых нефтей) дает разные значения вязкости даже при использовании одинаковых приборов и схем измерений.

Проведены параллельные реологические измерения сырых нефтей (U – высокосмолистая нефть, L - высокопарафинистая) в осцилляционном (Osc) и ротационном (Rot) режиме измерений на реометре НААКЕ RheoStress 600. Полученные результаты (см. таблицу 1) ярко демонстрируют разницу определяемой вязкости в зависимости от режима измерения и типа исследуемой нефти.

Таблица 1. Вязкость двух типов сырых нефтей, найденная при разных режимах измерения.

Т, °С	Вязкость, [Па·с] Osc		Вязкость, [Па·с] Rot			
	U	L	U		L (PZ)	
			3.0 с ⁻¹	300.0 с ⁻¹	3.0 с ⁻¹	300.0 с ⁻¹
10	144.06	6621.8	159.95	0.128	–	–
15	78.42	2168.3	93.105	0.039	–	–
20	33.42	330.47	57.99	0.063	2.458	0.079
30	13.46	16.210	18.58	0.854	1.949	0.059
40	6.043	0.0215	7.441	2.855	1.384	0.041
50	2.794	0.0151	2.966	2.379	1.214	0.024
60	1.295	0.0050	1.340	1.187	1.076	0.0
70	0.731	–	0.681	0.616	–	–

В ходе работы обнаружены особенности реологического поведения высокосмолистого образца при низких температурах. При интерпретации реологических измерений нефтей необходимо учитывать метод определения вязкости и тип нефти. Сравнение величин вязкости нефтей без учета условий их определения является некорректным.

DOI: 10.17223/9785946218412/481

**ВНУТРИПЛАСТОВОЕ ОБЛАГОРАЖИВАНИЕ ВЫСОКОВЯЗКОЙ НЕФТИ С
ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ НЕФТЕРАСТВОРИМОГО КАТАЛИЗАТОРА НА ОСНОВЕ
НИКЕЛЯ**

Алиев Ф.А., Вахин А.В.

*Казанский (Приволжский) федеральный университет, Казань, Россия
public.mail@kpfu.ru*

В мировой структуре углеводородных ресурсов постоянно увеличивается доля высоковязких нефтей. Освоению таких залежей таких неконвенциональных ресурсов уделяется все большее внимание [1-2]. Использование катализаторов вместе с закачкой пара позволяет увеличить степень нефтеизвлечения [3-4]. Катализаторы стимулируют протекание реакций гидрирования, гидрогенолиза, гидролиза, крекинга, приводящих к улучшению физико-химических и реологических характеристик нефти. Показано, что при использовании катализаторов увеличивается содержание насыщенных и ароматических углеводородов, уменьшается содержание смолисто-асфальтовых компонентов и твердых n-алканов. Разрушение смол и асфальтенов приводит к снижению фильтрационных затруднений при нефтеизвлечении. В числе перспективных направлений исследований – катализаторы, которые закачиваются в пласт в виде раствора форме. Активная форма образуется в пласте *in situ* при определенной температуре [5].

В работе исследован процесс аквагермолиза высоковязкой нефти, разрабатываемого технологией CSS. С целью интенсификации процессов внутривластового преобразования использованы катализаторы на основе никеля. Активная форма катализатора формируется после паротеплового воздействия на нефть. В работе представлены результаты определения группового состава, газовой хроматографии и ИК-спектроскопии насыщенной фракции исходной и преобразованных образцов нефти и МАЛДИ-спектрометрии асфальтенов. Установлено, что в присутствии катализатора обеспечивается более глубокая степень снижения асфальто-смолистых соединений. Термокаталитическое воздействие обеспечивает необратимое снижение вязкости добываемой нефти и может повысить степень извлечения нефти.

1. Maity, S. K.; Ancheyta, J.; Marroquín, G. Catalytic Aquathermolysis Used for Viscosity Reduction of Heavy Crude Oils: A Review. *Energy Fuels* 2010, 24, 2809-2816
2. Varfolomeev, M.A., Nagrimanov, R.N., Samatov, A.A., Rakipov, I.T., Nikanshin, A.D., Vakhin, A.V., Nurgaliev, D.K., Kok, M.V. Chemical evaluation and kinetics of Siberian, north regions of Russia and Republic of Tatarstan crude oils//*Energy Sources, Part A: Recovery, Utilization and Environmental Effects*. - 2016. - V.38(8). - P. 1031-1038.
3. Jiang S., Liu X., Zhong L. In Situ Upgrading Heavy Oil by Aquathermolytic Treatment under Steam Injection Conditions//*SPE International Symposium on Oilfield Chemistry*, 2–4 February 2005, Houston. — SPE 91973.4
4. Wu C., Su J., Zhang R., Lei G., Cao Y. The Use of a Nano-nickel Catalyst for Upgrading Extra-heavy Oil by an Aquathermolysis Treatment under Steam Injection Conditions//*Petroleum Science and Technology*. –2013. –V. 31. –P. 2211–2218.
5. Vakhin A.V., Morozov V.P., Sitnov S.A., Eskin A.A., Petrovnina M.S., Nurgaliev D.K., Kayukova G.P., Romanov G.V., Yusupova T.N. Application of Thermal Investigation Methods in Developing Heavy-Oil Production Technologies//*Chemistry and Technology of Fuels and Oils*. – 50(6). – 2015. – P. 569–578.

DOI: 10.17223/9785946218412/482

**МАТЕРИАЛЬНЫЙ БАЛАНС ОРГАНИЧЕСКОГО ВЕЩЕСТВА ДОМАНИКОВЫХ
ОТЛОЖЕНИЙ ПРИ ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ**

Онищенко Я.В.

*Казанский (Приволжский) федеральный университет,
Институт геологии и нефтегазовых технологий, Казань, Россия
yaroslav.onishchenko.1991@mail.ru*

Горючие сланцы, характеризующиеся относительно высоким содержанием высокомолекулярных углеводородных соединений, следует рассматривать как нефтехимическое сырье для получения широкого спектра продуктов [1]. Однако высокая зольность, низкая реакционная способность керогена горючих сланцев требует применения новых высокоэффективных методов добычи. В числе наиболее перспективных методов необходимо указать внутрипластовое горение. Применение данной технологии определяется некоторыми особенностями, связанными со свойствами керогена и малой плотностью нефти в рассматриваемых породах–коллекторах.

Техногенное гидротермальное воздействие позволяет ускорить созревание нерастворимого органического вещества доманиковых отложений, степень зрелости которого не достигла нефтяного окна [2, 3].

В работе проведены эксперименты по искусственному созреванию органического вещества доманиковых отложений для определения количества генерируемых газообразных и жидких углеводородов. Определен материальный баланс по органическому веществу для исходного образца породы и термообработанной при 300 и 500°C.

Лабораторное моделирование гидротермального воздействия на образец породы Волго-Уральской НГП проводилось в реакторе-автоклаве при давлении 90 атм, температурах 300 и 500°C, продолжительности 24 ч.

Общее содержание газовых продуктов в интервале температур 300-500°C увеличивается за счет образования CO₂, который имеет различное происхождение: продукт окисления углеводородов и разложения карбонатов.

По данным группового анализа битумоида (SARA-анализ) основная часть растворимого органического вещества доманиковых пород относится к смолам и асфальтенам.

На основании данных элементного анализа кероген, выделенный из образца исходной породы, относится к II типу. С увеличением температуры экспериментов атомное соотношение Н/С снижается с 1,17 до 0,27, а отношение О/С с 0,06 до 0,04, что отражает процесс искусственного созревания керогена.

Проведено физическое моделирование техногенного созревания керогена. Исследован процесс внутрипластовой деструкции керогена под влиянием гидротермальных факторов.

Полученные в работе данные могут быть использованы для обоснования выбора перспективных участков доманиковых отложений для применения тепловых методов нефтеизвлечения.

1. Тиссо Б., Вельте Д. Образование и распространение нефти. М: Мир, 1981, 504 с.
2. Behar, F., Roy, S., Jarvie, D. 2010. Artificial maturation of a Type I kerogen in closed system: Mass balance and kinetic modelling. *Organic Geochemistry* 41(11):1235-47. DOI: 10.1016/j.orggeochem.2010.08.005.
3. Kayukova, G.P., Mikhailova, A.M., Feoktistov, D. A., Morozov, V.P., Vakhin, A.V. 2017. Conversion of the Organic Matter of Domanic Shale and Permian bituminous Rocks in Hydrothermal Catalytic processes. *Energy and Fuels* 31 (8):7789-99. DOI: 10.1021/acs.energyfuels.7b00612.

DOI: 10.17223/9785946218412/483

ОСОБЕННОСТИ СОСТАВА ГАЗОВЫХ ЗАЛЕЖЕЙ СЕВЕРНЫХ И АРКТИЧЕСКИХ РАЙОНОВ ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

¹Новиков Д.А., ¹Дульцев Ф.Ф., ¹Черных А.В., ¹Фурсенко Е.А.¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука

Сибирского отделения Российской академии наук, Новосибирск, Россия

NovikovDA@ipgg.sbras.ru

В северных и арктических районах Западно-Сибирской нефтегазоносной провинции промышленная газоносность установлена в стратиграфическом диапазоне от газ-салинской пачки (турон-нижний коньяк) верхнего мела до верхней части палеозойского фундамента (интервал глубин выявленных залежей 500-4200 м). Уникальные запасы газа сосредоточены в отложениях апт-альб-сеноманского комплекса (Бованенковское, Ямбургское, Уренгойское и другие), при этом львиная доля запасов связана с отложениями сеномана. Основные запасы газа сконцентрированы на глубинах 1000-1500 м.

В настоящей работе впервые обобщены данные по составу 1984 газовых залежей (более 3000 анализов) северных и арктических районов Западной Сибири. Газы практически всех изученных залежей характеризуются преобладанием в составе (до 90-99 об. %) углеводородов метанового ряда (рисунок 1). В газах отсутствует сероводород, в малых количествах содержатся азот (0,8-3,0 об.%), за исключением Салмановского, Среднеямальского, Северо-Тамбейского и ряда других месторождений, где его концентрации достигают 7-15 об.%. Содержания углекислого газа не превышают 7 об.%, составляя в среднем 0,6 об.%. Количество гелия и аргона, в среднем, составляют 0,014 и 0,051 об.% соответственно. Иногда встречается водород (доли процентов). Газы продуктивных горизонтов отличаются друг от друга главным образом по содержанию тяжелых углеводородов (C_2H_6 +высшие). Их повышенное содержание связано с газами газоконденсатных залежей и находится в прямой зависимости от выхода конденсата.

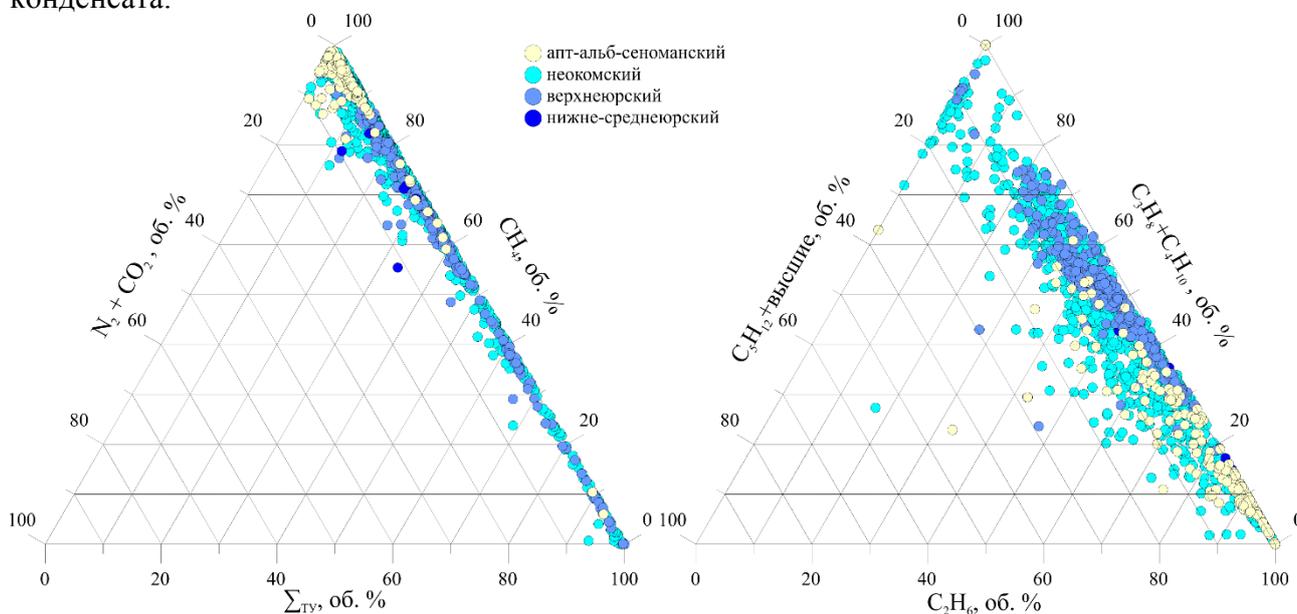


Рисунок 1 – Диаграммы общего состава газов и состава тяжелой углеводородной фракции свободных газов залежей северных и арктических районов Западной Сибири.

Исследования проводились при финансовой поддержке проекта ФНИ № 0331-2019-0025 «Геохимия, генезис и механизмы формирования состава подземных вод арктических районов осадочных бассейнов Сибири» и Российского фонда фундаментальных исследований в рамках научного проекта № 18-05-70074 «Ресурсы Арктики».

DOI: 10.17223/9785946218412/484

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ И ОСОБЕННОСТЕЙ СОСТАВА НЕФТЕЙ СЕВЕРНЫХ ТЕРРИТОРИЙ ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

¹Красноярова Н.А., ¹Чуйкина Д.И., ¹Серебренникова О.В., ²Дорофеева Н.В.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Томск, Россия
natalex @ipc.tsc.ru, nv-dorofeeva@yandex.ru

Освоение природных ресурсов северных территорий является одной из первоочередных государственных задач, решение которой осложняется экстремальными климатическими условиями, слабой транспортной связанностью огромных территорий.

Целью исследования явилось изучение особенностей состава углеводородов и свойств нефтей 18 площадей Надым-Пурской, Пур-Тазовской, Ямальской и Гыданской нефтегазоносных областей. Нефти отобраны с широкого диапазона глубин (от 2066 до 4604 м) в разные годы. Состав углеводородов (УВ) определяли методом газожидкостной хромато-масс-спектрометрии (ГХМС) с предварительным разделением сырой нефти методом жидкостно-адсорбционной хроматографии на колонке с окисью алюминия IV степени активности. В качестве подвижной фазы использован гексан.

Характеристика физико-химических свойств нефтей представлена вязкостью, плотность, групповым составом (содержанием масел, смол, асфальтенов) и данными ИК-спектрометрии. ИК-спектры измерены в диапазоне 200-4000 см⁻¹ в тонком слое, по ним рассчитаны коэффициенты, характеризующие условное содержание алифатических, нафтеновых, ароматических и кислородсодержащих структур в нефти. Максимальное содержание масляных компонентов, представленных суммой парафиновых, нафтено-парафиновых, нафтено-ароматических и ароматических компонентов, характерно для нефтей В.Пурпейской, В.Таркосалинской, Ямсовейской площадей и составляет более 97 % мас. К наиболее смолистым нефтям относятся Ю.Вэнгапурская и Тагринская, доля смолисто-асфальтеновых компонентов составляет более 9 % мас. Все рассмотренные нефти характеризуются невысокими значениями плотности от 0,824 до 0,885 г/см³.

По данным ИК-спектроскопии нефти Самбургской, Ю.Вэнгапурской, Тагринской, площадей характеризуются высокой степенью ароматичности и повышенным содержанием кислородсодержащих структур. Эти нефти способствуют образованию хорошо растворимых в воде поверхностно-активных веществ, снижающих поверхностное натяжение на границы «нефть-вода». Повышенное содержание сульфоксидных групп отмечено для нефтей С.Толькинской, Вэнгяхинской и Нейтинской площадей. Нефти Самбургского, Ю.Вэнгапурского и Заполярного месторождений имеют высокую степень разветвленности алифатических структур.

В составе УВ идентифицированы нормальные и изопреноидные алканы, циклогексаны, нафталины, фенантрены, сесквитерпаны, бифенилы, флуорены, гопаны. Зафиксировано доминирование биароматических структур над триароматическими, отсутствие во всех нефтях флуоренов. Сесквитерпаны не обнаружены только в вэнгяхинской нефти.

Во всех нефтях преобладают ациклические соединения (76,71-98,45 % от суммы идентифицированных). Нефти Ямальской, Гыданской и Надым-Пурской НГО характеризуются молекулярно-массовым распределением n-алканов с максимумом в низкомолекулярной области (C₁₅-C₁₇). Для нефтей Пур-Тазовской НГО отмечено бимодальное распределение n-алканов (C₁₇ и C₂₅). Практически все нефти характеризуются повышенными значениями отношения пристана к фитану (П/Ф), что соответствует окислительным и субокислительным условиям формирования исходного ОВ.

DOI: 10.17223/9785946218412/485

**ЗАКОНОМЕННОСТИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ УГЛЕВОДОРОДНЫХ И
ГЕТЕРОАТОМНЫХ СОЕДИНЕНИЙ В РАССЕЯННОМ ОРГАНИЧЕСКОМ
ВЕЩЕСТВЕ СЕВЕРА ЗАПАДНОЙ СИБИРИ**

Красноярова Н.А., Серебренникова О.В., Кульчаковская Е.В.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

*Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
canc@ipc.tsc.ru*

Характеристика рассеянного в породах органического вещества (ОВ) позволяет оценить его термическую преобразованность, основной источник биопродуцентов, специфику условий седиментации, а, следовательно, и перспективы нефтегазоносности изучаемой территории.

Изучены распределение и состав битуминозных компонентов в рассеянном органическом веществе ачимовского комплекса и отложениях юры на территории Нижнепуровского района ЯНАО Западной Сибири. Битумоиды выделяли из пород методом, описанным в [1]. Были исследованы распределение и состав металлопорфиринов, стеранов (St), терпанов (Ter), гопанов (H), периленов (Per), нормальных и изопреноидных алканов (Alk), нафталинов (N), фенантронов (P), дибензотиофенов (DBT) и дибензофуранов (DBF).

Углеводороды (УВ) и металлопорфирины были сконцентрированы хроматографическим разделением экстрактов на колонках с оксидом алюминия. Содержание металлопорфиринов и периленов определяли методом электронной спектроскопии по интенсивности полос поглощения при 550 нм (для Ni-p), 570 нм (для VO-p) и 435 нм (для периленов) с использованием в расчетах коэффициентов экстинкции $2.7 \cdot 10^4$, $2.9 \cdot 10^4$ и $4 \cdot 10^4$ л/моль·см, соответственно. Исследование состава и распределения УВ проведено единой методикой, подробно представленной в [2].

Содержание в породах битуминозных компонентов меняется в диапазоне от 0,033 до 1,53 %, свидетельствуя о перспективах нефтеносности отдельных участков разреза. Практически во всех образцах исследованной территории обнаружены металлопорфирины. Характер молекулярно-массового распределения n-алканов унимодальный с максимумом на C₁₇-C₁₈, что предполагает генерацию нефтей с низким содержанием парафина. Среди ароматических соединений доминируют нафталины (в среднем до 60 %). Содержание алкилбензолов составляет доли процентов (в среднем 0,43 %). Отмечено, что в ОВ всех исследованных пород дибензофуран преобладает над дибензотиофеном.

В нижней юре ОВ отлагалось в субокислительных условиях, в формировании его состава доминирующую роль играл фитопланктон. Обстановка осадконакопления в средней юре была окислительной. Низы сортымской свиты (берриас-валанжинский ярусы) отлагались в мелком море в восстановительной и субокислительной обстановках с основным источником ОВ фитопланктоном. В последующем обстановка осадконакопления менялась от окислительных до морских и мелководно-морских условий.

Осадки тангаловской свиты (валанжинский и аптский ярусы), перекрывающей сортымскую, накапливались, видимо, озерных условиях, в субокислительной среде, седиментация происходила вблизи береговой линии моря или в прибрежном водоеме, периодически заливаемом морем. Органический материал поставлялся в осадок преимущественно фитопланктоном.

1. Organic Geochemistry Standard analytic procedure requirement and reporting guide. Statoil, 1988. P. 2231-2238
2. Krasnoyarova N.A., Serebrennikova O.V., Sobolev P.N. Geochemical investigation of organic matter of Riphean deposit rocks of the Ust'-Mayskaya well (Aldan antecline) // AIP Conference Proceeding. – V. 2051. – P. 020147.

DOI: 10.17223/9785946218412/486

МОДЕЛИРОВАНИЕ СТРУЙНОГО РАЗМЫВА ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ ЗАТОПЛЕННОЙ ТУРБУЛЕНТНОЙ СТРУЕЙ

Никульчиков А.В., Никульчиков В.К., Солоненко В.А.

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия

nikulchikov@sibmail.com, vik@niipmm.tsu.ru

При эксплуатации нефтяных резервуаров часто возникает проблема отложения твердых частиц и тяжелых парафинистых осадков на днище резервуара [1]. Существенный интерес представляют винтовые устройства, размывающие донные отложения с помощью турбулентной струи.

Цель работы:

- 1) расчет гидродинамических характеристик турбулентной затопленной струи в резервуаре при различных температурах нефти;
- 2) определение реологических параметров нефти, при которых возможно размывание донных отложений в резервуаре.

При проведении расчетов трехмерной задачи применялся метод конечных объемов с использованием программного комплекса ANSYS CFX. Было построено две конечно-объемные модели: модель винта «Диоген» для определения характеристик затопленной струи и конечно-объемная модель нефтяного резервуара [2].

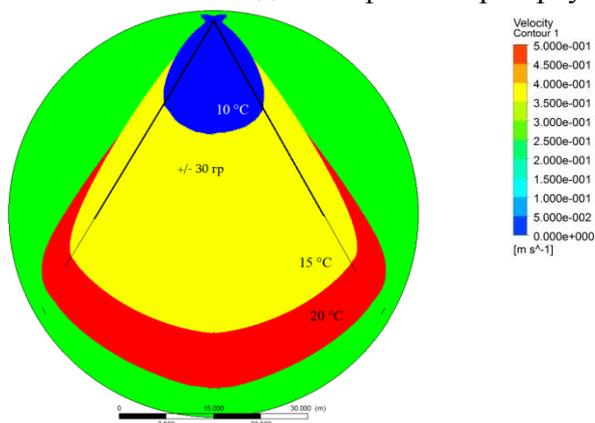


Рис. 1. Область размыва, формируемая одним винтом «Диоген» при различных температурах нефти. Синим обозначена область при $t=10^{\circ}\text{C}$, желтым при $t=15^{\circ}\text{C}$, красным при $t=20^{\circ}\text{C}$. Область размыва изображена с учетом возможности поворота вала винта в пределах $\pm 30^{\circ}$

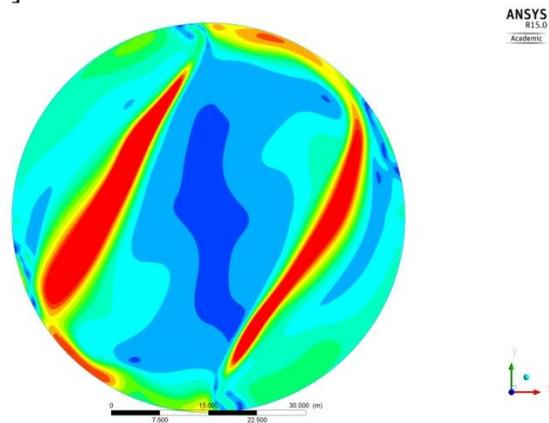


Рис.2. Полученное в ходе исследование поле скоростей при температуре нефти 20°C в случае использования двух винтов «Диоген». Здесь красным обозначены скорости более $4,5 \text{ м/с}$, желтым – более $3,5 \text{ м/с}$, синим – менее $0,5 \text{ м/с}$. Диаметр резервуара – 60 м .

По результатам моделирования можно сделать следующие выводы:

- 1) Размыв донных отложений возможен при температуре нефти не ниже 15°C (скорость потока жидкости более $0,5 \text{ м}$ на расстоянии 60 м). При более низких температурах размыва достичь не удастся.
- 2) Для устранения застойных зон, находящихся вблизи стенок резервуара, в обязательном порядке необходимо применение нескольких устройств, установленных симметрично по периметру первого яруса резервуара

1. Gopang I.A., Mahar H., Jatoi A.S., Akhtar K.S., Omer M., Azeem M.S. Characterization of the sludge deposits in crude oil storage tanks// Journal of Faculty of Engineering & Technology, vol. 23(1) (2016), p 57-64.
2. Применение системы ANSYS к решению задач механики сплошной среды. Практическое руководство / Под ред. проф. А. К. Любимова - Нижний Новгород: Изд-во Нижегородского госуниверситета, 2006. 227 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/487

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИЧИН ОБРАЗОВАНИЯ СТОЙКИХ ЭМУЛЬСИЙ НА
УСТАНОВКЕ ПОДГОТОВКИ НЕФТИ**

Ковальчук А.А., Косицына С.С., Бурюкин Ф.А.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Сибирский федеральный университет», Красноярск, Россия
skositsyna@sfu-kras.ru

Считается, что наиболее остро вопрос повышения эффективности установок промышленного обезвоживания и обессоливания стоит для компаний, добывающих тяжелую высоковязкую нефть. Однако ряд месторождений Восточной Сибири, продукция которых характеризуется низкой плотностью, вязкостью, крайне низким содержанием асфальтенов, сталкивается с осложнениями на установках подготовки нефти, которые проявляются в образовании стойких гелеобразных множественных («ловушечных») эмульсий. Данные эмульсии трудно разрушаются традиционными способами и стабилизируются эмульгаторами буровых растворов, попадающих в пластовый флюид после поглощения породой буровых жидкостей в процессе разработки скважин. Для минимизации негативных эффектов, связанных с засорением технологического оборудования и накопления межфазного эмульсионного слоя в резервуарах были проведены исследования и предложены рекомендации по модернизации схемы установки подготовки нефти (УПН).

Модернизированная схема базируется на результатах разработок [1-2], в которых для интенсификации разделения эмульсий в продукцию предлагается вводить водяной пар и использовать различные методы турбулизации. Разгазированная и частично обезвоженная после трехфазных сепараторов водно-нефтяная смесь подается в печь подогрева нефти, после которой технологическим трубопроводом направляется в работающие параллельно отстойники. На участке трубопровода между печью и отстойником устанавливается технологический патрубок, через который подается перегретый водяной пар среднего давления, получаемый на передвижной паровой установке. За счет подачи водяного пара с температурой 150 °С и давлением в среднем на 0,2-0,4 МПа выше, чем в трубопроводе, обеспечивается интенсивное перемешивание нефти и пара, что повышает эффективность разрушения бронирующих оболочек деэмульгатором, введенным в эмульсию перед трехфазным сепаратором, а сконденсированная влага укрупняет диспергированные капли воды и выполняет промывочную функцию для удаления растворенных солей. Для снижения ударной нагрузки на трубопровод и интенсификации перемешивания пар вводится тангенциально одним потоком. Для интенсификации внутритрубной деэмульсации в том числе и за счет действия центробежных сил, возможно применение различных контактных устройств [3] на трубопроводе сразу после места установки патрубка для ввода пара. Экспериментальная оценка рассматриваемой схемы повышения эффективности разделения водо-нефтяной эмульсии показала, что даже кратковременная продувка перегретым водяным паром либо углеводородными газами в объемном соотношении 0,1 м³/м³ мин позволила при последующем отстаивании увеличить объем выделившейся свободной воды на 10-20% в зависимости от обводненности исходной эмульсии.

1. Патент РФ 2162725 Способ подготовки нефти к переработке и установка для ее осуществления // Заявл. 2000109656/12, 17.04.2000 / Пахотин Г.Л., Пахотин Л.Г., Пахотин К.Г., Пахотина Л.Ф.
2. Патент 2417245 Способ обезвоживания высокоустойчивых водоуглеводородных суспензий и унифицированный комплекс для его реализации // Заявл. 2009115211/04, 21.04.2009 / Хуснутдинов И.Ш., Заббаров Р.Р., Копылов А.Ю., Ханова А.Г.
3. Патент РФ 2356596 Устройство для разрушения водно-нефтяной эмульсии при транспортировании по трубопроводу // Заявл. 2008105505/15, 2008.02.12 / Гумовский О.А., Сахабутдинов Р.З., Космачёва Т.Ф.

DOI: 10.17223/9785946218412/488

ТЕСТИРОВАНИЕ ПАВ ДЛЯ МЕТОДОВ УВЕЛИЧЕНИЯ НЕФТЕОТДАЧИ В УСЛОВИЯХ КАРБОНАТНЫХ ПЛАСТОВ С ВЫСОКОЙ МИНЕРАЛИЗАЦИЕЙ И ЖЕСТКОСТЬЮ ПЛАСТОВОЙ ВОДЫ

Ломпик В.А., Бурюкин Ф.А., Дадакин Н.М.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Сибирский федеральный университет, Красноярск, Россия
fburyukin@sfu-kras.ru

Использование водных растворов поверхностно-активных веществ (ПАВ) в качестве вытесняющего агента при заводнении нефтяных пластов позволяет значительно повысить нефтеотдачу и увеличить эффективность выработки запасов. Однако применение таких растворов ограничено в карбонатных объектах с пластовой водой высокой жесткости и минерализации. Обусловлено это тем, что наиболее распространённые анионоактивные ПАВ сильно адсорбируются на поверхности породы коллектора [1], что приводит к потере ПАВ из раствора и снижению его эффективности. В присутствии ионов жесткости в пластовой воде теряется способность ПАВ уменьшать межфазное натяжение на границе вода – нефть и смачиваемость породы [2]

В данной работе в качестве альтернативы широко используемым анионоактивным, рассмотрено и протестировано применение других категорий ПАВ: модифицированных, катионоактивных, амфотерных и неионогенных. Эксперименты проводили на примере месторождения Восточной Сибири, пласты которого представлены карбонатной породой (доломит), а общая минерализация пластовой воды достигает 435 мг/л с содержанием ионов Ca^{+2} и Mg^{+2} до 96 г/л и 13 г/л соответственно. Способность ПАВ сохранять свои свойства оценена по величине межфазного натяжения с ростом минерализации и жесткости воды.

Результаты исследований приведены на рисунке 1.

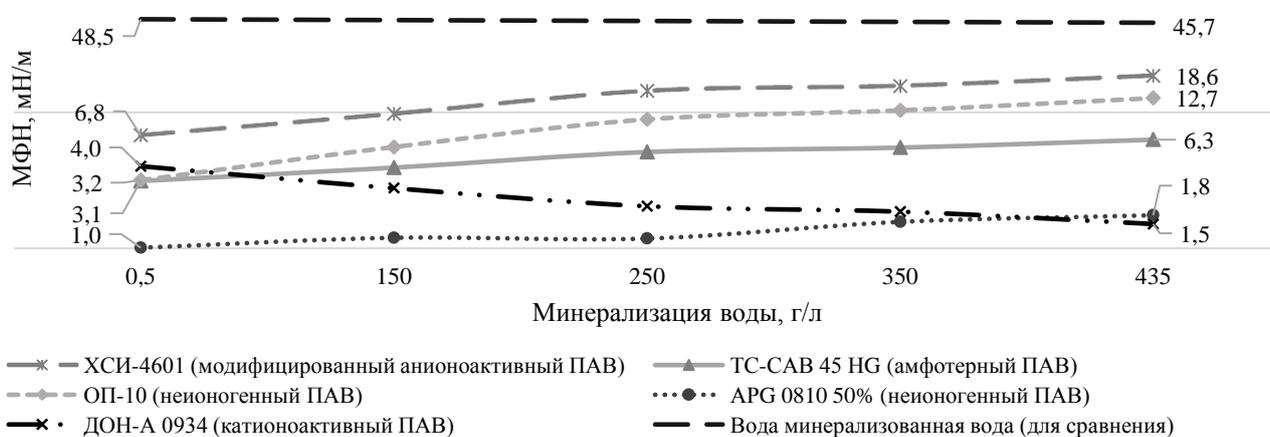


Рисунок 1 – Зависимость межфазного натяжения на границе нефть-раствор ПАВ для исследованных образцов (МНФ – межфазное натяжение).

В результате выполненных экспериментов показана применимость отдельных видов ПАВ в жестких пластовых условиях, выявлен рост эффективности катионоактивных ПАВ с ростом минерализации пластовой воды. Целесообразно установление зависимости адсорбции различных типов ПАВ от общей минерализации и ионного состава пластовой воды для данных условий.

1. Рузин Л.М., Морозюк О.А. Методы повышения нефтеотдачи пластов, Ухта: УГТУ, 2014.
2. Сургучев М.Л. Вторичные и третичные методы добычи, Москва: Недра, 1985.

DOI: 10.17223/9785946218412/489

ПРЕОБРАЗОВАНИЕ ТЯЖЕЛОЙ НЕФТИ В ПРИСУТСТВИИ НАНОРАЗМЕРНОГО ОКСИДА ЖЕЛЕЗА (II, III) ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ ВОДЯНОГО ПАРА

Ситнов С.А., Мухаматдинов И.И., Шмелева Э.И., Долгих С.А.

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Казанский (Приволжский) федеральный университет", Казань, Россия
public.mail@kpfu.ru*

В настоящее время особенно важным и актуальным представляется повышения эффективности существующих методов увеличения нефтеотдачи, в частности тепловых с использованием водяного пара. Применение катализа на стадии разработки месторождений нетрадиционных углеводородов, в частности, сверхвязких и битуминозных нефтей позволит решить данную задачу [1].

Данная работа посвящена изучению преобразования нефти в составе песчаника, отобранного с Ашальчинского месторождения, разрабатываемого с применением паротепловых технологий, в присутствии наноразмерного катализатора на основе оксида железа (II, III) в комплексе с донором водорода [2]. Моделирование осуществлялось в реакторе высокого давления при различной температуре воздействия на образец керн в среде водяного пара.

В таблице 1 представлены зависимость изменения группового состава (по методу SARA) исходного экстракта и продуктов каталитического преобразования, извлеченных из породы, при различной температуре и продолжительности паротеплового воздействия 24 ч.

Таблица – Групповой состав нефти после паротеплового воздействия в присутствии катализатора при различной температуре (продолжительность - 24 ч)

Объекты	Групповой состав (SARA), % масс.			
	Насыщенные углеводороды	Ароматические соединения	Смолы	Асфальтены
Исходный экстракт	39,2	30,1	25,5	5,3
<i>Продукты каталитического преобразования нефтей в среде водяного пара</i>				
Опыт при 200°C	40,1	30,3	23,2	6,4
Опыт при 250°C	61,7	27,9	8,9	1,5
Опыт при 300°C	40,6	45,0	12,1	2,3

Результаты свидетельствуют о том, что наибольший каталитический эффект в аспекте снижения доли асфальто-смолистых веществ и обогащения более лёгкими фракциями достигается при температурах выше 200 °С, причем температура оказывает влияние на характер реакций крекинга и гидрогенолиза, катализируемых наночастицами оксида железа в совокупности с активными центрами породообразующих минералов.

1. Maity S. K., Ancheyta J., Marroquim G. Catalytic Aquathermolysis Used for Viscosity Reduction of Heavy Crude Oils: A Review // Energy & Fuels. – 2010. – V. 24. – P. 2809–2816.
2. Sitnov S.A., Mukhamatdinov I.I., Shmeleva E.I., Aliev F.A., Vakhin A.V. Influence of nanosized iron oxides (II, III) on conversion of biodegraded oil // Petroleum Science and Technology. – 2019. – V.37(8). – P. 971-976.

Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ (кандидаты наук), проект 075-02-2018-110, а также за счет средств субсидии, выделенной в рамках государственной поддержки Казанского (Приволжского) федерального университета в целях повышения его конкурентоспособности среди ведущих мировых научно-образовательных центров.

DOI: 10.17223/9785946218412/490

СОСТАВ АСФАЛЬТЕНОВ МАЗУТА УСИНСКОЙ НЕФТИ

Чешкова Т.В., Арышева А.Д.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
sanc@ipc.tsc.ru

Мазут, получаемый на малотоннажных нефтеперерабатывающих установках России, используется преимущественно в качестве котельного топлива [1]. Одной из причин, осложняющей процесс его переработки, является высокое содержание (до 20 мас. %) асфальтенов, в молекулах которых концентрируется значительная часть металлов и гетероатомов, присутствующих в исходном сырье [2]. Поэтому накопление и обобщение данных об особенностях состава и структуры асфальтеновых веществ имеет значение для выбора эффективных технологий переработки остаточных нефтяных фракций. Опубликованные в литературе сведения, отражающие уровень исследований в этой области, касаются, главным образом, структурно-групповых характеристик асфальтенов [3,4]. В данной работе приведены результаты изучения строения асфальтенов мазута тяжелой нефти Усинского месторождения с помощью метода селективной химической деструкции, который позволяет установить детали «блоков», участвующих в построении макромолекул асфальтенов, в частности, получить данные о наличии С-S, С-O мостиковых связей в их структуре и определить качественный состав «связанных» фрагментов. По данными хромато-масс-спектрометрии в составе «эфиросвязанных» соединений в макромолекулах исследуемых асфальтенов присутствуют н-алканы (m/z 57), циклопентаны (m/z 68,69) и циклогексаны (m/z 82,83), представленные гомологическими рядами $C_{16}-C_{26}$, $C_{10}-C_{16}$ и $C_{15}-C_{20}$, соответственно. Через сульфидные мостики в макромолекулах асфальтенов мазута связаны $C_{15}-C_{33}$ н-алканы, $C_{17}-C_{27}$ циклогенксаны, $C_{16}-C_{19}$ фенилалканы (m/z 91) с различным положением фенильного заместителя в алкильной цепи, $C_{17}-C_{19}$ н-алкилбензолы (m/z 91, 92), $C_{16}-C_{19}$ алкилтолуолы (m/z 105), $C_{17}-C_{19}$ алкилксилолы (m/z 119), C_0-C_4 фенантрены (m/z 178;192–234) и $C_{15}-C_{19}$ метиловые эфиры алифатических кислот (m/z 74).

Установленное различие в наборе идентифицированных соединений, вероятнее всего, связано с особенностями структуры исходных асфальтенов тяжелой усинской нефти [5]. Можно предположить, что большая часть «эфиросвязанных» фрагментов находится на периферии их макромолекул и поэтому в большей степени подвергается разрушению на стадии получения мазута в процессе атмосферной перегонки нефти.

1. Копытов М.А., Головки А.К. Термический крекинг мазута в присутствии магнитных фракций микросфер энергетических зол // Известия Томского политехнического университета, Инжиниринг георесурсов–2009. – Т. 315– № 3. С. 83–86.
2. Сергиенко С.Р., Таимова Б.А., Талалаев Е.И. Высокомолекулярные неуглеводородные соединения нефти. – М.: Наука.1979.– 269 с.
3. Копытов М.А., Головки А.К. Изменение структурно-групповых характеристик смол и асфальтенов тяжелых нефтей в процессе первичной преработки // Нефтехимия–2017. –Т. 57. –№ 1.С. 41–48.
4. Galukhin* Andrey V., Erokhin Anton A., Osin Yuri N., and Danis K. Nurgaliev Catalytic Aquathermolysis of Heavy Oil with Iron Tris(acetylacetonate): Changes of Heavy Oil Composition and in Situ Formation of Magnetic Nanoparticles // *Energy Fuels*. – 2015. – 29 (8). P. 4768–4773.
5. Сергун В.П., Чешкова Т.В., Сагаченко Т.А., Мин Структурные фрагменты, содержащие сульфидные и эфирные связи в молекулах высоко- и низкомолекулярных асфальтенов тяжелой нефти месторождения Усинское // Нефтехимия. – 2016. – Т. 56. – № 1. – С.13–18.

DOI: 10.17223/9785946218412/491

**НОВАЯ КОНСТРУКЦИЯ ОБОРУДОВАНИЯ ДЛЯ ЛИКВИДАЦИИ
НЕГЕРМЕТИЧНОСТИ НЕФТЯНЫХ И ГАЗОВЫХ СКВАЖИН**

¹Ваганов Р.А., ¹Агровиченко Д.В., ²Жуков М.В.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Сибирский федеральный университет», Красноярск, Россия

²Общество с ограниченной ответственностью «СтройСпецКомплектГрупп», Красноярск
rvaganov@sfu-kras.ru, zhukovmv@ssk-group.com

Вопрос разработки новых технических средств, которые могут эффективно применяться для решения проблем, связанных с негерметичностью эксплуатационных колонн, является весьма актуальным, в особенности с учетом роста фонда скважин на поздней стадии разработки. Несмотря на то, что тампонирующее до сих пор является основным методом ликвидации негерметичности эксплуатационной колонны, имеются многочисленные сообщения о его недостаточной эффективности и необходимости неоднократного повторения процедуры. Широко используемая технология ликвидации негерметичности путем спуска в скважину дополнительной эксплуатационной колонны и последующее цементирование не лишена недостатков, основными из которых являются высокая стоимость ремонтно-изоляционных работ и снижение проходного сечения скважины. Для ограничения водопритоков в скважинах, которые имеют локальные единичные нарушения протяженностью обычно более 20 м, чаще применяют технические средства, такие как профильные перекрыватели, металлические пластыри и пакеры либо двухпакерные компоновки различных конструкций. К недостаткам большинства и них относят непродолжительный период сохранения герметичности, повышенные требования к подготовке скважины и для некоторых случаев – повышенную аварийную опасность, когда как например установка в составе насосного оборудования отсекающего пакера, который устанавливается ниже негерметичности эксплуатационной колонны и в процессе эксплуатации присыпается шламом из поврежденного интервала [1].

Предлагается при решении данной проблемы использовать метод тампонирующего эксплуатационной колонны в интервале негерметичности с надежной гидроизоляцией ниже и выше самого интервала негерметичности специальной компоновкой тампонирующего пакера, имеющего канал для прохождения кабеля установки электроцентробежного насоса. В данной системе канал для прохождения кабеля имеет функцию обеспечения сообщения надпакерного и подпакерного пространства, что решает вопросы отвода газа при эксплуатации, проведения технологических промывок, глушения. Согласно проведенной технико-экономической оценке стоимость ближайших аналогов (пакерные системы с герметичным кабельным вводом и двухпакерные компоновки компаний «НКМЗ», «НПФ Пакер», «Сибнефтемаш»); выше планируемой цены разрабатываемого оборудования на 5 – 15%, а стоимость аналогов иностранных производителей выше на 300 %.

При внедрении этого оборудования можно значительно продлить срок эксплуатации скважин, сохранить ее режимные параметры и потенциал, существенно сократить время и стоимость ремонта скважин.

Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках Федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 - 2020 годы», мероприятие 1.3 Уникальный идентификатор работ (проекта) RFMEFI57817X0236.

1. Фариз Ахмед, Алиев Ш.Г., Искендеров Э.Х. Состояние и проблемы по устранению негерметичности эксплуатационных колонн в скважинах месторождения БУЗОВНА–МАШТАГА // Розвідка та розробка нафтових і газових родовищ. 2015. № 3(56) – С.141–144.

DOI: 10.17223/9785946218412/492

РАЗРАБОТКА И ИСПЫТАНИЕ НОВЫХ МЕЧЕННЫХ КРАСИТЕЛЕМ ПОЛИАМФОЛИТНЫХ ТРАССЕРОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕЖСКВАЖИННОГО ПРОСТРАНСТВА М/Р ВОСТОЧНЫЙ МОЛДАБЕК

^{1,2} Сигитов В.Б., ^{1,2}Гусенов И.Ш., ¹Сабиров Р.А., ¹Ибрашев К.Н., ^{1,2}Кудайбергенов С.Е.

¹АО «Казахстанско-Британский Технический Университет»,

Алматы, Республика Казахстан

²ЧУ "Институт полимерных материалов и технологий", Алматы, Республика Казахстан

m.gabdullin@kbtu.rz, skudai@mail.ru

Трассерные методы исследования нефтяных пластов являются наиболее доступными прямыми методами получения достоверной информации о фильтрационных свойствах межскважинного пространства и, соответственно, способом повышения эффективности разработки зрелых месторождений с применением искусственного заводнения [1]. Однако традиционно применяемые низкомолекулярные трассеры дороги, чувствительны к высокому содержанию солей, температуре и рН среды, требуют применения высоких концентраций вследствие сорбции породой и пограничными слоями водно-нефтяных эмульсий [2].

В работе представлены данные по синтезу и исследованию принципиально новых трассеров на основе полиамфолитов (ПА), в состав которых, наряду с кислотными и основными звеньями, входят фрагменты красителя (ПАК). Способность ПА к конформационным переходам типа глобула-клубок при изменении внешних условий обеспечивает устойчивость ПАК к высокому содержанию солей, температуре и рН среды, а также снижению сорбции трассера ПАК функциональными группами горной породы.

На рисунке 1 показана усредненная зависимость концентрации трассера ПАК от прокачанного объема на выходе из образца керна м/р Восточный Молдабек. Как видно из рис. 1а, максимальная концентрация трассера ПАК достигает величины $7 \cdot 10^{-4}$ моль/л после прокачки 15 мл, то есть 30% трассера остается в керне. После прокачки 50 мл воды (рис. 1б) остаточное содержание трассера в керне снижается до 4%.

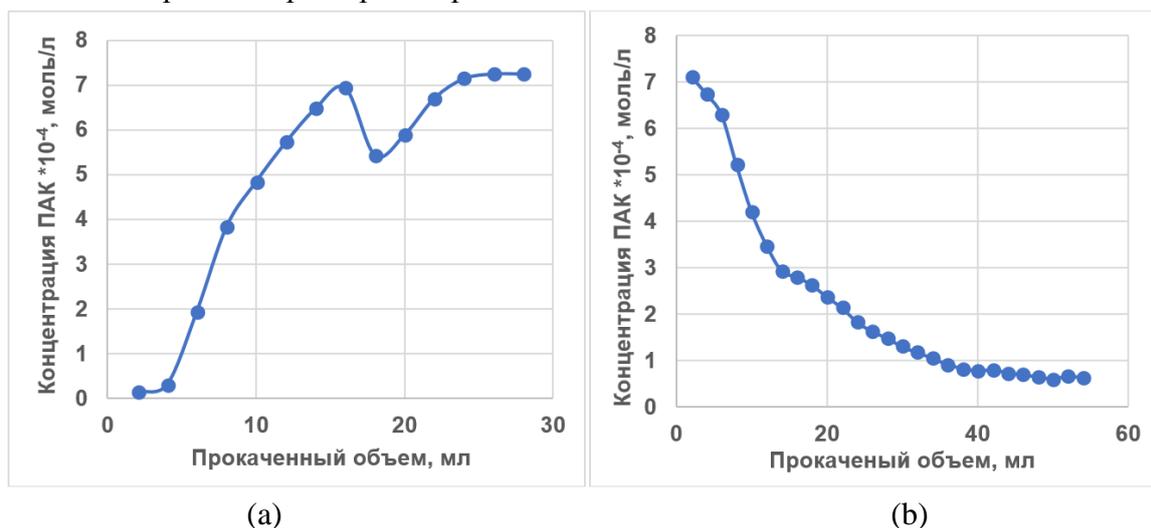


Рисунок 1 – Зависимость концентрации трассера ПА-К от прокаченного объема на выходе из керна до (а) и после (б) вытеснения трассера водой

Данные показывают, что разработанный трассер ПАК обладает высокой эффективностью.

- Соколовский Э.В., Соловьев Г.Б., Тренчиков Ю.И. Индикаторные методы изучения нефтегазоносных пластов. - М.: Недра, 1986. -157 с.
- Трунов Н.М. Патент 1310419 СССР, SU 1310419 A1 4 С 09 К 11/06. Способ исследования динамических процессов в жидкой среде / СССР N3768940 23-26; Заявл. 18.07.84; опубл. 15.05.87. Бюлл. N18. 5с.

DOI: 10.17223/9785946218412/493

**ВАРИАЦИИ СОСТАВА ИЗВЛЕКАЕМОЙ НЕФТИ УГУТСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ
ХАНТЫ-МАНСИЙСКОГО АВТОНОМНОГО ОКРУГА**

Муравская Ю.А., Туров Ю.П., Гузняева М.Ю.

*Бюджетное учреждение высшего образования Ханты-Мансийского автономного
округа-Югры «Сургутский государственный университет», Сургут, Россия*

Julia_Kartyukova@mail.ru

Как известно, состав извлекаемой нефти в процессе эксплуатации месторождений способен изменяться и в большинстве случаев эти изменения имеют существенный характер. Эти изменения могут приводить к снижению технологических характеристик добываемого углеводородного сырья и поэтому требуют хотя бы периодического контроля во избежание нарушений контрактных условий в части требований к качеству и материальному составу поставляемого продукта. Не менее существенным является процесс нефтеизвлечения, режимы которого во многом определяются характеристиками извлекаемого флюида. Оценка степени «сработанности» отдельных скважин и месторождений в целом, а также корректировка и переоценка запасов эксплуатируемых месторождений нуждаются в данных о фактических актуализированных на момент мероприятия характеристиках состава извлекаемой нефти.

В данной работе исследованы вариации группового, гомологического и изомерного состава проб нефти Угутского месторождения, отобранных на устье скважин с различными сроками эксплуатации, а также изменения состава извлекаемой нефти с течением времени по результатам периодического отбора проб из одних и тех же скважин. Для корректного сопоставления состава различных образцов была проведена оценка суммарной погрешности в результатах многостадийных анализов, включающих погрешности пробоотбора, фракционирования нефти методом колоночной адсорбционной хроматографии и финальных стадий анализа методами оптической и рентгеновской спектроскопии, газо-жидкостной хроматографии и хроматомасс-спектрометрии.

Показано, что суммарные погрешности определения относительных содержаний изомеров насыщенных и ароматических веществ не превышают 6% отн, а погрешности в рассчитанных по их составу и используемых для решения геохимических задач так называемых «геохимических индексах» или «геохимических параметрах» не мешают идентифицировать источник образца – конкретную скважину, из которой он был отобран.

Скорость изменения состава максимальна в начале эксплуатации скважин – за первый год некоторые характеристики состава изменяются на более чем 10% от их первоначального значения. Например, соотношение между содержаниями 1-метилнафталина и 2-метилнафталина изменялось на 8%, а для некоторых изомеров алкилфенантронов – на 12%.

Одной из возможных причин таких изменений могут быть различия в скоростях фильтрации изомеров через пористую среду. Это было показано при моделировании фильтрации нефтяного флюида методом нормально-фазовой ВЭЖХ в экспериментах на колонке с сорбентом KromaSil 100 и гексаном в качестве подвижной фазы. Времена удерживания некоторых изомеров с одинаковой массой различались более чем на 20%.

Таким образом, изменение состава извлекаемой нефти в процессе эксплуатации нефтяных скважин можно сопоставить с изменением состава элюата в варианте фронтальной жидкостной хроматографии.

В общей картине наблюдаемых вариаций состава нефти находит отражение изменение физико-химических условий и характеристик продуктивного пласта в призабойной зоне скважин, которые вызывают перестройку структуры термодинамически неравновесной нефтяной системы и приводят к изменению состава извлекаемого нефтяного флюида.

DOI: 10.17223/9785946218412/494

QUENCHED POLYAMPHOLYTES FOR POLYMER FLOODING

Mukhametgazy N., Gussenov I., Kudaibergenov S.

*Institute of Polymer Materials and Technology. Almaty, Kazakhstan**Kazakh National Research Technical University after K.I. Satbayev. Almaty, Kazakhstan**skudai@mail.ru*

Polyampholyte type terpolymers were synthesized via conventional bulk free radical polymerization. Totally charged monomers such as 2-Acrylamido-2-methyl-1-propanesulfonic acid sodium salt (AMPSNa) and (3-Acrylamidopropyl)trimethylammonium chloride (APTAC) in combination with nonionic acrylamide (AAm) were used to prepare different compositions. Polyampholytes with different molar content: AAm 50-APTAC 25-AMPSNa 25, AAm 60-APTAC 20-AMPSNa 20, AAm 70-APTAC 15-AMPSNa 15, AAm 80-APTAC 10-AMPSNa 10 and AAm 90-APTAC 5-AMPSNa 5 are expected to improve their viscosifying ability, in high salinity media, which is attributed to the polyampholyte character of terpolymers [1].

Sand pack flooding was conducted to test the ability of the synthesized polymers to displace viscous East Moldabek (Kazakhstan) oil (140cp) out of high permeability porous media (16 Darcy). Initially the model was saturated with brine (100g/L salinity) and oil. Water flooding displaced 33% of oil. The figure 1 presents the results of the polymer flooding.

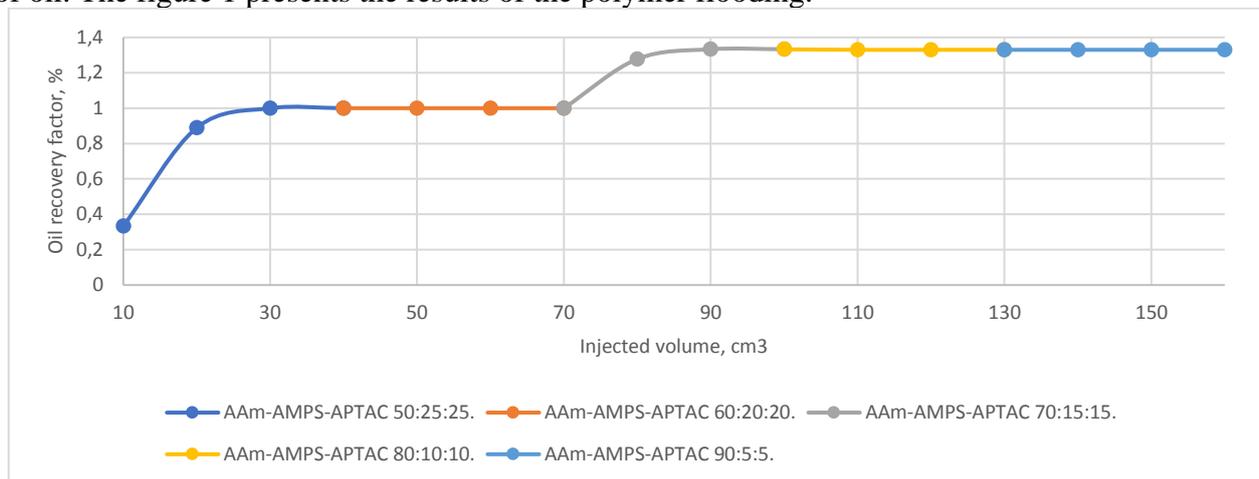


Figure 1 – Oil recovery vs polymer injected volume. Polymer concentration 0.5% in 100g/L brine. Flow rate 0.1cm³/min. Room temperature. 1 pore volume is around 50cm³.

As it can be seen, the injection of AAm-AMPS-APTAC 50:25:25 and 70:15:15 allowed to achieve 1 and 0.3% incremental oil recovery, respectively. This is not a substantial increment. However, we can expect better performance in layered heterogeneous models with lower oil viscosity [2]. Another test has been done by using 30% hydrolyzed 17mln Da polyacrylamide solution in 15g/L NaCl. Incremental oil recovery was equal to 5% versus 1.3% achieved by the polyampholytes. Future research will aim comparison between polyacrylamide and polyampholytes at higher salinity, temperature and reservoir heterogeneity conditions.

1- Dai C, Xu Z, Wu Y, et al. Design and Study of a Novel Thermal-Resistant and Shear-Stable Amphoteric Polyacrylamide in High-Salinity Solution. *Polymers (Basel)*. 2017;9(7):296. Published 2017 Jul 21. doi:10.3390/polym9070296.

2- Seright, R. S. (2016, April 11). How Much Polymer Should Be Injected During a Polymer Flood? *Society of Petroleum Engineers*. doi:10.2118/179543-MS.

DOI: 10.17223/9785946218412/495

РЕОКИНЕТИКА ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ НЕФТЯНЫХ И ГЕЛЕОБРАЗУЮЩИХ СИСТЕМ

Кожевников И.С., Богословский А.В., Алтунина Л.К.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
bav@ipc.tsc.ru*

Добыча трудноизвлекаемых нефтей зачастую сопровождается термическим воздействием и закачкой в пласт специально разработанных композиций. Происходящие при этом фазовые превращения приводят к изменению текучести углеводородной жидкости и контактирующего с ней закачиваемого раствора. Принципиальное значение имеет определение момента потери текучести – точка гелеобразования.

На сегодняшний день фазовый состав и реология нефтяных систем и закачиваемых жидкостей изучены весьма подробно, однако, накопленная информация относится в основном к статическому состоянию рассматриваемых объектов. Кинетике изменения текучести, превращению зелей в гель, уделялось меньше внимания. Причиной этого является уровень развития соответствующей техники эксперимента.

Из существующих методов только вибрационная вискозиметрия может использоваться как в области маловязких ньютоновских жидкостей, так и в области твердообразного состояния вещества. Она имеет необходимое для кинетических измерений быстрое действие, а малая амплитуда колебаний зонда не разрушает формирующуюся структуру. Однако, использованию вибрационного метода в области потери текучести контролируемого образца препятствует весьма важное ограничение – условие бесконечности размеров контролируемой среды. Волновой резонанс, возникающий при нарушении указанного условия, было предложено использовать для определения точки гелеобразования как области расхождения реокинетических зависимостей, получаемых для идентичных образцов в измерительных сосудах разной величины [1]. В настоящей работе продемонстрирована возможность использования предложенного способа в ситуациях, которые приводят к возникновению «твердообразных» объектов в технологических процессах добычи и транспорта нефти:

- при застывании нефти с понижением температуры,
- в процессах формирования неорганических гелей из частиц коллоидной дисперсности,
- в процессе структурообразования полимерных составов.

Точки потери текучести, определенные по [1], для исследованных нефтей практически совпадают с результатами определения температуры застывания по ГОСТ 20287-91, а для исследованных гелеобразующих систем – с определенными визуально по подвижности образца в пробирке, точками гелеобразования.

При увеличении размера измерительного сосуда, максимумы зависимостей смещаются в сторону более прочной структуры, а их экстраполяция в область более высоких температур, демонстрирует соответствие значениям вязкости, полученным методом капиллярной вискозиметрии.

1. Богословский А.В., Галкин В.М., Кожевников И.С. Определение момента гелеобразования с использованием измерительных сосудов разной величины // Газовая промышленность, 2013. № 11, С. 98 – 100.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России, в рамках ФЦП,
Соглашение №14.604.21.0176, уникальный идентификатор – RFMEFI60417X0176.*

DOI: 10.17223/9785946218412/496

ИЗОЛЯЦИЯ ВОДОПРИТОКА В НЕФТЯНЫХ СКВАЖИНАХ МЕТОДОМ ГАЗОДИФФУЗИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

Воробьёв А.К., Черкасов А.В., Кодолов В.В., Курбатов А.В.

Акционерное общество «Федеральный научно-производственный центр «Алтай»,

Бийск, Россия

post@frpc.secna.ru

При эксплуатации скважин по добыче нефти возникают ситуации, когда из отдельных пластов или их интервалов в скважину начинает поступать вода, которая смешивается с нефтью. Очистка от воды нефти, добытой из таких скважин, является трудоемкой и дорогостоящей процедурой. Поэтому приток воды из таких слоев или интервалов перфорации стараются изолировать.

В ФНПЦ «Алтай» ведутся работы по созданию бескорпусного твердотопливного газогенератора (ГГ) для направленной изоляции водопритоков в скважинах, отключения отдельных пластов или их интервалов путем газодиффузионного воздействия.

Газогенератор опускается в скважину на каротажном кабеле в зону водопритока и воспламеняется. При сгорании топлива выделяется большое количество конденсата, который вместе с газами попадает в обводненные пласты, химически реагирует с составляющими горных пород и образует с ними прочное адгезионное соединение, слабо разрушающееся под воздействием кислот. Таким образом, образуется водонепроницаемый экран, выдерживающий большое противодавление (рисунок 1).

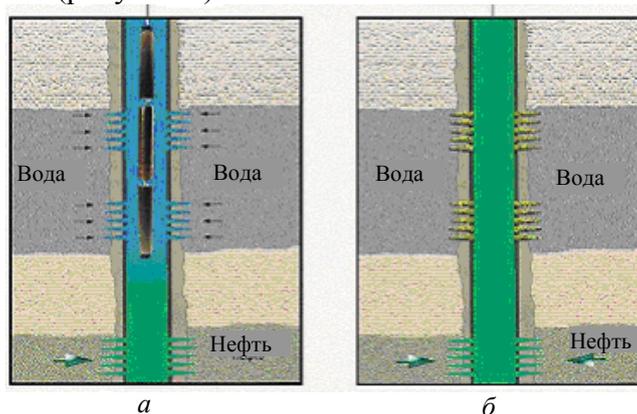


Рисунок 1 – Результаты изоляции водопритока газодиффузионным методом до обработки (а) и после обработки (б)

Основные нефтеносные пласты находятся в песчаниках ($50\div 80\%$ SiO_2) и известняках ($30\div 80\%$ CaO), поэтому конденсат, образованный при горении топлива ГГ (оксиды металлов), может взаимодействовать с этими составляющими горных пород. Расплавленный оксид металла переносится газообразными продуктами сгорания топлива в перфорационные каналы и трещины, взаимодействует с SiO_2 и CaO и дает на границе соприкосновения с пластом более низкотемпературный эвтектический расплав, способный при кристаллизации обеспечить адгезию между оксидом металла и горной породой. В области температур $650\div 1600$ °С имеется достаточное количество систем, способных давать расплав с кремниевой и кальциевой основой горных пород, которые после охлаждения будут образовывать прочное сцепление с этими породами. Температура плавления оксидов для этих систем лежит ниже 2000 °С, т.е. синтезированные в процессе горения топлива, они будут находиться в расплавленном состоянии. Необходимо также учитывать, что скважинная жидкость представляет собой смесь нефти, пресной или минерализованной воды, и, кроме этого, возможны кислотные обработки соседних пластов, поэтому системы оксидов должны быть кислотостойкими.

DOI: 10.17223/9785946218412/497

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ ФОРМИРОВАНИЯ ВОДОНЕФТЯНОЙ ЭМУЛЬСИИ НА ДИНАМИКУ ПРОЦЕССА ОТСТАИВАНИЯ

Кузьменко Е.А., Мойзес О.Е., Марченко М.Е.

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Томск, Россия
kea@tpu.ru*

Нефть, добываемая из скважин, содержит воду, преимущественно в эмульгированном состоянии. Задача разрушения водонефтяных эмульсий и эффективного обезвоживания нефти на промыслах остается актуальной и требует экспериментальных исследований в этой области. Поэтому целью данной работы являлось изучение процессов отстаивания при различных условиях образования и разрушения водонефтяных эмульсий.

Экспериментально исследовано влияние начальной обводненности и режима перемешивания при приготовлении водонефтяных эмульсий на дисперсность капель воды в образцах эмульсий, приготовленных на основе четырех нефтей, различающихся по физико-химическим свойствам. Методика исследований описана в работе [1].

Выявлено, что при увеличении плотности нефтяной основы (образца нефти) в приготовленных водонефтяных эмульсиях возрастает количество мелких глобул воды, а размеры крупных – уменьшаются. (см. Рисунок 1).

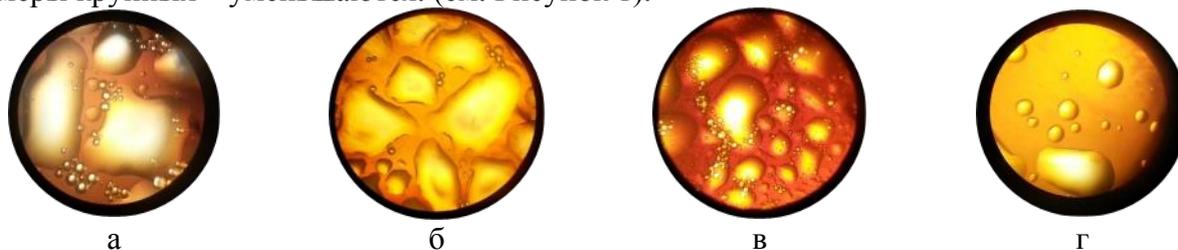


Рисунок 1 – Фотографии срезов водонефтяных эмульсий с начальной обводненностью 20 % об., приготовленных при режиме перемешивания 2000 об/мин:

а - образец 1 ($\rho = 783,7 \text{ кг/м}^3$); б - образец 2 ($\rho = 842,4 \text{ кг/м}^3$);

в - образец 3 ($\rho = 874,8 \text{ кг/м}^3$); г - образец 4 ($\rho = 887,5 \text{ кг/м}^3$)

Опыты по исследованию зависимости размера капель от интенсивности перемешивания проводились при режимах перемешивания мешалки 1000 об/мин и 2000 об/мин. При увеличении интенсивности перемешивания увеличивается дисперсность водонефтяных эмульсий, особенно это выражено для образцов 1 и 3 с начальной обводненностью – 10% об.

Исследовалась динамика процесса отстаивания водонефтяных эмульсий при температурах 20 °С и 50 °С. Показано, что для эмульсий, приготовленных при режиме перемешивания 1000 об/мин, характерно ранжирование кривых динамики отстаивания по плотности нефти с увеличением температуры процесса. Для эмульсий с 20% начальной обводненностью, приготовленных при режиме перемешивания 2000 об/мин, повышение температуры приводит к снижению различия в динамике отстаивания эмульсий с различными по плотности нефтями. Повышение температуры приводит к увеличению размеров капель воды и более эффективному разделению эмульсии.

При исследовании динамики процесса отстаивания водонефтяных эмульсий было выявлено, что при всех рассмотренных условиях приготовления водонефтяных эмульсий эффективнее всего процесс отстаивания происходит у эмульсии, приготовленной на основе нефти образца 4, имеющей наименьшую плотность.

1. Kuzmenko E.A., Usheva N.V., Moyzes O.E., Polyakova K.A. Dynamics of water separation in destruction of water-in-oil emulsions // IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. — 2016. — Vol. 43: Problems of Geology and Subsurface Development. — [012059, 5 p.].

DOI: 10.17223/9785946218412/498

ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ ПАРАФИНОВ И ИНДИВИДУАЛЬНЫХ n-АЛКАНОВ В НЕФТИ ОПТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ¹Курьяков В.Н., ¹Муратов А.Р., ²Иванова Д.Д.,¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт проблем нефти и газа РАН, Москва, Россия²Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева, Москва, Россия
tntyurina455@mail.ru, pochta@muctr.ru

В докладе приводятся результаты исследований смеси индивидуального парафина $C_{23}H_{48}$ (трикозан) с Мордово-Кармальским битумом. Исследована смесь с различной концентрацией указанных компонент. Образцы для исследований представляют собой эмульсию данной смеси в воде, приготовленную методом ультразвукового диспергирования без использования поверхностно-активных веществ. Методом динамического и статического рассеяния света в исследуемых эмульсиях определены концентрационные зависимости температур фазовых переходов парафина $C_{23}H_{48}$ (плавление, кристаллизация, ротаторные фазы). При концентрациях парафина $C_{23}H_{48}$ менее 50 весовых процента в смеси при нагреве наблюдается один фазовый переход, соответствующий плавлению. Для более высоких концентраций парафина при нагреве наблюдается два фазовых перехода, как в чистом n-трикозане, соответствующие низкотемпературному переходу кристалл-ротаторная фаза и высокотемпературному – плавление (ротаторная фаза-жидкость). Авторами предложена новая методика определения температур фазовых переходов парафинов основанная на анализе температурных зависимостей интенсивности рассеянного света [1-3]. Предлагаемый метод может быть использован, как для изучения фазовых переходов различных парафинов, так и для определения важных технических параметров таких систем, как *Phase Change Materials (PCM)* – систем изменяющих свое фазовое состояние, используемых для эффективного хранения и переноса тепловой энергии. В таких системах эффективность переноса тепловой энергии жидкостью увеличивается благодаря скрытой теплоте фазовых переходов частиц, образующих дисперсную фазу. Одна из перспективных областей применения парафиновых эмульсий – теплоноситель повышенной эффективности (*PCM*).

Исследования методом динамического и статического рассеяния света были выполнены на оборудовании Photocor Compact-Z (Россия).

1. Kuryakov V.N., De Sanctis Lucentini P.G., Ivanova D.D. Tricosane ($C_{23}H_{48}$) and Octacosane ($C_{28}H_{58}$) mixture phase transition insight via Light scattering techniques // IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 347 012034. -2018, <https://doi.org/10.1088/1757-899X/347/1/012034>.
2. Kuryakov V.N., Ivanova D.D. Determination of melting point of n-alkanes by means of light scattering technique // Journal of Physics: Conference Series (JPCS). 2019 (принята в печать)
3. Kuryakov V.N., Ivanova D.D. Crystallization behavior of pure n-alkane (n-nonadecane) in a form of nanoemulsion // International Journal of Nanoscience, 2019 (принята в печать)

DOI: 10.17223/9785946218412/499

ВЛИЯНИЕ ОБРАБОТКИ КИСЛОТНОЙ КОМПОЗИЦИЕЙ ГБК НАГНЕТАТЕЛЬНОЙ СКВАЖИНЫ УСИНСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ НА ДОБЫЧУ НЕФТИ И СВОЙСТВА ДОБЫВАЕМЫХ ФЛЮИДОВ

Овсянникова В.С., Рождественский Е.А., Стрелец Л.А., Кувишинов И.В., Алтунина Л.К.
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук (ИХН СО РАН), Томск, Россия
varja@ipc.tsc.ru

В данной работе исследовано влияние обработки нагнетательной скважины кислотной композицией на дебит и состав нефти и воды в 20 реагирующих добывающих скважинах пермокарбоновой залежи Усинского месторождения.

Композиция ГБК пролонгированного действия на основе аддукта неорганической кислоты и многоатомного спирта и содержащая поверхностно-активное вещество, будучи вначале кислотной породорастворяющей, после взаимодействия с породой становится нейтральной или щелочной нефтewытесняющей композицией.

Через 18-19 месяцев суммарная добыча достигла 43 тыс. тонн за счет совместного действия кислотной обработки, а также противofильтрационного эффекта гелеобразующей композиции и повышения дебета нефтewытесняющей композицией, обработка которыми прошла за 6 месяцев до кислотной.

Таблица - Физико-химические характеристики пластовой воды и нефти через 4 и 14 месяцев после обработки кислотной композицией ГБК

№ скв.	Дата отбора	Флюид	Минерализация воды, г/дм ³	рН	Вязкость нефти, Па·с			Λ = max/min
					Виброскан	Реостресс		
						max	min	
31	25.04.18	н	-	-	6,021	5,105	4,205	1,2
	13.03.19	н	-	-	8,063	5,304	3,948	1,3
429	25.04.18	н	-	-	4,776	4,159	3,803	1,1
	13.03.19	н	-	-	8,258	4,676	3,985	1,1
3264	25.04.18	в+н	-	7,0	5,036	7,595	6,159	1,2
	13.03.19	н	-	-	7,255	6,159	4,289	1,4
3265	25.04.18	в+н	114,1	7,4	6,892	7,031	5,398	1,3
	13.03.19	в+н	115,7	7,1	9,441	5,398	4,473	1,2
3320	25.04.18	н	-	-	6,214	5,218	4,451	1,2
	13.03.19	н	-	-	6,891	6,399	3,662	1,7
3324	25.04.18	в+н	-	7,5	4,488	7,443	5,133	1,5
	13.03.19	н	-	-	7,216	8,572	2,104	4,1
4589	25.04.18	в+н	72,5	6,9	5,122	6,899	5,680	1,2
	13.03.19	в+н	79,8	7,1	6,545	7,453	4,055	1,8
6319	25.04.18	н	-	-	6,124	7,300	4,964	1,5
	13.03.19	в+н	-	6,5	4,796	6,455	0,798	8,1

О присутствии композиции в добываемой продукции свидетельствовал карбамид: после обработки в концентрации 700 и 900 мг/дм³, а через год – в концентрации 0.03-0.13 мг/дм³ и ион аммония через год после закачки.

Об изменении фильтрационных потоков или поступлении флюидов из ранее неохваченных участков свидетельствовали изменение минерализации и катионно-анионного состава воды и вязкости нефти, например, в скважинах №№ 7 ОЦ, 431, 3265, 3324 и 4589. А изменение характера течения нефти в скважине № 6319, возможно, явилось следствием изменения состава за счет десорбции полярных компонентов нефти при растворении породы.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта НИР V.46.2.3, выполняемого в соответствии с Программой фундаментальных научных исследований (ФНИ) на 2013-2020 гг.

DOI: 10.17223/9785946218412/500

УТОЧНЕНИЕ СВОЙСТВ ПСЕВДОКОМПОНЕНТА ГИДРОДИНАМИЧЕСКОЙ МОДЕЛИ, ИМИТИРУЮЩЕГО ВОДУ В ПЛАСТОВЫХ УСЛОВИЯХ.

Токмакова П.Г.

Публичное акционерное общество «Сургутнефтегаз»,
Сургутский научно-исследовательский и проектный институт «СургутНИПИнефть»
Тюменское отделение, Тюмень, Россия
tonipi-ext@surgutneftgas.ru

Для построения или актуализации модели течения флюидов в пласте, необходима совокупность лабораторных и промысловых данных. Сложная смесь фильтрующихся в пласте веществ моделируется тремя псевдокомпонентами, и для определения их свойств в пластовых условиях вводится понятие аддитивных объемов:

$$V_{\text{пн}} = V_{\text{н}}^{P,T} + V_{\text{г}}^{P,T} + V_{\text{в}}^{P,T} \quad (1)$$

где: $V_{\text{пн}}$ – объем нефтегазовой смеси при пластовых значениях температуры и давления; $V_{\text{н}}^{P,T}$, $V_{\text{г}}^{P,T}$, $V_{\text{в}}^{P,T}$ – объемы тяжёлого (нефтяного), легкого (газового) псевдокомпонента и псевдокомпонента, имитирующего воду в пластовых условиях, соответственно.

В практике подготовки характеристик псевдокомпонентов для построения модели свойства пластовой воды, численные значения плотности пластовой нефти и выделившегося в стандартных условиях нефтяного газа принимаются по результатам обоснования этих параметров в подсчете запасов. При этом, для упрощения расчетной модели солевой состав воды и переменная минерализация не берутся во внимание. Это оправдано для пресных вод или с низкой соленостью, но, когда минерализация превышает 200 г/л, использование информации об общей минерализации и солевом составе рассолов (преобладающих солей) является необходимым в силу специфики концентрационных девиаций, влияющих на постоянные свойства (плотность и вязкость флюида в пласте), а также на объемный коэффициент, коэффициент сжимаемости и пьезо-коэффициент вязкости.

В ТО «СургутНИПИнефть» были проведены экспериментальные исследования по изучению свойств рассолов заданных концентраций, где в качестве обучающей модели был взят однокомпонентный раствор соли, преобладающей в составе пластовой воды месторождений Восточной Сибири. По результатам исследований для смесей различного соотношения закачиваемой и пластовой воды были построены зависимости свойств (давления и температуры) от минерализации. [1-2]

Выявлено, что свойства одинаково концентрированных растворов не зависят от давления и температуры, соответственно справедливо следующее соотношение:

$$\frac{\rho_{\text{пл.воды}}(M,P,T)}{\rho_{\text{р-р соли}}(M,P,T)} \cong \frac{\rho_{\text{пл.воды}}(M,P=0,1 \text{ МПа},T=20 \text{ }^\circ\text{C})}{\rho_{\text{р-р соли}}(M,P=0,1 \text{ МПа},T=20 \text{ }^\circ\text{C})}. \quad (2)$$

Данный вывод позволяет использовать свойства флюида, изученного при стандартных условиях, что, несомненно, удобнее и оперативнее в силу неизбежных трудностей с отбором пластовых проб и, следовательно, их недостаточным количеством. По построенным характеристическим номограммам с высокой степенью достоверности (свыше 90%) возможно рассчитать плотность и вязкость пластовой воды с переменной минерализацией, в заданных условиях. При этом расчет коррелирует с экспериментом в пределах инструментальной погрешности, которая не превышает 10%.

1. Adams, J. J. Equations of state for basin geofluids algorithm review and inter-comparison for brines / J. J. Adams, S. Bachu // Geofluids, 2002. – №2, P. 257-271.
2. McCain, W. D. Petroleum reservoir fluid property correlations / W. D. McCain, J. P. Spivey, C. P. Lenn. // Tulsa. PennWell Corporation, 2011. – P. 219.

Секция В. Новые нетрадиционные технологии подготовки, транспорта и переработки нефти и газа. Экологические аспекты добычи, подготовки и транспорта нефти и газа: проблемы и решения.

DOI: 10.17223/9785946218412/501

**ПРЕДОТВРАЩЕНИЕ ОБРАЗОВАНИЯ ГАЗОВЫХ ГИДРАТОВ
СМЕШАННЫМИ ИНГИБИТОРАМИ СПИРТ–СОЛЬ**

¹Мендгазиев Р.И., ¹Семенов А.П., ^{1,2,3}Стопорев А.С., ¹Винокуров В.А.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Российский государственный университет нефти и газа (национальный исследовательский университет) имени И.М. Губкина», Москва, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт неорганической химии им. А.В. Николаева СО РАН, Новосибирск, Россия

³Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский национальный исследовательский государственный университет», Новосибирск, Россия
meda810@mail.ru, stopor89@bk.ru

Газовые гидраты представляют собой соединения включения, которые образуются при взаимодействии небольших молекул газов или легколетучих органических жидкостей (гостей) с молекулами воды [1]. Предупреждение образования газогидратов и регулирование скорости их роста является важной задачей для нефте- и газодобывающей промышленности. Изучение образования гидратов в многокомпонентных системах, близких по составу к реальным, является основой для разработки эффективных методов контроля гидратов.

В данной работе изучалось образование и разложение газовых гидратов модельных газов и газовых смесей в реакторе с перемешиванием. Исследованы процессы образования и разложения гидратной фазы, определены условия трехфазного равновесия водный раствор – газ – гидрат. Составы модельных рассолов, использованных в работе, были как близкие к пластовым водам (сеноманская вода), так и с добавкой других перспективных компонентов, выступающих в роли термодинамических ингибиторов гидратообразования ($MgCl_2$). Несмотря на то, что используемый автоклав ГНА 350 позволяет интенсивно перемешивать среду (600 об/мин), в некоторых случаях в систему добавлялось неионогенное поверхностно-активное вещество для предотвращения агломерации гидратных частиц и, как следствие, более быстрого достижения равновесного состояния в системе при определении равновесных условий разложения гидрата. В ходе проведения экспериментов было выявлено, что в зависимости от состава среды и газа может проявляться несколько стадий роста гидрата, сопровождающихся экзотермическими эффектами. В некоторых случаях процесс роста протекал более интенсивно: повышение температуры в автоклаве на $8,0\text{ }^\circ\text{C}$ сопровождалось резким падением давления. Эти данные говорят о резком увеличении доли гидрата в системе, что может приводить к закупориванию трубопровода и остановке добычи. При этом было обнаружено, что добавка хлорида магния (в смеси со стандартным антигидратным реагентом – метанолом) более эффективно ингибирует образование гидрата по сравнению с системами с чистым метанолом. Проявление данного синергетического эффекта может позволить снизить потребление метанола (контаминант) и вовлечь в процесс добычи нефти и газа такой «зелёный» реагент как хлорид магния, широко распространенный в природе в виде минерала бишофита.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента Российской Федерации (проект МК-6886.2018.3).

1. Sloan E. D., Koh C. A. Clathrate Hydrates of Natural Gases. – CRC Press (Taylor and Francis Group): Boca Raton, 2008. – 752 p.

DOI: 10.17223/9785946218412/502

**СОСТАВ ПРОДУКТОВ КРЕКИНГА НЕФТЯНЫХ МАЛЬТЕНОВ
В ПРИСУТСТВИИ БУТИЛБРОМИДА**

Певнева Г.С., Воронецкая Н.Г., Свириденко Н.Н., Головки А.К.

*Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
pevneva@ipc.tsc.ru*

Поиск путей конверсии высокомолекулярных соединений нефти, отличных от традиционной гидрообработки, требует исследования реакций крекинга как без, так и в присутствии добавок, различающихся по своему воздействию. В работах [1-3] показано, что при химической модификации, в частности галогенировании, происходит облагораживание тяжелой нефти с увеличением выхода светлых продуктов, но при этом также происходит формирование кокса и частичная деметаллизация сырья. В связи с чем, проведено исследование,

целью которого является изучение влияния бутилбромиды (C_4H_9Br) на направленность термических превращений мальтенов. Содержание смол в мальтенах составляет 19,6 % мас.

В процессе крекинга мальтенов в присутствии C_4H_9Br образуется значительно большее количество твердых продуктов (2,3 % мас.), чем при крекинге без добавки (0,3 % мас.). Выходы газообразных продуктов сопоставимы. В жидких продуктах крекинга как в присутствии C_4H_9Br , так и без добавки образуются асфальтены – их содержание составляет 2,6 и 1,1 %, соответственно. Крекинг мальтенов без добавки сопровождается образованием дополнительного количества смол, которое достигает 25 % против 19,6 % в исходных мальтенах. Проведение крекинга с C_4H_9Br приводит к снижению содержания смол до 10,0 %, что позволяет предположить инициирование бутилбромидом реакций деструкции смол в этом процессе. Помимо глубокой деструкции смол в присутствии C_4H_9Br преобразованию подвергаются и масла (УВ) за счет реакций деалкилирования и дегидрирования. В этих продуктах значительно увеличивается содержание низкомолекулярных n-алканов C_{11} - C_{19} . Значение отношения суммарного содержания низкомолекулярных n-алканов C_{11} - C_{19} (нм) к содержанию высокомолекулярных C_{20} - C_{31} гомологов (вм) нм/вм равно 2,8, а в термолизате без добавки – нм/вм = 0,97. В продуктах крекинга с добавкой C_4H_9Br отсутствуют алкены, тетра- и пентациклические насыщенные УВ. В отличие от состава алкилбензолов (АБ) исходных мальтенов и термолизата без добавки, в которых содержатся преимущественно триметилАБ C_{13} - C_{21} с алкильным заместителем изопреноидного строения, в продуктах крекинга с добавкой C_4H_9Br АБ представлены низкомолекулярными тетраметилбензолами C_8 - C_{10} . Это свидетельствует о деструкции триметилАБ, протекающей, главным образом, по β -связи С-С в алифатическом заместителе, и приводящей к образованию насыщенных УВ и метилбензолов. Содержание алкилнафталинов (АН) в продуктах крекинга без и в присутствии C_4H_9Br увеличивается с 13,5 до 24,3 % отн. Вероятно, образование дополнительных количеств АН происходит в результате деструкции смол или за счет рекомбинации радикалов, образующихся при деструкции алифатических заместителей АБ. В составе АН продуктов крекинга с C_4H_9Br увеличивается содержание голоядерного нафталина (с 0,3 до 3,0 % отн.) и метилнафталинов (с 0,9 до 4,0 % отн.) по сравнению с термолизатом без добавки, что может свидетельствовать о деметилировании полиметилнафталинов. Вовлечение алкилфенантронов в формирование кокса и асфальтенов приводит к снижению их количества в продуктах крекинга с C_4H_9Br по сравнению с крекингом без добавки с 11,4 до 9,9 % отн.

Увеличение глубины деструкции смол и протекание реакций деалкилирования и дегидрирования УВ при крекинге мальтенов в присутствии C_4H_9Br сказывается на изменении фракционного состава продуктов крекинга. Выход светлых фракций по сравнению с крекингом без добавок достигает 61,5 % (НК-200 °С – 17,5 %; 200-360 °С – 44,0 %). Выход остатка, выкипающего выше 360 °С, снижается ~ в 2 раза.

1. Prado Glauca H.C. and Arno de Klerk // Energy Fuels. - 2014. -Vol. 28. -P. 4458.
2. X. Men, B. Shi, Daoyong Yu, G. Que // Huaxue Fanying Gongcheng Yu Gongyi/Chemical Reaction Engineering and Technology. -2010. -V. 26.- №2. -P. 136.
3. Glauca H.C. Prado, Riya, Michael Hyrve, Arno de Klerk // Fuel. -2018. -V. 211. -P. 775.

DOI: 10.17223/9785946218412/503

КАТАЛИЗАТОРЫ ГИДРОДЕСУЛЬФИРОВАНИЯ, ПРИГОТОВЛЕННЫЕ МЕХАНОАКТИВАЦИЕЙ МОЛИБДЕНИТА В КРИОГЕННЫХ УСЛОВИЯХ¹Микубаева Е.В., ²Уймин М.А., ²Майков В.В., ³Журавков С.П.,¹Восмериков А.В., ¹Федушак Т.А.¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия*²*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург, Россия*³*Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет», Томск, Россия**canc@ipc.tsc.ru, physics@imp.uran.ru, rector@tsu.ru*

В области гидроочистки нефтепродуктов становятся востребованными катализаторы, процедуры приготовления которых отвечают требованиям «зеленой химии». Значительный интерес вызывает прямой способ приготовления катализатора гидродесульфирования путем механического измельчения молибдендисульфида в среде различных органических растворителей [1], или в присутствии их микродобавок [2].

Приведены данные по приготовлению сульфидных массивных крио-катализаторов в одну стадию посредством механического измельчения молибденита (MoS_2) в криогенных условиях (80 К) в среде жидкого аргона, а также результаты исследования их свойств и активности в модельной реакции гидродесульфирования дибензотиофена (ДБТ) и гидрогенолиза компонентов дизельной фракции (ДФ).

Физико-химические характеристики крио-образцов изучены методами рентгенофазового анализа (РФА), рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС), седиментационного анализа (СА), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), ИК спектроскопии. Их активность оценивали в соответствии с содержанием остаточной серы ($\text{S}_{\text{ост}}$) в гидрогенизатах ДБТ и по составу образующихся продуктов (данные хромато-масс-спектрометрии).

Было показано, что гидродесульфлирующая способность крио-катализаторов в модельной реакции и в процессе гидрогенолиза компонентов ДФ достаточно высока и составляет $\text{S}_{\text{ост}} = 4 \text{ ppm}$ и 15 ppm соответственно ($\text{S}_{\text{исх}} = 500 \text{ ppm}$). Важно, что в отличие от ранее описанных [2] массивных каталитических систем, крио-образцы не нуждаются в предварительном активировании сероводородом и проявляют повышенную устойчивость к химической деградации при хранении. Их нанокристаллиты обладают более высокой дисперсностью (РФА, СА), и в то же время, характеризуются более низким уровнем дефектности. На поверхности крио-порошков в четырехкратно меньшем количестве присутствуют S–O-структуры (РФЭС), способные образовывать при контакте с водой сульфат-анионы и, соответственно, серную кислоту.

Обсуждаются причины специфичности крио-катализаторов и возможный механизм процессов гидродесульфирования в их присутствии.

1. Masato K., Kunio U., Yasunori K., Fumikazu I. Micro-crystalline molybdenum sulfide prepared by mechanical milling as an unsupported model catalyst for the hydrodesulfurization of diesel fuel // *Applied Catalysis A: General.* – 2004. – V.276. – P. 241–249.
2. Feduschak T., Akimov A., Morozov M., Uymin M., Zaikovskii V., Prosvirin I., Vosmerikov A., Zhuravkov S., Vlasov V., Kogan V. Synthesis and characterization of mechanically activated bulky molybdenum sulphide catalysts // *Comptes Rendus Chimie.* – 2016. – V. 19. – P. 1315-1325.

DOI: 10.17223/9785946218412/504

УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ПРОЦЕССА ГИДРООЧИСТКИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

Баклашкина К.А.

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
tri@tpu.ru*

Серосодержащие соединения – это группа соединений, содержание которой строго нормируется из-за оказываемого ей негативного воздействия на окружающую среду, работу ДВГ и качество топлива. Основным процессом, снижающим содержание серы в топливе, является гидроочистка. Данный процесс способствует удалению полициклоароматических аренов, которые влияют на работу ДВС, изменяя приемистость и дымность [1], и соединений азота, которые являются каталитическими нейтрализаторами.

Производство дизельного топлива в соответствии с требованиями европейских экологических стандартов на НПЗ РФ возможно только после модернизации действующих установок гидроочистки. Поэтому глобальной задачей стоит разработка инновационных способов получения малосернистого топлива, либо усовершенствование действующих установок гидроочистки. Конверсия соединений серы происходит в таких процессах, как окислительное обессеривание (ОО), экстракция, озонирование и др. Перспективным методом обессеривания является процесс окислительного обессеривания [2]. Наибольшей популярностью в качестве окислительного агента пользуется пероксид водорода, так как он является дешевым, не загрязняющим окружающую среду и коммерчески доступным. Данный процесс протекает при атмосферном давлении и температуре до 80 °С, с высокой конверсией ароматических соединений и без использования водорода.

Цель данной работы - усовершенствовать процесс ГО путем введения дополнительного блока обессеривания, представленного процессом ОО.

В качестве образцов для исследования были выбраны 3 прямогонных дизельных фракции и образец вакуумного газойля с разным содержанием серы. Содержание серы определялось с помощью Спектроскан-S, а содержание азота с помощью элементного анализатора Vario EL Cube. Групповой углеводородный состав дизельных фракций определялся с помощью колоночной хроматографией, групповой состав сернистых групп дизельной фракции ГЖХ (детектор ПФД). Далее образцы подвергались процессу окислительного обессеривания, гидроочистке на лабораторной каталитической установке, и окислительному обессериванию с последующим процессом гидроочистки. Для полученных образцов проводились исследования аналогичные исследованиям для исходных образцов.

Выводы. Процесс окислительного обессеривания является инновационным способом для предварительного снижения содержания серы, азота и полиароматических углеводородов перед гидроочисткой. Процесс окислительного обессеривания позволит снизить сумму налоговых выплат и повысить уровень экологичности НПЗ России. Степень конверсии серы достигает 92 % мас., азота -59 % мас. Определены оптимальные параметры проведения процесса: время контакта- 30 минут, температура - 70 °С, соотношение S: H₂O₂=5:8, H₂O₂:HCOOH=5:7, за счет чего происходит сокращение используемых единиц оборудования, электроэнергии. Составлена технологическая схема блока окислительного обессеривания и рассчитан материальный баланс. В связи с тем, что процесс не реализован в промышленности, были рассчитаны показатели экономической эффективности, такие как индекс прибыльности и интегральный экономический эффект, которые равны 1,79 и 308,49 млн долл. США, соответственно. Срок окупаемости менее одного года.

1. Ганжа В.Л. Основы эффективного использования энергоресурсов: теория и практика/ В. Л. Ганжа. – Минск: Белорусская наука, 2007. – 450 с.
2. Pawelec B. Toward near zero-sulfur liquid fuels: a perspective review // Catalysis Science & Technology. – 2011. – № 1. – P. 23 – 42.

DOI: 10.17223/9785946218412/505

ВЛИЯНИЕ СПОСОБА ВВЕДЕНИЯ РЕНИЯ В ЦЕОЛИТ НА ДИНАМИКУ ЕГО ДЕЗАКТИВАЦИИ ПРИ ОБЛАГОРАЖИВАНИИ ПРЯМОГОННОГО БЕНЗИНА

Величкина Л.М., Восмерилов А.В.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
mps@ipc.tsc.ru*

В процессе облагораживания прямогонных бензиновых фракций нефти обычно используются бифункциональные металлсодержащие катализаторы на основе высококремнеземного цеолита типа ZSM-5. В качестве модифицирующих агентов применяются переходные металлы с не полностью занятой d-оболочкой, в частности, рений. В работе [1] нами было показано, что ренийсодержащие цеолитные катализаторы увеличивают выход жидких продуктов – высокооктановых бензинов, с требуемым октановым числом и низким содержанием ароматических углеводородов. Уменьшение количества аренов в получаемых катализатах, кроме улучшения экологических показателей бензинов, должно способствовать увеличению времени стабильной работы катализатора.

Целью настоящей работы было изучение влияния способа введения рения в высококремнеземный цеолит типа пентасил на его каталитическую активность и стабильность в процессе облагораживания прямогонной бензиновой фракции нефти.

На основе цеолита с силикатным модулем 40 получены ренийсодержащие образцы, в которых концентрация рения составляла 0,5% масс. Модифицированные цеолитные катализаторы были приготовлены методами ионного обмена (ИО), пропитки (ПР), сухого смешения с солью (СС) и ультрадисперсным порошком (УДП) рения. Особенности полученных каждым из этих методов катализаторов описаны нами в работах [1, 2].

Динамика снижения каталитической активности немодифицированного ZSM-5 и ренийсодержащих цеолитных образцов изучена в процессе превращения прямогонной бензиновой фракции нефти в течение 30 часов их работы при атмосферном давлении, температуре 380°C и объемной скорости подачи сырья 2 ч⁻¹. Продукты реакции анализировались методом газовой хроматографии. За показатель каталитической активности было выбрано содержание ароматических углеводородов в получаемых бензинах.

Установлено, что наибольшей ароматизирующей активностью в течение 1 часа работы обладает образец, модифицированный УДП Re. Содержание образующихся на нем аренов составляет 34% масс. Для исходного ZSM-5 и катализаторов, полученных методами СС, ИО и ПР, концентрация ароматических углеводородов составила: 28, 26, 25 и 22% масс. соответственно. После 15 часов работы максимальное количество аренов (22%) содержалось в катализате, полученном на образце с УДП, а далее по убыванию: СС (21%), ИО (18%), ПР (17%), исходный ZSM-5 (13%). После 30 часов реакции ароматизирующая активность образцов еще снизилась, а характер их распределения практически не изменился: УДП (19%) > СС (18%) > ПР (14%) > ИО (13%) > ZSM-5 (11%). Таким образом, в ходе процесса превращения прямогонного бензина каталитическая активность ренийсодержащих цеолитов снизилась в 1,4-1,9 раза, а немодифицированного цеолита – в 2,6 раза.

Работа выполнена в рамках проекта № V.46.2.1 Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук.

1. Величкина Л.М., Восмерилов А.В. Облагораживание прямогонной бензиновой фракции нефти на ренийсодержащих цеолитах типа ZSM-5 // Нефтепереработка и нефтехимия. – 2017. – № 5. – С. 7-13.
2. Velichkina L.M., Vosmerikov A.V. Dry Mixing Method as an Effective Method of Modification of Zeolite Catalysts // Proceedings of the International Conference on the Advanced Materials with Hierarchical Structure for New Technologies and Reliable Structures, Tomsk, October 1-5, 2018. – AIP Conference Proceeding. – V. 2051. – P. 020317. – <https://doi.org/10.1063/1.5083560>

DOI: 10.17223/9785946218412/506

ЗАВИСИМОСТЬ ДУОСОЛ-ПРОЦЕССА ОТ КАЧЕСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК КОМПОНЕНТОВ «СЕЛЕКТО»

¹Валетова Н.Б., ¹Семенычева Л.Л., ¹Занозина В.Ф., ¹Фаерман В.И.,
²Фомин О.А., ³Носова Ю.Е., ²Акимов А.В.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, Россия

²ООО «ЛУКОЙЛ-Волгограднефтепереработка», Волгоград, Россия

³ООО «ЛУКОЙЛ-Нижегороднинефтепроект», Нижний Новгород, Россия
nata-bor-2005@mail.ru, refinery@vnpz.lukoil.ru, Yuliya.Nosova@lukoil.com

В промышленности известен Дуосол-процесс - очистка парными растворителями, не смешивающимися, различающимися по своим физико-химическим свойствам и характеру. В Дуосол-процессе одним из растворителей является пропан, обладающий деасфальтирующими свойствами и растворяющий желательные компоненты сырья, а другим растворителем - смесь фенола и крезола («селекто»), растворяющая нежелательные компоненты [1]. Следует отметить, что при очистке гудронов с помощью «селекто» образуется так называемое «легкое масло», которое содержит небольшие количества фенола и крезола и их извлечение из фракции легкого масла является целесообразным с целью дальнейшей очистки следующих партий гудронов.

Целью данной работы является анализ качественных характеристик жидких компонентов растворителя «селекто», используемого в процессе Дуосол, моделирование на их основе процесса образования эмульсии с целью выявления взаимосвязи качества исходных реагентов и состава фракций после разделения эмульсии, а также разработка условий максимального разделения этих фракций.

Главными задачами стали идентификация и количественное определение компонентов исходных растворителей, их смесей («селекто») с помощью хромато-масс-спектрометрического метода, и подбор компонентов для полного разделения исходных растворителей после контакта с «легким маслом».

Анализ компонентов, входящих в состав растворителя «селекто», показал, что фенол содержит более 99% основного вещества с примесями незначительных количеств крезола и диметилфенола; крезол технический содержит: крезола – 47%, диметилфенола - более 50%, а также незначительные количества этилкрезола и триметилфенола; крезол «ХЧ» содержит только мета - крезол. Формирование искусственных эмульсий на основе «селекто» с легким маслом и водой, которые спонтанно образуются в процессе Дуосол, показало, что расслоение на три слоя: верхний – «легкое масло», средний – водный раствор, нижний – органический слой происходит не одновременно: выделение масляной фракции - за несколько минут, более тяжелых фракций занимает несколько часов. Качество разделения слоев более четкое с эмульсией, содержащей крезол «ХЧ». Анализ состава и качества фракций при разделении эмульсии показало, что при использовании «селекто» с крезолом «ХЧ» наблюдается переход его компонентов в водную и масляную фракцию значительно в меньшей степени, чем для «селекто» с крезолом техническим. Это свидетельствует о том, что использование крезола «ХЧ» в качестве компонента селекто более целесообразно. Специальные эксперименты с «селекто» (крезол технический) показали, что органические растворители, такие как диметилсульфоксид и пропиленкарбонат позволяют экстрагировать компоненты «селекто» из масляной фракции, а введение в воду хлористого натрия (до 4,5%) способствует удалению воды из фенол-крезольной фракции.

1. Камьянов В.Ф., Аксенов В.С., Титов В.И. Гетероатомные компоненты нефтей. - Новосибирск: Наука, 1983. - 238 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/507

КРЕКИНГ МАЛЬТЕНОВ С ДОБАВКОЙ WC/Ni-Cr

Воронецкая Н.Г., Певнева Г.С., Свириденко Н.Н., Головки А.К.
Институт химии нефти Сибирского отделения РАН, Томск, Россия
voronetskaya@ipc.tsc.ru

Поиск путей конверсии высокомолекулярных соединений нефти, отличных от традиционной гидрообработки, требует исследования реакций крекинга как без, так и в присутствии добавок, различающихся по своему воздействию. С этой целью изучено влияние каталитической добавки (порошок WC/Ni-Cr с размерами частиц 10^{-6} м) на увеличение глубины деструкции смолистых компонентов тяжелой нафтенной нефти Усинского месторождения. Крекинг мальтенов (деасфальтизированной нефти) проводили в автоклаве объемом 12 см³ при температуре 450 °С и продолжительности 120 минут. Крекинг мальтенов в присутствии WC/Ni-Cr приводит к увеличению выхода твердых и газообразных продуктов до 1,1 % и 4,8 %, при этом снижается выход жидких продуктов. Но, несмотря на это, введение WC/Ni-Cr способствует улучшению качественного состава жидких продуктов. Так, в этих продуктах существенно снижается содержание смол не только по сравнению с продуктами крекинга без добавки, но и по сравнению с их содержанием в исходных мальтенах. Кроме того, суммарный выход дистиллятных фракций НК-360 °С достигает 52,7 % против 34,6 % при крекинге без добавки. На крекирующие свойства добавки указывает тот факт, что содержание H₂ и углеводородных газов C₁-C₂ в продуктах крекинга с добавкой WC/Ni-Cr значительно выше, чем без нее.

С введением добавки WC/Ni-Cr содержание n-алканов в термолизате увеличивается 22,5 до 36,7 % отн. Крекинг в присутствии WC/Ni-Cr приводит к увеличению содержания низкомолекулярных n-алканов C₁₁-C₁₉ по сравнению с их содержанием в термолизате без добавки. Соотношение нм/вм равно 1,78 и 0,97 соответственно. В продуктах крекинга без добавки среди алкенов идентифицированы четные гомологи C₁₆-C₂₈. Отличительной особенностью продуктов крекинга с WC/Ni-Cr является отсутствие в их составе алкенов и циклических насыщенных УВ (хейлантанов, стеранов, гопанов). Алкилбензолы в исходных мальтенах и термолизате без добавки представлены преимущественно гомологической серией триметилалкилбензолов C₁₃-C₂₁ с заместителем изопреноидного строения (m/z 133). В продуктах крекинга с добавкой WC/Ni-Cr идентифицированы только низкомолекулярные метилбензолы состава C₈-C₁₀, что свидетельствует о деструкции триметилалкилбензолов C₁₃-C₂₁, протекающей, главным образом, по β-связи C-C в алифатическом заместителе, и приводящей к образованию насыщенных углеводородов и метилированных бензолов. Суммарное содержание алкилнафталинов в продуктах крекинга в присутствии WC/Ni-Cr увеличивается с 13,6 до 20,8 % отн., что, вероятно, обусловлено деструкцией смол. Вовлечение алкилфенантронов и ПАУ в формирование кокса и асфальтенов приводит к снижению их количества в продуктах крекинга с WC/Ni-Cr по сравнению с крекингом без добавки. Среди сернистых соединений в продуктах крекинга с WC/Ni-Cr наблюдается снижение количества дибензотиофенов с 8,5 до 5,4 %, но увеличивается содержание бензотиофенов с 3,7 до 6,7 % по сравнению с крекингом без добавки. Вероятно, дибензотиофены вовлекаются в формирование асфальтенов или концентрируются в коксе, а бензотиофены, являясь фрагментами смол, при глубокой конверсии попадают в масла.

Таким образом, использование каталитической добавки WC/Ni-Cr при крекинге мальтенов, несмотря на увеличение выхода побочных продуктов, способствует улучшению качественного состава жидких продуктов: снижается содержание смол, повышается выход дистиллятных фракций.

DOI: 10.17223/9785946218412/508

**АНАЛИЗ МНОГОЛЕТНЕЙ ДИНАМИКИ ВЕГЕТАЦИОННОГО ИНДЕКСА
РАСТИТЕЛЬНОСТИ НА ОБЪЕКТАХ НЕФТЕГАЗОВОГО КОМПЛЕКСА С
ПРИМЕНЕНИЕМ СПУТНИКОВЫХ ДАННЫХ**

Перемитина Т.О., Ященко И.Г.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
pto@ipc.tsc.ru*

Западно-Сибирская нефтегазоносная провинция (НГП) – одна из крупнейших нефтегазоносных провинций мира. За всю историю нефтяной промышленности в России было добыто более 21 млрд т нефти, в том числе в Западно-Сибирской НГП – 11,5 млрд т, обеспечивает 54,5 % добытой нефти в стране [1]. Большая площадь Западно-Сибирской НГП относится к так называемым «труднодоступным территориям».

Труднопроходимость является серьезной проблемой в получении исходных наземных данных об экологическом состоянии окружающей среды. Перспективным и экономически оправданным подходом к оценке экологического состояния труднодоступных территорий является применение методики выявления экологических проблем с использованием данных дистанционного зондирования Земли (ДДЗ). Алгоритмы количественной оценки состояния растительности, основанные на расчете вегетационных индексов, позволяют проводить оценку динамики растительного покрова на протяжении всего вегетационного периода и делать выводы о текущем состоянии растительного покрова труднодоступных территорий Западно-Сибирской НГП [2].

Целью данной статьи является изучение динамики изменения значений вегетационного индекса EVI (Enhanced Vegetation Index) для оценки состояния растительного покрова углеводородных месторождений Томской области: Арчинское, Шингинское, Казанское, Южно-Табганское и Западно-Останинское за вегетационные периоды с 2007 по 2017 гг. Значения индекса EVI взяты из данных системы MODIS (продукт MOD13Q), это 16-ти дневные композиты спутниковых изображений, содержащие значения вегетационных индексов. Средние значения индекса EVI рассчитаны для исследуемых территорий по спутниковым изображениям с датой съемки с 13 июля по 28 июля 2007 – 2017 гг. Следует отметить, что спутниковые данные системы MODIS находятся в свободном доступе, что позволяет быстро и своевременно оценить состояние окружающей среды [3].

Анализ динамики изменения средних значений усовершенствованного индекса EVI позволил определить минимальные и максимальные значения индекса для исследуемых территорий, а также выявить тенденции увеличения его значений за 10-летний период, что свидетельствует о процессе восстановления растительного покрова, его неугнетенном состоянии и улучшении экологической обстановки нефтедобывающих территорий. Установлена зависимость значений EVI от метеоданных (температуры и относительной влажности), но связь имеет сложный и неустойчивый характер, что требует продолжения мониторинговых исследований.

1. Конторович А.Э., Эдер Л.В. Новая парадигма стратегии развития сырьевой базы нефтедобывающей промышленности Российской Федерации // Минеральные ресурсы России. Экономика и управление. – 2015. – № 5. – С. 8-17.
2. Ященко И.Г., Перемитина Т.О. Комплексный подход к оценке влияния антропогенных и природных факторов на окружающую среду нефтегазодобывающих территорий // Оптика атмосферы и океана. – 2015. – Т. 28. – № 06. – С. 544-547.
3. Zhang M., Friedl M., Schaaf C., Strahler A., Hodges J., Gao F., Reed B., Huete A. Monitoring vegetation phenology using MODIS // Remote sensing of environment. – 2003. – V. 84. – Issue 3. – P. 471-475.

DOI: 10.17223/9785946218412/509

СТРУКТУРНО-ГРУППОВЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СМОЛ И АСФАЛЬТЕНОВ
ОСТАТКОВ ТЯЖЁЛЫХ НЕФТЕЙ РАЗЛИЧНОГО ТИПА

Копытов М.А., Головки А.К.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
kta@ipc.tsc.ru

Получены структурно-групповые характеристики смол и асфальтенов остатков нефти (>350 °С) метанового типа – месторождение Зуунбаян (Монголия) и остатков нефти (>350 °С) метано-нафтенового типа – Усинского месторождения (Республика Коми РФ). Данные представлены в таблице 1, использованы обозначения структурных параметров, предложенные авторами [1].

Таблица 1 – Средние структурные параметры молекул смол и асфальтенов

Параметры	Значение для остатка нефти месторождения Зуунбаян		Значение для остатка нефти месторождения Усинское	
	смолы	асфальтены	смолы	асфальтены
Средняя молекулярная масса, а.е.м.				
	850	1800	585	2280
Число атомов в средней молекуле				
C	59,65	129,45	41,57	162,28
H	80,19	178,39	49,91	189,77
N	1,12	1,53	0,64	2,08
S	0,12	0,06	0,51	2,44
O	2,12	2,72	0,66	2,14
H/C	1,34	1,38	1,20	1,17
Кольцевой состав				
K _o	7,5	17,4	11,4	31,7
K _a	3,6	11,0	2,9	17,7
K _n	3,9	6,4	8,5	14,0
Распределение атомов C, %				
f _a	25,6	36,0	29,8	45,0
f _n	29,1	20,4	63,9	38,8
f _n	45,3	43,6	6,3	16,1
Число углеродных атомов разного типа в средней молекуле				
C _a	14,2	46,6	12,4	73,1
C _n	16,2	26,4	26,6	63,0
C _n	25,2	56,5	2,7	26,2
C _α	6,2	13,8	6,3	21,9
C _γ	4,3	8,3	2,6	8,0
Среднее число блоков в молекуле				
m _a	1,6	3,2	1,5	4,9

Смолы и асфальтены полученные из нефти Зуунбаян (ОНЗ) характеризуются более высоким Ностатка Усинской нефти (ОНУ). Смолы и асфальтены ОНЗ отличаются ОНУ более высоким содержанием кислорода и наличием длинных линейных и слаборазветвленных алкильных заместителей с длинной цепочки до C₁₅ - C₁₇ (таблица 1, см. C_n). Наиболее высокое содержание нафтеновых и ароматических структур отмечается в смолисто-асфальтеновых компонентах ОНУ.

1. Камьянов В. Ф., Большаков Г. Ф. Определение структурных параметров при структурно-групповом анализе компонентов нефти // Нефтехимия. – 1984. – Т. 24. – №. 4. – С. 450-459.

DOI: 10.17223/9785946218412/510

ТЕРМИЧЕСКИЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ СМОЛИСТО-АСФАЛЬТЕНОВЫХ КОМПОНЕНТОВ НЕФТЯНОГО ОСТАТКА

Копытов М.А., Головки А.К.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
kta@ipc.tsc.ru*

Получены средние структурные параметры молекул смол и асфальтенов мазута Усинской нефти и продуктов его термолиза в автоклаве при температуре 450 °С. Данные представлены в таблице 1, использованы обозначения структурных параметров, которые предложили авторы [1].

Таблица 1 – Средние структурные параметры молекул смол и асфальтенов.

Параметры	Значения для асфальтенов		Значения для смол	
	исходный мазут	продукты термолиза	исходный мазут	продукты термолиза
Средняя мол. масса, а.е.м.				
	2280	688	585	528
Число атомов в средней молекуле				
C	162,3	48,5	41,6	36,0
H	189,8	41,2	49,9	35,7
N	2,1	0,9	0,6	0,6
S	2,4	0,7	0,5	0,7
O	2,1	1,8	0,7	1,9
H/C	1,17	0,85	1,20	0,99
Кольцевой состав				
К _о	26,8	16,5	11,4	11,0
К _а	20,1	5,8	2,9	3,6
К _{нас}	6,7	10,8	8,5	7,4
Распределение атомов углерода, %				
<i>f_a</i>	51,0	49,5	29,8	42,7
<i>f_n</i>	16,4	46,2	63,9	52,7
<i>f_n</i>	32,6	4,3	6,3	4,7
Число углеродных атомов разного типа в средней молекуле				
С _а	82,8	24,0	12,4	15,4
С _н	26,5	22,4	26,6	19,0
С _п	52,9	2,1	2,6	1,7
С _α	21,9	7,7	6,3	6,7
С _γ	8,0	2,1	2,6	1,7
Число блоков в молекуле				
<i>m_a</i>	4,9	2,0	1,5	1,6

В процессе термолиза заметно снижается содержание смол с 37,0 % мас. (в исходном мазуте) до 13,9 % мас. (в продуктах крекинга), а доля асфальтенов увеличивается с 8,5 % мас. (в исходном мазуте) до 20,0 % мас. (в продуктах крекинга).

Изменение структурных параметров молекул смол отличается от изменений молекул асфальтенов. При термолизе молекулярная масса выделенных смол и число структурных блоков (*m_a*) меняется не значительно с 585 (в смолах исходного мазута) до 528 а.е.м и с 1,5 до 1,6 соответственно, что говорит об их более высокой термической устойчивости.

1. Камьянов В. Ф., Большаков Г. Ф. Определение структурных параметров при структурно-групповом анализе компонентов нефти // Нефтехимия. – 1984. – Т. 24. – №. 4. – С. 450-459.

DOI: 10.17223/9785946218412/511

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ ЦИНКА НА СЕЛЕКТИВНОСТЬ ОБРАЗОВАНИЯ АРЕНОВ ИЗ ПРОПАН-БУТАНОВОЙ ФРАКЦИИ НА МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЦЕОЛИТНЫХ КАТАЛИЗАТОРАХ, АКТИВИРОВАННЫХ ПЛАЗМОЙ

¹Джалилова С.Н., ¹Ерофеев В.И., ²Ерофеев М.В., ²Рипенко В.С.

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

²Институт сильноточной электроники СО РАН, Томск, Россия

dzhalilovas@mail.ru

Проведены исследования по влиянию плазменной активации на кислотные свойства цеолитных катализаторов Н-ЦКЕ-ХМ[1], модифицированных 1 и 3 % ZnO. Активация производилась низкотемпературной плазмой диффузного разряда, формируемой в воздухе атмосферного давления при подаче 4-х наносекундного импульса напряжения амплитудой 25 кВ от генератора NPG-3500N на острый катод с малым радиусом кривизны равным 0.2 мм [2]. Максимальная концентрация электронов в плазме диффузного разряда составляла 10^{14} см^{-3} при вкладываемой средней мощности 2 Вт. Образец катализатора в кварцевой кювете помещался на заземленный анод газоразрядной камеры на расстояние 8 мм от острия катода, после чего подвергалась плазменной обработке в течение 10 минут с частотой 100 Гц, что соответствует 60000 импульсам. Конверсию ПБФ состава: метан – 0,3; этан – 3,0; пропан – 80,9; бутаны – 15,8 мас. % проводили на модифицированных цеолитных катализаторах по методике, описанной в [3]. Исследование процесса конверсии ПБФ на исходном цеолите Н-ЦКЕ-ХМ показало, что с ростом температуры с 550 до 600 °С и объемной скорости подачи ПБФ 240 ч⁻¹ выход жидких углеводородов повышается с 48,2 до 52,4 % (табл. 1).

Концентрация слабокислотных центров для Н-ЦКЕ-ХМ, определенная по количеству десорбированного аммиака, составляет 600, а для сильнокислотных центров 421 мкмоль/г (табл. 2).

Таблица 1 - Кислотные свойства цеолитных катализаторов, модифицированных ZnO, и активированных плазмой

Катализатор	Т _{макс} , °С		Концентрация кислотных центров, ммоль/г		
	T ₁	T ₂	C ₁	C ₂	C _{сум}
Н-ЦКЕ-ХМ	185	305	600	421	1021
1 % ZnO/99 % Н-ЦКЕ-ХМ	185	310	576	151	727
1 % ZnO/99 % Н-ЦКЕ-ХМ (активация плазмой)	210	315	707	201	908
3 % ZnO/97 % Н-ЦКЕ-ХМ	190	310	572	167	739
3 % ZnO/97 % Н-ЦКЕ-ХМ (активация плазмой)	215	325	764	220	984

Примечание: T₁, T₂ – температура максимумов пиков для форм 1 и 2 десорбции аммиака; C₁, C₂ и C_{сум} – концентрации кислотных центров в формах 1, 2 и суммарная соответственно.

Модифицирование Н-ЦКЕ-ХМ 1-3 % ZnO приводит к изменению их кислотных свойств. Концентрации слабокислотных центров для 1 % ZnO/99 % Н-ЦКЕ-ХМ снижается до 576 мкмоль/г по сравнению с 600 мкмоль/г для Н-ЦКЕ-ХМ, с дальнейшим повышением содержания от 1 до 3 % ZnO в Н-ЦКЕ-ХМ уменьшается до 572 мкмоль/г.

1. Ерофеев В.И., Коваль Л.М. Пат. России № 2313487. 2007. Опубл.: 27.12.2007. Бюл. № 36.
2. Erofeev M. V., Ripenko V. S., Shulepov M. A., Tarasenko V. F. Generators of diffuse plasma at atmospheric pressure. Instruments and Experimental Techniques. 2017. V. 60. N. 2. P. 287-289.

DOI: 10.17223/9785946218412/512

АГРЕГАТИВНАЯ УСТОЙЧИВОСТЬ СВЕРХТЯЖЕЛОЙ НЕФТИ, ПРИРОДНОГО АСФАЛЬТИТА И ПРОДУКТОВ ИХ КОНВЕРСИИ В СВЕРХКРИТИЧЕСКОЙ ВОДЕ

¹Антипенко В.Р., ¹Петренко Т.В., ²Федяева О.Н., ²Востриков А.А.

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт теплофизики им. С.С. Кутателадзе Сибирского отделения Российской академии наук, Новосибирск, Россия
avr@ipc.tsc.ru, fedyaeva@itp.nsc.ru

Цель настоящей работы – сравнительная характеристика устойчивости к осаждению асфальтенов природного асфальтита, сверхтяжелой нефти и жидких продуктов их конверсии в сверхкритической воде (СКВ). Объекты исследования – природный асфальтит ивановского месторождения, сверхтяжелая нефть Ашальчинского месторождения и жидкие продукты их конверсии в СКВ, заметно отличающиеся от исходных объектов содержанием смол и асфальтенов, а также их соотношением. Оценка агрегативной устойчивости основана на анализе кривых изменения во времени оптической плотности раствора образца в смеси толуол:гексан (1 : 3), отражающих процесс флокуляции и осаждения асфальтенов. В процессе исследования на спектрофотометре UVIKON-943 также определялись удельные показатели поглощения растворов образцов до и после осаждения асфальтенов.

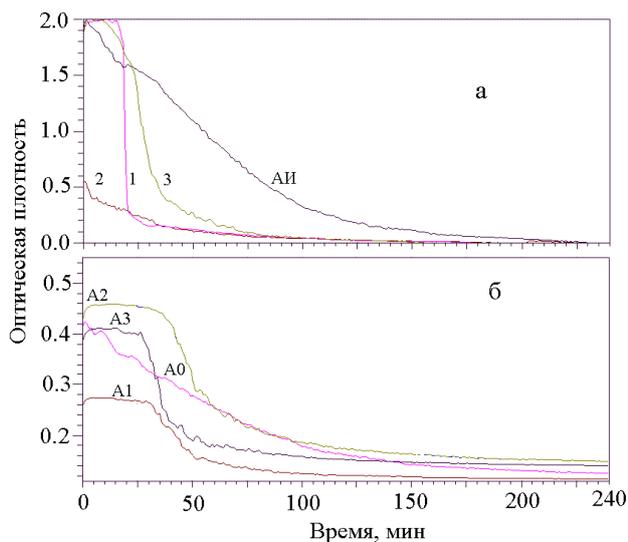


Рисунок 1 – Кривые изменения оптической плотности. (а) - ивановского асфальтита (АИ) и полученных из него нефтей (1–3), (б) – асфальтенов, выделенных из АИ и из продуктов конверсии (А0, А1, А2, А3)

перечисленных объектов (рисунок 1б), наибольшей агрегативной устойчивостью обладают асфальтены исходного асфальтита (А0); 4) У ашальчинской нефти наблюдается очень медленный (60–90 минут) процесс флокуляции затем медленное возвращение к исходной оптической плотности за счет осаждения части асфальтенов. Продукты СКВ конверсии сверхтяжелой ашальчинской нефти проявляют высокую агрегативную устойчивость. Незначительное изменение оптической плотности их раствора, отражающее процесс флокуляции, наблюдается только в одном случае из четырех; 5) Для всей совокупности изученных объектов наблюдается функциональная связь между соотношением удельного показателя поглощения, рассчитанного до и после осаждения асфальтенов и индексом устойчивости нефтяной системы – отношением содержания смол к содержанию асфальтенов.

Полученные результаты заключаются в следующем: 1) Исходный асфальтит характеризуется высокой агрегативной устойчивостью. На кривой изменения оптической плотности у асфальтита не наблюдается стадии флокуляции, процесс осаждения асфальтенов происходит очень медленно (рисунок 1а); 2) Жидкие продукты конверсии асфальтита заметно отличаются от исходного объекта и между собой параметрами, характеризующими их агрегативную устойчивость. Только для одной нефти, полученной из асфальтита в присутствии добавок алюминия (2 на рисунке 1а), характерна высокая агрегативная устойчивость, аналогичная асфальтиту. Две другие нефти (1, 3 на рисунке 1а) характеризуются ярко выраженными быстрыми стадиями флокуляции и осаждения асфальтенов; 3) В случае асфальтенов, выделенных из

DOI: 10.17223/9785946218412/513

**ОСОБЕННОСТИ СОСТАВА И СВОЙСТВ НЕФТЕЙ ЦЕНТРАЛЬНОЙ ЧАСТИ
ВОСТОЧНОЙ СИБИРИ**

¹Ахмедова А.Р., ^{2,3}Серебренникова О.В., ¹Шиганова О.В.

¹*Акционерное общество Сибирский научно-исследовательский институт геологии,
геофизики и минерального сырья, Новосибирск, Россия*

²*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия*

³*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
ahmedova-sniiggims@yandex.ru, ovs49@yahoo.com*

Запасы нефти центральной части Восточной Сибири являются важнейшим элементом нефтегазового комплекса "Восточная Сибирь – Тихий океан". На данной территории открыто свыше 40 месторождений углеводородов, многие из которых (Юрубчено-Тохомское, Собинское, Верхнечонское, Талаканское и др.) по запасам относятся к категориям гигантские и крупные. Данные о составе и свойствах нефтей определяют пути дальнейшей ее транспортировки, переработки и стоимость. В настоящей работе приведены результаты анализа 81 образца нефти из основных нефтегазовых комплексов (рифей-венд-кембрийские отложения) центральной части Восточной Сибири.

В соответствии с ГОСТ Р 51858-2002 по плотности нефти Байкитской антеклизы и Катангской седловины относятся к особо легким (до 830,0 г/кг/м³) и легким (830,1 – 850,0 кг/м³). Среди нефтей Непско-Ботуобинской антеклизы встречаются все типы нефтей от особо-легких до битуминозных (свыше 895,0 кг/м³), но преобладают средние (850,1 – 870,0 кг/м³) и тяжелые (870,1 – 895,0 кг/м³). Нефти Предпатомского прогиба – относятся к тяжелым (874,0 – 891,3 кг/м³). С увеличением глубины залегания и содержания насыщенных УВ плотность нефтей имеет тенденцию к снижению.

По содержанию серы изученные образцы подразделяются на два класса: малосернистые (до 0,60% серы): нефти Байкитской антеклизы, Катангской седловины, половина образцов Непско-Ботуобинской антеклизы и сернистые (0,61-1,43%): остальные нефти Непско-Ботуобинской антеклизы и Предпатомского прогиба.

По содержанию парафинов нефти относятся преимущественно к парафинистым (3,0 – 5,6 %) и малопарафинистым (0,7 – 2,5), но встречаются и беспарафиновые (до 0,5%). Содержание парафинов не зависит от возраста вмещающих отложений.

Температура начала кипения большинства нефтей ниже 100°C, а содержание бензиновой фракции 10 – 20%. В групповом углеводородном (УВ) составе преобладают насыщенные УВ, их содержание меняется в интервале 50 - 80 %. Содержание ароматических УВ в 2-4 раза ниже насыщенных и составляет 13 - 21%. По содержанию смолистых компонентов нефти Байкитской антеклизы преимущественно смолистые (5,5 – 11,6 %), Катангской седловины - смолистые (6,4 – 12,5 %) и высокосмолистые (15,3 – 27,0 %), а Непско-Ботуобинской антеклизы и Предпатомского прогиба – преимущественно высокосмолистые (15,3 – 30,3 %). Большинство нефтей Байкитской антеклизы и Катангской седловины практически не содержат асфальтенов (0,0 – 1,6 %), в отличие от нефтей Непско-Ботуобинской антеклизы и Предпатомского прогиба (0,0 - 9,7 % асфальтенов).

DOI: 10.17223/9785946218412/514

ЭКОЛОГИЧЕСКИЕ РИСКИ ВОЗДЕЙСТВИЯ СЖИГАНИЯ ПОПУТНОГО НЕФТЯНОГО ГАЗА НА ОКРУЖАЮЩУЮ ПРИРОДНУЮ СРЕДУ

Алексеева М.Н., Яценко И.Г.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
amn@ipc.tsc.ru*

В нефтегазодобывающих регионах России в процессе добычи и перегонки нефти в отсутствие необходимого оборудования и инфраструктуры проводится сжигание растворенного в нефти попутного нефтяного газа (ПНГ). На долю Ханты-Мансийского АО приходится 43,7 % общероссийской добычи нефти. В 2017 г. при увеличении добычи (по сравнению с 2016 г.) ПНГ до уровня 35 млрд. м³ произошло уменьшение объема его сжигания (4,5 млрд. м³). Однако, вследствие неточности официальных оценок из-за недостатков или отсутствия автоматизированных систем измерения и учета ПНГ на факельных установках (ФУ), в задачах мониторинга уровня сжигания ПНГ перспективно применение космоснимков (КС). В рамках решения проблемы оценки риска загрязнения атмосферы и депонирующих сред снега, почвы и растительного покрова при сжигании ПНГ было проведено:

1) Обнаружение ФУ нефтегазового месторождения, расположенного в Ханты-Мансийском АО вблизи г. Сургут, с использованием авторских автоматических алгоритмов обработки КС Landsat 8, включающих метод расщепленного окна прозрачности и логарифмирование излучательной способности земной поверхности.

2) Картирование полигона наиболее высокотемпературных пикселей зоны теплового воздействия с центром расположения факела.

3) Построение зоны рассеивания вредных веществ при сжигании ПНГ на основе КС Landsat 8 и данных нефтегазодобывающего предприятия.

На месторождении при действующей ФУ в ГИС ArcMap был определен максимальный радиус зоны теплового воздействия длиной 260 м, площадь зоны - 0,1 км². Радиус зоны рассеивания загрязняющих веществ равен 1850 м при высоте трубы ФУ – 24,5 м, диаметре устья 0,85 и средней скорости выхода газовой смеси 494,06 м/с. В границах зоны вычислены приземные разовые концентрации загрязняющих веществ: азота диоксида, азота оксида, диоксида серы, сероводорода, бутана, гексана, пентана, метана, этана, бензапирена. Для оценки экологического риска воздействия сжигания ПНГ на окружающую среду следует особо обратить внимание на выбросы оксида углерода и сажи, максимальная разовая которых превышает или равна ПДК. Проведена классификация растительного покрова. На территории месторождения в зоне химического воздействия расположены болота площадью около 8 км² с различными типами растительности. Мохово-лишайниковая растительность способна чутко реагировать даже на самые небольшие загрязнения атмосферы (они гибнут, например, при концентрации сернистого газа 0,1 мг/м³). Выявлено, что низкорослой сосной занято 3,9 км² болота. При больших концентрациях загрязненного воздуха хвоя сосны может погибнуть в несколько часов. Установлено, что лиственные и смешанные породы в зоне химического воздействия занимают площадь 3,4 км². У лиственных пород выбросы загрязнителей вызывают огрубление листьев и ускоренное завершение вегетационного периода; ожоги, отмирание, иногда опадание листьев даже в июле; нарушение процесса фотосинтеза и дыхания; сокращение периода выработки кислорода деревьями; торможение роста. Например, сажа плотно закупоривает устьица листьев и плохо смывается дождями.

DOI: 10.17223/9785946218412/515

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ ПЕРЕРАБОТКИ ОТЛОЖЕНИЙ АСФАЛЬТОСМОЛОПАРАФИНОВЫХ ВЕЩЕСТВ В НЕФТЯНОЙ ОТРАСЛИ

¹Валиев Д.З., ¹Кемалов Р.А., ¹Кемалов А.Ф.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет», Казань, Россия

public.mail@kpfu.ru

Важнейшей экологической проблемой в настоящее время является обращение с отходами, загрязненными нефтью и нефтепродуктами [1]. Рассматривая проблему утилизации нефтешламов, следует отметить, что нефтеотходы являются и ценным вторичным материальным ресурсом [2], потенциальным источником дополнительного сырья, которое можно перерабатывать с извлечением полезных продуктов или использовать в качестве топлива. Использование его в качестве сырья является одним из рациональных способов его утилизации, так как при этом достигается определенный экологический и экономический эффект [3].

По агрегатному состоянию нефтеотходы можно условно подразделить: на жидкие и твердые (рисунок 1).

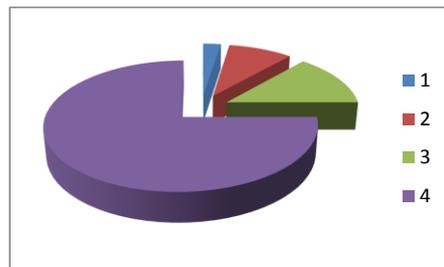


Рисунок 1 – Структура нефтеотходов нефтегазодобывающего предприятия: 1 – отходы ремонта; 2 – отложения АСП-В; 3 – нефтегрунт; 4 – жидкие нефтеотходы

Полная утилизация жидких нефтеотходов, даже на отдельно взятом предприятии, обеспечивает снижение общего количества нефтеотходов более чем на 70 % и возврат товарной нефти в ресурсооборот. Все твердые нефтеотходы, образующиеся на стадиях добычи, подготовки и транспортировки нефти и газа, можно подразделить на три типа: отходы ремонта, отложения асфальтосмолопарафиновых веществ (АСП-В), нефтегрунт. В работе [1] представлен состав нефтеотходов и подробно рассматриваются перспективные направления переработки отложений АСП-В.

Разработка и внедрение ресурсосберегающих технологий переработки отложений АСП-В с получением востребованных продуктов позволит снизить техногенную нагрузку на природные геосистемы и обеспечить более рациональное использование невозобновляемых природных ресурсов путем замены первичного сырья вторичным.

1. Валиев Д.З., Кемалов А.Ф., Кемалов Р.А. Анализ современного состояния проблемы предотвращения образования и утилизации отложений асфальтосмолопарафиновых веществ в нефтяной отрасли // Экспозиция Нефть Газ. – 2019. - №2. С. 103-108.
2. Ягафарова, Г.Г и др. Современные методы переработки нефтешламов. – М.: Химия, 2010. – 190 с.
3. Миллер, В.К. Комплексный подход к решению проблемы асфальтосмолопарафиновых отложений из высокообводненных нефтей (на примере нефтей месторождений Удмуртии): дис.... канд. техн. наук: 02.00.13 / Миллер Вероника Константиновна. – Москва, 2016, – 196 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/516

**ПРЕВРАЩЕНИЕ ПРИРОДНОГО И ПОПУТНОГО НЕФТЯНОГО ГАЗОВ НА
МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЦЕОЛИТНЫХ КАТАЛИЗАТОРАХ**

А. А. Восмерилов, Л. Н. Восмерилова, Я. Е. Барбашин, А. В. Восмерилов

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
antonvosmerikov@gmail.ru*

В настоящее время низшие алканы, содержащиеся в природном и попутном нефтяном газе, не находят квалифицированного применения из-за высокой термодинамической устойчивости их молекул. В то же время они могут являться потенциальным сырьём для получения широкого спектра практически важных полупродуктов и продуктов, начиная от мономеров (олефины) и заканчивая различными моторными топливами (высокооктановые добавки к топливам). Повышение эффективности технологических процессов и создание новых технологий невозможно без разработки и внедрения в практику катализаторов, обладающих высокой активностью и селективностью, что определяет актуальность проведения исследований в этом направлении. Целью данной работы явилось изучение закономерностей превращения компонентов природного и попутного нефтяного газов в ароматические углеводороды на цеолитных катализаторах, модифицированных активными металлическими добавками.

Объектами исследований выступали: алюмосиликат, модифицированный методом пропитки цинком из расчёта его содержания 3,0 % мас. (Zn-AC), и галлийсодержащий цеолит структурного типа MFI ($\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Ga}_2\text{O}_3 = 40$, содержание в реакционной смеси Ga_2O_3 составляло 1,85 % мас., а Al_2O_3 – 3,01 % мас.), полученный гидротермальной кристаллизацией алюмокремнегеля, в котором часть алюминия замещалась на галлий (Ga-AC). В качестве исходного сырья ароматизации использовали пропан-бутановую фракцию (ПБФ) следующего состава (% мас.): пропан – 77,4; изобутан – 5,8; н-бутан – 16,8, и природный газ (ПГ) состава (% мас.): метан – 83,2; этан – 7,9; пропан – 5,0; изобутан – 2,0; н-бутан – 1,9.

Процесс превращения газообразных углеводородов в ароматические соединения изучали на стендовой установке проточного типа при атмосферном давлении, температуре реакции 400-650 °С и объёмной скорости подачи исходного сырья 250 ч⁻¹. Продукты реакции анализировали методом ГЖХ с использованием хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000.2».

Проведенные исследования показали, что состав исходного сырья оказывает существенное влияние на выход ароматических углеводородов. При использовании ПБФ он значительно выше, чем при использовании ПГ. Это объясняется тем, что с увеличением содержания в сырье углеводородов с большим числом атомов углерода в молекуле растёт скорость ароматизации. С повышением температуры процессов превращения ПБФ и ПГ наблюдается увеличение выхода целевого продукта на исследуемых катализаторах.

Анализ полученных данных позволяет заключить, что оба катализатора проявляют высокую активность в процессе ароматизации пропан-бутановой фракции. Селективность образования ароматических углеводородов при 550 °С на образцах Ga-AC и Zn-AC составляет соответственно 46,7 и 37,8 %, при практически полном превращении ПБФ. В составе образующихся жидких продуктов реакции преобладает бензол-толуол-ксилольная фракция (более 70 %), концентрация нафталиновых углеводородов не превышает 25 %.

Для достижения высокой эффективности процесса превращения низших алканов катализаторы должны обладать не только повышенной дегидрирующей и ароматизирующей активностью, но и низкой склонностью к коксообразованию. Проведенные исследования стабильности работы исследуемых катализаторов в процессе ароматизации ПБФ показали, что галлоалюмосиликат характеризуется более высокой стабильностью по сравнению с образцом Zn-AC.

Работа выполнена в рамках проекта № V.46.2.1 Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук.

DOI: 10.17223/9785946218412/517

СРАВНИТЕЛЬНАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ЖИДКИХ ПРОДУКТОВ СВЕРХКРИТИЧЕСКОЙ ФЛЮИДНОЙ ЭКСТРАКЦИИ ГОРЮЧИХ СЛАНЦЕВ ДМИТРИЕВСКОГО И ЧИМ–ЛОПТЮГСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЙ

¹Петров А.В., ²Байшибилова В.Т., ¹Коваленко Е.Ю.

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет», Томск, Россия
kovalenko@ipc.tsc.ru, venera@list.ru

Цель настоящей работы – изучение состава жидких продуктов (пиролизатов - П) термического растворения образцов горючих сланцев (ГС) Дмитриевского (Д) и Чим-Лоптюгского (ЧЛ) месторождений в среде бензола при сверхкритических условиях, считающегося одним из наиболее перспективных способов переработки ГС с получением жидких продуктов, наиболее близких по своему составу и свойствам к нефтяному сырью. Процесс осуществляли на лабораторной полупроточной установке при давлении 10 атм., с отбором экстрактов в интервалах температур до 200, 200–300 и 300–400 °С. Для характеристики П использовали данные определения элементного и компонентного составов, криоскопического измерения молекулярных масс, ИК Фурье-спектроскопии.

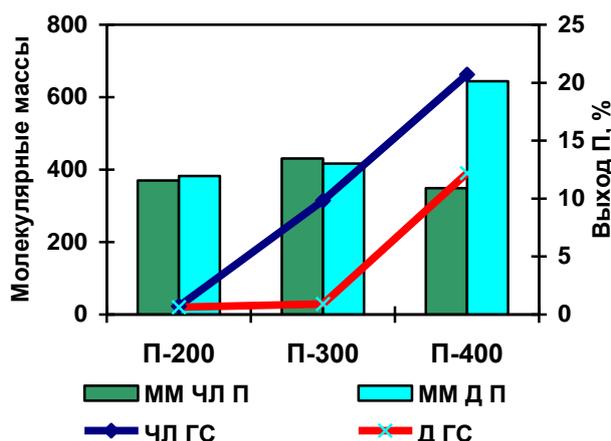


Рисунок 1 - Зависимость выхода пиролизатов от температуры проведения процесса и средние молекулярные массы (ММ) пиролизатов

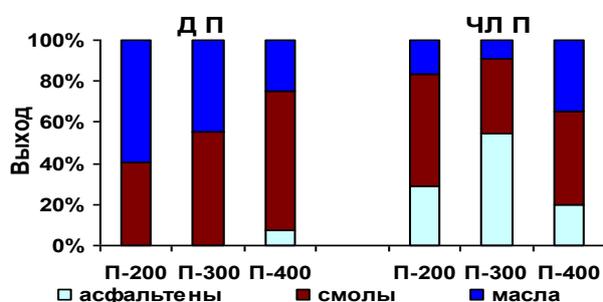


Рисунок 2 - Компонентный состав пиролизатов

При общей тенденции изменения значений отношения $H/C_{ат.}$ в ряду П-200, П-300, П-400, высокотемпературные П дмитриевского ГС менее ароматичны. П этого ГС имеют более высокие значения средних молекулярных масс, в меньшей степени концентрируют в своем составе гетероатомы, содержат больше масляных компонентов.

Как следует из рисунка 1, с ростом температуры проведения процесса в обоих случаях увеличивается выход П, и в сумме он достигает 20,7 и 12,2 % соответственно для ГС ЧЛ и Д месторождений. Характер кривых свидетельствует, что разложение органического вещества дмитриевского ГС происходит при более высоких температурах.

Полученные П различаются значениями средней молекулярной массы (рисунок 1), содержанием смолисто-асфальтеновых компонентов (рисунок 2) и гетероатомов, величиной атомного соотношения H/C (таблица 1).

Таблица 1 – Распределение гетероатомов в пиролизатах

Образец	Содержание, % мас.			$H/C_{ат.}$
	N	S	O	
ЧЛ П-200	0,54	6,69	12,48	1,52
ЧЛ П-300	0,90	11,69	12,39	1,36
ЧЛ П-400	1,31	8,90	9,55	1,33
Д П-200	0,51	0,91	4,18	1,50
Д П-300	0,48	0,94	3,80	1,41
Д П-400	0,48	1,28	9,55	1,47

DOI: 10.17223/9785946218412/518

ПОЛУЧЕНИЕ МЕЗАПОРИСТЫХ ЦЕОЛИТНЫХ НОСИТЕЛЕЙ ДЛЯ КАТАЛИЗАТОРОВ АРОМАТИЗАЦИИ МЕТАНА

¹Жарнов К.Н., ²Степанов А.А., ²Коробицына Л.Л., ^{1,2}Восмерилов А.В.

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский государственный университет», Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
rector@tsu.ru, canc@ipc.tsc.ru

Неокислительная конверсия метана в ароматические углеводороды представляет значительный интерес как эффективный способ утилизации природного и попутного газов. Известно, что эффективными катализаторами ароматизации метана являются высококремнеземные цеолиты, модифицированные молибденом. Одной из важных проблем является быстрая дезактивация катализаторов этого типа в результате интенсивного коксообразования. Наличие вторичной пористости в цеолитной матрице может способствовать диффузии активного компонента (Mo) в поры цеолита и улучшить транспорт синтезированных ароматических соединений на поверхность катализатора, что должно привести к улучшению его активности и стабильности.

Целью настоящей работы явилось исследование активности Mo/ZSM-5 катализаторов, полученных на основе цеолитов с иерархической системой пор. Цеолиты с мезопористой структурой получали методом гидротермального синтеза с использованием в качестве вторичных темплатов высокодисперсных порошков технического углерода марки ПЗ54 (ИППУ СО РАН), а также наноглобулярного углерода, полученного методом импульсного газодетонационного синтеза (Институт гидродинамики им. М.А. Лаврентьева СО РАН). Исследование текстурных характеристик полученных цеолитов показало, что использование углеродных темплатов при синтезе приводит к увеличению объема мезопор от 0,02 до 0,07 см³/г. 4%Mo/ZSM-5 катализаторы получали методом твердофазного синтеза путем смешения микропористых и мезопористых цеолитов с наноразмерным порошком Mo. Полученные смеси прокаливали при 540 °С в течение 4 часов. Процесс превращения метана изучали на установке проточного типа при температуре 750°С, объемной скорости подачи сырья 1000 ч⁻¹ и атмосферном давлении. Результаты исследований активности полученных катализаторов в процессе неокислительной конверсии метана приведены на рис. 1

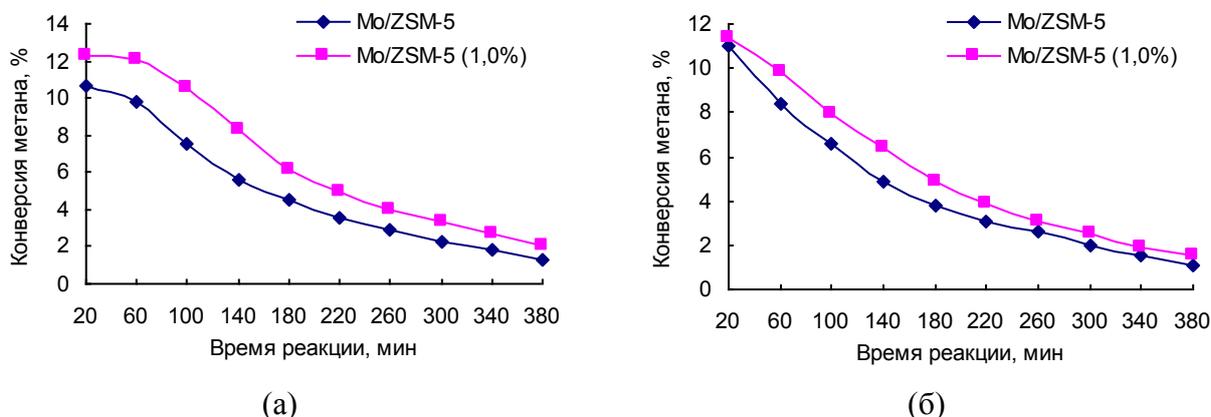


Рисунок 1 – Зависимость конверсии метана от времени реакции на 4%Mo/ZSM-5 катализаторах, полученных на основе цеолитов с техническим (а) и наноглобулярным (б) углеродом

Видно, что добавление углерода при синтезе приводит к образованию мезопористой структуры, что приводит к увеличению активности и стабильности катализаторов. Наибольшую активность проявляет Mo/ZSM-5 катализатор, полученный на основе цеолита с техническим углеродом.

DOI: 10.17223/9785946218412/519

ЭКСТРАКЦИОННАЯ ДЕСУЛЬФУРИЗАЦИЯ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОННЫХ ЖИДКОСТЕЙ

¹Коботаева Н.С., ¹Скороходова Т.С.¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
nat@ipc.tsc.ru

В настоящее время происходит стремительное развитие научных исследований и технологических разработок в области «зеленой химии». Одним из важных направлений «зеленой химии» является замена традиционных летучих органических растворителей.

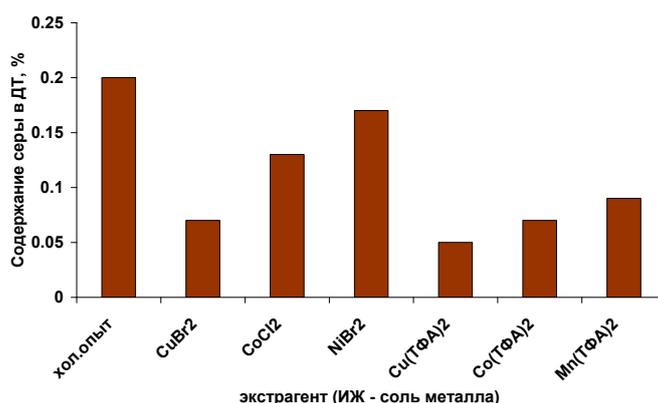
Перспективным представляется использование ионных жидкостей (Иж), так как эти соединения не горючи, термически устойчивы, обладают низким давлением паров и низкой токсичностью, а также могут быть использованы повторно.

Как правило, Иж состоят из объемного, несимметричного органического катиона и слабо координирующего неорганического или органического аниона. Существует огромное количество органических катионов и анионов, которые могут быть соединены с образованием различных Иж, и это одна из наиболее важных особенностей этих соединений. Иж на основе катионов имидазолия ([C_nmim]⁺), пиридиния ([C₄py]⁺), тетраалкиламмония ([N_{6,2,2,2}]⁺) и тетраалкилфосфония ([P_{6,6,6,14}]⁺) являются наиболее распространенными. Из них самые популярные Иж с катионом 1,3-диалкилимидазолия, отличающиеся относительно простым способом синтеза и возможностью широко варьировать физико-химические свойства, изменяя в их составе только анион.

В последние годы Иж активно используются в нефтехимии для экстракционной очистки различных видов моторных топлив от СС соединений [1-2].

В данной работе для исследования ионных жидкостей в качестве экстрагентов сернистых соединений из дизельного топлива были синтезированы ионные жидкости на основе имидазола, созданы экстракционные системы Иж с солями металлов и рассмотрена возможность применения комплексов Иж для удаления СС соединений из дизельного топлива.

Рисунок 1 иллюстрирует зависимость остаточного содержания серы в дизельном топливе от вида экстрагента, используемого в процессе экстракции.



Таким образом, можно сделать вывод, что комплексы ионных жидкостей с солями металлов вполне могут быть пригодны для использования в качестве экстрагентов удаления серы из дизельного топлива.

1. Асланов Л.А., Анисимов А.В. Нефтехимия, 2004, т. 44, № 2, с. 83—88.

2. Extractive desulfurization of fuel oil with metal-based ionic liquids Teng-Jie Ren a, Juan Zhang, Yan-Hui Hua, Jun-Pan Li a, Meng-Shuai Liu b, Di-Shun Zhao Chinese Chemical Letters 26 (2015) 1169–1173.

DOI: 10.17223/9785946218412/520

БИОДЕСТРУКТИВНЫЕ ПРОЦЕССЫ В НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННОЙ ГЛИНИСТОЙ ПОЧВЕ

Стрельникова Е.Б., Сваровская Л.И., Русских И.В., Серебrenникова О.В.
 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
 Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
 seb@ipc.tsc.ru

В лабораторных условиях проведен ряд экспериментов по биодеструкции нефтезагрязненной глинистой почвы (НГП), отобранной в 2018 г. после аварии на магистральном нефтепроводе на территории Томской области, которая произошла в июне 2016 г. Загрязнение почвы составляет 3 г/кг. Концентрация органического вещества в пробах фоновой глинистой почвы не превышает 0.2 г/кг. Для стимуляции окислительной ферментативной активности почвенной микрофлоры применяли торф в концентрации 10 % от веса почвы и 2.5 %-ный раствор композиции, содержащей ПАВ и азотистые компоненты (табл. 1.).

Состав экстрактов органического вещества почвы, до и после 30-суточной деструкции, анализировали методами ГЖХ, хромато-масс-спектрометрии и ИК – спектрометрии. Используя значения оптической плотности полос поглощения в ИК - спектрах при 1730, 1600, 1465 и 1380 см⁻¹, рассчитаны коэффициенты ароматичности (C_{ар}), разветвленности (C_р), окисленности (C_{ок}) и алифатичности (C_{ал}), характеризующие ферментативную активность микрофлоры в процессах деструкции углеводов, загрязняющих почву [1]. Добавление торфа и раствора композиции повышает активность почвенной микрофлоры, особенно в процессах утилизации парафинов, что увеличивает коэффициенты C_{ар}, C_р, C_{ок} и снижает C_{ал}. Стимулирующее действие применяемых субстратов подтверждено при анализе экстрагированных нефтей методом ГЖХ. Полученные данные применяли для расчета коэффициента биодеструкции K_i (табл. 1).

Таблица 1 – Коэффициенты – показатели окислительной активности микроорганизмов

Коэффициенты	Образцы почв				
	НГП (контроль)	НГП +торф	НГП +комп	НГП+ торф+комп	НГП+торф+ комп+травы
$C_{ар} = D_{1600}/D_{1465}$	0.11	0.15	0.16	0.14	0.19
$C_{ал} = (D_{1380} + D_{1465})/D_{1600}$	14.32	10.51	10.26	11.67	8.84
$C_{р} = D_{1380}/D_{1465}$	0.53	0.60	0.65	0.58	0.66
$C_{ок} = D_{1730}/D_{1465}$	0.34	0.88	0.72	0.69	0.89
$K_i = (Pr+Ph)/(C_{17}+C_{18})$	1.61	1.94	2.33	2.18	2.61

В эксперименте с растениями, благодаря значительной деструкции парафиновых структур, понижается коэффициент C_{ал}, максимально увеличиваются C_{ар}, C_{ок} и C_р. Применение фиторемедиации приводит к сукцессионным изменениям почвенного биоценоза, при развитии за счет корневых выделений, что стимулирует численность, разнообразие и активность микроорганизмов. Следовательно, экспериментальное решение по применению стимулирующих субстратов оказывает положительное влияние на процессы деструкции, что может быть использовано при разработке метода рекультивации нефтезагрязненных глинистых почв.

DOI: 10.17223/9785946218412/521

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ НИЗКОЧАСТОТНОГО АКУСТИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА СТАБИЛЬНОСТЬ ВОДОНЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ

Ю.В. Лоскутова, Н.В. Юдина

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
reoloil@ipc.tsc.ru

С помощью метода «Bottle test» изучено влияние продолжительности низкочастотного акустического воздействия и температурного фактора на устойчивость 50 и 60 % мас. водонефтяных эмульсий смолистой парафинистой нефти Игнянетского месторождения, полученных при смешивании нефти и дистиллированной воды в течение 10 минут при комнатной температуре. Стабильные во времени водонефтяные эмульсии подвергались 0,5 - 5 минутной низкочастотной акустической обработке (НАО) на частоте 50 Гц, внешнем напряжении ~100 В. Далее в течение 1 ч эмульсий отстаивались при 20 и 50 °С.

После отстаивания в верхнем слое 50 % мас. эмульсии присутствуют крупные глобулы воды, но выделения свободной водной фазы не происходит (рисунок 1, таблица 1). С увеличением времени воздействия с 0,5 до 5 минут НАО стабильность 50 % мас. эмульсии возрастает, однако, нагревание до 50 °С не приводит к появлению свободной воды.

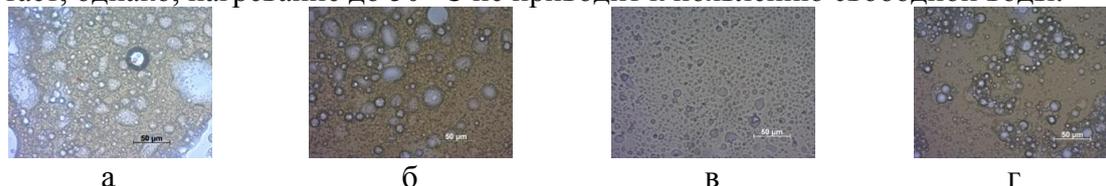


Рисунок 1 – Микрофотографии 50 % мас. эмульсий после НАО и термостатирования при 50 °С: 0,5 мин НАО (а), 1 мин НАО (б), 3 мин НАО (в), 5 мин НАО (г)

Таблица 1 – Размеры капель 50 и 60 % мас. эмульсий до и после НАО (1 ч при 50 °С)

Образец эмульсии	Размеры капель в эмульсиях с содержанием воды, мкм			
	50 % мас.		60 % мас.	
	d_{\min}	d_{\max}	d_{\min}	d_{\max}
без НАО	2,1	67,2	1,7	32,0
0,5 мин НАО	1,8	71,7	2,2	131,6
1 мин НАО	2,1	40,0	3,5	149,6
3 мин НАО	2,2	17,8	2,9	21,0
5 мин НАО	1,9	20,5	1,1	14,3

Минимальные размеры капель d_{\min} эмульсий мало зависят от времени НАО и температуры (от 1,1 до 3,5 мкм), а максимальные размеры d_{\max} в 50 % мас. эмульсиях существенно снижаются с ростом времени воздействия – с 72 мкм при 0,5 мин НАО до 20 мкм при 5 мин НАО.

В верхнем слое 60 % мас. необработанной полев эмульсии после термостатирования при 20 и 50 °С также происходит формирование крупных глобул воды, но полного разрушения эмульсии не наблюдается. Несмотря на отсутствие свободной воды, после нагревания обработанной в течение 0,5 - 3 мин эмульсии наблюдается значительный рост размеров капель воды. Дальнейшее увеличение времени НАО, напротив, стабилизирует эмульсию, что сопровождается резким снижением размеров частиц водной фазы.

Таким образом, низкочастотное акустическое воздействие на эмульсии смолистой парафинистой нефти Игнянетского месторождения при концентрации воды, близкой к критической, приводит к частичному ее разрушению без высвобождения свободной воды. Происходит формирование сложной эмульсии с каплями как минимального (~1 - 2 мкм), так и максимального размера (~130 - 150 мкм), для разрушения которых необходимо предпринимать дополнительные методы подготовки нефти.

DOI: 10.17223/9785946218412/522

ИССЛЕДОВАНИЕ ИНГИБИРУЮЩЕЙ ЗАЩИТЫ МАГНИТНОГО ПОЛЯ

¹Лоскутова Ю.В., ^{1,2}Савельева А.В., ³Калистратов В.А.¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия²Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия³ООО ПКФ «Экси-Кей», Томск, Россия

reoloil@ipc.tsc.ru, anna_savel@mail.ru, axi-key@mail.ru

В последние годы значительно возрос интерес к использованию магнитного поля при деэмульсации нефти, для борьбы с отложением неорганических солей и нефтяного осадка [1, 2]. Это связано с появлением на рынке широкого ассортимента высокоэнергетических магнитов на основе редкоземельных элементов. Целью исследований являлось изучение антикоррозионной активности магнитного поля, создаваемого магнитным активатором марки «МАУТ/ЖВ-100-ВК» (ООО ПКФ «Экси-Кей»), на пластовые воды с различной степенью минерализации.

Магнитную обработку (МО) пластовой воды Столбового (СМ) (о.м. 30.4 г/л и pH 8) и высокоминерализованной Игнялинского ИМ (о.м. 496 г/л и pH 2.7) месторождений проводилась при комнатной температуре в проточном режиме через одну (МО1) или последовательно через две (МО2) металлические трубки ($d_{\text{вн}} = 3.5$ мм, $l = 32$ см), расположенные внутри магнитного устройства, со скоростью 7.5 мл/мин, что соответствует 12 - 15 м/с при пересчете на линейную скорость в трубопроводе. Коррозионную активность МО оценивали гравиметрическим методом на пластинах, изготовленных из трубной стали марок 32Г1, 09Г2С и 70Л при 40 и 70 °С в течение 24 ч (таблица 1).

Таблица 1 – Результаты испытаний ингибиторной защиты магнитного поля

Марка стали	До МО, мм/год	Скорость коррозии					
		МО1 40 °С		МО2 40 °С		МО2 70 °С	
		г/м ² ·ч	мм/год	г/м ² ·ч	мм/год	г/м ² ·ч	мм/год
СМ							
32Г1	0,225	0,002	0,002	0,002	0,002	0,009	0,11
09Г2С	0,325	0,008	0,009	0,47	0,052	0,096	0,107
70Л	0,225	0,004	0,005	0,006	0,007	0,006	0,007
ИМ							
32Г1	0,024	0,012	0,014	0,003	0,003	0,077	0,009
09Г2С	0,235	0,174	0,195	0,043	0,048	1,08	1,21
70Л	0,046	0,020	0,022	0,023	0,026	0,018	0,02

Анализ микроструктуры пластовой воды после МО при разных температурах показал, что МО способствует формированию мелких сферических кристаллитов. (рисунок 1).

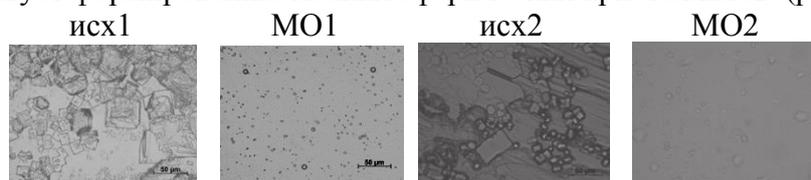


Рисунок 1 – Микроструктура солей пластовой воды СМ (1) и ИМ (2) до и после МО (x400)

Таким образом, МО пластовых вод различной минерализации при 40 °С дает максимальную антикоррозионную защиту на образцах марганцовистой стали марки 32Г1 (до 99 %). Высокие значения ингибиторной защиты при различных условиях эксплуатации (температура, количество циклов МО), наблюдаются после обработки пластовой воды на образцах стали 70Л. Для защиты от коррозионных процессов трубопровода из низколегированной стали марки 09Г2С в высокоминерализованной пластовой воде ИМ устройство МАУТ использовать не рекомендуется.

DOI: 10.17223/9785946218412/523

ИССЛЕДОВАНИЕ УГЛЕВОДОРОДНОГО СОСТАВА ТЯЖЕЛЫХ СМОЛ ПИРОЛИЗА

¹Кемалов Р.А., ¹Кемалов А.Ф., ¹Сайфуллина М.Н.,²Сальманов Р.С., ¹Азизов Д.К., ¹Кемалов М.А.¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет», Казань, Россия²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Казань, Россия
public.mail@kpfu.ru, office@kstu.ru

Тяжелые пиролизные смолы (ТПС) состоят из циклических, полициклических, ароматических, алкилзамещенных ароматических и непредельных углеводородов [1], способные к сильным межмолекулярным взаимодействиям, что ведет к образованию сложных структурных единиц и структурной неоднородности. Подобная система чувствительна к внешним воздействиям. С учетом этих особенностей состава ТПС, представляют интерес исследования перестройки системы, ее динамика при изменении концентрационных и температурных условий. Чтобы выявить эти изменения, мы провели исследования образцов ТПС с применением метода импульсного ЯМР, как метода наиболее чувствительного к изменению молекулярной подвижности.

Исследовались состав и физико-химические свойства тяжелых смол пиролиза бензина, этановых и пропан-бутановых фракций [2]. Предварительно атмосферной перегонкой исходной ТПС были получены образцы с различной глубиной отбора легких фракций и температурой начала кипения. Групповой углеводородный состав образцов определяли методом импульсного ЯМР [3]. В работе определены параметры протонной магнитной спин-спиновой релаксации в интервале температур 20-100°C, которые позволили сделать выводы о молекулярной подвижности и структурных изменениях в полученных образцах ТПС. Измерения времен спин-спиновой релаксации T_{2i} производились с использованием методики Карра-Парселла-Мейбум-Гилла $(90^\circ-\tau-(180^\circ-2\tau))_n$ [4]. Температурные зависимости исходного образца ТПС АО «Нижнекамскнефтехим» свидетельствуют о наличии в образцах НТПС трех фаз «а», «в» и «с», соответствующих трем группам протонов с временами релаксации T_{2a} , $T_{2в}$ и $T_{2с}$, обладающих разной молекулярной подвижностью, в то время, как для образца ТПС ОАО «Казаньоргсинтез» наблюдаются лишь два времени релаксации T_{2a} и $T_{2в}$. При этом, значения $T_{2с}$ НТПС и $T_{2в}$ ОТПС, примерно, совпадают по величине, но отличаются большей подверженностью структурным изменениям в НТПС. Полученные данные позволяют сделать вывод о наличии в НТПС высокоподвижной фазы «а», в которой предоставлена свобода молекулярной перестройки системы НТПС. В ОТПС сигнал высокоподвижных легких углеводородов, составляющих дисперсионную среду, по-видимому, налагается на сигнал от протонов воды, а небольшое значение времен релаксации T_{2a} и $T_{2в}$ свидетельствует о большей структурированности ОТПС. Такое поведение образца ОТПС объясняется высоким содержанием воды – 12%, в то время как в образце НТПС этот показатель регламентирован и составляет не более 0,3-0,5 % мас.

1. Беренц А.Д., Воль-Эпштейн А.Б., Мухина Т.Н., и др. Переработка жидких продуктов пиролиза. – М.: «Химия», 1985. – 213 с.

2. Гимаев Р.Н., Кузеев И.Р., Абызгильдин Ю.М. Нефтяной кокс. – М.: «Химия», 1992. – 80 с.

3. Кашаев Р.С., Тарасов В.Ф., Идиатуллин З.Ш., и др. Малогабаритные автоматизированные релаксометры ЯМР-02РС и Z80. Приборы и техника эксперимента. – 1993. – №1. С.242-243.

4. Meiboom S, Gill D. Review of Scient Instr. 1958; 29: p. 688.

DOI: 10.17223/9785946218412/524

СОЗДАНИЕ АДГЕЗИОННОЙ ДОБАВКИ ДЛЯ СТАБИЛИЗИРУЮЩЕЙ ДОБАВКИ К ШЕБЕНОЧНО-МАСТИЧНОМУ АСФАЛЬТОБЕТОНУ

¹Кемалов Р.А., ¹Кемалов А.Ф., ¹Сайфуллина М.Н.,

²Сальманов Р.С., ¹Азизов Д.К., ¹Кемалов М.А.

¹*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет», Казань, Россия*

²*Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Казань, Россия*
public.mail@kpfu.ru, office@kstu.ru

С учетом все возрастающих транспортных потоков и нагрузки на дорожную одежду, щебеночно-мастичный асфальт является идеальным типом покрытия для автодорог, как в настоящее время, так и в будущем. Концепция, лежащая в основе технологии щебеночно-мастичного асфальтобетона (ЩМА), заключается в прочности каркаса, заполненного вяжущим материалом, дроблеными фракциями и наполнителями [1]. Вяжущие материалы придают покрытию долговечность, стойкость по отношению к дорожным нагрузкам и погодным условиям [2].

Принципиальная разница между ЩМА и обычным асфальтобетоном заключается в том, что допуск на размер щебня в асфальтобетонной смеси намного шире, чем в ЩМА. Обусловлено это наличием большего объема пустот в асфальтобетонной смеси, которые необходимо заполнить более мелкими фракциями. В ЩМА основную структуру составляет крупный щебень, а мелкий служит только для создания "мастики", заполняющей пустое пространство в щебеночном скелете. Тем самым достигается лучший контакт минеральной части и битумного вяжущего.

Однако при укладке дорожного полотна из щебеночно-мастичного асфальтобетона одной из важнейших проблем остается адгезия (прилипание) битумного материала к камню [3]. Решение данной проблемы рассматривалось в рамках создания стабилизирующих добавок к ЩМА. Наиболее актуальным, на наш взгляд, было бы использование не стабилизирующей добавки, требующей предварительного модифицирования битумов, используемых для приготовления ЩМА, а комплексной структурирующей добавки, которая с одной стороны содержала бы полимерный модификатор, с другой – активный стабилизирующий и армирующий компонент.

В результате были разработаны полимерные модификаторы, которые увеличивают адгезионные взаимодействия внутри структуры покрытия. В качестве исходного битума были взяты битум дорожный БНД 60/90 парафино-нафтенного основания.

В разработанном полимерном модификаторе в качестве пластификатора был выбран полимер, обладающий концевыми SH-группами. Предположительно между водородом данной группы и атомом кислорода на поверхности минерального камня образуется водородная связь. Происходит армирование системы. В совокупности с водородными связями и возможным образованием химических связей между серой в битум-полимерной композиции и металлами в камне усиливает адгезионное соединение в щебеночно-мастичном асфальтобетоне.

1. Сюняев З.И. Нефтяные дисперсные системы. – М.: Химия, 1990. – 226 с.

2. Кинлок Э. Адгезия и адгезивы (перевод с англ. А. Б. Зильберман). – М.: Мир, 1991. – 484 с.

3. Кемалов А.Ф., Кемалов Р.А. Научно-практические основы физико-химической механики и статистического анализа дисперсных систем. – Казань: КГТУ, 2008. – 472 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/525

МОДИФИЦИРОВАННЫЕ ВОДОБИТУМНЫЕ ЭМУЛЬСИИ

¹Кемалов Р.А., ¹Кемалов А.Ф., ¹Сайфуллина М.Н.,

²Сальманов Р.С., ¹Азизов Д.К., ¹Кемалов М.А.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет», Казань, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Казань, Россия
public.mail@kpfu.ru, office@kstu.ru

В настоящее время определяющей тенденцией развития дорожной отрасли развитых мировых стран является все более широкое использование битумных эмульсий (БЭ) в качестве новых вяжущих материалов холодного способа применения. Это прежде всего, связано с экономическими, экологическими и рядом технологических преимуществ БЭ перед жидкими битумами.

В России битумные эмульсии являются относительно новым видом вяжущего. В связи с этим в настоящее время в РФ доля БЭ в общей структуре органических вяжущих материалов не превышает 1.5%, в то время как в развитых странах этот показатель достигает 35% [1].

Нами уделено особое внимание выбору модифицирующих добавок к БЭ, в качестве которых на первом этапе использовались синтезированные продукты оксиэтилирования спиртов (ПОС) (традиционно выступающие в роли пленкообразующих веществ в составе изоляционных материалов), вызывающие увеличение степени межмолекулярных взаимодействий (ММВ) из-за высокой реакционной способности присутствующих в их составе оксиэтилированных групп.

В результате проведенных исследований установлено, что при введении синтезированных ПОС в состав битумов марок БНД 60/90 и 90/130, характеризующихся высоким содержанием прямоцепочных высокомолекулярных n-алканов, а именно от 5 % и выше, происходит увеличение упруго-деформационных и малакометрических свойств модифицированных битумов.

Для увеличения адгезионно-прочностных характеристик модифицированных битумов одновременно в присутствии ПОС, использовались синтезированные низкомолекулярные полимеры серии СПД с различным молекулярно-массовым распределением (ММР) – от 300-1200 а.м.е. Обнаружено, что с увеличением ММР вводимого СПД в состав композиционного битумного вяжущего коллоидно-химическая устойчивость против расслоения БЭ уменьшается [2].

Таким образом, в данной исследовательской работе выполнен ряд задач. Во-первых, выполнена основная цель работы - повышение адгезии битумной плёнки с поверхностью минерального материала при помощи введения модификаторов. Во-вторых, получение высоких значений малакометрических свойств, что значительно улучшает качество битума как товарного продукта.

В результате проведенных исследований были получены водобитумные эмульсии, проведена оценка влияния количества битумной и водной фаз на свойства водобитумных эмульсий и битумной плёнки на поверхности каменного материала, осуществлена модификация эмульсий полимерными добавками и синтезированными продуктами ПОС. Установлено влияние введенных добавок на эмульгируемость, устойчивость полученных эмульсий и на закономерности значений индекса распада.

1. Kemalov, A.F. and R.A. Kemalov, 2013. Practical Aspects of Development of Universal Emulsifiers for Aqueous Bituminous Emulsions. World Applied Sciences Journal, 23 (6): 858-862. DOI: 10.5829/idosi.wasj.2013.23.06.13103.

2. Кемалов А.Ф. Интенсификация производства окисленных битумов и модифицированные битумные материалы на их основе. – Дисс. докт. техн. наук. Казань: КГТУ, 2005. – 354 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/526

**ПОЛУЧЕНИЕ МОДИФИЦИРОВАННЫХ БИТУМНЫХ ЭМУЛЬСИЙ
НА ОСНОВЕ НЕИОНОГЕННЫХ ПАВ**

¹Кемалов Р.А., ¹Кемалов А.Ф., ¹Сайфуллина М.Н.,

²Сальманов Р.С., ¹Азизов Д.К., ¹Кемалов М.А., ¹Аюпов Р.Р.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Казанский (Приволжский) федеральный университет», Казань, Россия

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Казанский национальный исследовательский технологический университет», Казань, Россия
public.mail@kpfu.ru, office@kstu.ru

Компонентный состав современных битумных эмульсии (БЭ) включает в себя в % мас. битум (30-80), воду (15-70), эмульгатор (0,15-3), кислоту (0,1-1), растворитель (0,5-3), модификатор (2-10), стабилизатор (0,05-0,5), разжижитель (5-30) [2].

Приготовление БЭ осуществлялось на основе компонентов ПАВ неионогенного характера, в частности этоксилатов натуральных высших жирных спиртов фракций C₁₂-C₁₄, где соотношение углеводородных звеньев по отношению к битуму и оксиэтиленовых звеньев по отношению к водной части наиболее оптимально, продуктов оксиэтилирования спиртов (ПОС) с целью получения стабильной битумной эмульсии, отличающейся значительным сопротивлением истиранию при деформации и дорожного битума марки БНД 60/90 НГДУ «Зюлеевнефть», отличающейся высоким содержанием парафинов (более 4 % мас.). Известно, что структура битума по А.С. Колбановской значительно зависит от содержания парафина. При их содержании более 3% возникает кристаллизационный каркас из них, сообщающий системе жесткость и уменьшается интервал пластичности.

Эмульсии имеют вязкую консистенцию в отличие от эмульсии, содержащей катионоактивный эмульгатор. Было выявлено, что при увеличении содержания этоксилатов натуральных высших жирных спиртов фракций C₁₂-C₁₄ с 1 до 3% мас., происходило увеличение стабильности с увеличением вязкостных характеристик, так же на устойчивость водо-битумных эмульсий повлияло и изменение концентраций ПОС, вводимых в концентрациях от 0,75 до 1,75% мас. К тому же, одной из проблем использования битумной эмульсии является нанесение ее на наклонную поверхность. Для решения данной проблемы рекомендуется повысить вязкость эмульсии путем применения этоксилатов натуральных высших жирных спиртов [2].

В дальнейшем было обнаружено, что с увеличением количества вводимого ПОС происходило значительное улучшение адгезионно-прочностных свойств битумов, т.е. происходило увеличение адгезии до 1, в то время как у исходного образца битума она составляла 4-5 балла. Так же выявлено и улучшение комплекса малакометрических свойства с увеличением вводимого неионогенного ПАВа.

Таким образом, полученные результаты свидетельствует не только о применении правильно выбранных добавок при приготовлении высокодисперсных эмульсий на основе неионогенных ПАВ с повышенной устойчивостью к расслаиванию и коалесценции, но и о высокой механической прочности битумной пленки на поверхности каменного материала, которое необходимо для приготовления качественных дорожных покрытий.

1. Kemalov A.F, Kemalov R.A, Valiev D.Z. Structural dynamic study of roof waterproofing materials // Modern Applied Science. - 2014. - Vol.8. Is.5. - P.115-120.

2. Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф. Использование природных битумов в качестве сырья для получения битумных изоляционных материалов // Нефтяное хозяйство. – 2014. – № 11. С. 140-143.

DOI: 10.17223/9785946218412/527

**ПРИМЕНЕНИЕ СОСТАВОВ КРИОГЕЛЕЙ ДЛЯ УКРЕПЛЕНИЯ ЗАЩИТНОГО
ГЛИНИСТОГО СЛОЯ НА КУРУМНЫХ УЧАСТКАХ МАГИСТРАЛЬНОГО
ГАЗОПРОВОДА «СИЛА СИБИРИ»**

Бурков П.В., Данилов И.Е.

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский
Томский политехнический университет», Томск, Россия
burkovpv@tpu.ru*

Освоение природных ресурсов Дальнего Востока и территорий с вечной мерзлотой является одной из первоочередных государственных задач, решение которой осложняется экстремальными климатическими условиями. Нефтехимическая промышленность играет существенную роль в мировой экономике, оказывая значительное влияние на ключевые отрасли промышленности, строительство и сельское хозяйство. В связи с этим, вопросы проектирования и обустройства нефтегазовых месторождений в северных регионах РФ имеют стратегическую значимость.

В местах строительства линейной части магистрального газопровода на участках с курумными слоями с целью перераспределения силовых воздействий на траншею, возникающих при движении толщи пород проектным институтом разработаны мероприятия, предотвращающие сползание курумов с применением метода устройства защитного слоя из глины. Данный метод препятствует тектоническим сдвигениям, возникающих на поверхности зеркала скольжения при применении глинистых заполнителей.

Устройство защитного слоя из глины имеет ряд недостатков. Есть вероятность, что период весенней распутицы может негативно повлиять на прочностные и сдерживающие характеристики защитного слоя.

Развитие вышеуказанных природных явлений может привести к пространственной деформации траншеи, что в последствии может влиять на напряженно-деформированное состояние магистрального газопровода. Негативным результатом данных процессов может стать нарушение целостности и уменьшение прочности сварных соединений подземного трубопровода.

Мы предлагаем метод, который подразумевает под собой смешивание защитного слоя из глины с полимерных составов в виде строительного геля (криогеля), который будет способствовать образованию прочной опорной системы, связанного со строительным гелем.

Слой грунта, скрепленный криогелеобразующей композицией, защищает слою грунта от смещений друг относительно друга, а также служит гидроизоляцией в ходе сезонных колебаний температур [1-3]. Практическая значимость работы состоит в том, что применение композиционных материалов на основе криогелей позволит решить важные технические задачи, присутствующие на Крайнем Севере. Методы применения композиционных материалов на основе криогелей, способы их получения и использования являются патентоспособными. Криогель является перспективным материалом для использования в криолитозоне с целью повышения устойчивости и прочности подземных технических сооружений, расположенных в арктической климатической зоне.

1. Лозинский В.И. Криотропное гелеобразование растворов поливинилового спирта// Успехи химии.1998. Т.67.№7.-С.530-538;
2. Лозинский В.И. Криогели на основе природных и синтетических полимеров: получение, свойства и области применения / В.И. Лозинский // Успехи химии. – 2002. - №71. – С. 483-487;
3. Манжай В.Н., Фуфаева М.С. Изготовление криогелей на основе поливинилового спирта как способ рациональной утилизации отработанных масел // Химия и технология топлив масел. 2015. №5. С. 14-16;

DOI: 10.17223/9785946218412/528

ВЛИЯНИЕ ПЕРВИЧНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ ТЯЖЕЛОЙ НЕФТИ НА СОСТАВ И МОЛЕКУЛЯРНУЮ СТРУКТУРУ АСФАЛЬТЕНОВ

^{1,2}Корнеев Д.С., ¹Певнева Г.С., ^{1,2}Головко А.К.

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука Сибирского отделения Российской академии наук, Томский филиал, Томск, Россия
KorneevDS@ipgg.sbras.ru

Проблемы переработки тяжелых нефтей, связанные с высоким содержанием асфальтенов и особенностями их химической природы, обуславливают необходимость оптимизации существующих технологий и создания новых подходов к облагораживанию тяжелого углеводородного сырья [1]. На сегодняшний день известно, что уже при температурах 100-200 °С молекулы асфальтенов тяжелых нефтей способны разрушаться посредством разрыва ковалентных связей с образованием значительных количеств газа, масел и смол, а их молекулярная структура существенно меняется [2, 3]. Это обуславливает необходимость исследования превращений асфальтенов в процессах первичной переработки нефти для оптимизации существующих технологий.

Целью работы является исследование изменений состава и молекулярной структуры асфальтенов в процессе атмосферно-вакуумной перегонки тяжелой нефти.

Исследование проводилось на примере асфальтенов, выделенных из тяжелой нефти Усинского месторождения (АН), мазута (АМ) и гудрона (АГ) исходной нефти. Нефтяные остатки получены по ГОСТ 11011-85 с использованием АРН-2. Температура кубового остатка в процессе атмосферно-вакуумной перегонки исходной нефти не превышала 290 °С.

По данным таблицы 3 видно, что в процессе первичной переработки тяжелой нефти фактор ароматичности (f_a) асфальтенов увеличивается на 8,2 % отн., а содержание нафтенового (f_n) и парафинового (f_p) углерода в них снижается на 5,7 и 2,5 % отн. соответственно. Это указывает на значительную деструкцию асфальтеновых молекул в процессе первичной переработки тяжелой нефти.

Таблица 1 – Характеристика молекулярной структуры асфальтенов нефти, мазута и гудрона

Параметр	АН	АМ	АГ
f_a	34,0	41,2	42,2
f_n	59,3	53,8	53,6
f_p	6,7	5,0	4,2

Результаты исследования свидетельствуют о том, что инициирование термодеструкции асфальтенов и их активное разрушение происходит на стадии получения мазута. В процессе получения гудрона степень преобразования молекулярной структуры асфальтенов уже не столь существенна, однако общие тенденции изменения их строения сохраняются.

Полученные данные необходимо учитывать при создании ресурсоэффективных способов переработки тяжелых нефтей и природных битумов.

1. Анчита Х. Переработка тяжелой нефти: реакторы и моделирование процессов. – СПб.: Профессия, 2015. – 588 с.
2. Naghizada N., Prado G.H.C., de Klerk A. Uncatalyzed hydrogen transfer during 100-250 °C conversion of asphaltene // Energy and Fuels. – 2017. – Vol. 31. – No 7. – P. 6800–6811.
3. Korneev D.S., Pevneva G.S., Golovko A.K. Thermal transformations of asphaltene at a temperature of 120 °C // Journal of Siberian Federal University-Chemistry. – 2019. – Vol. 12. – No 1. – P. 101-117.

DOI: 10.17223/9785946218412/529

ПРЕОБРАЗОВАНИЯ МОЛЕКУЛЯРНОЙ СТРУКТУРЫ АСФАЛЬТЕНОВ В ПРОЦЕССЕ ИХ СТУПЕНЧАТОЙ ДЕСТРУКЦИИ ДО 230 °С

¹Чузлов В.А., ^{2,3}Корнеев Д.С., ²Певнева Г.С., ^{2,3}Головко А.К.

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение

Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт нефтегазовой геологии и геофизики им. А.А. Трофимука Сибирского отделения Российской академии наук, Томский филиал, Томск, Россия
KorneevDS@ipgg.sbras.ru

В связи с вовлечением в хозяйственный оборот тяжелого углеводородного сырья, обогащенного асфальтенами, возникает необходимость создания эффективных способов его переработки [1]. Новые подходы к переработке тяжелых нефтей и природных битумов должны базироваться на исследовании свойств, состава и структуры асфальтенов [2], а также закономерностей их превращений в различных условиях [3].

Целью данной работы является оценка изменения молекулярной структуры асфальтенов в процессе их ступенчатой деструкции до 230 °С.

В качестве объектов исследования использовались асфальтены зюзеевской нефти (АЗН), асфальтены усинской нефти (АУН) и асфальтены кармальского битума (АКБ), различающиеся по распределению атомов углерода в различных структурных фрагментах. Термолиз асфальтенов проводился в токе N₂ последовательно при температурах 120 и 230 °С до полного удаления образующихся продуктов из реакционной зоны.

По данным таблицы 1 видно, что в процессе ступенчатой термодеструкции асфальтены склонны к увеличению фактора ароматичности (f_a) и снижению содержания нафтенового (f_n) и парафинового (f_n) углерода. Следует отметить, что уже при 120 °С наблюдается значительное изменение молекулярной структуры асфальтенов, свидетельствующее о протекании деструктивных процессов.

Таблица 1 – Изменение структуры асфальтенов в процессе ступенчатого термолиза

Параметр	АЗН			АКБ			АУН		
	исх	120 °С	230 °С	исх	120 °С	230 °С	исх	120 °С	230 °С
f_a	32,8	41,8	48,2	26,3	40,1	46,9	34,0	38,6	48,4
f_n	58,7	52,3	47,9	57,5	53,0	48,7	59,3	55,2	46,8
f_n	8,5	5,9	3,9	16,2	6,9	4,4	6,7	6,2	4,8

После термической деструкции при 230 °С все исследуемые асфальтены имеют сходное содержание атомов углерода в различных структурных фрагментах. Таким образом, в процессе термолиза асфальтенов до 230 °С «стираются» различия в их молекулярной структуре независимо от строения исходных асфальтенов.

Исследование выполнено при поддержке РФФИ в рамках проекта № 18-33-00478.

1. Анчита Х. Переработка тяжелой нефти: реакторы и моделирование процессов. – СПб.: Профессия, 2015. – 588 с.
2. Ганеева Ю.М., Юсупова Т.Н., Романов Г.В. Асфальтеновые наноагрегаты: структура, фазовые превращения, влияние на свойства нефтяных систем // Успехи химии. – 2011. – Т. 80. – № 10. – С. 1034-1050.
3. Kapadia P.R., Kallos M.S., Gates I.D. A review of pyrolysis, aquathermolysis, and oxidation of Athabasca bitumen // Fuel Processing Technology. – 2015. – V. 131. – P. 270-289.

DOI: 10.17223/9785946218412/530

ВЛИЯНИЕ ВЫБРОСОВ НЕФТЕПЕРЕРАБАТЫВАЮЩЕГО ПРЕДПРИЯТИЯ НА СОСТАВ ОРГАНИЧЕСКИХ КОМПОНЕНТОВ СНЕЖНОГО И ПОЧВЕННОГО ПОКРОВОВ

Русских И.В., Стрельникова Е.Б., Серебренникова О.В., Кадычагов П.Б.
 Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
 Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
 rus@ipc.tsc.ru

Предприятие "Томскнефтепереработка" (ТНП), расположенное в 1.5 км от поселка Семилужки Томской области, в 25 км от Томска и в непосредственной близости от нефтепровода «Транснефть», занимается производством нефтепродуктов. ТНП – современное предприятие, свою первую продукцию выдало в конце 2008 года, продемонстрировав высокий производственный потенциал, который позволил в 2009 году достигнуть перерабатываемой мощности 400 тонн в сутки, предполагается увеличение мощности переработки предприятия до 4 млн. тонн нефти в год [1]. С целью исследования возможного загрязнения окружающей среды продуктами деятельности ТНП были проанализированы пробы снега, отобранные на прилегающей территории. В составе органических соединений, выделенных из талых вод, идентифицированы алканы (Алк) и ароматические углеводороды (АУВ), кислородсодержащие органические соединения, представленные карбоновыми кислотами (КК), альдегидами (Алд) и кетонами (Кет), циклические биомолекулы (ЦБ), включающие токоферолы, стероиды, би-, три- и пентациклические терпеноиды, нефтяные гопаны (НГ), трифенилфосфаты (ТФФ).

Таблица 1 – Состав органических компонентов в снежном покрове территории вокруг ТНП, мкг/дм³

Соединения	200 м на восток	100 м на юг	300 м на запад	Фон, 1,5 км на северо-запад	1,5 км на север, окраина п. Семилужки
АЛК	2,35	2,09	1,4	2,6	3,15
АУВ	0,13	0,11	0,05	0,05	0,1
КК	1,21	1,71	0,86	1,69	2,98
АЛД	0,91	1,74	0,57	1,22	1,22
КЕТ	0,09	0,21	0,07	0,09	0,12
ЦБ	0,25	0,41	0,44	0,29	0,50
НГ	0,02	0,004	0	0,003	0,02
ТФФ	0,08	0,16	0,06	0,05	0,12

Максимальные концентрации Алк, КК, ЦБ, НГ обнаружены в 1,5 км на север от ТНП с подветренной стороны, а Алд, Кет и ТФФ – в 100 м на юге от ТНП. К нефтезагрязняющим компонентам относятся тетра- и пентациклические АУВ, которые являются канцерогенными соединениями и составляют от 31 % (всех АУВ) на окраине п. Семилужки до 76 % в 200 м на востоке от ТНП, а также НГ [2, 3]. Высокая концентрация этих соединений на востоке от ТНП связана с расположением терминала, который осуществляет отгрузку нефтепродуктов, а также с очередями бензовозов.

Подобное распределение загрязнений по точкам отбора проб характерно и для почвы. Количество загрязняющих компонентов в почвенных образцах больше, чем в снеговых.

1. <http://www.ids55.ru/nig/articles/pererabotkauglevodorodov/703-2012-05-02-09-08-41.html> (Дата обращения 14.05.2019)
2. Peters K.E., Walters C.C., Moldowan J.M. The Biomarker Guide: Biomarkers in the Environment and Human History // Cambridge University Press. – 2005. – V. 1. – 492 p.
3. Ильницкий А.П., Королев А.А., Худoley В.В. Канцерогенные вещества в водной среде. – М.: Наука, 1993. – 220 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/531

**СТРАТЕГИЯ ПЕРЕХОДА К ПЕРЕДОВЫМ ЦИФРОВЫМ, ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНЫМ
ПРОИЗВОДСТВЕННЫМ ТЕХНОЛОГИЯМ КАТАЛИТИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ
ПЕРЕРАБОТКИ УГЛЕВОДОРОДНОГО СЫРЬЯ**

¹Ивашкина Е.Н., ¹Иванчина Э.Д.

¹*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский
Томский политехнический университет», Томск, Россия
ivashkinaen@tpu.ru*

Приоритетным направлением фундаментальных исследований в области каталитических процессов является изучение механизма и кинетических закономерностей протекания каталитических реакций в промышленных условиях с привлечением комплекса современных методов исследований, как экспериментальных, так и методов математического моделирования. Интеграция и междисциплинарность являются определяющей тенденцией развития науки и технологий. Основной научно-технической проблемой сегодня является отсутствие теоретических основ создания интеллектуальных систем для оптимизации работы промышленных установок переработки нефти, в основу которых положен механизм и кинетика каталитического превращения углеводородов в процессах глубокой переработки углеводородного сырья, что на сегодняшний день является актуальной, востребованной и междисциплинарной задачей.

В работе показаны основные этапы создания импортозамещающей системы технологического моделирования процессов и аппаратов технологий переработки нефти в моторные топлива и биоразлагаемые поверхностно активные вещества. «Русский Хайсис» будет включать в себя математические модели основных процессов переработки углеводородного сырья, построенные на основе физико-химических закономерностей превращения индивидуальных компонентов, а также учитывающие нестационарность промышленных технологических процессов, вызванную динамическим изменением углеводородного состава перерабатываемого сырья и дезактивацией катализаторов. Внедрение и использование предлагаемой комплексной моделирующей системы на НПЗ позволяет повысить ресурсоэффективность промышленного производства, а также решить проблему запаса по качеству товарной продукции. Методологические основы разработки фундаментальных математических моделей процессов переработки нефтяного сырья созданы для взаимосвязанных технологических процессов – каталитического крекинга, риформинга, алкилирования, изомеризации – важнейших стадий производства компонентов высокооктановых бензинов и дизельного топлива, а также для процессов производства синтетических моющих средств – биоразлагаемых алкилбензосульфонов (ЛАБС) [1–2]. На основе разработанных математических моделей создана интеллектуальная система для управления, оптимизации и прогнозирования работы промышленных установок переработки нефти в высокооктановые бензины, дизельное топливо и ЛАБС.

Таким образом, предложенная стратегия перехода к «Русскому Хайсису» решает научную проблему, соответствующую направлению из Стратегии НТР РФ: Н1 Переход к передовым цифровым, интеллектуальным производственным технологиям, роботизированным системам, новым материалам и способам конструирования, создание систем обработки больших объемов данных, машинного обучения и искусственного интеллекта.

1. Ivanchina, Emiliya, Ivashkina Elena, Dolganova Irena Influence of alkylaromatic hydrocarbons on the efficiency of linear alkylbenzene sulfonic acid synthesis //Chemical Engineering Journal .-2017.-Vol. 329.-P. 250-261 .
2. Ivanchina, Emiliya, Ivashkina Elena, Nazarova Galina Mathematical modelling of catalytic cracking riser reactor // Chemical Engineering Journal .-2017.-Vol. 329.-P. 262-274.

DOI: 10.17223/9785946218412/532

**СИНТЕЗ И ИССЛЕДОВАНИЕ КАТАЛИЗАТОРОВ СЕЛЕКТИВНОГО
ГИДРИРОВАНИЯ ДИЕНОВ В СОСТАВЕ БЕНЗИНА КАТАЛИТИЧЕСКОГО
КРЕКИНГА**

^{1,2}Саломатина А.А., ²Перейма В.Ю., ²Сайко А.В., ²Климов О.В.

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования «Новосибирский государственный
технический университет», Новосибирск, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт катализа им. Г. К.
Борескова Сибирского отделения Российской академии наук, Новосибирск, Россия
sillyann@mail.ru, viz@catalysis.ru

В настоящее время до 40% от общего количества товарных бензинов приходится на долю бензина каталитического крекинга (БКК) [1]. Помимо высокого содержания олефинов, обуславливающих высокое октановое число, БКК характеризуется также наличием в своем составе серы, содержание которой в товарных топливах жестко регламентируется экологическими стандартами. С целью устранения вышеуказанного недостатка БКК подвергают процессу гидроочистки, на первой стадии которого происходит селективное гидрирование диеновых углеводородов (СГД), а на второй – гидрообессеривание. Необходимость первой стадии обусловлена наличием в составе БКК диенов, имеющих склонность к полимеризации и способствующих закоксовыванию основного катализатора гидроочистки, и, как следствие, снижению срока его эксплуатации. Однако в России процесс СГД БКК осуществляется исключительно с использованием импортных катализаторов.

В данной работе предложен метод приготовления никель-молибденовых катализаторов селективного гидрирования диеновых углеводородов в составе бензина каталитического крекинга и проведено изучение влияния их состава на каталитические характеристики.

В ходе данной работы методом пропитки был приготовлен ряд NiMo/Al₂O₃ катализаторов СГД БКК с различным соотношением Ni/Mo. Приготовленные катализаторы были испытаны в процессе СГД в бензиновой фракции каталитического крекинга (диапазон температур кипения 30-210 °С). Содержание диолефинов в сырье и гидрогенизате определялось методом газовой хроматографии и методом определения диенового числа нефтепродуктов с помощью реакции присоединения малеинового ангидрида (метод UOP 326). Компонентный углеводородный состав сырья и гидрогенизата определялся методом ASTM D6730.

На основании полученных данных можно заключить, что среди протестированных образцов с увеличением соотношения Ni/Mo наблюдается увеличение активности в превращении диенов. Наибольшая активность наблюдается при соотношении Ni/Mo, равном 1,5. В то же время увеличение соотношения активных металлов в условиях проведения испытаний практически не влияет на степень гидрирования моноолефинов а, следовательно, и на октановое число получаемого гидрогенизата. Таким образом, при увеличении соотношения Ni/Mo также отмечено увеличение селективности процесса гидрирования диолефинов в БКК.

Использование катализатора с оптимизированным составом в процессе СГД обеспечивает степень удаления диеновых углеводородов более 85% (снижение диенового числа с 4,3 до 0,6), что позволяет получать продукт, удовлетворяющий требованиям к сырью процесса селективного гидрообессеривания БКК.

1. Brunet S. On the hydrodesulfurization of FCC gasoline: a review / S. Brunet, D. Mey, G. Perot, C. Bouchy, F. Diehl // Applied Catalysis A: General. – 2005. – 278. P. 143-172.

DOI: 10.17223/9785946218412/533

**ПРОГНОЗИРОВАНИЕ РАБОТЫ УСТАНОВКИ РИФОРМИНГА НА
ПАВЛОДАРСКОМ НПЗ**

¹Дюсова Р.М., ²Сейтенова Г.Ж., ¹Чузлов В.А., ¹Иванчина Э.Д.

¹Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия

²Павлодарский государственный университет имени С. Торайгырова, Павлодар, Казахстан

riza92@bk.ru, gaini-chemistry@mail.ru

Прогнозирование процессов является одним из важнейших этапов математического моделирования. Современные Pt-Re-катализаторы позволяют получить высокооктановый катализат с ИОЧ 96-98 при селективности 87-90 % мас. Однако неизбежно возникает вопрос об их стабильности в процессе эксплуатации, которая определяется углеводородным составом перерабатываемого сырья, технологическим режимом и конструкционными особенностями реакторного блока. Физико-химическая модель процесса позволят определять оптимальные технологические условия и углеводородный состав перерабатываемого сырья, обеспечивающие повышение эффективности за счет сбалансированности кислотной и металлической активности катализатора, т. е. осуществлять оптимизацию работы промышленного реактора при различных режимах его эксплуатации.

Таблица 1 – Прогноз на модели работы установки Л-35-11/600 при загрузке катализатора RG-682

Перераб. сырьё т.	496224,00	988974,00	1564074,00
Активность	0,93	0,87	0,80
Температура входа	485,00	491,00	498,00
Степень ароматизации	19,83	19,79	19,91
Ароматика, %вес.	59,25	59,21	59,33
Кокс, %вес.	2,50	4,97	7,89
Расход сырья м3/ч		75,00	
Пар/(Нафт+Аром)		1,36	
н-Пар/и-Пар сырьё		0,98	
Кратн. цирк. м3/м3		1333,30	
Степень изомеризации		49,00	
Октановое число о.ч.и.		96,00	
Число крекинга		1,90	

В настоящее время с этой целью в лучшем случае применяются эмпирические модели. Это не соответствует той огромной проблеме, которую создает дезактивация катализаторов на основе драгметаллов. Прогнозирование скорости дезактивации катализатора в зависимости от режимов его эксплуатации возможно только на основе кинетических закономерностей каталитического процесса. Так, срок окупаемости загрузки нового катализатора риформинга бензинов соизмерим с длительностью сырьевого цикла. Если это преумножить на все установки, то это – миллиардные убытки, что делает дезактивацию катализатора главной проблемой ресурсосбережения.

1. Островский Н.М. Кинетика дезактивации катализаторов: математические модели и их применение. Институт катализа им. Г.К. Борескова. – М: Наука. – 2001 – 333 с.

2. Костенко А.В., Кравцов А.В., Иванчина Э.Д., Полубоярцев Д.С. Оценка технологических параметров Pt-катализаторов риформинга методом математического моделирования // Нефтепереработка и нефтехимия. – 2005. – 12. – С. 52–55.

DOI: 10.17223/9785946218412/534

**ВЛИЯНИЕ СМОЛ И АСФАЛЬТЕНОВ НА ДЕПАРАФИНИЗАЦИЮ НЕФТЕЙ
СЖИЖЕННЫМ ГАЗОМ**

Можайская М.В., Певнева Г.С., Сурков В.Г., Головки А.К.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
mozhayskaya@ipc.tsc.ru*

В работе проведена очистка нефти сжиженным углеводородным газом от компонентов образующих АСПО. Определены оптимальные режимы депарафинизации нефти. В качестве объекта исследования взята высокопарафинистая нефть (9,3 % мас.) с содержанием смол 1,7 % и асфальтенов 1,2 % мас. Для выявления оптимального соотношения нефть:сжиженный газ выполнены эксперименты при соотношениях объемов загружаемых в реактор нефти и сжиженного газа от 1:1 до 1:5. Температура процесса во всех экспериментах поддерживалась минус 25 °С. Оптимальным выбрано соотношение 1:3, т.к. при соотношениях 1:1 и 1:2 образуются мелкие кристаллы парафина, трудно отделяемые от жидкой фазы, что затрудняет фильтрование. Увеличение расхода сжиженного газа до 1:5 приводит к незначительному увеличению очищенной нефти и является нецелесообразным.

Влияние температуры на качество очистки сырья изучали в интервале от 0 °С до минус 25 °С и при соотношении нефть:сжиженный газ равном 1:3. При температурах 0 и –5 °С образуется трудно фильтруемая мелкодисперсная взвесь, содержащая большое количество низкомолекулярных УВ (до C₁₆). Оптимальной выбрана температура –25 °С. При этой температуре происходит максимальное осаждение высокомолекулярных УВ состава C₁₇-C₅₇.

Для установления влияния состава нефти на осадкообразования в процессе очистки сжиженным газом были проведены эксперименты на нефтях с различным содержанием смол, асфальтенов и твердых парафинов. В высокопарафинистых нефтях их содержание колеблется от 9,3 до 15,1 %, в парафинистых оно составляет 5,0-6,9 % и малопарафинистая нефть содержит 1,7 % мас.

Для оценки влияния содержания смол и асфальтенов на образование осадка в процессе низкотемпературной очистки нефти были использованы соотношения смолы/парафины и асфальтены/парафины. Наибольшее количество осадка выделяется из высокопарафинистых нефтей. В этих нефтях выход осадка снижается при увеличении соотношения смолы/парафины. Вероятно, смолы, являясь естественными поверхностно-активными веществами, замедляют процесс кристаллизации твердых углеводородов. Влияние количества асфальтенов на выход осадка для высокопарафинистых нефтей не прослеживается.

Парафинистые нефти различаются по количеству образовавшихся осадков в 2,5 раза. В обеих нефтях соотношение смолы/парафины, примерно равное и имеет значения 1.2 -1.3. Но эти нефти различаются по соотношению асфальтены/парафины почти в 2 раза.

Количество осадка, выделившегося из малопарафинистой соболиной нефти незначительно (3,9 % мас.) по сравнению с остальными нефтями. В этой нефти количество смол и асфальтенов, приходящееся на единицу массы парафинов, самые высокие среди изученных нефтей - 2.5 и 0.65 соответственно.

Вещественный состав полученных очищенных нефтей и осадков показал, что в процессе очистки сжиженным газом происходит полная деасфальтенизация. Это обусловлено использованием сжиженной пропан-бутановой смеси, в которой асфальтены не растворимы. Около 50 % смол, содержащихся в исходных нефтях, осаждаются с твердыми углеводородами и асфальтенами.

Таким образом, показано, что помимо твердых парафинов на процесс осадкообразования оказывают влияние присутствующих в нефтях смолы и асфальтены: чем выше в изученных нефтях соотношение смолы/парафины и асфальтены/парафины, тем ниже количество выделившегося осадка. Работа выполнена в рамках государственного задания по проекту № НИОКТР АААА-А17-117030310199-1

DOI: 10.17223/9785946218412/535

**ПРОИЗВОДСТВО КОМПОНЕНТОВ ЗИМНЕГО И АРКТИЧЕСКОГО ДИЗЕЛЬНОГО
ТОПЛИВА В ПРОЦЕССЕ КАТАЛИТИЧЕСКОЙ ДЕПАРАФИНИЗАЦИИ**

Быкова В.В., Белинская Н.С.

*Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский
Томский политехнический университет», Томск, Россия
tpr@tpr.ru*

Введение. Для России в связи с особенностями климатических условий и географического положения возникла необходимость в производстве большего объема зимнего и арктического дизельного топлива с улучшенными характеристиками. Была поставлена цель исследовать процесс производства зимнего и арктического дизельного топлива в процессе каталитической депарафинизации. Теория процесса депарафинизации: Основные реакции процесса гидродепарафинизации включают гидрокрекинг длинноцепочечных молекул *n*-парафинов C_{17} - C_{27} и изомеризацию *n*-парафинов C_5 - C_{16} – эти превращения имеют наибольшее значение. Молекулы *n*-парафинов обладают положительными значениями температуры застывания, что неприемлемо для топлива высокого качества. Продуктами процесса являются низкокипящие *n*-парафины C_{10} - C_{13} , углеводороды изостроения, моноциклические ароматические углеводороды [1].

Исследование влияния температуры на процесс каталитической депарафинизации. Исследование влияния температуры показало, что, увеличивая температуру процесса депарафинизации, содержание *n*-парафинов в продукте уменьшается, т.к. скорость процесса увеличивается и большее количество парафинов подвергаются превращению в реакции гидрокрекинга. Предельная температура фильтруемости также снижается, что обусловлено прямопропорциональной зависимостью между количеством *n*-парафинов и предельной температурой фильтруемости.

Исследование влияния состава сырья на процесс каталитической депарафинизации. С увеличением температуры выкипания в разных фракциях сырья содержание *n*-парафинов снижается. Так как содержание *n*-парафинов в продукте уменьшается, то предельная температура фильтруемости продукта будет снижаться.

Исследование влияния активности катализатора на процесс депарафинизации. С увеличением объема переработанного сырья активность катализатора снижается, т.к. содержание кокса на катализаторе увеличивается.

Оптимизация в зависимости от состава сырья и активности катализатора. При уменьшении активности катализатора увеличивается температура процесса депарафинизации, то есть при меньшей активности катализатора необходимо повысить температуру процесса депарафинизации для получения ДТ с требуемой предельной температурой фильтруемости.

Заключение. В результате изучения процесса производства зимнего и арктического дизельного топлива в процессе каталитической депарафинизации было исследовано влияние технологических параметров на данный процесс. В результате работы были подобраны оптимальные температуры процесса каталитической депарафинизации для получения компонента дизельного топлива с предельной температурой фильтруемости -26 °С согласно ГОСТ 32511-2013.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 18-38-00585 «Исследование физико-химических закономерностей и разработка нестационарной математической модели процесса каталитической депарафинизации средних дистиллятов нефти».

1. Иванчина Э.Д., Белинская Н.С., Францина Е.В., Луценко А.С., Аверьянова Е.В. Влияние кратности циркуляции водородсодержащего газа на активность катализатора депарафинизации // Технологии нефти и газа. – 2018. – № 2 (115). – С. 8-12.

DOI: 10.17223/9785946218412/536

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВЫЖИГА ПОЛИЦИКЛИЧЕСКИХ АРОМАТИЧЕСКИХ
УГЛЕВОДОРОДОВ ПРИ ДИНАМИЧЕСКОЙ ПОДАЧЕ ВОЗДУХА В РЕАКТОРЫ
КАТАЛИТИЧЕСКОГО РИФОРМИНГА БЕНЗИНОВ**

¹Кокшаров А.Г., ²Чузлов В.А., ²Иванчина Э.Д.

¹ООО «КИНЕФ», 187110, Кириши, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский
Томский политехнический университет», Томск, Россия
koksharov_a@kinef.ru, chuva@tpu.ru

Процесс каталитического риформинга для большинства нефтеперерабатывающих производств России – базовый вариант производства высокооктановых компонентов автомобильных бензинов и ароматических углеводородов. На некоторых производствах мощности по риформированию достигают 17 – 24% от мощности первичной переработки, в среднем по России это значение составляет около 11 %.

При этом непрерывно осуществляется поиск способов интенсификации уже действующих производственных установок. Добиться эффективности протекания промышленного процесса возможно как непрерывным мониторингом технологического режима и обеспечением протекания химических реакций в области допустимого коксообразования по всему объему работающего катализатора, так и реконструкцией технологической схемы реакторного блока. Оба эти варианта являются многофакторной задачей, решить которую наиболее эффективно в условиях действующего производства большой единичной мощности возможно практически только с применением метода математического моделирования.

Быстрая и необратимая дезактивация катализаторов риформинга, платформинга, каткрекинга фракций природных углеводородов приводит к существенному росту затрат на покупку и перегрузку дорогих контактов, особенно в случае катализаторов, содержащих благородные металлы (родий, платина, палладий). При этом с созданием и применением математических моделей, разработанных на основе данных, полученных в лабораторных условиях, для интенсификации и прогнозирования нефтехимических процессов предложено использовать данные, полученные на промышленных установках с учётом специфики технологии данного процесса, конструкции реактора, разнообразия используемого сырья.

Реконструкция установок большой единичной мощности в масштабах промышленного производства и перевод их на работу с непрерывной регенерацией катализатора является неэффективным решением, из-за их удельного объема в прибыли предприятия. Таким образом, актуальным является решение научной задачи повышения эффективности процесса каталитического риформинга бензинов в циркуляционном контуре реактор-регенератор, а эффективность режимов работы вспомогательного оборудования (теплообменники, насосы, компрессоры) зависит от взаимного влияния процессов эксплуатации и регенерации на активность, селективность и стабильность Pt-катализаторов. Разработанный программный модуль «Регенерация» позволяет определить структуру и количество кокса на катализаторе.

Скорость подачи воздуха в реакционную зону при выжиге определяется количеством и составом кокса. Впервые показана минимизация энергетических затрат за счет выбора режима компрессорного оборудования в зависимости от объема и углеводородного состава переработанного сырья.

DOI: 10.17223/9785946218412/537

**ВЛИЯНИЕ СООТНОШЕНИЯ КОБАЛЬТА И НИКЕЛЯ В КАТАЛИЗАТОРАХ
ГИДРООЧИСТКИ НА ЭФФЕКТИВНОСТЬ УДАЛЕНИЯ СЕРЫ И АЗОТА**^{1,2}Лущикова А.Е., ²Столярова Е.А., ²Климов О.В., ²Герасимов Е.Ю., ²Ларина Т.В., ²Чесалов Ю.А., ²Носков А.С.¹ *Новосибирский национальный исследовательский
государственный университет, Новосибирск, Россия*² *Федеральный исследовательский центр
«Институт катализа им. Г.К. Борескова СО РАН», Новосибирск, Россия
lae@catalysis.ru*

Гидроочистка является одним из основных процессов нефтепереработки, при котором происходит удаление серо- и азотсодержащих примесей из топлива.

Данная работа направлена на изучение влияния соотношения Co и Ni в триметаллических катализаторах на физико-химические характеристики катализатора и конверсию процессов гидрообессеривания и гидродеазотирования, а также их сравнение с биметаллическими катализаторами.

Носителем являлся γ -Al₂O₃, предварительно приготовленный в виде экструдатов-трилистников диаметром 1,5 мм. На его основе были синтезированы CoNiMoP-катализаторы с различным атомным отношением Co:Ni: 1:0, 3:2, 1:1, 2:3 и 0:1 соответственно.

Удельная поверхность для всех катализаторов близка и в среднем равна 150 м²/г. Также высчитывалась доля эффективного объема пор диаметром 70-130 Å, где согласно литературным данным реакции гидрообессеривания проходят эффективнее всего [1]: для всех образцов она превысила 50%.

Катализаторы в виде фракции 0,5-0,25 мм были предварительно газофазно сульфидированы и испытаны в процессе гидроочистки модельной смеси следующего состава: 2500 ppm серы (дибензотиофен), 200 ppm азота (хинолин), 5 % мас. нафталина в ундекане. Условия проведения испытаний: T=270°C, P= 35 атм., объёмная скорость подачи сырья = 80 ч⁻¹, отношение H₂/сырьё = 500 нм³/м³.

Для определения морфологии частиц активного компонента катализаторов использовались микрофотографии, полученные методом ПЭМВР. Для всех образцов средняя длина частиц составила - 2,3 нм, среднее число слоев в пакете -1,6, среднее число слоев на 100 нм² – 5,5. Методом ПЭМВР влияния соотношения Co и Ni на морфологию не выявлено.

По положению пиков на УФ- и Рамановских спектрах высушенных образцов установлено, что во всех катализаторах Mo находится в гексагональном окружении, Co²⁺ в тетраэдрическом, а Ni²⁺ имеет октаэдрическое окружение, что согласуется с литературными данными [1]. Смещение полос поглощения Co можно связать с взаимным влиянием электронных плотностей Ni и Co друг на друга. Исходя из этого предполагается образование гибридных CoNiMoS-фаз при последующем сульфидировании, подобных приведённым в статье [2].

Хромотографический анализ жидких продуктов показал увеличение конверсии дибензотиофена с увеличением количества Ni в катализаторе, достигая максимального показателя в 35% для CoNi(0:1)MoP/Al₂O₃. Максимальное значение удаления азота в 71% у катализатора CoNi(1:0)MoP/Al₂O₃. Такая разница конверсий серы и азота объясняется конкуренцией процессов гидрообессеривания и гидродеазотирования.

Был проведён расчёт констант скоростей гидрообессеривания дибензотиофена. Также посчитаны значения TOF исходя из результатов ПЭМВР и данных хромотографического анализа. Максимальная константа скорости реакции обессеривания дибензотиофена и максимальное значение TOF принадлежат CoNi(0:1)MoP/Al₂O₃.

1. Lauritsen J.V., Kibsgaard J. et al. Location and coordination of promoter atoms in Co- and Ni-promoted MoS₂-based hydrotreating catalysts // J. Catal. -2007. –V.249 –P.218–231.
2. Badoga S., Ganesan A., Dalai A.K., Chand S./Effect of synthesis technique on the activity of CoNiMo trimetallic catalyst for hydrotreating of heavy gas oil.// Catalysis Today.2017-V. 291. –P. 160-171.

DOI: 10.17223/9785946218412/538

**ИССЛЕДОВАНИЕ УСТОЙЧИВОСТИ К ОСАЖДЕНИЮ АСФАЛЬТЕНОВ
ВЫСОКОПАРАФИНИСТОЙ НЕФТИ**

Петренко Т.В., Герасимова Н.Н.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
canc@ipc.tsc.ru*

Асфальтены оказывают существенное влияние на стабильность нефтяной дисперсной системы (НДС). Их осаждение связано с её составом и содержанием дисперсной фазы и дисперсионной среды. Для повышения коллоидной устойчивости нефти и уменьшения негативных последствий, вызванных выпадением асфальтенов, можно использовать природные ингибиторы осаждения, например, нефтяные смолы. Со смолами связана основная масса нефтяных ГАС. Важное место среди них занимают азотсодержащие основания (АО) и кислородсодержащие кислые соединения (КС), проявляющие поверхностно-активные свойства. Особый интерес представляет исследование процессов структурирования асфальтенов высокопарафинистых нефтей. Для них характерно участие в образовании асфальтосмолопарафиновых отложений, снижающих эффективность использования технологического оборудования при добыче, транспорте и переработке нефти.

Гетероатомные соединения высокопарафинистых нефтей отличаются по составу от аналогичных компонентов малопарафинистых нефтей [1]. Среди них преобладают высокомолекулярные соединения с сильно развитым алкильным замещением, а типичные для малопарафинистых нефтей слабоалкилированные высокомолекулярные соединения присутствуют в подчиненном количестве.

В докладе приводятся результаты изучения устойчивости к осаждению асфальтенов высокопарафинистой нефти в присутствии смол, АО и КС.

Для определения агрегативной устойчивости асфальтенов использовали спектрофотометрический метод, позволяющий фиксировать стадию флокуляции асфальтенов по увеличению оптической плотности в видимой области. Измерения осуществляли на спектрофотометре UVIKON–943 с автоматической записью изменения оптической плотности во времени при длине волны 650 нм.

В работе использовали типичную высокопарафинистую малосмолистую (содержание твердых парафинов – 9,2, смол – 6,5, асфальтенов – 1,2 % мас.) нефть. Смолы получали из деасфальтенизированной нефти с помощью метода жидкостно-адсорбционной хроматографии (ЖАХ) на оксиде кремния, после предварительного элюирования компонентов масел. АО извлекали из деасфальтенизированной нефти с привлечением методов осаждения газообразным хлористым водородом, и ЖАХ на оксиде кремния, импрегнированном соляной кислотой; КС выделяли с применением метода ЖАХ на оксиде кремния, импрегнированном щелочью.

На основании результатов исследования устойчивости к осаждению асфальтенов из высокопарафинистой нефти установлено: высокомолекулярные АО с сильно развитым алкильным замещением способствуют выпадению асфальтенов; смолы и КС являются ингибиторами процесса осаждения асфальтенов; ингибирующая способность смол снижается в присутствии избытка АО с сильно развитым алкильным замещением.

1. Аюрова А.М., Герасимова Н.Н. Азотистые основания и кислые соединения в высокопарафинистых нефтях // Труды XX Международного симпозиума имени академика М.А. Усова студентов и молодых ученых, посвященного 120-летию со дня основания Томского политехнического университета: «Проблемы геологии и освоения недр» – Томск, 04–08 апреля 2016 г. – Томск: Изд-во ТПУ, 2016, Т. II. – С.456–458.

DOI: 10.17223/9785946218412/539

ФРАКЦИОННЫЙ СОСТАВ СЛОЖНЫХ СТРУКТУРНЫХ ЕДИНИЦ НЕФТЕЙ ПРИ ГИДРОТЕРМАЛЬНО-КАТАЛИТИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

Салих С.И.Ш., Мухаматдинов И.И.

*Казанский (Приволжский) федеральный университет
iimuhamatdinov@gmail.com*

Исследованы асфальтены, выделенные из нефти Ашальчинского месторождения и продуктов каталитического акватермолиза в присутствии катализатора и донора водорода методом ступенчатой экстракции. Получены 6 фракций асфальтенов (А1–А5 и карбено-карбоиды). В процессе каталитического акватермолиза наблюдается повышение содержания легких фракций (насыщенные углеводороды) в результате интенсификации деструктивного гидрирования, преимущественно по наименее прочным –С–S–С– связям в молекулах смол и асфальтенов. По результатам исследований обнаружено явление перераспределения между фракциями асфальтенов, экстрагируемыми растворителями различного состава и растворяющей силы, а так же снижение средней молекулярной массы асфальтенов под действием катализатора для каждой из фракций.

В мировой структуре углеводородных ресурсов постоянно увеличивается доля трудноизвлекаемых запасов, к которым в частности относятся высоковязкие нефти (ВВН) и природные битумы (ПБ). Запасы последних в несколько раз превышают запасы легких и маловязких нефтей и являются важнейшей частью сырьевой базы нефтяной отрасли как в России, так и в ряде других нефтедобывающих стран мира. Поэтому разработке залежей таких неконвенциональных ресурсов уделяется все большее внимание. Добыча сырья осложняется большим числом проблем, связанных с высоким содержанием в нем высокомолекулярных углеводородных и гетеросодержащих соединений, такие как асфальтены. Содержание асфальтенов в нефти могут значительно влиять на свойства нефти, что затрудняет процесс добычи, переработки и транспортировки.

Образцы нефти (5-10 г) после предварительной обработки горячим изооктаном (200 мл) на бумажном фильтре, помещенном в экстрактор аппарата Сокслета, последовательно обрабатывали смесями изопропилового спирта и бензола, содержащими 20, 40, 60, 80 % последнего, и чистым бензолом. Данные растворители характеризуются близкими температурами кипения (изопропиловый спирт – 82 °С, бензол – 80 °С) и постепенным увеличением растворяющей силы, причем в отличие от бензола изопропиловый спирт совершенно не растворяет асфальтены. Результаты параллельных разделений одной и той же нефти воспроизводились с относительной ошибкой 10-15 %, т.е. вполне удовлетворительны [1,2].

По результатам ЯМР-спектров, в первую очередь, уменьшается средняя длина цепи (MCL) при каталитическом воздействии в 15 раз у А1, принятой за сольватную оболочку и почти в 13 раз у А2. Происходит разрыв связей С-О и С-S в боковых связях ароматических и алициклических углеводородов, увеличивается содержание (в %) первичного (C_p) и суммы вторичного и четвертичного (C_{sq}) углерода и уменьшается содержание третичного (C_t) и ароматического углерода (C_{ar}).

В работе обнаружено явление перераспределения между фракциями асфальтенов, экстрагируемыми растворителями различного состава и растворяющей силы и снижение средней молекулярной массы асфальтенов для каждой из фракций.

1. Салих И.Ш.С., Мухаматдинов И.И., Гарифуллина Э.И., Вахин А.В. Изучение фракционного состава асфальтенов тяжелого углеводородного сырья // Химия и технология топлив и масел. - 2018. - №1. - С. 29-32.
2. Salih I.Sh.S., Mukhamatdinov I.I., Vakhin A.V., Garifullina E.I. Fractional composition of heavy oil as-phaltenes of Volga-Ural petroleum province // 17th International Multidisciplinary Scientific GeoConference- SGEM 2017. - V. 17. - Is. 15. - PP. 485-492.

DOI: 10.17223/9785946218412/540

КРЕКИНГ ТЯЖЕЛОЙ НЕФТИ В ПРИСУТСТВИИ WC/Ni-Cr

Свириденко Н.Н., Головки А.К.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
dark_elf26@mail.ru

Республика Татарстан располагает существенными запасами тяжелых высоковязких нефтей и природных битумов, в том числе, и в районах добычи нефти. Однако несмотря на то, что в распределенном фонде недр Татарстана числятся крупные месторождения высоковязких нефтей, их промышленное освоение идет медленными темпами, а месторождения природных битумов находятся в стадии исследования. Основной причиной этого является – низкая рентабельность их освоения, что обусловлено особенностями их состава и свойств [1].

Тяжелые нефти и природные битумы характеризуются высоким содержанием ароматических углеводородов, смолисто-асфальтеновых веществ, высокой концентрацией металлов и сернистых соединений, высокими значениями плотности и вязкости, повышенной коксуемостью, что приводит к высокой себестоимости добычи, практически невозможной транспортировке по существующим нефтепроводам и нерентабельной, по классическим схемам, нефтепереработке. Снижение эксплуатационных затрат и повышение конкурентоспособности их добычи и переработки может быть достигнуто только за счет применения эффективных технологий, принципиально нового оборудования, мер экономического стимулирования [2]. Цель данной работы – изучить трансформацию смол и асфальтенов тяжелой нефти после проведения каталитического крекинга.

В качестве объекта исследования была выбрана нефть Зюзеевского месторождения. Данный объект является высокосернистым (содержание серы 4,53 %), с высоким содержанием смолисто-асфальтеновых компонентов (31,8 % мас.), атомное отношение Н/С составляет – 1,69. Так же в данном объекте содержится небольшое количество светлых фракций, выкипающих в интервале нк-200 °С и 200-360 °С – 13,5 и 17,3 % соответственно.

В таблице 1 показан состав продуктов крекинга и каткрекинга (0,15 % мас. добавки). Видно, что добавка WC/NiCr способствует более глубокой деструкции высокомолекулярных компонентов нефти, за счет чего выход фракций, выкипающих до 360 °С увеличился на 39,8 % по сравнению с исходной нефтью и на 19,0 % мас. по сравнению с термкрекингом.

Таблица 1. Фракционный и вещественный состав продуктов термо- и каткрекинга нефти, при продолжительности 80 минут и температуре 450 °С

Объект	Содержание, % мас.							
	Жидкость			Газ	«Кокс»	Фракционный		
	Масла	Смолы	Асфальтены			нк-200 °С	200-360 °С	>360 °С
Исх. нефть	68,2	22,5	9,3	0,0	0,0	13,5	17,3	69,2
Крекинг	76,7	10,3	4,6	5,0	3,4	23,0	28,6	40,0
Кат.крекинг	76,5	8,1	3,2	6,9	5,3	34,9	35,7	17,2

Работа выполнена в рамках государственного задания № АААА-А17-117030310199-1

1. Каюкова Г.П. Свойства тяжелых нефтей и битумов пермских отложений Татарстана в природных и техногенных процессах / Петров С.М., Успенский Б.В. – М.: ГЕОС, 2015. – 343 с.
2. Грачёв И.Д. Высоковязкие нефти и природные битумы: проблемы и повышение эффективности разведки и разработки месторождений [Электронный ресурс] // Экологический вестник России: научно-практический журнал. 2013.

DOI: 10.17223/9785946218412/541

ВЛИЯНИЕ УСЛОВИЙ КРЕКИНГА НА ПРЕВРАЩЕНИЯ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ КОМПОНЕНТОВ ВЫКУУМНОГО ОСТАТКА

Свириденко Н.Н., Акимов А.С., Головко А.К.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
dark_elf26@mail.ru*

По мере истощения запасов легких и средних нефтей важным сырьевым источником для удовлетворения растущих потребностей в топливе становятся тяжелые высоковязкие нефти и природные битумы. Мировые ресурсы тяжелых нефтей и природных битумов значительно превышают запасы легких и оцениваются более чем в 810 млрд. т [1]. Большими запасами природных битумов располагают Канада и Венесуэла, значительные запасы также имеют Мексика, США, Россия, Кувейт и Китай. По разным оценкам на территории Российской Федерации сосредоточено от 30 до 75 млрд. т тяжелой нефти и природных битумов [1]. Выработка месторождений легких и средних нефтей делает неизбежным все большее вовлечение в переработку тяжелого нефтяного сырья [2]. Не менее актуальной проблемой в области нефтепереработки является повышение глубины переработки нефти за счет повышения эффективности процессов переработки вторичного нефтяного сырья (мазут, гудрон, крекинг-остатки и т. д.) [2]. Цель данной работы заключалась в изучении трансформации компонентов гудрона в зависимости от условий термического процесса.

В качестве объекта исследования была гудрон, выделенный из нефти Зюзеевского месторождения. Данный гудрон является высокосернистым ($S=6,43\%$), с высоким содержанием смолисто-асфальтеновых компонентов ($68,3\%$ мас.). Коксуемость по Конрадсону составила $24,15\%$. Крекинг проводили при $500\text{ }^\circ\text{C}$ и продолжительности от 5 до 45 минут. В качестве каталитической добавки использовалась WC/NiCr и её количество составило $0,1\%$ мас. Оптимальной продолжительностью, при которой наблюдается высокая деструкция и выход светлых фракций при невысоких выходах побочных продуктов, является 15 минут.

В таблице 1 показан состав продуктов крекинга и каткрекинга гудрона. Видно, что добавка WC/NiCr способствует замедлению образования газообразных продуктов и асфальтенов. За счет этого в составе жидких продуктов при каталитическом крекинге образуется $49,5\%$ мас. фракций, выкипающих до $360\text{ }^\circ\text{C}$, что на $8,4\%$ мас. больше, чем при термкрекинге.

Таблица 1. Фракционный и вещественный состав продуктов термо- и каткрекинга гудрона, при продолжительности 15 минут и температуре $500\text{ }^\circ\text{C}$

Объект	Содержание, % мас.							
	Жидкость			Газ	«Кокс»	Фракционный		
	Масла	Смолы	Асфальтены			нк- $200\text{ }^\circ\text{C}$	$200\text{--}360\text{ }^\circ\text{C}$	$>360\text{ }^\circ\text{C}$
Исх. нефть	41,7	37,8	20,5	0,0	0,0	0,0	0,0	100,0
Крекинг	56,5	9,6	4,3	12,9	16,7	16,3	24,8	29,3
Кат.крекинг	60,3	9,3	3,8	9,6	16,7	19,8	29,7	24,0

Работа выполнена в рамках государственного задания № АААА-А17-117030310199-1

1. Муслимов Р.Х., Романов Г.В., Каюкова Г.П., Юсупова Т.Н., Петров С.М. Перспективы тяжелых нефтей // ЭКО. – 2012. – № 1. – С. 35–40.
2. Капустин В.М., Чернышева Е.А. Современное состояние и перспективы развития процессов переработки тяжелых нефтяных фракций и остатков // Мир нефтепродуктов. Вестник нефтяных компаний. – 2009. – № 9–10. – С. 20–24. 2.

DOI: 10.17223/9785946218412/542

СОСТАВ ПРОДУКТОВ КРЕКИНГА ОКИСЛЕННЫХ СЕРОСОДЕРЖАЩИХ КОМПОНЕНТОВ ВАКУУМНОГО ГАЗОЙЛЯ

Иовик Ю.А., Кривцов Е.Б., Головкин А.К.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия

jiosephe@gmail.com

Окислительное обессеривание нефтепродуктов основано на модифицировании функциональных групп сернистых соединений. Данный метод характеризуется простотой разделения образующихся полярных производных (сульфонов и сульфоксидов) и углеводородов, в смеси с которыми они находятся [1]. При окислении атома серы C-S связь становится менее прочной и легче поддается деструкции при температурной обработке [2].

В качестве объекта исследования выбран высокосернистый вакуумный газойль (ВГ) Новокуйбышевского НПЗ (содержание серы 2,04 % мас.). Окисление вакуумного газойля проводили смесью пероксида водорода и муравьиной кислоты (продолжительность окисления 90 мин, мольное отношение $H_2O_2:HCOOH = 3:4$, $S_0:H_2O_2 = 1:5$). Водную фазу удаляли декантацией, далее полученные образцы подвергали хроматографическому разделению [3]. Неполярные компоненты (НП) смывались с силикагеля гексаном, концентрат окисленных ароматических и серосодержащих соединений – спирт-бензольной смесью. Крекинг вакуумного газойля и продуктов окисления проводили в среде воздуха при температуре 500 °С, с различной продолжительностью процесса.

Установлено, что раздельная термообработка неполярных (НП) и полярных компонентов (ПП) приводит к получению более качественных, чем при крекинге окисленного вакуумного газойля (ОВГ), продуктов: удается увеличить выход фракций, выкипающих до 200 °С и фракции 200-360 °С на 16 и 30 % отн. соответственно при значительно меньшем газообразовании (таблица 1). Степень удаления серы при этом также выше, чем при крекинге неразделенного окисленного вакуумного газойля (ОВГ) – на 13 % отн. Стоит отметить, что данный результат достигается при вдвое меньшей продолжительности термообработки.

Таблица 1 – Состав продуктов крекинга окисленного вакуумного газойля

Образец	Содержание, % мас.							
	Газ	Жидк / S_0	Кокс	Масла	Смолы	Асф.	Н.К. –200	200 – 360
ВГ	–	100,0 / 2,04	–	91,3	8,6	0,1	отс.	18,51
500 °С, 60 мин								
ОВГ	18,4	79,3 / 0,62	2,3	70,1	7,9	1,3	24,4	29,1
500 °С, 30 мин								
НП	5,6	94,3 / 0,28	0,1	92,3	1,9	0,1	33,7	43,3
ПП	20,5	62,6 / 1,76	16,9	45,7	13,2	3,7	12,5	22,0
Σ с учетом выхода компонента	9,4	86,2 / 0,55	4,4	80,3	4,8	1,0	28,3	37,8

1. Toward near zero-sulfur liquid fuels: a perspective review / В. Pawelec, R.M. Navarro, J.M. Campos-Martin, J.L.G. Fierro // Catalysis Science & Technology. – 2011. – №1. – P. 23–42.
2. Javadli, R. Desulfurization of heavy oil / R. Javadli, A. de Klerk // AppliedPetrochemical Research. – 2012. – Vol. 1. – № 1-4. – P. 3-19.
3. Иовик Ю.А. Особенности окислительного обессеривания вакуумного газойля / Ю.А. Иовик, Е.Б. Кривцов, А.К. Головкин // Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов – 2018. – Т. 329. – № 11. – С. 78-79.

DOI: 10.17223/9785946218412/543

ВЛИЯНИЕ ЖИДКОГО *n*-АЛКАНА НА УДАЛЕНИЕ СЕРОВОДОРОДА ИЗ МЕТАНА В БАРЬЕРНОМ РАЗРЯДЕ

Кудряшов С.В., Рябов А.Ю., Очердько А.Н.

*¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
ks@ipc.tsc.ru*

Непрекращающийся рост мирового потребления углеводородных ресурсов, в частности, природных, попутных нефтяных газов, а также биогаза [1], обосновывает поиск новых эффективных методов удаления содержащегося в них сероводорода. В современной промышленности для решения этой задачи преимущественно используются абсорбционные методы и процесс Клауса [2]. При этом необходимость предварительного выделения сероводорода снижает общую эффективность процессов и ограничивает поиск новых способов подготовки углеводородных газов. Это объясняет значительно возросший в последнее десятилетие интерес исследователей к плазмохимическим методам конверсии сероводорода [3], которые позволяют удалять его без применения катализаторов и химических реагентов, в одну стадию при атмосферном давлении и комнатной температуре.

В работе [4] авторами показана принципиальная возможность эффективного удаления сероводорода из метана с образованием высокомолекулярных сераорганических соединений под действием барьерного разряда (БР). Анализ возможного механизма процесса показал, что образование полисульфидных органических соединений происходит на поверхности электродов реактора, а газофазные реакции преимущественно завершаются на стадии образования алкилсульфидов и элементной серы S₂. Ингибирование химических процессов на поверхности электродов реактора позволит управлять направлением реакции и составом конечных продуктов. Ранее авторами было показано [5], что добавка жидких углеводородов в поток углеводородных газов предотвращает протекание химических реакций на поверхности электродов реактора в процессе их превращения в БР.

В настоящей работе исследован процесс удаления сероводорода из метана с добавками жидких *n*-алканов C₆-C₈ в плазме барьерного разряда.

Установлено, что образованию высокомолекулярных полисульфидных соединений способствует недостаток жидкого углеводорода в исходной смеси, тиолы и алкилсульфиды формируются в избытке жидкого углеводорода. На основании предполагаемого механизма превращений предложен способ управления процессом.

Работа выполнена по программе фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, проект V.44.3.1.

1. BP Statistical Review of World Energy. – 2018. URL: <https://www.bp.com/en/global/corporate/energy-economics/statistical-review-of-world-energy/downloads.html> (дата обращения 02.04.2019)
2. Yildirim Ö., Kiss A.A., Hüser N., Leßmann K., Kenig E.Y. Reactive absorption in chemical process industry: A review on current activities // Chemical engineering journal. – 2012. – V. 213. – P. 371–391
3. Fridman A. Plasma Chemistry. New York: Cambridge University Press, 2008. – 978 p.
4. Кудряшов С.В., Очердько А.Н., Рябов А.Ю., Кривцова К.Б., Щеголева Г.С. Очистка метана от сероводорода в барьерном разряде // Химия высоких энергий. – 2014. – Т. 48. – № 6. – С. 491-495.
5. Kudryashov S.V., Ochered'ko A.N., Ryabov A.Yu., Shchyogoleva G.S. Oxidation of propylene with oxygen and air in a barrier discharge in the presence of octane // Plasma chemistry and plasma processing. – 2011. – V. 31. – P. 649–661.

DOI: 10.17223/9785946218412/544

**ВЛИЯНИЕ СОСТАВА РЕАКЦИОННОЙ СМЕСИ НА НЕОКИСЛИТЕЛЬНУЮ
КОНВЕРСИЮ МЕТАНА В ПРИСУТСТВИИ ВОДЫ В БАРЬЕРНОМ РАЗРЯДЕ**

Кудряшов С.В., Рябов А.Ю., Очеретько А.Н.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия*

ks@ipc.tsc.ru

В последние годы в связи с ростом дефицита легкодоступных нефтяных ресурсов значительно возрос интерес к использованию метана – основного компонента природного газа – не только как топлива, но и в качестве сырья для нефтехимических процессов. Однако до сих пор актуальной задачей разработки эффективной технологии конверсии метана в ценные нефтехимические продукты остаётся преодоление его высокой химической стабильности. Применение низкотемпературной плазмы электрических разрядов, в частности барьерного, для активации химических превращений метана позволяет решить указанную проблему.

Неоокислительная конверсия метана, осуществляемая в барьерном разряде (БР) в присутствии воды, ранее предложенная авторами настоящей статьи [1], позволяет получать наряду с водородом газообразные углеводороды и жидкие алканы C_5-C_{10} преимущественно изомерного строения. Пары воды в разрядной зоне реактора подавляют нежелательное образование полимерных отложений на поверхности электродов реактора, способствуя эффективному выводу продуктов из разрядной зоны реактора. Результаты такой обработки метана в плазме БР [1, 2] значительно отличаются от результатов по обработке в низкотемпературной плазме различных разрядов только газообразных углеводородов без добавок [3, 4].

В данной работе изучено влияние состава исходной реакционной смеси на неоокислительную конверсию метана с добавкой воды в БР.

Установлено, что повышение объёмного расхода воды с 1,3 до 6 см³/ч не оказывает заметного влияния на конверсию метана, а также на содержание водорода и этана в газообразных продуктах реакции. Наблюдается рост содержания пропана и бутанов, а суммарное содержание этилена и пропилена в продуктах снижается. Увеличение объёмного расхода метана с 5 до 60 см³/мин приводит к снижению конверсии метана с 29,3 до 6,2 об. % и энергозатрат на его превращение с 88,3 до 34,7 эВ/молекула, а также сопровождается снижением скорости образования газообразных алканов и олефинов.

Экспериментальные данные подтверждают полученные ранее с использованием математической модели предположения о механизме и кинетике процесса неоокислительной конверсии метана в БР.

Работа выполнена по программе фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013-2020 годы, проект V.44.3.1.

1. Kudryashov S.V., Ryabov A.Y., Ochered'ko A.N. Conversion of hydrocarbon gases in dielectric barrier discharge in the presence of water // High energy chemistry. – 2017. – V. 51. – No 2. – P.128–131.
2. Kudryashov S.V., Ryabov A.Y., Ochered'ko A.N. Simulation of the kinetics of methane conversion in the presence of water in a barrier discharge // High energy chemistry. – 2018. – V. 52. – No 2. – P.167–170.
3. Scapinello M., Delikonstantis E., Stefanidis G.D. Direct methane-to-ethylene conversion in a nanosecond pulsed discharge // Fuel. – 2018. – V. 222. – P.705–710.
4. SriBala G., Michiels D., Leys Ch., Geem K.M.V., Marin G.B., Nikiforov A. Methane reforming to valuable products by an atmospheric pressure direct current discharge // Journal of cleaner production. – 2019. – V. 209. – P.655–664.

DOI: 10.17223/9785946218412/545

**ВЛИЯНИЕ ТВЕРДОФАЗНЫХ ДОБАВОК НА ПРЕВРАЩЕНИЯ АСФАЛЬТЕНОВ
ГУДРОНА В УСЛОВИЯХ МЕХАНОХИМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ**

Сурков В.Г., Можайская М.В., Певнева Г.С., Головки А.К.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
sanc@ipc.tsc.ru*

Изучено влияние твердофазных добавок на превращения асфальтенов гудрона при механохимическом воздействии (МО).

МО выделенных из гудрона асфальтенов проводили на установке АГО-2М в среде аргона при 80 °С в течение 30 минут. В качестве твердофазной добавки использовали кварц с размером частиц 3-5 мм и оксид алюминия (γ фаза) с размером частиц 70-100 мкм. Соотношение асфальтены : твердая фаза составляло 1 : 15. Вещественный состав МО образцов определяли общеизвестными методами. Асфальтены, выделенные из исходного гудрона и продуктов механообработки, подвергали структурно-групповому анализу (СГА) по методике ИХН СО РАН.

В процессе МО асфальтенов без твердофазных добавок газообразные продукты не образуются, а продукты МО полностью растворимы в хлороформе. В присутствии твердой фазы – кварца и оксида алюминия - значительная часть механообработанных асфальтенов уплотняется, образуя нерастворимые в хлороформе карбены и карбоиды (\square 58 % мас.). Кроме того МО асфальтенов с добавками приводит к образованию газообразных углеводородов (УВ) и водорода, что является свидетельством деструкции асфальтенов. В присутствии Al_2O_3 интенсивность процесса газообразования выше, чем в присутствии кварца, что очевидно связано с более высокой сорбционной способностью Al_2O_3 .

Растворимые в хлороформе продукты МО асфальтенов содержат 96,1 % мас. асфальтенов, 2,6 % мас. смол и 1,3 % мас. масел, что свидетельствует о частичной деструкции асфальтенов при МО. В растворимых продуктах МО асфальтенов в присутствии кварца снижается содержание асфальтенов (81,8 % мас.) и существенно увеличивается количество смол (15,8 % мас.) по сравнению с МО без добавок. Добавка Al_2O_3 при МО асфальтенов способствует более глубокому протеканию реакций деструкции, о чем свидетельствует снижение на 35 % количества асфальтенов и увеличение содержания смол (19,6 % мас.) и масел (19,0 % мас.) по сравнению с кварцем.

Структурные характеристики асфальтенов исходного и МО гудрона практически идентичны. Средняя молекулярная масса 1283 и 1340 а.е.м., количество структурных блоков 4, содержание углерода в ароматических (13,8 и 14,2), насыщенных (15,2 и 14,8) и алифатических (1,3 и 1,2) структурах. У асфальтенов полученных после МО в присутствии кварца снижается молекулярная масса (834 а.е.м.), снижается количество структурных блоков (2), содержания углерода в ароматических (11,9), насыщенных (11,9) и алифатических (0,9) структурах. Эти данные свидетельствуют о том, что в процессе МО асфальтенов протекают не только реакции конденсации, приводящие к образованию карбенов и карбоидов, но также и реакции деструкции. Структурные характеристики асфальтенов продуктов МО асфальтенов в присутствии Al_2O_3 отличаются от таковых для исходных асфальтенов. Они являются трехблочными, обладают меньшей молекулярной массой (1237 а.е.м.), содержание углерода в ароматических (12,8), насыщенных (14,7) и алифатических (1,2) структурах ниже, чем у исходных асфальтенов. В процессе МО асфальтенов в присутствии Al_2O_3 также как и в присутствии кварца конкурируют реакции конденсации и деструкции. Причем преобладают реакции конденсации о чем свидетельствует высокий выход нерастворимых в хлороформе продуктов – карбенов и карбоидов.

Работа выполнена в рамках государственного задания по проекту № НИОКТР АААА-А17-117030310199-1

DOI: 10.17223/9785946218412/546

ИЗМЕНЕНИЕ СОСТАВА И СТРУКТУРЫ СМОЛ И АСФАЛЬТЕНОВ ВЫСОКОСЕРНИСТЫХ ГУДРОНОВ В ПРОЦЕССЕ КРЕКИНГА

Гончаров А.В., Кривцов Е.Б., Головко А.К.*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия**john@ipc.tsc.ru*

В связи с сокращением мировых запасов легких и средних нефтей возрастает потребность глубокой переработки тяжелых нефтяных остатков, таких как мазуты и гудроны. Остаточные нефтяные фракции содержат значительное количество высокомолекулярных соединений – смол и асфальтенов. Исследования химического состава и структуры нефтяных асфальтенов и смол проводятся в течение многих десятилетий. Из-за того, что они являются смесью большого числа близких по составу и свойствам соединений, до сих пор нет единого мнения о том, что представляют собой нефтяные смолы и асфальтены и почему они имеют настолько различные химические и физические свойства [1,2]. Целью данной работы является исследование изменения состава и структуры смол и асфальтенов высокосернистых гудронов в процессе крекинга.

Крекинг гудрона проводился в реакторах объемом 12 см³ при температуре 500 °С, продолжительность составляла от 15 до 60 минут. Вещественный состав гудрона и продуктов крекинга устанавливали по стандартной схеме. Содержание асфальтенов в образце определяли «холодным» методом Гольде. Содержание масел и смол определялось последовательным элюированием на активированном силикагеле АСК: масла – н-гексаном, смолы – этанол-бензольной смесью в объемном отношении 1-1. Молекулярная масса смол и асфальтенов определяли криоскопией в нафталине на разработанном в ИХН СО РАН приборе «Крион». Спектры ПМР снимали на Фурье спектрометре AVANCE-AV-300.

Таблица 1 – Состав продуктов крекинга гудронов

Условия крекинга	Содержание, % мас.		ММ, а.е.м.	Распределение протонов в молекулах асфальтенов, % отн.			
	Асфальтены	Кокс		H _{ar}	H _α	H _β	H _γ
гудрон Омского НПЗ							
Исходный	1,1	0,0	2142	-	-	-	-
500 °С 15 мин	5,2	5,0	604	31,75	29,21	32,06	6,98
500 °С 60 мин	0,7	18,9	514	34,84	27,18	31,71	6,27
гудрон Новокуйбышевского НПЗ							
Исходный	5,7	0,0	718	16,6	24,7	47,6	11,1
500 °С 15 мин	6,2	0,29	761	27,47	30,49	35,72	6,32
500 °С 60 мин	0,8	16,0	635	40,65	24,80	25,61	8,94
гудрон нефти Зюзеевского месторождения							
Исходный	20,5	0,0	1552	11,44	25,40	51,95	11,21
500 °С 15 мин	8,7	17,5	686	28,57	29,71	34,29	7,43
500 °С 60 мин	0,6	37,9	-	40,82	34,69	19,59	4,90

Установлено, что при увеличении продолжительности крекинга содержание асфальтенов в объектах исследования снижается, вследствие их уплотнения с образованием кокса. Снижается молекулярная масса молекул асфальтенов, доля H_{ar} увеличивается, вероятно, вследствие отрыва алкильных заместителей, что согласуется с литературными данными [2]. Разрушение нафтеновых структур в составе молекул асфальтенов подтверждается уменьшением количества H_β в средней молекуле.

1. Кривцов Е.Б. Изменение структуры молекул смол и асфальтенов битума месторождения Баян-Эрхэт в процессе аквагермолиза / Ю.О. Карпов, А.К. Головко // Известия Томского политехнического университета. – 2013. – Т. 322. – № 3. – С. 86-91.

2. Seki H. Structural Change of Petroleum Asphaltenes and Resins by Hydrodemetallization / F. Kumata // Energy & Fuels. – 2000. – Vol. 14. – №5. – P. 980-985.

DOI: 10.17223/9785946218412/547

**ФИТОРЕМЕДИАЦИЯ ВЫЩЕЛОЧЕННОГО ЧЕРНОЗЕМА, ЗАГРЯЗНЕННОГО
УГЛЕВОДОРОДАМИ**

Шаронова Н.Л., Теренжев Д.А., Фосс Л.Е., Синяшин О.Г.
*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
«Федеральный исследовательский центр «Казанский научный центр
Российской академии наук», Казань, Россия
presidium@knc.ru*

Нефтяные углеводороды являются одними из наиболее распространенных групп стойких соединений и классифицируются как приоритетные загрязнители окружающей среды [1]. Ежегодные потери нефтяных углеводородов в мире превышают 1,2 млн. тонн [2]. Загрязнение почвы нефтяными углеводородами является одним из основных источников химической деградации, обуславливающей глобальные изменения ее физико-химических и биологических свойств [3]. Суммарная площадь нефтезагрязненных земель в Российской Федерации в 2016 г. составила 6183,574 га, объем поступивших в окружающую среду нефтепродуктов – 10278,858 м³ [4]. Экологически безопасным и экономически выгодным технологическим решением, направленным на интенсификацию разложения углеводородов и восстановление почвенных экосистем, является фиторемедиация [5].

Эксперименты проводили в вегетационном домике при 1 и 3%-ном загрязнении выщелоченного чернозема девонской нефтью, дизельным топливом, керосином, смесью 1-метилнафталина и н-тридекана (массовое соотношение 1:2) при выращивании кукурузы обыкновенной сорта Нур в сосудах Варбурга (5,3 кг почвы). Продолжительность экспериментов составила 50 дней. Повторность опыта трехкратная.

При выращивании кукурузы в загрязненной почве установлено снижение содержания углеводородов в большей степени по сравнению с почвой без растений (эффект фиторемедиации). По интенсивности процесса фиторемедиации углеводородных поллютантов был установлен следующий ряд: дизельное топливо = керосин > девонская нефть > смесь индивидуальных углеводородов. Содержание углеводородов снижалось на 23-98%.

Хроматографический анализ экстрактов надземной и корневой биомассы кукурузы не выявил наличия углеводородов, что свидетельствовало об отсутствии фитоэкстракции поллютантов. На основании микробиологических анализов почвы (численность углеводородоокисляющих микроорганизмов, показатели базального и субстрат индуцированного дыхания), установлено, что в основе фиторемедиации углеводородов лежит процесс стимуляции почвенного микробиоценоза.

1. ATSDR. Total Petroleum Hydrocarbons. Agency for Toxic Substances and Disease Registry, Atlanta, GA, USA. – 2011. – URL: <http://www.atsdr.cdc.gov/ToxProfiles/tp.asp?id=424&tid=75> (дата обращения: 13.06.2019)
2. Schmidt-Etkin D. Spill occurrences: a world overview, in: M. Fingas (Ed.), Oil Spill Science and Technology. – Gulf Professional Publishing, Boston, MA, 2011. – pp. 7–48.
3. Wilton N., Lyon-Marion B.A., Kamat R., McVey K., Pennell K.D., Robbat A.Jr. Remediation of heavy hydrocarbon impacted soil using biopolymer and polystyrene foam beads // Journal of Hazardous Materials. – 2018. – V. 349. P. 153–159.
4. Государственный доклад «О состоянии и об охране окружающей среды Российской Федерации в 2017 году». – М: Минприроды России; НПП «Кадастр», 2018. – 888 с.
5. Dhanwal, P. Recent Advances in Phytoremediation Technology / P. Dhanwal, A. Kumar, Sh. Dudeja [et al.] // Advances in Environmental Biotechnology. – 2017. – P. 227-241.

Работа выполнена в рамках гранта РФФИ.

DOI: 10.17223/9785946218412/548

К ВОПРОСУ О НЕФТЕСОРБЦИИ ВЕРХОВОГО ТОРФА СЕВЕРА РФ

Селянина С.Б., Орлов А.С., Пономарева Т.И., Зубов И.Н.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр комплексного изучения Арктики имени академика Н.П. Лаврова Российской академии наук, Архангельск, Россия

gumin@fciarctic.ru

Значительная часть российских нефтегазовых месторождений сосредоточена на Севере на территориях с высокой степенью заболоченности. Добыча, транспортировка и переработка нефти сопровождаются неизбежным риском разливов и утечек, поэтому нефть и нефтепродукты считаются загрязнителями природных комплексов Арктической зоны.

Особые климатические условия Севера обуславливают специфичность верхового торфа [1]. Это может влиять на его геобарьерные свойства, в частности, на нефтесорбцию. Вместе с тем, эти вопросы изучены преимущественно для торфа южных территорий [2]. Поэтому представляется актуальным изучение нефтесорбции верхового торфа Севера РФ.

В качестве объекта исследования образцы верхового торфа мохового типа отобирали с различных глубин залегания типичного для Прибеломорской провинции Иласского болотного массива. Структурную организацию образцов исследовали микроскопически. Водопоглощение и нефтеемкость верхового торфа измеряли весовым методом [3].

Торфяная залежь достаточно однородна по ботаническому составу. Степень разложения возрастает с глубиной залегания от 0 % до 25 %. В верхних горизонтах залежи сохраняется клеточное строение растительных остатков, а ниже 75 см наблюдается значительное разрушение клеточных структур, что сопровождается уплотнением залежи, увеличением насыпной плотности торфа и снижением водопоглощения. Исследование сорбционной способности торфа по отношению к керасину от глубины залегания показало, что максимальную нефтеемкость (около 10 г/г) проявляет верхний горизонт торфяной залежи. С ростом степени разложения и уплотнением слоев за счет разрушения капиллярно-пористой структуры торфа нефтеемкость постепенно снижается с 8,5 г/г (R=5-10 %) до 4 г/г (R=20-25 %). Во всех случаях нефтеемкость торфа находится на уровне или превышает сорбционную способность промышленных нефтесорбентов.

Применительно к нефтяным фракциям наиболее эффективно происходит связывание более тяжелых малоподвижных фракций нефти, в меньшей степени средних и тяжелых фракций, таких как керосин и дизельное топливо, а также сырой нефти, наименее эффективно связываются легкие и подвижные фракции, например бензин. Анализ полученных данных указывает на то, что процесс иммобилизации торфом нефтепродуктов протекает по механизму физической адсорбции.

Таким образом, можно констатировать высокую нефтеемкость торфа месторождений Прибеломорской провинции. Процесс связывания торфом нефтепродуктов протекает по механизму физической адсорбции.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках проекта № 18-05-70087.

1. Parfenova L.N., Selyanina S.B., Trufanova M.V., Bogolitsyn K.G., Orlov, A.S., Volkova N.N., Ponomareva T.I., Sokolova, T.V. Influence of climatic and hydrological factors on structure and composition of peat from northern wetland territories with low anthropogenic impact // Science of the Total Environment. – 2016. – № 551–552. – P. 108-115.
2. Чухарева Н.В., Шишмина Л.В. Сравнение сорбционных свойств торфа верхового и низинного типов по отношению к товарной нефти и стабильному газовому конденсату // Химия растительного сырья. – 2012. – № 4 – С. 193-200.
3. Испирян С.Р. Разработка методики комплексной оценки поглощения торфом нефтемаслопродуктов: дис...канд. техн. наук. – Тверь, 2001. – 151 с.

DOI: 10.17223/9785946218412/549

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРНО-ГРУППОВОГО СОСТАВА МАСЕЛ ТЯЖЕЛЫХ НЕФТЕЙ РАЗЛИЧНОГО ТИПА

²Рявкина М.К., ¹Корнеев Д.С., ²Бешагина Е.В.,¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Томск, Россия
mari.ryavkina@mail.ru

В настоящее время нефть является самым добываемым полезным ископаемым, а продукты ее переработки применяются во многих промышленных сферах. На сегодняшний день увеличивается добыча тяжелых нефтей, однако малая изученность их компонентов затрудняет поиск способов её глубокой переработки [1]. Стоит отметить, что масла тяжелых нефтей, в сравнении с маслами легких нефтей, имеют в своем составе значительное содержание высокомолекулярных полициклических ароматических соединениями, обогащенных гетероатомами. В связи с этим, изучение состава и структуры масел тяжелых нефтей является актуальным направлением.

Целью работы является исследование структурно-групповых характеристик масел тяжелых нефтей различного типа.

В качестве объектов исследования использовались масла Зюзеевской (МЗН), Русской (МРН) и Усинской нефти (МУН). Средняя молекулярная масса (ММ) масел определялась методом криоскопии в нафталине с концентрацией исследуемых веществ 0,5 % мас.. Спектры ЯМР ¹H получены с использованием Фурье-спектрометра Bruker AVANCE-AV-300. Концентрация масел в растворе CCl₃ составляла 1 % мас.

ММ исследуемых образцов отличаются незначительно, а их значения находятся в диапазоне 325-340 а.е.м. (табл. 1). Максимальной ММ характеризуются МУН, что говорит о большей доле в них высокомолекулярных компонентов по сравнению с МЗН и МРН.

Таблица 1 – Характеристика структурно-группового состава масел тяжелых нефтей

Объект исследования	Содержание атомов водорода в различных структурных фрагментах масел, % отн.				ММ, а.е.м.
	H _{ар}	H _α	H _β	H _γ	
МЗН	3,0	11,5	61,4	24,1	329
МРН	3,1	8,7	58,9	29,2	325
МУН	3,5	10,5	56,0	29,9	340

H_{ар} – доля водорода в ароматических ядрах, H_α – доля водорода в группах CH₃, CH₂ и CH, находящихся в α-положении к ароматическим ядрам и гетерофункциональным группам, H_β – доля водорода в группах CH₂ и CH, находящихся в β-положении к ароматическим ядрам и гетерофункциональным группам, H_γ – количество атомов водорода в терминальных метильных группах

Различия в содержании водорода в ароматических структурах исследуемых масел незначительны и не превышают 0,5 % отн. Однако наиболее высокомолекулярные МУН характеризуются максимальным значением H_{ар}. При этом в составе МУН наименьшее содержание H_β (56,0 % отн.). МЗН имеют наибольшую долю водорода в α- и β-положении (11,5 и 61,4 % отн. соответственно), но наименьшее содержание H_γ (24,1 % отн.), что указывает на наличие более длинных неразветвленных алифатических фрагментов в молекулах МЗН по сравнению с другими объектами. Особенности структуры компонентов МРН является минимальное содержание водорода в α-положении к ароматическим ядрам и функциональным группам, составляющее 8,7 % отн.

1. Вьюков, М. Г. К вопросу о мировых тенденциях в добыче нефти / М. Г. Вьюков // Вопросы отраслевого управления. – 2016. – № 3. – С. 49–59.

DOI: 10.17223/9785946218412/550

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ И ХИМИЗМ ВЫСОКОМОЛЕКУЛЯРНЫХ КОМПОНЕНТОВ В ПРОЦЕССЕ ТЕРМОКАТАЛИТИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ¹Акимов А.С., ¹Свириденко Н.Н., ²Алексенко В.О., ²Панин С.В.¹*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия*²*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
zerobox70@mail.ru, root@ispms.tomsk.ru*

Растущая потребность в моторных топливах стимулирует вовлечение в нефтепереработку тяжелого нативного сырья (тяжелые и сверхтяжелые нефти, природные битумы) и остаточного сырья (остатки от атмосферной и вакуумной перегонки нефтей, вторичных процессов, и т.д.) [1-4]. Особенностью вышеуказанного тяжелого сырья (нативного и остаточного) являются следующие моменты: низкое содержание легких фракций (или их отсутствие), низкое отношение Н:С, повышенное содержание гетероатомных соединений (серо-, азот-, кислородсодержащие структуры и высокомолекулярные соединения – смолы и асфальтены). Асфальтены в условиях термокаталитической переработки склонны к конденсации и образованию кокса и являются главным фактором необратимой дезактивации катализаторов. С учетом последнего факта (необратимой дезактивации катализаторов высокомолекулярными компонентами) поиск новых каталитических систем, лишенных ограничений, характерных для традиционных катализаторов весьма актуальна. В ранних исследованиях [5], была обнаружена каталитическая активность полиоксомолибдатных соединений (молибденовых синей) в процессе переработки тяжелого остаточного сырья. Малый размер частиц (сопоставим с размерами молекул асфальтенов), узкое распределение частиц по размерам – наличие таких свойств у молибденовых синей создает предпосылки для их использования в процессах переработки тяжелых нативного и остаточного сырья.

В этой связи приобретают актуальность исследования, направленные на изучение структурных изменений и химизма термокаталитических превращений высокомолекулярных компонентов (асфальтенов) в условиях процесса переработки тяжелого остаточного сырья с применением молибденовых синей.

Для изучения взаимосвязи «структура-свойства» асфальтенов в данной работе были использованы методы синхронного термического анализа с возможностью масс-спектрометрического анализа газообразных продуктов и рентгеновской дифракции.

1. Хавкин В.А., Гуляева Л.А., Никольшин П.А. Классификация деструктивных процессов переработки нефти // Нефтепереработка и нефтехимия. – 2019. – № 3. С. 3–6.
2. Мустафин И.А., Абдуллин М.Ф., Судакова О.М., Мустафин А.Г., Галиахметов Р.Н., Валинурова Э.Р. Деструктивное превращение газойля в присутствии наноразмерного катализатора на основе никеля // Нефтехимия. – 2018. – №3. С.275-281.
3. Wang D., Jin L., Li Y., Hu H. Upgrading of heavy oil with chemical looping partial oxidation over M²⁺ doped Fe₂O₃ // Energy Fuels. – 2019. – V.33. P.257-265.
4. Tacheri-Shakib J., Shekarifard A., Naderi H. Heavy crude oil upgrading using nanoparticles by applying electromagnetic technique // Fuel. – 2018. –V.232. P.704-711.
5. Akimov A. S., Morozov M. A., Petrenko T. V., Panin S.V., Vosmerikov A.V. Thermocatalytic transformation of heavy residual feedstock in the presence of polyoxomolybdate compounds // AIP Conference Proceedings. – 2018. – № 2051. P. 020002-4

DOI: 10.17223/9785946218412/551

УВЕЛИЧЕНИЕ ВЫХОДА БЕНЗИНОВОЙ ФРАКЦИИ В ТЕХНОЛОГИИ КАТАЛИТИЧЕСКОГО КРЕКИНГА С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА МАТЕМАТИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ

Назарова Г.Ю., Ивашкина Е.Н., Орешина А.А.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Томск, Россия
silko@tpu.ru

Технология каталитического крекинга обеспечивает производство около четверти от мирового бензинового фонда при переработке тяжелого нефтяного сырья. При этом в области высоких температур характерно увеличение скоростей реакций крекинга углеводородов бензиновой фракции в компоненты жирного газа, а также реакций конденсации и коксообразования, в связи с чем, выход бензиновой фракции характеризуется экстремумом. При этом интерес представляет количественное установление данной зависимости в условиях переменного состава сырья, поскольку максимальное количество бензиновой фракции сдвигается по температурной оси в зависимости от его состава.

Учет влияния этих факторов реализован при моделировании путем учета концентраций реагентов, констант скоростей реакций, а также функции дезактивации катализатора, которая рассчитывается в зависимости от содержания кокса и тяжелых металлов [1].

$$dC_i / d\tau = \sum_{j=1}^{20} (\pm A_0 \cdot e^{-k_d \cdot C_k} \cdot (W_j + W_{-j}))$$

где C_i – концентрации i -ой группы углеводородов [2], τ – время контакта, с, A_0 – активность катализатора при минимальном содержании кокса в цикле (регенерированный катализатор), k_d – константа дезактивации, установленная экспериментально, C_k – содержание кокса на катализаторе, мас%, W_j и W_{-j} – скорость химической реакции в прямом и обратном направлениях, моль/(с·м³).

Прогнозные расчеты (рисунок 1) показали, что максимальный теоретический выход бензиновой фракции (60,21 % мас. и 57,9 % мас.) достигнут при температуре 527 °С – при переработке сырья с $C_{НУ}/C_{АУ}=3,2$ ед. и при температуре 532 °С – для сырья с $C_{НУ}/C_{АУ}=1,84$ ед. Активность катализатора при этом снижается на 5,30 и 3,66 % – для сырья с большим содержанием насыщенных углеводородов против 7,96 и 5,56 %.

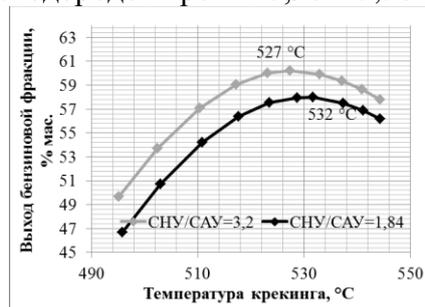


Рисунок 1 – Зависимость выхода бензиновой фракции от температуры крекинга и состава сырья (прогнозный расчет)

Применение модели позволяет не только оценить температуру крекинга необходимую для достижения максимального количества бензиновой фракции, но и прогнозировать режимы каталитического крекинга для обеспечения заданной температуры крекинга

1. Назарова Г.Ю., Ивашкина Е.Н., Иванчина Э.Д., Шафран Т.А., Сейтенова Г.Ж., Бурумбаева Г.Р. Разработка технических решений для увеличения выхода бензиновой фракции и газов в технологии каталитического крекинга вакуумного газойля // Мир нефтепродуктов. Вестник нефтяных компаний. – 2018. – № 8. – С. 17-24.
2. Ivanchina E., Ivashkina E., Nazarova G., Mathematical modelling of catalytic cracking riser reactor // Chem. Eng. J. – 2017. – 329. P. 262–274.

DOI: 10.17223/9785946218412/552

КИНЕТИЧЕСКИЕ ЗАКОНОМЕРНОСТИ ОБРАЗОВАНИЯ ПРОИЗВОДНЫХ ТИОФЕНА В ПРОЦЕССЕ КРЕКИНГА ВАКУУМНОГО ГАЗОЙЛЯ И ГУДРОНА

Иовик Ю.А., Гончаров А.В., Кривцов Е.Б., Головко А.К.

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия*

john@ipc.tsc.ru

Россия занимает одно из первых мест в мире по запасам, добыче и экспорту нефти, находясь при этом на 20-м месте по глубине ее переработки. В настоящее время глубина переработки не превышает 70 %, что ниже значительно ниже значений ряда стран Европы, Северной Америки, Японии [1]. Требования перехода к экологически чистой энергетике и глубокой переработке углеводородного сырья, прописанные в приоритетах научно-технологического развития Российской Федерации, диктуют необходимость создания эффективных технологий облагораживания высококипящих вакуумных дистиллятов и нефтяных остатков. Перспективными являются технологии, позволяющие не только получить дополнительное количество дистиллятных фракций, но и удалить значительную часть неуглеводородных компонентов из состава сырья. Основными способами получения синтетической нефти из тяжелого углеводородного сырья являются различные варианты крекинга. В этих процессах происходит разрушение крупных молекул (асфальтенов, смол, гибридных углеводородов и др.) с образованием широкого набора низкомолекулярных соединений, попадающих в состав новообразованных дистиллятных фракций. При этом структурные фрагменты смол и асфальтенов, содержащие атомы серы, практически не претерпевают изменений, обогащая продукты крекинга производными тиофена. Это приводит к необходимости дальнейшего облагораживания полученных продуктов. Целью данной работы является установление кинетических закономерностей образования производных тиофена в процессе крекинга вакуумного газойля и гудрона.

Крекинг вакуумного газойля и гудрона Новокуйбышевского НПЗ проводили в реакторах-автоклавах объемом 12 см³ при температуре 500 °С, с различной продолжительностью процесса. На основании хроматографических данных по содержанию гомологов тиофена (Т), бензо- и дибензотиофена (БТ и ДБТ) в жидких продуктах крекинга был произведен расчет группового состава СС (ΣТ, ΣБТ, ΣДБТ).

Таблица 1 – Состав сернистых соединений продуктов крекинга

Соединение	Содержание, % мас.				
	гудрон			газойль	
	исходный	крекинг 500 °С, 15 мин	крекинг 500 °С, 60 мин	исходный	крекинг 500 °С, 60 мин
S _{общ} в продуктах	3,04	2,41	2,84	2,04	1,89
ΣТ	0,0	0,28	0,22	0,00	1,77
ΣБТ	0,0	4,90	7,98	0,00	4,87
ΣДБТ	0,0	0,65	0,80	9,23	1,89

Установлено, что термообработка приводит к незначительному уменьшению содержания серы в жидких продуктах крекинга. Происходит образование гомологов Т и БТ, что, вероятно, обусловлено, протеканием реакций деструкции молекул смол и асфальтенов и концентрированием низкомолекулярных серосодержащих фрагментов (новообразованных гомологов Т, БТ и ДБТ) в составе продуктов.

1. А.А. Черепанов, Р.А. Козловский, А.И. Луганский, А.В Горбунов. Термоокислительный крекинг вакуумного газойля // Успехи в химии и химической технологии. – 2015. – Т. XXIX. – № 7. С. 106-107.

DOI: 10.17223/9785946218412/553

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССА ГИДРОКРЕКИНГА НЕФТЯНОГО СЫРЬЯ

Белинская Н.С., Бедарева Е.К., Иванчина Э.Д.

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, Россия
belinskaya@tpu.ru*

В последние десятилетия наблюдается тенденция истощения запасов легкоизвлекаемой нефти, вследствие чего прирост нефтедобычи обеспечивается за счет тяжелой, трудноизвлекаемой нефти. Тяжелая нефть характеризуется высокой вязкостью и плотностью, высоким содержанием парафинов, смол и асфальтенов, серы и металлов (ванадия, никеля) [1]. Эти факторы значительно усложняют переработку тяжелой нефти в светлые нефтепродукты с высокой добавленной стоимостью и приводит к необходимости введения в эксплуатацию новых и наращивания мощностей имеющихся процессов глубокой переработки нефти, таких как гидрокрекинг и депарафинизация.

Процесс гидрокрекинга позволяет перерабатывать высококипящие фракции (вакуумный газойль, атмосферный остаток) в более ценные продукты (бензин, керосин и малосернистое дизельное топливо).

В нефтепереработке решение задач прогнозирования и оптимизации выхода, состава и свойств получаемых продуктов в зависимости от состава сырья, технологических условий и активности катализатора в условиях нестационарности успешно осуществляется с применением математических моделей, разработанных на физико-химической основе изучаемых процессов [2].

Целью данной работы является разработка подхода к моделированию процесса гидрокрекинга. Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. выявление функции распределения содержания длинноцепочечных n-парафинов в сырьевых и продуктовых фракциях методом газовой хроматографии;

2. выявление функции реакционной способности n-парафинов в реакциях гидрокрекинга в зависимости от числа атомов углерод в молекуле путем расчета значений термодинамической вероятности протекания реакций n-парафинов с различной длиной цепи с использованием квантово-химических методов;

3. выявление функции вероятности разрыва связи в том или ином положении в молекуле n-парафина путем расчета значений термодинамической вероятности разрыва связи в различном положении с использованием квантово-химических методов;

4. разработка уравнений математических моделей процессов гидрокрекинга и депарафинизации, учитывающих реакции, протекающие без участия водорода; реакции, протекающие с участием водорода; реакции гидрокрекинга n-парафинов;

5. выявление полуэмпирических и эмпирических соотношений между составом получаемого дизельного топлива и его низкотемпературными свойствами (зависимость предельной температуры фильтруемости от содержания n-парафинов);

6. разработка алгоритма и компьютерной моделирующей системы для нахождения параметров модели (кинетических параметров, коэффициентов дезактивации) и проведения прогнозных расчетов.

Работа выполнена в рамках государственного задания «Наука», проект № 10.13268.2018/8.9.

1. Яценко И.Г., Полищук Ю.М. Классификация трудноизвлекаемых нефтей и анализ их качественных особенностей // Химия и технология топлив и масел. – 2016. – №4. – С. 50-56.

2. Белинская Н.С., Францина Е.В., Иванчина Э.Д., Луценко А.С., Афанасьева Д.А. Нестационарная математическая модель процесса каталитической депарафинизации дизельных топлив // Мир нефтепродуктов. Вестник нефтяных компаний. – 2018. – № 12. – С. 25-32.

DOI: 10.17223/9785946218412/554

НОВЫЕ ПОДХОДЫ И ТЕХНОЛОГИИ ПЕРЕРАБОТКИ ПРИРОДНОГО ГАЗА И НЕФТИ В КОМПОНЕНТЫ ЭКОЛОГИЧЕСКИ БЕЗОПАСНЫХ КОМПОНЕНТОВ МОТОРНЫХ ТОПЛИВ

Белый А.С.

*Центр новых химических технологий Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук» (Омский филиал), Омск, Россия
belyi@ihcp.ru*

Рассмотрены проблемы, связанные с существующими в настоящее время тенденциями необходимости увеличения эффективности современных процессов переработки бензиновых фракций (риформинг, изомеризация) при одновременном ужесточении требований к экологической безопасности топлив. Каталитический риформинг бензинов последние 60 лет был, остается в настоящее время и будет в ближайшем будущем одним из основных процессов, обеспечивающим потребности общества в высокооктановых моторных топливах, ароматических углеводородах и водороде. Мощность процесса риформинга в России составляет около 30 млн. тонн в год. В условиях ограниченных запасов нефти задачи рационального использования ценного углеводородного сырья и поиска альтернативных источников приобретают стратегически важное значение. Ключевую роль в решении данных задач играет качество катализатора и, в первую очередь, такие его свойства как селективность катализа целевых реакций и высокую стабильность работы.

В ЦНХТ ИК СО РАН (Омский филиал) разработаны научные основы конструирования катализаторов и технологий переработки компонентов природного газа и нефти в продукты большой химической ценности. Данные технологии внедрены в промышленное производство.

Приводятся данные по промышленному опыту эксплуатации новых катализаторов и промышленных технологий.

DOI: 10.17223/9785946218412/555

ТЕСТИРОВАНИЕ ТОНКОДИСПЕРСНЫХ ПОРОШКОВ ИЗ СПЛАВА ВК6 В КАЧЕСТВЕ КАТАЛИЗАТОРОВ GTL-ПРОЦЕССА

Пивовар В.А., Попок Е.В., Журавков С.П.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», Томск, Россия
 tri@tpu.ru

Возрастающий рост мировой промышленности требует всё больше ресурсов. Основным сырьем химической промышленности является нефть, однако её запасы с современными темпами добычи и потребления истощатся в недалеком будущем. В связи с этим перед современной промышленностью уже сейчас стоит вопрос о поиске альтернативного источника сырья. В качестве решения данного вопроса предлагается использование технологии gas-to-liquid (GTL), основанной на синтезе Фишера-Тропша. Данная технология достаточно подробно изучена, и на примере производств в ЮАР, Малайзии и Катаре доказала свою состоятельность [1].

Целью данного исследования является изучение каталитической активности образцов тонкодисперсных порошков, полученных электроимпульсным диспергированием стружки из сплава ВК-6 (94%-карбида вольфрама, 6%-кобальта) в жидкой среде.

Эксперименты проводились на каталитической установке, работающей при повышенном давлении, подробная схема которой представлена в работе [2]. Условия экспериментов: температура в слое катализатора T от 150 до 270 °С, соотношение $H_2:CO = 2:1$, давление P 1 МПа, суммарный расход газов на входе в реактор 120 мл/мин.

При постепенном увеличении температуры от 150 до 270 °С, с шагом 10 °С, проводился анализ содержания углеводородных газов в продуктах синтеза, результаты которого показаны на рисунке 1. Увеличение температуры синтеза выше 250 °С приводит к резкому уменьшению выхода углеводородных газов и увеличению количества диоксида углерода, образующегося по реакции пароводяной конверсии.

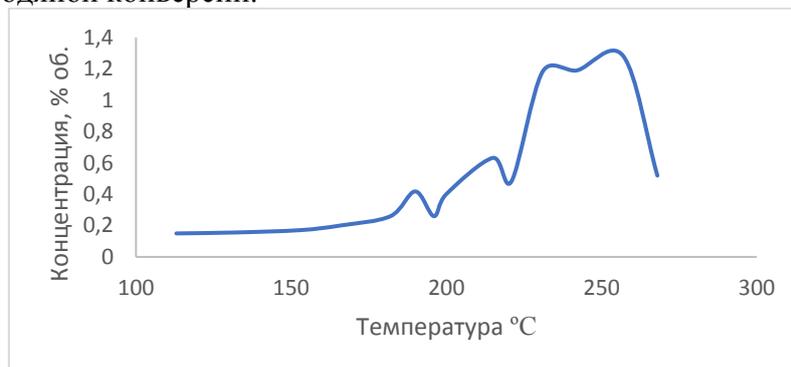


Рисунок 1 – Зависимость выхода газообразных продуктов от температуры синтеза

Жидкие продукты синтеза представляют из себя широкую смесь углеводородов и оксигенатов с содержанием углеводородов с длиной цепочки от 5 до 15 атомов углерода, в данной смеси представлены все классы углеводородов.

Таким образом образец катализатора ВК-6 обладает потенциальной каталитической активностью в синтезе углеводородов из CO и H_2 после соответствующей подготовки.

- Третьяков В.Ф., Илолов А.М., Будняк А.Д., Французова Н.А., Рагуткин А.В., Латышков А.А., Никоноров С.И. Производство углеводородных топлив на основе альтернативного не нефтяного сырья // НефтеГазоХимия. – 2017. – №3. – С. 35 – 40.
- Popok E.V., Levashova A.I., Burlutsky N.P., Khudyakov D.V., Zhuravkov S.P. Ultradispersed electro-explosive iron powders as catalysts for synthesis of liquid hydrocarbons of CO and H_2 // Procedia Chemistry. – 2015 – Vol. 15. – p. 225–230.

DOI: 10.17223/9785946218412/556

ОСОБЕННОСТИ БИОДЕСТРУКЦИИ РАЗЛИЧНЫХ КЛАССОВ УГЛЕВОДОРОДОВ В НЕФТЕЗАГРЯЗНЕННЫХ БИОЦЕНОЗАХ МОНГОЛИИ

Сваровская Л.И., Алтунина Л.К., Ященко И.Г.

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии нефти
Сибирского отделения Российской академии наук, Томск, Россия
sli@ipc.tsc.ru

По объему запасов нефти Монголия занимает 33-е место среди нефтедобывающих стран мира. С развитием нефтедобывающей отрасли уровень загрязненных участков и количество нефтешламных отстойников на территории нефтедобычи увеличивается, что несет угрозу загрязнения водных объектов и распространения на сопредельные участки.

На территории месторождения Цаган-Элс (Монголия) проведен отбор образцов сырой нефти и нефтезагрязненной почвы для моделирования процессов биодеструкции углеводородов. Нефть месторождения Цаган-Элс – вязкая, смолистая, богатая парафиновыми и бедная ароматическими углеводородами. Культивирование нефтезагрязненной почвы проводили в открытой среде в течение 30 суток. В качестве стимулирующего агента применяли раствор нефтewытесняющей композиции ИХН-КА, содержащей минеральный азотистый субстрат и поверхностно-активные вещества (ПАВ). Концентрация нефти, загрязняющей почву, составила 72 г/кг, нефтешлам – 56 г/кг. Численность почвенной микрофлоры не превышала 540 тыс КОЕ/г. С применением раствора композиции ИХН-КА численность микроорганизмов в составе загрязненной почвы и нефтешлама увеличилась на 3 порядка. Увеличение численности микрофлоры стимулирует их ферментативную активность и процессы окисления углеводородов.

Как следует из анализа полученных данных, биодegradация влияет на физико-химические свойства, приводит к формированию более тяжелых нефтей, повышает вязкость и плотность. При биодеструкции углеводородов нефти в первую очередь происходит утилизация масел (уменьшение на 20 % за 30 суток). Как показал ИК-спектрометрический анализ, в процессе биодegradации увеличивается содержание аренов, дальнейшее окисление которых влечет за собой накопление смолисто-асфальтеновых веществ. Анализ сырых и биодegradированных нефтей методом ГХ-МС позволил рассчитать изменение содержания группового состава (рис. 1).

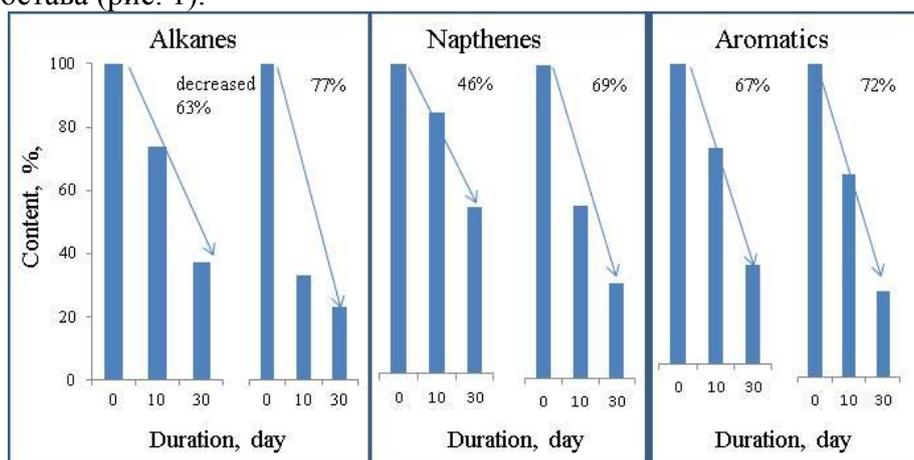


Рисунок 1 – Групповой состав нефтей, экстрагированных из загрязненной почвы и нефтешлама, после 10 и 30 суток биодegradации

Ферментативная дegradация алканов загрязняющей нефти для почвы и нефтешлама после биодegradации с применением стимулирующего субстрата составила 63-77 %, нафтенов – 46-69 %, ароматических углеводородов – 67-72 % соответственно.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта № V.46.1.2, выполняемого в рамках Государственного задания.

INTERNATIONAL WORKSHOP

**«Multiscale Biomechanics and Tribology
of Inorganic and Organic Systems»**

The Role of Acide-Base Properties of Nanoparticles in Cancer Cells Viability Lozhkomoev A.S.	5
Anticancer Activity of Crumpled Aluminum Nanosheets Through Disruption of Ion Balance in Tumor Microenvironment Mikhaylov G., Lerner M.I., Tsukanov A.A., Lozhkomoev A.S., Gutmanas E., Gotman I., Bratovs A., Turk V., Turk B., Psakhie S.G., Vasiljeva O.	6
Physical Mechanical Properties and Multilayer Hierarchically Organized Structure of Ti-Ta-Based Surface Alloy Synthesized on the Niti Substrate by High Current Pulsed Electron Beam D'yachenko F.A., Meisner S.N., Yakovlev E.V., Semin V.O., Meisner L.L.	8
The Double Degree Master Program in Engineering Science (DDMPES) Between the Polytechnic Universities of Tomsk and Berlin Willert E.	10
Mechanics of Adhesive Contacts: Experiment and Theory Lyashenko I.A., Popov V.L.	11
Formation of Hierarchically Organized Aluminum Hydroxides During Water Oxidation of Al Nanoparticles and Their interaction with Bioobjects Lozhkomoev A.S., Kazantsev S.O., Bakina O.V.	13
Bio – Inorganic Interfaces: From Simulations to Applications Tsukanov A.A., Psakhie S.G.	14
Different Fault Slip Modes - Governing, Evolution and Transformation Kocharyan G.G., Ostapchuk A.A., Pavlov D.V.	16
Computer Simulation of the Synthesis of Composite Materials of Medical Application with the Required Structural and Mechanical Characteristics Tovpinets A.O., Leitsin V.N., Dmitrieva M.A.	18
Multiscale Modeling the Mechanical Behavior of Bioinert Ti-Nb Alloys Skripnyak N.V., Skripnyak E.G., Skripnyak V.A.	19
Electron Beam Additive Manufacturing of Metal Products as a Process of Nonstationary Metallurgy: Materials and Features Kalashnikov K.N., Kolubaev E.A.	21
Structure Formation During Adhesive Interaction Under Friction Stir Welding Conditions Kolubaev E.A., Kalashnikova T.A.	22
On Nonlinear Dynamics of Biological Systems in the Presence of Microgravity Naimark O.B.	23
Modeling Static Thermography of Cancer Breast by Using Nondimensional Steady-State Pennes Equation Rogotnev A.A., Nikitiuk A.S., Naimark O.B.	24
Multilayer Modelling of Lubricated Contacts - a New Approach Based on a Potential Field Description Scholle M., Gaskell P.H., Marner F.	25
Differentiation of Breast Normal and Cancer Cells by Laser Interference Microscopy Nikitiuk A.S., Voronina A.O., Beloglazova Yu.A., Khmurchik M.V., Grishko V.V., Naimark O.B.	27
Adhesive Contribution to Friction Popov V.L.	28
Structure and Tribomechanical Properties of Extrudable Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Composites Fabricated by 3D-Printing Panin S.V., Buslovich D.G., Kornienko L.A., Dontsov Yu.V., Bochkareva S.A.	30
Active Bio Contact Mechanics: Concepts of Active Control of Wear and Growth of the Cartilage in Natural Joints Popov V.L.	31

МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ

**«Перспективные материалы с иерархической структурой
для новых технологий и надежных конструкций»**

**Секция 1. Основные принципы и методология
физической мезомеханики материалов с иерархической структурой**

Новая технология дисперсного армирования гетерогенных материалов как новая задача перколяционной теории	
Гергега А.Н., Крывченко Ю.В.	36
Критические размеры зерен мезоуровня	
Конева Н.А., Тришкина Л.И., Попова Н.А., Черкасова Т.В.	38
Иерархическая организация структур не кристаллических материалов	
Семухин Б.С., Вотинов А.В.	40
Теоретико-полевое описание флуктуирующих полей деформаций в поликристаллических материалах	
Ташкинов А.А., Шавшуков В.Е.	41
Об особенностях деформирования трабекулярной костной ткани	
Зайцев Д.В., Гилев М.В., Измоденова М.Ю.	43
Эволюция от микро-, к мезо- и макроскопическому масштабному уровню усталости металлов	
Шанявский А.А., Солдатенков А.П.	44
Фрактальная размерность поверхности разрушения пористого $ZrO_2 - MgO$	
Буяков А.С., Зенкина Ю.А., Буякова С.П., Кульков С.Н.	46
Недислокационные механизмы деформации в зонах локализации упругих и пластических дисторсий при пластической деформации никеля на наковальнях Бриджмена	
Тюменцев А.Н., Дитенберг И.А., Суханов И.И.	47
Моделирование фрикционного износа полимерных композиционных материалов с учетом структурных элементов	
Бочкарева С.А., Гришаева Н.Ю., Люкшин Б.А., Люкшин П.А., Панин С.В., Артемов И.Л.	49
Оценка эффективных свойств композита с неоднородной матрицей	
Анисимова М.А., Князева А.Г.	51
Влияние высокоинтенсивных воздействий на структуру и усталостную долговечность титанового сплава ВТ6 и его сварного соединения	
Смирнова А.С., Почивалов Ю.И., Панин В.Е., Насоновская А.В., Маликов А.Г., Оришич А.М.	52
К объединенному квантованному и механическому описаниям макрополосы локализованной деформации Чернова-Людерса	
Решетняк А.А., Шилько Е.В., Шаркеев Ю.П.	54
Экспериментальное и теоретическое исследование накопления необратимых повреждений в АМГ-6 в процессе гигацикловой усталости	
Банников М.В., Биалов Д.А., Оборин В.А., Наймарк О.Б.	57
Исследование неупругих свойств пород при гидроразрыве	
Тримонова М.А., Фасхеев И.О.	59

**Секция 2. Неустойчивость и локализация деформации и разрушения
в материалах с иерархической структурой**

Деформационное поведение рения при комнатной температуре	
Панфилов П.Е., Горностырев Ю.Н.	61
Автоволны локализованной пластической деформации в условиях сверхэластичности	
Данилов В.И., Орлова Д.В., Горбатенко В.В., Данилова Л.В.	62
Влияние частиц и температуры на механизмы пластической деформации монокристаллов высокоэнтропийных сплавов	
Киреева И.В., Чумляков Ю.И., Победенная З.В., Выродова А.В., Куксгаузен И.В., Поклонов В.В., Куксгаузен Д.А.	64

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Автоволновая механика пластичности Зуев Л.Б.	65
Корреляции характеристик автоволн локализованной пластической деформации металлов и параметров межатомных взаимодействий Зуев Л.Б., Баранникова С.А., Жармухамбетова А.М.	67
Влияние механической обработки на структуру частиц алюминия в планетарной мельнице Видюк Т.М., Чесноков А.Е., Смирнов А.В.	68
Происхождение многоуровневых пространственно-временных структур в твердых телах при деформации Хон Ю.А., Zapolsky H., Каминский П.П.	70
Transformations of Kimberlite Minerals and Natural Diamonds Structure as the Result of Pulsed Electromagnetic Irradiation Anashkina N.E., Bunin I.Zh.	71
Прочность текстильных нитей с учетом их иерархической структуры Султанов К.С., Исмоилова С.И., Туланов Ш.Э.	73
Влияние циклического нагружения на структуру и механические свойства конструкционной стали Надежкин М.В., Зуев Л.Б., Шляхова Г.В., Бочкарёва А.В., Полякова Е.С.	75
Качество обработки резанием меди М1 в крупнокристаллическом и ультрамелкозернистом состоянии Филиппов А.В., Шамарин Н.Н., Тарасов С.Ю., Подгорных О.А.	76
Влияние структурного состояния меди М1 на микрогеометрию поверхности при фрезеровании Филиппов А.В., Шамарин Н.Н., Тарасов С.Ю., Подгорных О.А.	77
Повышение качества точения лауни Л63 путем формирования объемной ультрамелкозернистой структуры Филиппов А.В., Шамарин Н.Н., Тарасов С.Ю., Подгорных О.А.	78
Effect of the Strain Rate on the Low Cycle Fatigue Behavior of a 10Cr-2W-Mo-3Co-NbV Steel at Room Temperature Mishnev R., Dudova N., Kaibyshev R.	79
Деформация и разрушение образцов доэвтектического силумина с модифицированной интенсивным импульсным электронным пучком поверхностью Иванов Ю.Ф., Клопотов А.А., Устинов А.М., Петрикова Е.А., Тересов А.Д., Рыгина М.Е., Абзаев Ю.А., Волокитин О.Г., Власов Ю.А.	80
Теоретическое исследование особенностей неравновесных границ зерен дисклинационного типа в нанокристаллических материалах Зайцев Д.С., Суханов И.И., Дитенберг И.А.	81
Моделирование процессов деформации преград из монокристаллического сплава ВЖМ8 при ударных нагрузках Туч Е.В., Майер Я.В.	82
Применение деформационного критерия разрушения для моделирования разрушения преграды из сплава д16 при динамическом нагружении Туч Е.В., Стребкова Е.А.	83
Варианты разложения тензоров полных напряжений при моделировании процессов упругопластического деформирования ауксетичных сред с кубической симметрией свойств Кривошеина М.Н., Туч Е.В., Кобенко С.В.	84
Распространение продольных и стержневых волн в цилиндрах из поликристаллических и монокристаллических материалов при динамической нагрузке Кривошеина М.Н., Туч Е.В.	85
Оценка модуля упругости горных пород при одноосном растяжении по данным бразильского теста Цой П.А., Усольцева О.М.	86
Свойства, структура и макролокализация пластического течения в высокопрочной стали с деформационным фазовым превращением Орлова Д.В., Данилов В.И., Горбатенко В.В., Данилова Л.В., Шляхова Г.В., Зуев Л.Б.	88
Энергетический анализ разрушения пластичных тел с трещинами Дерюгин Е.Е.	90

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Влияние кристаллографической ориентации монокристаллов стали гадфильда на трибологические характеристики и деформацию Лычагин Д.В., Филиппов А.В., Новицкая О.С.	92
Эволюция микроструктуры дисперсно-упрочненного сплава V–Cr–W–ZrO₂ при деформации кручением под давлением Смирнов И.В., Гриняев К.В., Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Дитенберг И.А.	93
Исследование механических и микроструктурных аспектов локализации пластического сдвига при различных видах динамического нагружения Соковилов М.А., Симонов М.Ю., Чудинов В.В., Оборин В.А., Наймарк О.Б.	94
Effect of Short-Term Aging on the Impact Toughness of Advanced 10% Cr Steel Mishnev R., Dudova N., Kaibyshev R.	96
Особенности дефектной субструктуры в зонах локализации квазивязкой моды деформации Суханов И.И., Тюменцев А.Н.	97
Исследование прочностных характеристик zta композитов при усталостном нагружении Коробенков М.В., Левков Р.В., Нарикович А.С., Киселева Т.А., Снигирев А.А.	98
Деформирование образцов алевролита с нарушениями сплошности при трехстадийном прямом сдвиге Усольцева О.М., Цой П.А., Семенов В.Н.	99
Картины локализации пластической деформации при растяжении в монокристаллах стали гадфильда при пониженной температуре Колосов С.В., Баранникова С.А., Зуев Л.Б.	101
Влияние легирования ванадием на фазовый состав и микротвердость стали с высокой концентрацией атомов внедрения после кручения под высоким давлением Майер Г.Г., Москвина В.А., Астафурова Е.Г.	102
Закономерности накопления и диссипации энергии в процессе пластической деформации сплавов VT1-0 и Zr-1Nb в крупнокристаллическом и ультрамелкозернистом состояниях Шаркеев Ю.П., Легостаева Е.В., Вавилов В.П., Скрипняк В.А., Белявская О.А., Чулков А.О., Козулин А.А., Скрипняк В.В., Ерошенко А.Ю.	103
Влияние ионно-плазменной обработки на микромеханические характеристики композиционных слоев аустенитной нержавеющей стали с разным размером зерна Москвина В.А., Астафурова Е.Г., Рамазанов К.Н., Майер Г.Г., Астафуров С.В., Мельников Е.В., Панченко М.Ю., Загибалова Е.А.	104
Выявление организации пластической деформации в зависимости от кристаллографического направления на основе исследования деформационного поведения монокристаллов сплава Cu-1,5Co-3Al при трении скольжения Княжев Е.О., Калашникова Т.А., Чумаевский А.В.	106
Проверка справедливости закона пэриса для предсказания роста трещины при гигацикловой усталости Баяндин С.Р.	108
Влияние структуры сплава втб на его механические характеристики и пластическую деформацию в процессе скретч-тестирования Шугуров А.Р., Казаченок М.С., Мартынов С.А., Кастеров А.М.	110
Широкодиапазонные определяющие соотношения для описания деформационного поведения металлов и сплавов Билалов Д.А., Баяндин Ю.В., Наймарк О.Б.	112
Механизмы разрушения мезоуровня металлокерамического композита TiNi-TiB₂ Макаров П.В., Бакеев Р.А., Промахов В.В., Жуков А.С.	114
Влияние фазового состава Al-Mg сплавов на характер распространения деформационной полосы Юзбекова Д.Ю., Борисова Ю.И., Могучева А.А.	115
Влияние ИПД на проявление эффекта ПЛШ в AlMgMnZr сплаве Борисова Ю.И., Юзбекова Д.Ю., Могучева А.А.	117
Долговечность алюминиевых и титановых сплавов при комбинированном ударно-волновом и последующем гигацикловом нагружении Оборин В.А., Соковилов М.А., Наймарк О.Б.	118
Особенности проявления мезоскопического структурного уровня на поверхности длинного стального стержня. метод корреляции цифровых изображений Пляскин А.С., Клопотов А.А., Потехаев А.И., Кошко Б.О., Волокитин О.Г., Власов Ю.А.	119

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Моделирование повреждаемости титановых сплавов в широком диапазоне скоростей деформации Скрипняк В.В., Скрипняк Н.В., Козулин А.А., Скрипняк Е.Г., Скрипняк В.А.	121
Вероятностный подход при численном моделировании динамического разрушения Пашков С.В., Зелепугин С.А., Янов Д.В.	122
Исследование структурной неоднородности слоев биметалла Ли Ю.В., Баранникова С.А., Шляхова Г.В., Зуев Л.Б.	124
Исследование деформационного рельефа в керамике $ZrO_2(Y_2O_3)$ методами атомно-силовой микроскопии Шляхова Г.В., Саблина Т.Ю., Севостьянова И.Н., Зуев Л.Б., Кульков С.Н.	125
Исследование неоднородности деформации керамики $ZrO_2(Y_2O_3)$ при растяжении Саблина Т.Ю., Севостьянова И.Н., Горбатенко В.В., Рьжова Л.Н., Молчунова Л.М., Кульков С.Н.	126
Влияние микроструктуры на износостойкость бериллиевой бронзы Сизова О.В., Колубаев А.В., Филиппов А.В., Терюкалова Н.В., Денисова Ю.А.	127
Эволюция деформационных структур на этапе формирования усталостной трещины в соединениях нержавеющей стали, выполненных роликовой сваркой Кибиткин В.В., Солодушкин А.И., Плешанов В.С., Гнусов С.Ф., Хатьков Д.Н.	129
Реализация механизма Кука-Гордона в $Y-TZP$ керамике Буякова С.П., Буяков А.С., Кульков С.Н.	130
Механизмы деформации аустенитной нержавеющей стали при холодной прокатке Сурикова Н.С., Панин В.Е., Наркевич Н.А., Власов И.В., Гордиенко А.И., Волочаев М.Н.	132
Исследование влияния циклического нагружения на структуру и механические свойства низкоуглеродистой стали Надежкин М.В., Зуев Л.Б., Шляхова Г.В., Бочкарёва А.В., Полякова Е.С.	134
Численный анализ влияния текстуры на эволюцию деформационного рельефа и локализацию пластической деформации в поликристаллическом титане Емельянова Е.С., Романова В.А., Балохонов Р.Р., Сергеев М.В.	135
Микромеханическая модель деформационного поведения аддитивных алюминиевых сплавов Романова В.А., Балохонов Р.Р., Емельянова Е.С., Зиновьева О.С., Зиновьев А.В., Плошихин В.	136
Criterion of Interfacial Bridged Cracks Initiation and Quasistatic Growth Mikhail Perelmuter	137
Особенности деформации и разрушения пористой корундовой керамики с пространственной блочной структурой Григорьев М.В., Кульков С.Н.	139
Циклическое сжатие с возрастающей нагрузкой корундовой керамики с пространственной блочной структурой Григорьев М.В., Кульков С.Н.	140
In-situ изучение эволюции механических повреждений сегментированной керамики, методом КЦИ Григорьев М.В., Утяганова В.Р.	141
Структурные особенности пористой керамики полученной при разных температурах спекания Кульков А.С., Смолин И.Ю., Микушина В.А.	142
Деформация УМЗ меди М1 при наноиндентировании Филиппов А.В., Тарасов С.Ю.	143
Спекл-структура поверхностного слоя образцов сплавов ВТ1-0 и Zr-1Nb в и микро- и ультрамелкозернистом состоянии при деформации Шаркеев Ю.П., Клопотов А.А., Потекаев А.И., Устинов А.М., Ерошенко А.Ю., Легостаева Е.В., Белявская О.А.	144
Изучение процесса деформации и разрушения керамики на основе оксида алюминия методом корреляции цифровых изображений Савченко Н.Л., Кибитки В.В., Григорьев М.В.	146
Энергетический анализ разрушения пластичных тел с трещинами Дерюгин Е.Е.	147
Влияние отжига на температуры и последовательность мартенситных превращений в наводороженных образцах никелида титана с нанокристаллической структурой Батурин А.А., Лотков А.И., Гришков В.Н., Родионов И.С.	149
Водород в никелиде титана: диффузия, влияние на мартенситные превращения и неупругие свойства Лотков А.И., Батурин А.А., Гришков В.Н., Родионов И.С.	150

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Autowave and Acoustic Characteristics of Low-Carbon Steel 1008 At Loading Orlova D., Lunev A., Zuev L.	151
Развитие обратимой неупругой деформации в двойном сплаве на основе TiNi при изотермическом механоциклировании изгибом образцов в В2 фазе Тимкин В.Н., Гришков В.Н., Лотков А.И., Жапова Д.Ю.	152
Влияние ркуп на механические свойства алюминиевого сплава 6063 при индентировании и царапании Филиппов А.В., Тарасов С.Ю.	154
Формирование вакуумно-плазменных покрытий на титановых сплавах с умз структурой для защиты от водорода Лотков А.И., Латушкина С.Д., Копылов В.И., Батурин А.А., Гришков В.Н., Родионов И.С., Тимкин В.Н.	156
Effect of Pre-Strain Rolling Path on Abnormal Grain Growth in Friction-Stir Welded Al-Mg-Si Alloy Kalinenko A., Vysotskiy I., Malophev S., Mironov S., Kaibyshev R.	157
Структура и фазовый состав сплава Ti-6Al-4V, изготовленного методом аддитивной технологии Савченко Н.Л.	158
Модификация столбчатой структуры сплава Ti-6Al-4V при аддитивной проволоочной электронно-лучевой технологии Савченко Н.Л.	159
Трибологическое поведение керамики на основе диоксида циркония при сухом скольжении по стали Савченко Н.Л.	160
Структурные особенности поверхности трения керамики $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ после высокоскоростного скольжения по стали Савченко Н.Л.	161
Влияние технологических факторов на химический состав и структуру кобальтовых покрытий, полученных с использованием вакуумной электронно-лучевой технологии Гальченко Н.К., Колесникова К.А., Раскошный С.Ю.	162
Секция 3. Проблемы компьютерного конструирования материалов с иерархической структурой	
О компьютерном моделировании термомеханического износа огнеупорных материалов Заболотский А.В., Турчин М.Ю., Хадыев В.Т., Мигашкин А.О.	165
Computer Simulation of Quantum Technologies: A_2 ($\text{A} = \text{C}, \text{Si}, \text{N}, \text{P}, \text{O}, \text{S}$) Dimmer Sensors Based on Single-Wall Carbon Nanotubes Maslova O.A., Beznosyuk S.A., Masalimov A.S.	167
Напряженно-деформированное состояние кости средней фаланги пальца руки Чайковская Т.В., Кульков С.Н.	169
Устойчивость термобарьерного покрытия при интенсивном тепловом воздействии Люкшин П.А., Панин С.В., Люкшин Б.А., Матолыгина Н.Ю.	170
Исследование влияния структурных особенностей межпозвоночного диска на его напряженно-деформированное состояние Рикун Ю.А., Чайковская Т.В., Кульков С.Н.	171
Особенности изменений зеренной структуры в нанокристаллическом Ti при сдвиговом нагружении Крыжевич Д.С., Корчуганов А.В., Зольников К.П.	172
Особенности зарождения дефектов в наноразмерных кристаллах с оцк решеткой Зольников К.П., Корчуганов А.В., Крыжевич Д.С.	174
Механизмы коллективных атомных смещений, обуславливающих миграцию границ зерен в ванадии при сдвиговом нагружении Корчуганов А.В., Крыжевич Д.С., Зольников К.П.	175
Взаимосвязь зернограничной энергии и плотности упаковки в $\alpha\text{-Fe}$ Бакулин А.В., Кулькова С.Е.	176
Влияние кислорода и фтора на электронную структуру поверхности InAlAs Бакулин А.В., Фукс А.А., Аксенов М.С., Валишева Н.А., Кулькова С.Е.	178
Расчеты коэффициента диффузии кислорода в сплавах Ti-Al: первопринципный подход Кулькова С.Е., Бакулин А.В., Кульков С.С.	180
Влияние легирования на адгезионные свойства границы раздела $\text{Ti}_3\text{Al}/\text{Al}_2\text{O}_3$ Бакулин А.В., Фукс А.А., Кулькова С.Е.	182

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Двумерная модель синтеза интерметаллидного композита с учетом «плавления» Букрина Н.В., Князева А.Г.	184
Влияние формы и длительности внешнего импульса на динамику перераспределения материала между тонкой пленкой и подложкой Парфенова Е.С., Князева А.Г.	185
Субмонослойная адсорбция щелочных металлов на поверхность Cu(001) Русина Г.Г., Борисова С.Д.	187
Компьютерное моделирование процессов набора прочности механоактивированных бетонных смесей Дмитриева М.А., Лейцин В.Н., Шаранова А.В.	188
Современные способы описания структуры порового пространства пористых материалов Смолин А.Ю., Еремина Г.М., Коростелев С.Ю.	190
Построение межатомных потенциалов V-W на основе данных CALPHAD об энтальпии образования Максименко В.Н., Липницкий А.Г., Неласов И.В.	192
Межатомный потенциал для моделирования диффузионных процессов в вольфраме Липницкий А.Г., Максименко В.Н., Неласов И.В., Картамышев А.И.	193
Роль ротационных мод деформации мезоуровня в формировании макроскопических кривых течения Макаров П.В., Смолин И.Ю., Бакеев Р.А.	194
Анализ взаимодействия дислокаций и дислокационных барьеров в ГЦК монокристалле меди Давлятшин Р.П., Волегов П.С.	195
Оценка напряжений и деформаций при росте новой фазы между частицей и матрицей в процессе синтеза композита Анисимова М.А., Князева А.Г.	197
Исследование влияния конфигурационного упорядочения атомов элементарной ячейки Ti-Al-N на механические свойства получаемого покрытия Дмитриев А.И., Никонов А.Ю., Еремеев С.В., Шугуров А.Р.	198
Многоуровневое моделирование эффективных характеристик многокомпонентных композиций на основе полифениленсульфида Панин С.В., Гришаева Н.Ю., Бочкарева С.А., Люкшин Б.А., Панов И.Л., Мухортин Е.И., Нгуен Дык Ань	199
Влияние границ зерен на особенности пластического оттеснения материала в кристаллитах титана при скретч тестировании Дмитриев А.И., Никонов А.Ю., Шугуров А.Р.	200
Построение функций отклика для мезомасштабных частиц Cu, Fe и C на основе молекулярно-динамического моделирования Никонов А.Ю., Дмитриев А.И.	201
Численное исследование влияния параметров среды на распространение медленных деформационных фронтов Микушина В.А., Смолин И.Ю.	202
Связанная модель синтеза композита в режиме горения Чумаков Ю.А., Князева А.Г.	203
Теоретическое изучение факторов, контролирующих режим адгезионного износа, методом дискретных элементов Дудкин И.В., Шилько Е.В., Попов В.Л.	204
Масштабный фактор и его роль в процессе роста трещины продольного сдвига в хрупких материалах Григорьев А.С., Шилько Е.В.	206
Селективная фильтрация воды с примесными ионами через прямоугольные нанопоры перспективных наномембран Цуканов А.А., Шилько Е.В.	207
Особенности перестройки приповерхностной структуры поликристалла меди на атомном масштабе при локальном динамическом нагружении Никонов А.Ю., Жармухамбетова А.М.	209
Локализация деформации и формирование остаточных напряжений в металлокерамических композитах и покрытиях Балохонов Р.Р., Романова В.А., Бакеев Р.А., Кульков А.С., Кульков С.Н.	210

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Численное исследование эффективности использования пористых пьезокерамических материалов в ультразвуковых излучателях Наседкин А.В.	212
Numerical Analysis of Fracture Initiation and Propagation in Weak Porous Sandstones Under Multiaxial Compression Eremin M.O.	214
Численное моделирование изнашивания двух шероховатых поверхностей биосовместимого керамического покрытия при трении Еремина Г.М., Смолин А.Ю.	215
Численное моделирование одноосного сжатия флюидонасыщенного модельного образца покрытия TiN Еремина Г.М., Смолин А.Ю.	217
Численное моделирование индентирования губчатой костной ткани Еремина Г.М., Смолин А.Ю.	219
Моделирование высокоскоростного нагружения [1-101]-монокристаллов магния Власова А.М.	221
Computer modeling of structure and calculation of the short-range order parameters disordered two-layers AB graphene Belosludtseva A.A., Bobenko N.G., Barkalov L.D., Ponomarev A.N.	223
Numerical simulation of deformation and fracture in polycrystalline aluminum at different strain rates Sergeev M.V., Balokhonov R.R., Romanova V.A., Emelianova E.S.	225
Конечно-элементный анализ механических характеристик материалов, получаемых методом электронно-лучевого аддитивного производства из металлического филамента Дудкин И.В., Шилько Е.В., Колубаев Е.А.	226
Теоретическое изучение закономерностей влияния чередования филаментов на макроскопические механические характеристики полиметаллических изделий, получаемых методом электронно-лучевого аддитивного производства Дудкин И.В., Шилько Е.В., Колубаев Е.А.	227
Modeling of the dynamic of self-assembly borophene by PFC Zapolsky N., Bobenko N., Ponomarev A., Khon Yu.	229
Влияние технологических параметров на акустическую эмиссию в процессе обработки. Молекулярно-динамическое исследование. Никонов А.Ю., Жармухамбетова А.М.	230
Анализ акустической эмиссии, возникающей при механической обработке кристаллита железа Никонов А.Ю., Жармухамбетова А.М.	231
Исследование влияния защитного газа на течение плазмы электрической дуги и расплавленного металла Кузнецов М.А., Солодский С.А., Крюков А.В., Крампит М.А.	232
Fracture modeling in specimens with I-, V- and U-shaped notches: a probabilistic approach in excitable cellular automata method Maksimov P.V., Moiseenko D.D., Panin S.V.	234
Finite deformation analysis of a prestressed elastic beam after the layer addition Levin V.A., Zingerman K.M., Vershinin A.V., Kononov D.A.	236
3D-finite element simulations of wedge splitting test of ZrO₂-Y₂O₃ ceramic double cantilever beam with chevron notch Lasko G., Deryugin Ye., Danilenko I., Lakusta M., Schmauder S.	237
Уравнения состояния нефтегазопроводов с учётом искривлений и комплекса воздействий Сильвестров С.А., Кантемиров И.Ф.	239
Алгоритм определения допустимых отклонений перемещений при оценке деформации материалов методом корреляции цифровых изображений Титков В.В., Панин С.В., Ерёмин А.В., Любутин П.С.	241

Секция 4. Научные основы разработки материалов с многоуровневой иерархической структурой, в том числе для экстремальных условий эксплуатации

Ультразвуковая агломерация-дробление наночастиц алмаза Кудряшова О.Б., Верещагин А.Л., Балахнина А.В., Петров Е.А.	244
--	-----

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Effect of Elastic Grading on Fretting Wear Willert E., Popov V.L., Dmitriev A.I., Psakhie S.G.	246
Особенности адсорбции наночастиц на поверхности иерархически организованных наноструктур AlOOH в динамических условиях Ложкомоев А.С.	248
Многоуровневая иерархическая структура силумина, подвергнутого многоциклового поверхностному легированию Иванов Ю.Ф., Лопатин И.В., Петрикова Е.А., Рыгина М.Е., Толкачев О.С.	249
Применение иерархически организованного наноструктурного оксигидроксида алюминия для остановки кровотечений Ложкомоев А.С.	251
О совершенствовании оценки электропроводности наполненных полимеров по текстурной картине изображения макроструктуры Минакова Н.Н., Ушаков В.Я.	252
Применение показателя херста для оценки поведения наполненных полимеров в агрессивных средах Минакова Н.Н., Мансуров А.В.	253
Двойной эффект памяти формы и его циклическая стабильность в [001]- монокристаллах сплава CoNiGa Куксгаузен И.В., Победенная З.В., Куксгаузен Д.А., Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Бессонова И.Г., Кириллов В.А.	254
Роль комбинированной неустойчивости Рэлея-Тейлора и Кельвина-Гельмгольца в образовании рельефа границы раздела покрытие/подложка при воздействии гетерогенных плазменных потоков Невский С.А., Сарычев В.Д., Грановский А.Ю., Коновалов С.В., Громов В.Е.	255
Влияние комбинированной обработки на структуру и микротвердость поверхностных слоев силумина АК10М2Н Шляров В.В., Загуляев Д.В., Рубанникова Ю.А., Громов В.Е.	256
Эффекты памяти формы и сверхэластичности в высокопрочных монокристаллах FeNiCoAlTi, упрочненных наночастицами Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Куксгаузен И.В., Поклонов В.В., Победенная З.В., Бессонова И.Г., Куксгаузен Д.А., Niendorf T., Krooß P.	258
Исследование структурных особенностей монолитных пластин на основе никелида титана с целью создания пористо-монолитных конструкций Артюхова Н.В., Кафтаранова М.И., Аникеев С.Г.	260
Влияние условий нагружения на механические свойства и разрушение органических полимерных композитных материалов на основе эпоксидных смол, упрочненных нанодисперсными частицами Смирнов С.В.	262
Исследование влияния деформации прокаткой с последующими отжигами на механические свойства титанового сплава VT22 Мишин И.П., Найденкин Е.В., Раточка И.В., Лыкова О.Н., Манишева А.И.	264
Влияние имплантации алюминия на структурно-фазовое состояние и упрочнение ультрамелкозернистого титана Никоненко А.В., Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Калашников М.П., Окс Е.М., Курзина И.А.	265
Композитные наночастицы (Cu_xMe_{1-x})O, где Me – Zn, Ag: синтез, свойства, антимикробная активность и цитотоксичность Кондранова А.М., Ложкомоев А.С., Казанцев С.О., Первигов А.В., Фоменко А.Н.	266
Влияние наночастиц диоксида кремния на механические свойства эпоксидных нанокомпозитов Брусенцева Т.А.	267
Влияние титана и молибдена на структурно-фазовое состояние жаропрочного сплава после пластической деформации Никоненко Е.Л., Попова Н.А., Конева Н.А.	269
Микроволокна ацетат целлюлозы, модифицированные наноструктурами AlOOH/Fe₂O₃: синтез, свойства и антимикробная активность Бакина О.В., Казанцев С.О., Кондранова А.М., Рубцов К.В.	271
Изменение морфологии поверхности и твёрдости поверхностного слоя сплава TiNi в зависимости от числа импульсов воздействия электронным пучком Дьяченко Ф.А., Атовуллаева А.А., Яковлев Е.В., Мейснер Л.Л.	272

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Влияние водорода на развитие деформации в титановом сплаве с иерархической ультрамелкозернистой структурой в интервале температур 293-973 К Грабовецкая Г.П., Забудченко О.В., Мишин И.П., Степанова Е.Н.	274
Исследование влияния структурного состояния на эффект памяти формы в монокристаллах сплава $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$ Победенная З.В., Куксгаузен И.В., Куксгаузен Д.А., Киреева И.В., Чумляков Ю.И.	275
Исследование имплантации модифицированных в плазме мембран в хирургическом лечении буллезной кератопатии Филиппова Е.О.	276
Исследование применения мембран в хирургическом лечении буллезной кератопатии Филиппова Е.О., Иванова Н.М., Горбунова Е.А.	278
Свойства тонких пленок на основе полимолочной кислоты после паровой стерилизации Филиппова Е.О., Иванова Н.М.	280
Металлопорошковая композиция на основе бимодального порошка коррозионностойкого сплава 316L Торопков Н.Е., Глазкова Е.А., Родкевич Н.Г., Первиков А.В., Лернер М.И., Мужецкая С.Ю.	282
Структура и закономерности ползучести сплава системы Zr-Nb-H, облученного импульсным электронным пучком Степанова Е.Н., Грабовецкая Г.П., Мишин И.П., Тересов А.Д.	284
Коалесценция детонационного углерода при ультразвуковом облучении в кавитационном режиме Верещагин А.Л., Бычин Н.В., Кудряшова О.Б., Петров Е.А.	285
Антимикробная активность наночастиц CuFe_2O_4, полученных совместным электрическим взрывом Fe и Cu проволок в кислородсодержащей атмосфере Фоменко А.Н., Кондранова А.М., Казанцев С.О., Ложкомоев А.С., Первиков А.В.	286
Влияние электронно-лучевой обработки на химический состав и статические смещения атомов в приповерхностном слое Cr-Mn-N аустенитной стали Наркевич Н.А., Сурикова Н.С., Первалова О.Б., Власов И.В., Наркевич В.В., Дерюгин Е.Е.	288
Кинетика роста поверхностной окалины в процессе химико-термической обработки сплава V-Cr-Ta-Zr Смирнов И.В., Цверова А.С., Гриняев К.В., Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Дитенберг И.А.	290
Биодеградируемые сосудистые заплатки из поликапролактона, содержащие сосудистый эндотелиальный фактор роста, для проведения ангиопластики Севостьянова В.В., Миронов А.В., Кривкина Е.О., Ханова М.Ю., Великанова Е.А., Матвеева В.Г., Глушкова Т.В., Антонова Л.В., Барбараш Л.С.	291
Синтез пористых наноструктур $\gamma\text{-AlOOH}$ окислением алюмонитридной композиции в водном растворе полиакрилата натрия Рубцов К.В., Ложкомоев А.С., Хоробрая Е.Г.	293
Пластические вращения Гриняев Ю.В.	295
Thermodynamic Parameters of Shock Wave Loading of Carbides with Various Stoichiometric Compositions Maevskii K.K.	297
Влияние структурно-фазового состояния на сверхпластичные свойства титанового сплава ПТЗВ Раточка И.В., Лыкова О.Н., Мишин И.П., Найденкин Е.В.	298
Конвективный и диффузионный режимы течения биологической жидкости через пористую стенку цилиндра Назаренко Н.Н., Князева А.Г.	299
Влияние нагрузки при фрикционной обработке на качество поверхности NiCrBSi-Cr₃C₂ покрытия, сформированного лазерной наплавкой Соболева Н.Н., Макаров А.В., Скорынина П.А., Николаева Е.П., Малыгина И.Ю.	300
Особенности высокодефектных структурных состояний в порошках металлов после механической активации Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корчагин М.А.	301
Термическая стабильность микроструктуры и микротвердости образцов Ni₃Al, синтезированных методом искрового плазменного спекания, в зависимости от продолжительности предварительной механической активации Осипов Д.А., Смирнов И.В., Гриняев К.В., Мельников В.В., Корчагин М.А., Дитенберг И.А.	302

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Моделирование радиационно-индуцированных зарядовых эффектов в гетерогенных материалах пористого типа	
Алексеев М.В., Воронин Ф.Н., Жуковский М.Е., Савенков Е.Б., Усков Р.В.	303
Сверхэластичность и эффект памяти формы в высоконикелевых монокристаллах Ti-51.7Ni после ступенчатого старения	
Тимофеева Е.Е., Пичкалева М.В., Суриков Н.Ю., Тагильцев А.И., Ефтифеева А.С., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.	304
Наноламинат системы Cu-Al, полученный путем механической активации с последующим кручением под давлением	
Гриняев К.В., Смирнов И.В., Корчагин А.Н., Дитенберг И.А.	305
Высокотемпературная сверхэластичность в гетерофазных монокристаллах сплава Ni₄₉Fe₁₈Ga₂₇Co₆ (ат.%)	
Ларченкова Н.Г., Панченко Е.Ю., Тохметова А.Б., Чумляков Ю.И.	306
Влияние температуры старения в мартенсите под нагрузкой на двусторонний эффект памяти формы в монокристаллах сплава Ni₄₉Fe₁₈Ga₂₇Co₆ (ат. %)	
Тохметова А.Б., Ларченкова Н.Г., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.	308
Ориентационная зависимость термического гистерезиса при развитии R-B19' мп в состаренных монокристаллах сплава Ni_{50,6}Ti_{49,4}	
Суриков Н.Ю., Тимофеева Е.Е., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.	310
Синтез и исследование цитотоксичности композитов на основе гидрогеля полиакрилата натрия и γ-AlOOH	
Рубцов К.В., Кондранова А.М., Фоменко А.Н., Бакина О.В., Ложкомоев А.С.	312
Содержание фаз на тоберитовой основе в CSH геле портландцемента с разным водоцементным отношением	
Абзаев Ю.А., Гныря А.И., Коробков С.В.	314
Исследование акустической эффективности ячеек зпк конической формы при различных уровнях звукового давления	
Писарев П.В., Максимова К.А., Храпцов И.В.	315
Численное прогнозирование механических характеристик и определение коэффициентов линейного теплового расширения сотовой звукопоглощающей конструкции	
Писарев П.В., Ермаков Д.А., Максимова К.А.	317
Моделирование зернограницной диффузия с учетом формы зерна	
Чепак-Гизбрехт М.В.	319
Bone-Like Multilevel Calcium Phosphate Coating Modulates an Interaction of Mesenchymal Stem Cells and Tumor Cells	
Malashchenko V.V., Shunkin E.O., Shupletsova V.V., Khaziakhmatova O.G., Yurova K.A., Melashchenko E.S., Litvinova L.S., Khlusov I.A., Komarova E.G., Chebodaeva V.V., Sharkeev Yu.P.	320
Антифрикционные композиты на основе полиэфирэфиркетона (ПЭЭК)	
Нгуен дык Ань, Панин С.В., Корниенко Л.А., Иванова Л.Р.	322
Structural Heterogeneity of Ultrafine-Grained FCC Metals Processed Through Equal-Channel Angular Pressing on Meso- and Macroscale Levels	
Ivanov K.V.	323
Численное моделирование распространения электромагнитного излучения в гетерогенном материале с прямым разрешением его микроструктуры	
Алексеев М.В., Савенков Е.Б., Березин А.В., Марков М.Б., Садовничий Д.Н.	324
Исследование материалов, полученных в процессе электроискрового плазменного спекания алюминида никеля и циркония	
Шевцова Л.И., Немолочнов Д.А., Волков Д.С.	326
Стабильность двустороннего эффекта памяти формы к перегревам и противодействующим нагрузкам в монокристаллах сплава CoNiAl	
Ефтифеева А.С., Панченко Е.Ю., Чумляков Ю.И.	328
Большие обратимые деформации в состаренных под нагрузкой в мартенсите монокристаллах сплавов NiFeGaCo и NiMnGa	
Панченко Е.Ю., Тимофеева Е.Е., Ларченкова Н.Г., Пичкалева М.В., Ефтифеева А.С., Тохметова А.Б., Тагильцев А.И., Суриков Н.Ю., Чумляков Ю.И.	330
Роль оксида FeO при создании многоуровневой структуры поверхностного слоя металлических материалов в зоне сухого скольжения под воздействием электрического тока	
Фадин В.В., Алеутдинова М.И.	332

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Влияние твёрдых растворов в первичной структуре композитов на устойчивость при сдвиге их поверхностных слоёв в сухом скользящем контакте с высокой плотностью тока Фадин В.В., Алеутдинова М.И.	333
Effects of Deformation of the High-Temperature Synthesis Product on the Grain Size of the Ni₃Al Intermetallic Compound Synthesized Under Pressure Ovcharenko V.E., Akimov K.O., Boyangin E.N.	334
Термическая стабильность двойниковых границ при отжигах высокомарганцевых аустенитных сталей, подвергнутых кручению под высоким давлением Майер Г.Г., Астафурова Е.Г.	336
Получение рецептуры композиций полифениленсульфида с углеродными волокнами различной длины Панин С.В., Гришаева Н.Ю., Бочкарева С.А., Люкшин Б.А., Панов И.Л., Нгуен Дык Ань, Ле Ми Тхи Хиеп	337
Влияние механизма дисперсионного твердения на закономерности водородного охрупчивания высокоазотистой аустенитной стали, легированной ванадием Панченко М.Ю., Астафурова Е.Г., Майер Г.Г., Мельников Е.В., Москвина В.А., Астафуров С.В., Михно А.С., Тумбусова И.А.	339
Термическая стабильность микроструктуры и механических свойств жаропрочной малоактивируемой 12%-Cr ферритно-мартенситной стали ЭК-181 Полехина Н.А., Алмаева К.В., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В.	340
Электрохимическое гидрирование механически активированного порошкового никелида титана Абдульменова Е.В., Кульков С.Н.	342
Исследование особенностей структуры и свойств малоуглеродистых низколегированных трубных Cr-Mo сталей, эксплуатируемых в сероводородсодержащей среде Путилова Е.А., Задворкин С.М., Горкунов Э.С., Веселов И.Н., Пышминцев И.Ю.	344
Получение биосовместимых сплавов системы Ti-Nb методом порошковой металлургии с применением релятивистского электронного пучка вне вакуума Глухов И.А., Голковский М.Г., Майрамбекова А.М., Шаркеев Ю.П.	346
Влияние термообработки на прочность и пластичность стали AISI 304, полученной методом проволочной электронно-лучевой печати Панченко М.Ю., Москвина В.А., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Мельников Е.В., Рубцов В.Е., Колубаев Е.А., Астафурова Е.Г.	347
Исследование влияния энергии дефекта упаковки на параметры соотношения Холла-Петча для аустенитных нержавеющей сталей Астафуров С.В., Майер Г.Г., Мельников Е.В., Москвина В.А., Панченко М.Ю., Астафурова Е.Г.	348
Закономерности и механизмы пластической деформации и разрушения ванадийсодержащих хромомарганцевых сталей с высоким содержанием углерода и азота Астафурова Е.Г., Астафуров С.В., Майер Г.Г., Мельников Е.В., Москвина В.А., Панченко М.Ю., Гальченко Н.К., Тумбусова И.А.	349
Влияние продолжительности старения на микроструктуру, фазовый состав и микротвердость высокоазотистой аустенитной стали Тумбусова И.А., Майер Г.Г., Панченко М.Ю., Москвина В.А., Мельников Е.В., Астафуров С.В., Михно А.С., Гальченко Н.К., Астафурова Е.Г.	350
Effect of Tantalum on the Tensile Properties of 12%Cr Martensitic Steels for Steam Blades Fedoseeva A.E., Nikitin I.S., Fedoseev A.E., Dudova N.R., Kaibyshev R.O.	351
Effect of Heat Treatment on Structure and Mechanical Properties of 12Cr-3Co Steel with Low N and High B Contents Nikitin I.S., Fedoseeva A.E., Odnobokova M.V., Dudova N.R., Kaibyshev R.O.	352
Effect of Warm Rolling on Grain Refinement and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steel Odnobokova M., Belyakov A., Fedoseeva A., Kaibyshev R.	353
Экспериментальные исследования прочности элементов космической техники при воздействии мелких фрагментов космического и техногенного мусора Добрица Д.Б., Жалнин Е.В., Пашков С.В., Христенко Ю.Ф.	354
Особенности технологического процесса термоштамповки изделий из термопластичных композиционных материалов Аношкин А.Н., Шипунов Г.С., Баранов М.А., Головин Д.В.	356

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Исследование структурно-фазового состояния и свойств ударопрочных защитных покрытий системы Zr-Y-O на подложках Si	
Божко И.А., Поданев А.П., Калашников М.П., Федорищева М.В., Сергеев В.П.	358
Особенности деформированной микроструктуры ферритно-мартенситной стали ЭК-181 после высокотемпературной термомеханической обработки	
Алмаева К.В., Полехина Н.А., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В.	360
Особенности микроструктуры и механических свойств ферритно-мартенситной стали ЭП-823 после высокотемпературной термомеханической обработки	
Алмаева К.В., Линник В.В., Литовченко И.Ю., Полехина Н.А., Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В.	362
Влияние деформационно-термической обработки на коррозионные и трибологические свойства композита Ti-15Mo/TiB	
Озеров М.С., Газизова М.Ю., Степанов Н.Д., Жеребцов С.В.	363
Метод определения модулей упругости наночастиц используя модели гомогенизации	
Филиппов А.А., Фомин В.М.	365
Особенности микроструктуры объема и элементного состава поверхности ферритно-мартенситной стали ЭК-181 после длительной выдержки в теплоносителе	
Литовченко И.Ю., Алмаева К.В., Полехина Н.А., Пинжин Ю.П., Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В.	367
Влияние бимодальной структуры полученной равноканальным угловым прессованием и последующей прокаткой на сверхпластическое поведение Al-Mg-Sc-Zr сплава	
Автокротова Е.В., Латыпова О.Э., Ситдииков О.Ш., Маркушев М.В.	368
Микроструктура, статическая прочность и сверхпластичность алюминиевого сплава 1570С, подвергнутого всесторонней ковке с понижением температуры	
Ситдииков О.Ш., Автокротова Е.В., Ильясов Р.Р., Латыпова О.Э., Маркушев М.В.	369
Особенности микроструктуры и механические свойства аустенитной стали ЭК-164 в условиях термомеханических обработок	
Аккузин С.А., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н.	370
Влияние высокотемпературной термомеханической обработки на особенности микроструктуры и механические свойства высокоазотистой аустенитной стали	
Салова Ю.С., Литовченко И.Ю., Аккузин С.А., Тюменцев А.Н., Наркевич Н.А.	371
Численное моделирование интенсивной пластической деформации при динамическом рифлении прессованием	
Ахметшин Л.Р., Москвичев Е.Н.	372
Морфология ультраволокнистых материалов на основе поли-(3-гидроксипропаната) медицинского назначения	
Ольхов А.А., Тюбаева П.М., Филатова А.Г., Зернова Ю.Н., Жулькина А.Л., Кучеренко Е.Л., Иорданский А.Л.	374
The Grain Structure in the Layer of Zr-Y-O in Coating on the Basis of Zr-Y-O / Si- Al-N Depend on Annealing Time at 900C in the «In-Situ» Mode	
Fedorischeva M.V, Kalashnikov M.P, Bozhko I.A.and Sergeev V.P.	376
Структурно-фазовое состояние медной подложки при обработке ионным пучком циркония	
Федорищева М.В., Калашников М.П., Божко И.А., Сергеев В.П.	377
Влияние химического и фазового состава на механические свойства и термическую стабильность ультрамелкозернистых титановых сплавов	
Найденкин Е.В., Раточка И.В., Мишин И.П., Лыкова О.Н.	379
Исследование влияния поперечно-винтовой прокатки на структуру и механические свойства трубной стали 09Г2С	
Власов И.В., Сурикова Н.С., Мишин И.П., Панин С.В., Смирнова А.С., Яковлев А.В., Станкевич Р.В.	380
Изменение механических и физико-химических свойств поверхностного слоя сплава TiNi в зависимости от числа импульсов воздействия электронным пучком	
Дьяченко Ф.А., Яковлев Е.В., Мейснер Л.Л., Шулепов И.А., Атовуллаева А.А.	382
Влияние низкоэнергетической механической обработки на структуру порошка Al₂O₃-ZrO₂-Y₂O₃ и свойства спеченной керамики	
Севостьянова И.Н., Саблина Т.Ю., Молчунова Л.М., Рыжова Л.Н., Бужакова С.П., Кульков С.Н.	384

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Структура и свойства силикатных покрытий на биорезорбируемом сплаве Mg-0.8Ca Угодчикова А.В., Седельникова М.Б., Шаркеев Ю.П., Толкачева Т.В., Комарова Е.Г., Толмачев А.И., Шмидт Д.	385
Высокоэнтропийная трехкомпонентная керамика (Zr, Hf, Nb)C Ван Дакунь, Бурлаченко А.Г., Мировой Ю.А., Буяков А.С., Дудина Д.В., Есиков М.А., Кульков С.Н., Буякова С.П.	387
Формирования многофункциональных поверхностных композиций с иерархической структурой из высокоэнтропийных материалов с эффектом памяти формы Бледнова Ж.М., Русинов П.О.	388
Самозалечивание в керамиках ZrB₂-ZrC-SiC-ZrO₂ Дедова Е.С, Бурлаченко А.Г., Мировой Ю.А., Буяков А.С., Буякова С.П.	390
Структура композитов TiC-TiNi, полученных спеканием под давлением Деркач Е.А., Буякова С.П.	391
Особенности электрохимической коррозии криокатаного и состаренного алюминиевого сплава Крымский С.В., Ильясов Р.Р., Пинегина А.А., Автократова Е.В.,	392
Изучение микроструктуры и низкотемпературного разрушения промышленной низкоуглеродистой трубной стали для современных газопроводов Деревягина Л.С., Гордиенко А.И., Сурикова Н.С.	394
Транспортные свойства двухслойных графенов во внешних полях с нарушенной симметрией основного состояния Мищук Б.Р., Решетняк А.А.	396
Формирование иерархической поровой структуры и морфологии поверхности в микродуговых кальций-фосфатных покрытиях Комарова Е.Г., Чебодаева В.В., Хлусов И.А., Литвинова Л.С., Шаркеев Ю.П.	398
К теории напряжения течения в мультимодальных поликристаллических агрегатах. Эффект дисперсионного упрочнения Решетняк А.А., Шаркеев Ю.П., Чевизович Д.	400
Влияние исходного структурного состояния сплава Ti_{49,3}Ni_{50,7}(ат.%) на проявление термомеханической памяти при деформировании кручением Жапова Д.Ю., Гришков В.Н., Лотков А.И., Тимкин В.Н., Гусаренко А.А.	403
Разрушение сплавов VT1-0 и Zr-1 мас. %Nb в различных структурных состояниях при нагружении в режиме гигацикловой усталости Майрамбекова А.М., Шаркеев Ю.П., Наймарк О.Б., Банников М.В., Ерошенко А.Ю., Оборин В.А.	404
Особенности изменения динамических характеристик композитов в зависимости от количества слоев и их укладки Красновейкин В.А., Дружинин Н.В.	405
Применение порошковых катодов Ti-Al, Ti-Al-Si для вакуумно-дугового синтеза нитридных покрытий Прибытков Г.А., Фирсина И.А., Коростелева Е.Н., Коржова В.В., Степанов И.Б., Иванов Ю.Ф.	406
Структурные превращения в порошковых Al-Cr прессовках при нагреве на воздухе Прибытков Г.А., Коржова В.В., Коростелева Е.Н.	407
Obtaining OF Heteromodulus ZrC-Based Composite Materials, Their Structure and Properties Mirovoy Yu.A., Burlachenko A.G., Buyakova S.P.	409
Слоистый теплозащитный керамический материал HfC-ZrB₂-SiC-ZrO₂ Мировой Ю.А., Бурлаченко А.Г., Буякова С.П., Дедова Е.С., Кульков С.Н.	410
Исследование влияния структурно-фазового состояния керамики на основе ZrO₂ на устойчивость к термоударным воздействиям Мировой Ю.А., Бурлаченко А.Г., Дедова Е.С., Деркач Е.А., Буякова С.П.	411
Влияние термообработок на структуру, фазовые превращения и неупругость нанокристаллического сплава Ti-50,9 ат. % Ni Полетика Т.М., Гирсова Н.В., Гирсова С.Л., Гришков В.Н., Лотков А.И.	413
Свободная энергия поверхности TiNi сплава после ионно-пучковой обработки и её влияние на пролиферативную активность стволовых клеток Гудимова Е.Ю., Шабалина О.И., Мейснер Л.Л., Иванова Н.М.	415
Наноструктурирование аморфной металлической пленки, инициированное миллисекундным тепловым импульсом Слядников Е.Е., Хон Ю.А., Турчановский И.Ю., Каминский П.П.	417

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Кальцийфосфатные мишени для ВЧ магнетронного распыления биопокрытий Болат-оол А.А., Просолов К.А., Химич М.А., Чебодаева В.В., Уваркин П.В., Толмачев А.И., Белявская О.А., Шаркеев Ю.П.	419
Механические и трибологические характеристики боактивного композита гидроксиапатит-мунт Пономарев А.Н., Резванова А.Е., Барабашко М.С.	421
Микроструктура, механические свойства и термостабильность биоинертных сплавов Ti-45 мас. % Nb и Zr-1 мас. % Nb в ультрамелкозернистом состоянии Ерошенко А.Ю., Шаркеев Ю.П., Химич М.А., Глухов И.А., Уваркин П.В., Майрамбекова А.М., Толмачев А.И.	422
Структура ближнего и среднего порядка в аморфном Ti-Ni-Ta поверхностном сплаве после низкотемпературного отжига, исследованная методами просвечивающей электронной микроскопии Семин В.О., Мухамедова Р.Р., Мейснер Л.Л., Ротштейн В.П.	423
Термомеханические напряжения в переходной зоне никелида титана с покрытием из кремния или тантала Князева А.Г., Маслов А.Л., Крюкова О.Н.	425
Неоднородность деформации нанокристаллического сплава Ti - 50,9 ат. % Ni при механическом циклировании Полетика Т.М., Гирсова С.Л., Гирсова Н.В., Биттер С.М.	426
Влияние размера исходного порошка свмпэ на механические и триботехнические характеристики композитов, армированных функционализированным стекловолокном Панин С.В., Хуан Цитао, Корниенко Л.А., Буслович Д.Г., Алексенко В.О.	427
Механические и триботехнические свойства твердосмазочных композитов на основе полиимида Панин С.В., Ло Цзянкунь, Корниенко Л.А., Буслович Д.Г., Алексенко В.О.	428
Формирование кальцийфосфатных микродуговых покрытий с импрегнированными цинксодержащими наночастицами Чебодаева В.В., Седельникова М.Б., Бажанова В.С., Шаркеев Ю.П.	429
Grain Characteristics and Mechanical Properties of Bioinert Ti-40 wt. %Nb alloy Zhu Qifang, Sharkeev Yu.P., Eroshenko A.Yu., Sun Zeming, Zhang Hongju, Han Xiaole, Glukhov I.A., Mairambekova A.M.	431
Температурная зависимость напряжения мартенситного сдвига и предела текучести в крупнозернистых образцах сплава Ti_{49.3}Ni_{50.7}(ат.%) Жапова Д.Ю., Лотков А.И., Гришков В.Н., Гусаренко А.А., Тимкин В.Н.	432
Самозалечивание в высокотемпературных керамиках ZrB₂-SiC Бурлаченко А.Г., Мировой Ю.А., Дедова Е.С., Буякова С.П.	434
Медицинский полиуретан с улучшенной биосовместимостью после обработки методом ионной имплантации Чудинов В.С., Шардаков И.Н., Маслова В.В., Солодников С.Ю., Фефилова И.В., Литвинов В.В., Фрейнд Г.Г., Кондюрин А.В.	436
Влияние ультразвуковых колебаний при микродуговом оксидировании на адгезионную прочность кальцийфосфатных покрытий Казанцева Е.А., Комарова Е.Г.	438
Влияние пористости на структурно-фазовое состояние керамики ZrO₂-Y₂O₃ Савченко Н.Л., Саблина Т.Ю., Севостьянова И.Н.	440
Mechanical Activation of Self-Propagating High Temperature Synthesis in Titanium, Carbon Black and Iron-Based Alloy Powder Mixtures Baranovskiy A.V., Pribytkov G.A., Krinitcyn M.G., Nomyakov V.V., Dankovcev G.O.	441
Влияние термической обработки на структуру и свойства жаропрочного никелевого сплава ЖС6У Корниенко Е.Е., Рашковец М.В., Лазуренко Д.В.	443
Формирование пористого кремния методами металл-стимулированного химического травления и электрохимического травления Круковский К.В., Кашин О.А., Лотков А.И.	445
Распределение структурных характеристик и фазового состава в покрытиях, полученных при наплавке порошковой смеси Cr₃C₂ + TiC на низкоуглеродистую сталь пучком релятивистских электронов Иванов К.В., Овчаренко В.Е.	447
Влияние типа и замера наполнителей, функционализированных обработкой силансодержащим модификатором KH550, на механические и триботехнические свойства композитов на основе СВМПЭ Панин С.В., Хуан Цитао, Корниенко Л.А., Буслович Д.Г., Алексенко В.О.	448

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Влияние деформационного упрочнения, вызванного поперечно винтовой прокаткой, на ударную вязкость стали 09Г2С	
Смирнова А.С., Власов И.В., Сурикова Н.С., Яковлев А.В., Мишин И.П., Панин С.В.	450
Развитие обратимой неупругой деформации в двойном сплаве на основе TiNi при изотермическом механоциклировании изгибом образцов в В2 фазе	
Тимкин В.Н., Гришков В.Н., Лотков А.И., Жапова Д.Ю.	452

Секция 5. Деградация тонких пленок и многослойных покрытий как иерархически организованных структур

The Degree of Polymer Oxidation and Its Effect on Structure and Properties of LDPE Films	
Zykova A.K., Pantyukhov P.V., Monakhova T.V., Shatalova O.V., Krivandin A.V., Popov A.A.	454
Влияние промежуточных слоев Ti-Al на разрушение многослойных покрытий на основе Ti-Al-N при одноосном растяжении и их стойкость к окислению	
Шугуров А.Р., Кастеров А.М., Кузьминов Е.Д.	456
Влияние содержания Ta в покрытиях Ti-Al-Ta-N на их структуру и механические свойства	
Шугуров А.Р., Кузьминов Е.Д., Кастеров А.М., Акуликин А.А., Панин А.В.	458
Импантация нержавеющей стали ионами алюминия, бора, кислорода и её коррозионная стойкость	
Дорофеева Т.И., Губайдулина Т.А., Сергеев О.В., Сунгатулин А.Р., Сергеев В.П.	460
Особенности диффузии в переходной зоне «покрытие (Si,Ta) –подложка (TiNi)» при внешнем нагреве	
Князева А.Г., Крюкова О.Н., Маслов А.Л.	462
Наноккомпозитные Ti-Ni-Nb и Ti-Ni-Ta поверхностные сплавы: моделирование, аддитивный тонкопленочный электронно-пучковый синтез и характеристика микроструктуры	
Мейснер Л.Л.	463
Изнашивание магнетронных покрытий на основе системы Cu-Mo-S в условиях приложения электрического тока	
Жарков С.Ю., Сергеев В.П., Калашников М.П.	464
Кинетика термоокислительной деструкции полимерных смесей на основе полилактида	
Подзорова М.В., Тертышная Ю.В., Попов А.А.	465
Влияние термоокисления на биодеградацию изотактического полипропилена, полиамида 6/66-4 и смесей на их основе	
Воронцов Н.В., Марголин А.Л., Попов А.А.	466
Состав и структура градиентно-слоистых покрытий: легированный нитрид титана - дисперсно-упрочнённый аморфный углерод	
Овчинников С.В., Слабодчиков В.А., Кузнецов В.М.	467

Секция 6. Методы и средства неразрушающего контроля материалов и конструкций с иерархической структурой

Рентгеновский метод количественной оценки величины модуля упругости в материалах с градиентным изменением параметров структуры	
Остапенко М.Г., Мейснер Л.Л.	470
Влияние состава двухфазной системы Pb – Sn на акустическую эмиссию при пластической деформации	
Салита Д.С., Поляков В.В.	472
Особенности акустической эмиссии при пластической деформации и разрушении титана	
Дмитриев А.А., Поляков В.В.	474
Применение EBSD-анализа для исследования структуры и распределения остаточных напряжений в сварных трубах из стали 13ХФА	
Горкунов Э.С., Задворкин С.М., Горулева Л.С., Путилова Е.А., Мальцева А.Н.	476
Численное моделирование процесса теплового контроля в конструкции с сотовым наполнителем	
Аношкин А.Н., Головин Д.В., Пеленев К.А., Осокин В.М.	477
Молекулярно-динамическое исследование акустической эмиссии, возникающей в процессе обработки материала скользящим индентором	
Никонов А.Ю., Жармухамбетова А.М.	479
Особенности использования высокоразрешающей рентгеновской компьютерной томографии для контроля микроструктуры композитов В4С	
Коробенков М.В., Нарикович А.С., Левков Р.В., Снигирев А.А.	481

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Анализ изменения механических и тепловых характеристик конструкционных сталей после длительной эксплуатации	
Смирнов А.Н., Абабков Н.В., Данилов В.И., Пимонов М.В.	482
Simulation of Aluminum Panel Damage Detection Using Ultrasonic Lamb Waves	
Burkov M.V., Byakov A.V.	483
Simulation and Experimental Verification of the Process of Damage Detection of CFRP Subjected to Drop-Weight Impact Loading	
Burkov M.V.	484
Комплексный экспериментальный подход обнаружения дефектов в углерод-углеродном композите методами лазерной виброметрии и оптической термографии	
Красновейкин В.А., Дружинин Н.В., Дерусова Д.А., Шпильной В.Ю.	485
Исследование температурного поля при интенсивном трении УМЗ материалов методом ИК термографии	
Филиппов А.В., Тарасов С.Ю.	486
Вибромониторинг процесса трещинообразования в железобетонных конструкциях	
Цветков Р.В., Шардаков И.Н., Шестаков А.П., Глот И.О.	488
Практическое применение алгоритм расчета J-интеграла по данным определения оптического потока при механических испытаниях материалов	
Титков В.В., Панин С.В., Ерёмин А.В., Любутин П.С., Козулин А.А.	490
Raman Scattering in C60@SWCNTS peapods	
Maslova O.A., Yuzyuk Yu.I., Barannikova S.A.	492
On the Determination of Graphene Edge Chirality Via Raman Spectroscopy	
Maslova O.A., Yuzyuk Yu.I., Barannikova S.A.	493

Секция 7. Сварка, родственные процессы и технологии для создания технических систем ответственного и специального назначения, в том числе для эксплуатации в экстремальных условиях и низких климатических температур Арктики и Крайнего Севера

Влияние технологических режимов получения образцов из титанового сплава методом электронно-лучевого аддитивного производства на их структуру и механические свойства	
Калашников К.Н., Чумаевский А.В., Калашникова Т.А.	495
Исследование морфологии поверхности образцов титанового сплава, полученных методом электронно-лучевой 3D-печати	
Калашников К.Н., Иванов А.Н., Рубцов В.Е., Калашникова Т.А.	496
Особенности разрушения образцов сплава ВТ6, полученных электронно лучевым аддитивным методом	
Калашников К.Н., Белобородов В.А., Дмитриев А.В., Жуков Л.Л.	497
Особенности образования дефектов в изделии из жаропрочного сплава на основе никеля, полученном методом электронно-лучевой аддитивной технологии	
Гурьянов Д.А., Фортуна С.В., Калашников К.Н., Осипович К.С.	498
Исследование прочности тонкостенных алюминиевых конструкций, полученных методом аддитивно-субтрактивного производства	
Филиппов А.В., Шамарин Н.Н., Утяганова В., Рубцов В.Е.	500
Исследование коррозионной стойкости напечатанного электронно-лучевым методом сплава АМГ5	
Филиппов А.В., Шамарин Н.Н., Утяганова В.	501
Выбор смазочных материалов для волочения филаментов из сплава 55Ni-10W-9,5Co-8,5Cr, применяемых в аддитивной электронно-лучевой технологии	
Попелюх А.И., Тюрин А.Г., Руктуев А.А., Корниенко Е.Е., Рашковец М.В.	502
Особенности структурно-фазового состояния доэвтектического силумина марки АК7Ч	
Казанцева Л.А., Курзина И.А.	504
Точность построения изделий из нержавеющей стали аддитивным электронно-лучевым методом	
Калашников К.Н., Осипович К.С., Калашникова Т.А.	505
Исследование металлокерамических композиционных материалов, получаемых в процессе лазерной наплавки	
Гольшев А.А., Филиппов А.А.	507
Особенности направленной кристаллизации суперсплава на основе никеля в процессе локальной металлургии	
Фортуна С.В., Гурьянов Д.А., Калашников К.Н.	509

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Микроструктура образцов из нержавеющей стали марки 12X18H9T, полученных методом электронно-лучевой аддитивной металлургии Осипович К.С., Калашников К.Н.	510
Механические свойства образцов стали марки 12X18H9T, изготовленных методом электронно-лучевой металлургии Осипович К.С., Калашников К.Н., Гурьянов Д.А.	511
Модификация поверхности 3D напечатанных образцов титанового сплава Ti-6Al-4V путем электронно-пучковой и ультразвуковой ударной обработок Синякова Е.А., Панин А.В., Панин С.В.	512
Применение высококонцентрированных пучков энергии для формирования алюминидов титана Матц О.Э., Рашковец М.В., Чучкова Л.В.	514
Требования к филаментам для металлургии локальных объемов материалов в аддитивных технологиях Буров В.Г.	516
Повышение износостойкости титановых сплавов с применением аддитивных технологий электронно-лучевой обработки Чучкова Л.В., Белов А.С., Матц О.Э.	518
Формирование никельсодержащих покрытий методами электронно-лучевой наплавки и плазменного напыления Зимоглядова Т.А., Корниенко Е.Е., Дробяз Е.А., Егорова А.С.	520
Влияние связующего на характеристики металлопорошковой композиции на основе бимодального порошка сплава 316L Торопков Н.Е., Глазкова Е.А., Родкевич Н.Г., Первиков А.В., Лернер М.И.	522
A Comparative Study of the Macroscopical and Microscopical Fracture Mechanisms in Cast and Additively Manufactured Austenitic Stainless Steels Moskvina V.A., Panchenko M.Yu., Maier G.G., Astafurov S.V., Melnikov E.V., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A., Astafurova E.G.	524
Microstructural Inhomogeneity of Phase Composition and Grain Structure in Electron Beam Wire-Feed Additive Manufactured AISI 304 Stainless Steel Panchenko M.Yu., Maier G.G., Moskvina V.A., Melnikov E.V., Astafurov S.V., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A., Astafurova E.G.	525
Структура железоникелевых инваров, полученных спеканием порошков Абдульменова Е.В., Кульков С.Н.	526
Кинетика структурирования в адгезионном слое при создании объектов в технологии LOM Сайфуллин Э.Р., Князева А.Г.	528
Структура полиметаллических изделий, изготовленных методом электронно-лучевой 3D-печати с использованием проволоки из нержавеющей стали 12X18H9T и меди М1 Осипович К.С., Воронцов А.В., Калашников К.Н., Калашникова Т.А.	530
Повышение износостойкости 3D-напечатанных образцов титанового сплава Ti-6Al-4V путем оксидирования Евтушенко О.В., Панин А.В., Казаченок М.С., Буслевич Д.Г., Мартынов С.А.	532
Образование α'' мартенсита в титановом сплаве Ti-6Al-4V, полученном методом 3D-печати Перевалова О.Б., Панин А.В., Казаченок М.С.	534
Ударная вязкость образцов из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методами аддитивных технологий Казаченок М.С., Власов И.В., Панин А.В.	535
Электронно-лучевая аддитивная технология получения композита TiC/ Ti-6Al-4V Буйлук А.О., Панин А.В., Казаченок М.С.	536
Особенности формирования сварного шва в 3D-напечатанных изделиях из титанового сплава Ti-6Al-4V Яхин А., Панин А.В.	537
Электронно-лучевая аддитивная технология Al-Mg сплава: макроструктура и рентгеноструктурный анализ Воронцов А.В., Утяганова В.Р., Шамарин Н.Н., Жуков Л.Л.	538
Свойства электронно-лучевой аддитивной технологии алюминиево-магниевого сплава Воронцов А.В., Утяганова В.Р., Шамарин Н.Н., Дмитриев А.В.	540

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Исследование характера разрушения многослойной композиции «керамическое покрытие ZrO_2 - связующий слой NiAl - подложка Ti-6Al-4V» в процессе термических испытаний Мартынов С.А., Панин А.В., Казаченок М.С., Русяев А.Н.	542
Микроструктура, деформационное поведение и механические свойства изделий из титанового сплава Ti-6Al-4V, полученных методами аддитивных технологий Панин А.В., Колмаков А.Г., Чижик С.А., Хейфец М.Л., Чугуй Ю.В.	543
Heat Treatment of Ti-6Al-4V Alloy, Manufactured by Electron-Beam Melting Pushilina N.S., Stepanova E.N., Kudiiarov V.N., Laptev R.S., Syrtanov M.S., Kashkarov E.B.	544
Структура и свойства полиметаллов системы Ti- Al осажденных путем электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии Утяганова В.Р., Чумаевский А.В., Калашников К.Н.	545
Коррозионные свойства стали Fe-Cr-Ni-Mn-Mo-Ti, полученной электронно-лучевой аддитивной технологией из порошковой проволоки на основе ферритной стали Утяганова В.Р., Филиппов А.В., Калашников К.Н., Шамарин Н.Н., Рубцов В.Е., Колубаев Е.А.	546
Изготовление полиметаллических образцов методом аддитивной электронно-лучевой технологии Гурьянов Д.А., Калашников К.Н., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.	547
Закономерности структурно-фазовых изменений при изготовлении полиметаллических образцов системы "медь-титан" в условиях аддитивного получения Гурьянов Д.А., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.	548
Трибологические свойства полиметаллов системы "медь-титан", полученных аддитивным методом Гурьянов Д.А., Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.	549
Investigation of Deformation Behavior of SLM Ti6Al4V Specimens Subjected to Tension Panin S.V., Eremin A.V., Burkov M.V., Byakov A.V., Pochivalov Yu.I.	550
Топографические и физико-химические характеристики сплава Ti-Ni-Nb, сформированного на TiNi подложке аддитивным методом с использованием электронного пучка Гудимова Е.Ю., Нейман А.А., Шабалина О.И., Мейснер Л.Л.	551
Аддитивное выращивание фотонных кристаллов Доненко И.Л., Доненко А.В., Лукьяненко В.А.	553
On the Fatigue Behavior of SLM Ti6Al4V Specimens: DIC and Fractographic Study Panin S.V., Eremin A.V., Burkov M.V., Lyubutin P.S., Byakov A.V., Pochivalov Yu.I.	554
Особенности направленной кристаллизации материала при электронно-лучевом аддитивном изготовлении деталей из титановых сплавов Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.	555
Формирование дефектов в структуре образцов, полученных методом электронно-лучевой аддитивной технологии Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.	556
Формирование дефектов при электронно-лучевом аддитивном изготовлении титановых образцов Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.	557
Получение образцов из стали и титанового сплава методом электронно-лучевой аддитивной технологии Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.	558
Взаимосвязь энергетического воздействия на образцы стали 12X18H9T и полученной структуры при электронно-лучевом аддитивном получении Гусарова А.В., Хорошко Е.С., Чумаевский А.В.	559
Механические свойства и структура титановых образцов, полученных при различных параметрах режимов электронно-лучевой аддитивной технологии Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.	560
Влияние структуры образцов сплава втб, полученных методом электронно-лучевого производства на механические свойства Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.	561
Формирование дефектов при аддитивном изготовлении полиметаллических образцов системы медь-алюминий Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.	562
Образование дефектов при изготовлении полиметаллов медь-титан электронно-лучевым методом Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.	563
Закономерности формирования дефектов при аддитивном электронно-лучевом производстве полиметаллических образцов Хорошко Е.С., Гусарова А.В., Чумаевский А.В.	564

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Структурно-фазовое состояние покрытий из медно-цинкового сплава, сформированных на поверхности алюминиевого сплава методом фрикционной перемешивающей обработки Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.	565
Формирование металлических композиционных материалов гибридным аддитивно-термомеханическим методом Чумаевский А.В., Калашников К.Н., Калашникова Т.А., Гусарова А.В.	567
Оптимизация технологических параметров волочения при получении филаментов из титанового сплава ВТ6 Попелюх А.И., Тюрин А.Г., Руктуев А.А, Смирнов А.И., Рашковец М.В.	569
Структурные изменения приповерхностной области в результате воздействий НСЭП вблизи порога плавления TiNi Нейман А.А., Семин В.О., Мейснер Л.Л., Гудимова Е.Ю.	571
Обеспечение точности изготовления филаментов для аддитивного производства изделий методом электроннолучевого оплавления Янпольский В.В., Тюрин А.Г., Руктуев А.А.	572
Development of Electron-Beam Equipment and Technology of Layer Welding of the Wire in the Conditions of Additive Technologies Fedorov V.V., Klimenov V.A., Batranin A.V., Pardeep Ranga	574
Surface Modification of Selective Laser Melted Ti-6Al-4V Parts by Ultrasonic Impact Treatment and Electron Beam Irradiation Sinyakova E.A., Panin S.V., Teresov A.D.	575
Влияние импульсной электронно-пучковой обработки на микроструктуру композита TiC/Ti-6Al-4V, полученного методом прямого лазерного осаждения Синякова Е.А., Панин А.В., Панин С.В.	579
Исследование механизмов деформации и разрушения при статическом и циклическом растяжении сплавов на основе никелида титана после обработки низко-энергетическим высокоточным электронным пучком Мейснер С.Н., Власов И.В.	580

Секция 8. Иерархическая организация объектов в геодинатике

Effect of Pre-Strain Rolling Path on Abnormal Grain Growth in Friction-Stir Welded Al-Mg-Si Alloy Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R.	582
Formation of Ultrafine-Grained Structure in Al-Mg-Mn-Zr Sheets by Severe Plastic Deformation and Subsequent Rolling Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R.	583
Tensile Behavior of Friction-Stir Welded Al-Mg-Si Alloy Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R.	584
Повышение свойств медного электрического контакта за счет его обработки плазмой, сформированной при электрическом взрыве фольги серебра с навеской порошка оксида цинка Романов Д.А., Московский С.В., Иванов Ю.Ф., Громов В.Е., Соснин К.В., Филяков А.Д.	585
Исследование электровзрывных циркониевых покрытий, сформированных на поверхности титановых имплантатов Соснин К.В., Романов Д.А., Иванов Ю.Ф., Громов В.Е., Филяков А.Д., Будовских Е.А.	587
Влияние сварки модулированным током на структурно-фазовое состояние стали аустенитного класса 12X18H10T Смирнов А.Н., Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Абабков Н.В., Князьков К.В., Конева Н.А.	588
Влияние параметров импульсно-дуговой наплавки с подогревом электродной проволоки на структуру и свойства наплавленных слоев Крампит М.А., Кузнецов М.А., Данилов В.И., Крампит А.Г., Шляхова Г.В.	589
Структуру и свойства поверхностных слоев стали 12X18H9T после легирования бором и Me(Cr, Ni, Fe) при электронно-лучевой обработке Бушуева Е.Г., Рябинкина П.А., Батаев В.А.	591
Формирование структур зоны термического влияния неразъемного соединения, полученного автоматической сваркой под слоем флюса порошковой проволокой с термитным наполнителем Абашкин Е.Е., Жилин С.Г., Комаров О.Н.	593

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Комплексное исследование механических свойств и структурно-фазового состава высокочерных лазерных сварных соединений алюминиевого сплава 1420.	
Маликов А.Г., Оришич А.М., Карпов Е.В.	595
Резка алюминиевых сплавов излучением импульсно-периодического СО₂-лазера с модуляцией добротности в условиях развитого испарения материала	
Шулятьев В.Б., Оришич А.М.	597
Влияние режимов сварки трением с перемешиванием на структуру и механические свойства сплава CoCrFeNiMn-0.9%С	
Шайсултанов Д.Г., Степанов Н.Д., Высоцкий И.В., Жеребцов С.В.	599
Сравнение прочностных характеристик металла шва со слоистой структурой, полученного сваркой трением с перемешиванием, с характеристиками послойно наплавленного металла	
Калашникова Т.А., Утяганова В.Р., Калашников К.Н.	601
Исследование возможности получения сплава «WC - Ni₃Al» при реализации электронно-лучевой наплавки вне вакуума	
Крылова Т.А., Чумаков Ю.А., Домаров Е.В., Корчагин А.И.	602
Manufacture of Aluminum-Steel Bimetal by Friction Stir Welding	
Eliseev A.A., Rubtsov V.E.	603
Процесс дугового прототипирования с предварительным подогревом проволоки	
Крампит М.А., Кузнецов М.А., Крампит А.Г., Зеленковский А.А.	604
Влияние скорости подачи на качество биметалла титан-алюминий, полученного сваркой трением с перемешиванием	
Ермакова С.А., Елисеев А.А., Рубцов В.Е.	606
Гибридная лазерно-дуговая сварка стали 12X18H10T: структура и микротвердость металла шва	
Воронцов А.В., Калашникова Т.А., Дмитриев А.В.	607
Структура и механические свойства металла шва стали 12X18H10T, полученного методом гибридной лазерно-дуговой сварки	
Воронцов А.В., Калашникова Т.А., Дмитриев А.В.	609
Особенности формирования зон термического влияния лазерного сварного соединения низкоуглеродистой феррито-перлитной стали	
Деревягина Л.С., Гордиенко А.И., Оришич А.М., Маликов А.Г., Сурикова Н.С.	611
Влияние фрикционной перемешивающей обработки на структурно-фазовое состояние никелида титана	
Миронов Ю.П., Лотков А.И., Гришков В.Н., Рубцов В.Е., Белобородов В.А.	613
Закономерности деформации и разрушения неразъемных соединений стали 09Г2С, полученных методом гибридной лазерной сварки	
Гурьянов Д.А., Воронцов А.В., Чумаевский А.В.	615
Взаимопроникновение вещества, как фактор увеличения сцепления бетонов в сборно-монолитных конструкциях	
Иванов Д.А., Молодин В.В.	616
Экспериментальная проверка точных решений нелинейного дифференциального уравнения для задач зимнего бетонирования	
Молодин В.В., Чиркунов Ю.А., Лазарев А.А.	618
Одностадийная технология изготовления полистиролбетонных изделий	
Васенков Е.В., Молодин В.В.	620
Управление структурой и свойствами наплавленных покрытий модифицированием мелкоразмерными композиционными порошками расплава в режиме низкочастотной модуляции тока	
Сараев Ю.Н., Безбородов В.П., Перовская М.В., Семенчук В.М.	622
Control of Structure and Properties of Deposited Wear-Resistant Coatings by Modification of the Melt of the Low-Frequency Modulation Take	
Saraev Y.N., Bezborodov V.P., Perovskaya M.V., Semenchuk V.M.	624
Закономерности трибологического поведения алюминиевых сплавов при адгезионном трении в условиях высоких нагрузок и сложной конфигурации контртела	
Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.	628
Закономерности трибологического поведения алюминиевых сплавов при адгезионном трении с внедрением ультразвука в зону трения	
Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.	629

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Механические свойства и адгезия медно-цинковых покрытий, сформированных на поверхности алюминиевого сплава методом фрикционной перемешивающей обработки Чумаевский А.В., Гусарова А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А., Иванов А.Н.	630
Циклическая прочность неразъемных соединений, полученных методом гибридной лазерной сварки из стали 12X18H10T Иванов А.Н., Гусарова А.В., Чумаевский А.В., Жуков Л.Л., Белобородов В.А.	632
Сканирующая туннельная микроскопия подложки из стали 09г2с после испытания на ударную вязкость в составе композиции «подложка– покрытие» и ее механические свойства Панин В.Е., Кузнецов П.В., Гальченко Н.К.	633

Секция 9. Иерархически организованные структуры в моле-кулярной биологии

Комбинированный вычислительный подход для компьютерного моделирования оползневых явлений Малинникова О.Н., Трофимов В.А., Шиповский И.Е., Wen-Jie Xu,	635
Закономерности излучения акустической эмиссии при внешнем иницировании динамического срыва Остапчук А.А.	637
Упругие деформации на границе раздела при учете механических свойств и размеров Чертова Н.В.	638
Деформационные процессы полиминеральных участков кварц-пиритового состава (габризлевское рудопроявления) Лычагин Д.В., Зырянова Л.А., Бибко А.А.	640
О возможности управления техногенными воздействиями сейсмоопасных деформаций в зонах активных тектонических разломов Ружич В.В., Псахье С.Г., Шилько Е.В.	641
Параметризация слабых сейсмических событий на коробковском месторождении курской магнитной аномалии Беседина А.Н.	643
Исследование процесса подготовки сейсмических событий с помощью анализа низкочастотного сейсмического шума Беседина А.Н., Ряховский И.А., Павлов Д.В.	645
Режим деформирования водонасыщенного коллектора по данным прецизионного мониторинга уровня подземных вод Кабыченко Н.В., Горбунова Э.М., Беседина А.Н.	646
Автосолитонная концепция медленных деформационных волн в земле Макаров П.В.	648
Автосолитоны в геосредах Макаров П.В., Перышкин А.Ю.	649
Компьютерное моделирование геотектонических процессов на территории сибирской платформы и её обрамления Ахметов А.Ж., Смолин И.Ю., Макаров П.В., Перышкин А.Ю.	650
Этапы формирования разломной зоны при сдвиге по простиранию. кинематика блочной структуры Бакеев Р.А., Стефанов Ю.П., Кочарян Г.Г.	652
Расчет гравитационных напряжений в слое геосреды Бакеев Р.А., Стефанов Ю.П.,	653
Учет сферичности при численном моделировании процессов деформации в земной коре Стефанов Ю.П., Бакеев Р.А., Суворов В.Д., Мельник Е.А.	654
Особенности развития рельефа складчато-надвиговых поясов Татаурова А.А., Стефанов Ю.П.	655
Влияние структурной иерархии и первоначальной анизотропии на напряженно-деформированное состояние геоконструкций Чанышев А.И., Абдулин И.М., Белоусова О.Е.	657
Адсорбция гемостатического средства наночастицами $AlOOH$ и $Fe(OH)_2$: молекулярная динамика Цуканов А.А., Мамонова Е.В., Гаврилова Л.О., Садовой М.А.	658
Эволюция взглядов на физическую природу медленных деформационных возмущений в геосредах Макаров П.В., Перышкин А.Ю.	660

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Секция 10. Материалы и реагенты для повышения нефтеотдачи, транспортировки нефти и переработки углеводородного сырья

- Изменения иерархически организованных структур нефти в процессе ферментативной биодеструкции**
Сваровская Л.И., Алтунина Л.К. 663
- Разработка полимерного каркаса как основы для создания тканеинженерного сосудистого протеза**
Великанова Е.А, Матвеева В.Г., Кривкина Е.О., Севостьянова В.В., Ханова М.Ю.,
Кудрявцева Ю.А., Антонова Л.В. 665
- Vibron Dressing in the Three Paralell Macromolecular Chain Structure**
Cevizovic D., Ivic Z., Galovic S., Chizhov A., Reshetnyak A. 667

Секция 11. Разработка оборудования для формирования материалов с иерархически организованной структурой и приборов для исследования их структуры, свойств и деформационного поведения

- Влияние химико-термической обработки на структурно-фазовое состояние аустенитного сплава**
Попова Н.А., Никоненко Е.Л., Ерболатова Г.У., Калашников М.П., Никоненко А.В. 669
- Исследование возможности регистрации динамических нагрузок с помощью волоконно-оптических датчиков**
Аношкин А.Н., Шипунов Г.С., Воронков А.А., Никифоров А.С. 670
- Разработка трибометра для проведения трибологических испытаний в вакууме**
Жуков Л.Л., Соколов П.С., Белобородов В.А. 672

**VIII ВСЕРОССИЙСКАЯ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ С
МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ, ПОСВЯЩЕННАЯ 50-ЛЕТИЮ ОСНОВАНИЯ
ИНСТИТУТА ХИМИИ НЕФТИ**

«Добыча, подготовка, транспорт нефти и газа»

Пленарные доклады

- Наноструктурированные гели и золи для физико-химических и комплексных технологий увеличения нефтеотдачи**
Алтунина Л.К., Кувшинов В.А., Кувшинов И.В., Стасьева Л.А., Чертенков М.В., Андреев Д.В., Карманов А.Ю. 477
- Каталитические методы в нефтедобыче и переработке нетрадиционного углеводородного сырья**
Носков А.С., Казаков М.О., Добрынкин Н.М. 478
- Новая научно-практическая доктрина в нефтегазовой геологии**
Запивалов Н.П. 479
- Парадоксы физико-химии нефтяного пласта**
Телин А.Г. 480
- Age of Chemistry in Oil and Gas Recovery**
Lakatos I., Lakatos-Szabo J., Szentes G. 481
- Переработка нефти: прошлое и настоящее**
Лавренев А.В., Булучевский Е.А., Карпова Т.Р., Непомнящий А.А., Федорова Е.Д. 482
- Научные аспекты получения функционализированного технического углерода**
Лихолобов В.А. 483
- Нелинейная мезомеханика материалов для арктических приложений**
Панин В.Е., Егорушкин В.Е., Сурикова Н.С., Деревягина Л.С., Панин С.В. 484

Секция А. Физико-химические и микробиологические методы увеличения нефтеотдачи, газо-и конденсатоотдачи, в том числе для месторождений с трудно извлекаемыми запасами. Новые технологии обработки призабойной зоны нефтяных и газовых скважин. Проблемы добычи, подготовки и транспорта высоковязких и высокопарафинистых нефтей, проблемы освоения нефтегазовых месторождений Арктического региона

- Вязкоупругие жидкости для нефтедобычи**
Дмитриева З.Т. 686

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Реологические особенности водонефтяных эмульсий с добавками полимеров Манжай В.Н., Фуфаева М.С.	687
Изучение совместных отложений гидрата метана и компонентов нефти методом «холодного стержня» Стопорев А.С., Манаков А.Ю.	688
Способ оценки реологических свойств вязкоупругих криогелей Фуфаева М.С., Манжай В.Н., Алтунина Л.К.	689
Особенности состава добытых и остаточных тяжелых нефтей усинского месторождения Чуйкина Д.И., Петренко Т.В., Стахина Л.Д., Савиных Ю.В.	690
Контроль за разработкой месторождения по изменению состава добываемой нефти после применения комплексных технологий Стахина Л.Д., Савиных Ю.В., Чуйкина Д.И.	691
Применение кислотной нефтewытесняющей композиции на скважине с трещиной гидроразрыва и в карбонатном пласте с естественной трещиноватостью Пеньковский В.И., Корсакова Н.К., Алтунина Л.К., Кувшинов В.А.	692
Опыт применения химических методов увеличения нефтеотдачи на пермо-карбоновой залежи высоковязкой нефти усинского месторождения Кувшинов И.В., Алтунина Л.К., Кувшинов В.А.	693
Риски загрязнения нефтью и нефтепродуктами арктических территорий Алексеева М.Н., Сваровская Л.И., Ященко И.Г.	694
Гравиметрический и газохроматографический методы определения содержания парафинов Суховерхов С.В., Логвинова В.Б.	695
Моделирование процесса гравитационного разделения асфальтенов в пласте Охотникова Е.С., Барская Е.Е., Ганеева Ю.М., Юсупова Т.Н., Тимиргалиева А.Х.	696
Влияние состава и структуры высокомолекулярных компонентов нефти из карбонатных коллекторов на ее температурно-реологические свойства Тимиргалиева А.Х., Барская Е.Е., Охотникова Е.Е., Ганеева Ю.М., Юсупова Т.Н.	697
Газовые гидраты в нефтяных дисперсиях: обзор исследований лаборатории клатратных соединений инх со ран Манаков А.Ю., Стопорев А.С., Адамова Т.П., Скиба С.С., Сагиддулин А.К., Сизиков А.А., Струков Д.А., Стрелец Л.А., Сваровская Л.И., Алтунина Л.К.	698
Влияние ультразвуковой обработки и нефтяных смол на кристаллизацию высокомолекулярных углеводородов Морозова А.В., Волкова Г.И.	699
Исследование влияния условий ультразвукового воздействия на разрушение устойчивых водонефтяных эмульсий Волкова Г.И., Юдина Н.В.	700
Азотсодержащие основания асфальтенов нефти усинского месторождения Герасимова Н.Н., Сагаченко Т.А., Мин Р.С.	701
Низкотемпературные наноструктурированные гелеобразующие композиции для ограничения водопритока Козлов В.В., Алтунина Л.К., Стасьева Л.А., Рождественский Е.А., Кувшинов В.А.	702
Влияние присадки на свойства модельных водонефтяных эмульсий Саврасова Е.А., Прозорова И.В., Юдина Н.В.	703
Влияние ингибитора на низкотемпературные и реологические свойства высокопарафинистой нефти Шаронова А.Е., Шишмина Л.В.	704
Нанодобавки для увеличения теплопроводности пластов в прибойной зоне паронагнетательных скважин Руненков А.В.	705
Влияние кислотной композиции гбк и пластовой микрофлоры на состав и эффективность вытеснения нефти усинского месторождения Щербакoва А.Г., Овсянникова В.С., Алтунина Л.К.	706
Термобарические исследования многофункциональной химической композиции на основе пав Филатов Д.А., Рождественский Е.А., Алтунина Л.К.	707
Влияние нефтewытесняющей композиции на основе пав на окисление высоковязкой высокопарафинистой нефти Филатов Д.А., Овсянникова В.С.	708

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Влияние условий формирования водонефтяных эмульсий на энергию активации вязкого течения Небогина Н.А., Юдина Н.В.	709
Исследование фильтрационных характеристик и нефтевытесняющей способности кислотной композиции для увеличения нефтеотдачи Чернова У.В., Шолитодов М.Р., Козлов В.В., Алтунина Л.К.	710
Применение физических методов борьбы с отложениями асфальтосмолопарафиновых веществ Валиев Д.З., Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф.	711
Анализ закономерностей изменения физико-химических свойств нефтей в зависимости от глубины залегания Ященко И.Г., Крупицкий В.В., Полищук Ю.М.	712
Сонохимический модуль перекачки высоковязкой нефти Муллагаев М.С., Муллагаев Р.М., Волкова Г.И.	713
Особенности реологических измерений нефтяных систем Стрелец Л.А.	714
Внутрипластовое облагораживание высоковязкой нефти с использованием нефтерастворимого катализатора на основе никеля Алиев Ф.А., Вахин А.В.	715
Материальный баланс органического вещества доманиковых отложений при термическом воздействии Онищенко Я.В.	716
Особенности состава газовых залежей северных и арктических районов западной сибери Новиков Д.А., Дульцев Ф.Ф., Черных А.В., Фурсенко Е.А.	717
Исследование свойств и особенностей состава нефтей северных территорий западной сибери Красноярова Н.А., Чуйкина Д.И., Серебренникова О.В., Дорофеева Н.В.	718
Закономерности распределения углеводородных и гетероатомных соединений в рассеянном органическом веществе севера западной Сибери Красноярова Н.А., Серебренникова О.В., Кульчаковская Е.В.	719
Моделирование струйного размыва донных отложений затопленной турбулентной струей Никульчиков А.В., Никульчиков В.К., Солоненко В.А.	720
Исследование причин образования стойких эмульсий на установке подготовки нефти Ковальчук А.А., Косицына С.С., Бурюкин Ф.А.	721
Тестирование пав для методов увеличения нефтеотдачи в условиях карбонатных пластов с высокой минерализацией и жесткостью пластовой воды Ломпик В.А., Бурюкин Ф.А., Дадакин Н.М.	722
Преобразование тяжелой нефти в присутствии наноразмерного оксида железа (II, III) под воздействием водяного пара Ситнов С.А., Мухаматдинов И.И., Шмелева Э.И., Долгих С.А.	723
Состав асфальтенов мазута усинской нефти Чешкова Т.В., Арышева А.Д.	724
Новая конструкция оборудования для ликвидации негерметичности нефтяных и газовых скважин Ваганов Р.А., Агровиченко Д.В., Жуков М.В.	725
Разработка и испытание новых меченных красителем полиамфолитных трассеров для исследования межскважинного пространства м/р восточный Молдабек Сигитов В.Б., Гусенов И.Ш., Сабиров Р.А., Ибрашев К.Н., Кудайбергенов С.Е.	726
Вариации состава извлекаемой нефти угутского месторождения Ханты-Мансийского автономного округа Муравская Ю.А., Туров Ю.П., Гузняева М.Ю.	727
Quenched Polyampholytes for Polymer Flooding Mukhametgazy N., Gussenov I., Kudaibergenov S.	728
Реокинетика фазовых превращений нефтяных и гелеобразующих систем Кожевников И.С., Богословский А.В., Алтунина Л.К.	729
Изоляция водопритока в нефтяных скважинах методом газодиффузионного воздействия Воробьев А.К., Черкасов А.В., Кодолов В.В., Курбатов А.В.	730
Влияние условий формирования водонефтяной эмульсии на динамику процесса отстаивания Кузьменко Е.А., Мойзес О.Е., Марченко М.Е.	731
Исследование фазовых переходов парафинов и индивидуальных n-алканов в нефти оптическими методами Курьяков В.Н., Муратов А.Р., Иванова Д.Д.	732

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Влияние обработки кислотной композицией гбк нагнетательной скважины усинского месторождения на добычу нефти и свойства добываемых флюидов Овсянникова В.С., Рождественский Е.А., Стрелец Л.А, Кувшинов И.В., Алтунина Л.К.	733
Уточнение свойств псевдокомпонента гидродинамической модели, имитирующего воду в пластовых условиях Токмакова П.Г.	734
Секция В. Новые нетрадиционные технологии подготовки, транспорта и переработки нефти и газа. Экологические аспекты добычи, подготовки и транспорта нефти и газа: проблемы и решения.	
Предотвращение образования газовых гидратов смешанными ингибиторами спирт–соль Мендгазиев Р.И., Семенов А.П., Стопорев А.С., Винокуров В.А.	736
Состав продуктов крекинга нефтяных мальтенов в присутствии бутилбромида Певнева Г.С., Воронежская Н.Г., Свириденко Н.Н., Головкин А.К.	737
Катализаторы гидродесульфирования, приготовленные механоактивацией молибденита в криогенных условиях Микубаева Е.В., Уймин М.А., Майков В.В., Журавков С.П., Восмерилов А.В., Федущак Т.А.	738
Усовершенствование процесса гидроочистки дизельного топлива Баклашкина К.А.	739
Влияние способа введения рения в цеолит на динамику его дезактивации при облагораживании прямогонного бензина Величина Л.М., Восмерилов А.В.	740
Зависимость дуосол-процесса от качественных характеристик компонентов «селекто» Валетова Н.Б., Семеньева Л.Л., Занозина В.Ф., Фаерман В.И., Фомин О.А., Носова Ю.Е., Акимов А.В.	741
Крекинг мальтенов с добавкой WC/Ni-Cr Воронежская Н.Г., Певнева Г.С., Свириденко Н.Н., Головкин А.К.	742
Анализ многолетней динамики вегетационного индекса растительности на объектах нефтегазового комплекса с применением спутниковых данных Перемитина Т.О., Яценко И.Г.	743
Структурно-групповые характеристики смол и асфальтенов остатков тяжёлых нефтей различного типа Копытов М.А., Головкин А.К.	744
Термические превращения смолисто-асфальтеновых компонентов нефтяного остатка Копытов М.А., Головкин А.К.	745
Влияние природы цинка на селективность образования аренов из пропан-бутановой фракции на модифицированных цеолитных катализаторах, активированных плазмой Джалилова С.Н., Ерофеев В.И., Ерофеев М.В., Рипенко В.С.	746
Агрегативная устойчивость сверхтяжелой нефти, природного асфальтита и продуктов их конверсии в сверхкритической воде Антипенко В.Р., Петренко Т.В., Федяева О.Н., Востриков А.А.	747
Особенности состава и свойств нефтей центральной части восточной сибери Ахмедова А.Р., Серебренникова О.В., Шиганова О.В.	748
Экологические риски воздействия сжигания попутного нефтяного газа на окружающую природную среду Алексеева М.Н., Яценко И.Г.	749
Перспективные направления переработки отложений асфальтосмолопарафиновых веществ в нефтяной отрасли Валиев Д.З., Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф.	750
Превращение природного и попутного нефтяного газов на модифицированных цеолитных катализаторах Восмерилов А.А., Восмерилова Л.Н., Барбашин Я.Е., Восмерилов А.В.	751
Сравнительная характеристика жидких продуктов сверхкритической флюидной экстракции горючих сланцев дмитриевского и чим-лоптугского месторождений Петров А.В., Байшибилова В.Т., Коваленко Е.Ю.	752
Получение мезапористых цеолитных носителей для катализаторов ароматизации метана Жарнов К.Н., Степанов А.А., Коробицына Л.Л., Восмерилов А.В.	753

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Экстракционная десульфуризация дизельного топлива с использованием ионных жидкостей Коботаева Н.С., Скороходова Т.С.	754
Биодеструктивные процессы в нефтезагрязненной глинистой почве Стрельникова Е.Б., Сваровская Л.И., Русских И.В., Серебренникова О.В.	755
Влияние условий низкочастотного акустического воздействия на стабильность водонефтяных эмульсий Лоскутова Ю.В., Юдина Н.В.	756
Исследование ингибирующей защиты магнитного поля Лоскутова Ю.В., Савельева А.В., Калистратов В.А.	757
Исследование углеводородного состава тяжелых смол пиролиза Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф., Сайфуллина М.Н., Сальманов Р.С., Азизов Д.К., Кемалов М.А.	758
Создание адгезионной добавки для стабилизирующей добавки к щебеночно-мастичному асфальтобетону Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф., Сайфуллина М.Н., Сальманов Р.С., Азизов Д.К., Кемалов М.А.	759
Модифицированные водобитумные эмульсии Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф., Сайфуллина М.Н., Сальманов Р.С., Азизов Д.К., Кемалов М.А.	760
Получение модифицированных битумных эмульсий на основе неионогенных пав Кемалов Р.А., Кемалов А.Ф., Сайфуллина М.Н., Сальманов Р.С., Азизов Д.К., Кемалов М.А., Аюпов Р.Р.	761
Применение составов криогелей для укрепления защитного глинистого слоя на курумных участках магистрального газопровода «сила сибери» Бурков П.В., Данилов И.Е.	762
Влияние первичной переработки тяжелой нефти на состав и молекулярную структуру асфальтенов Корнеев Д.С., Певнева Г.С., Головки А.К.	763
Преобразования молекулярной структуры асфальтенов в процессе их ступенчатой деструкции до 230 °С Чузлов В.А., Корнеев Д.С., Певнева Г.С., Головки А.К.	764
Влияние выбросов нефтеперерабатывающего предприятия на состав органических компонентов снежного и почвенного покровов Русских И.В., Стрельникова Е.Б., Серебренникова О.В., Кадычагов П.Б.	765
Стратегия перехода к передовым цифровым, интеллектуальным производственным технологиям каталитических процессов переработки углеводородного сырья Ивашкина Е.Н., Иванчина Э.Д.	766
Синтез и исследование катализаторов селективного гидрирования диенов в составе бензина каталитического крекинга Саломатина А.А., Перейма В.Ю., Сайко А.В., Климов О.В.	767
Прогнозирование работы установки риформинга на павлодарском нпз Дюсова Р.М., Сейтенова Г.Ж., Чузлов В.А., Иванчина Э.Д.	768
Влияние смол и асфальтенов на депарафинизацию нефтей сжиженным газом Можайская М.В., Певнева Г.С., Сурков В.Г., Головки А.К.	769
Производство компонентов зимнего и арктического дизельного топлива в процессе каталитической депарафинизации Быкова В.В., Белинская Н.С.	770
Закономерности выжигания полициклических ароматических углеводородов при динамической подаче воздуха в реакторы каталитического риформинга бензинов Кокшаров А.Г., Чузлов В.А., Иванчина Э.Д.	771
Влияние соотношения кобальта и никеля в катализаторах гидроочистки на эффективность удаления серы и азота Лушикова А.Е., Столярова Е.А., Климов О.В., Герасимов Е.Ю., Ларина Т.В., Чесалов Ю.А., Носков А.С.	772
Исследование устойчивости к осаждению асфальтенов высокопарафинистой нефти Петренко Т.В., Герасимова Н.Н.	773
Фракционный состав сложных структурных единиц нефтей при гидротермально-каталитическом воздействии Салих С.И.Ш., Мухаматдинов И.И.	774
Крекинг тяжелой нефти в присутствии WC/Ni-Cr Свириденко Н.Н., Головки А.К.	775

СОДЕРЖАНИЕ. Международный междисциплинарный симпозиум «Иерархические материалы: разработка и приложения для новых технологий и надежных конструкций»

Влияние условий крекинга на превращения высокомолекулярных компонентов вакуумного остатка	
Свириденко Н.Н., Акимов А.С., Головкин А.К.	776
Состав продуктов крекинга окисленных серосодержащих компонентов вакуумного газойля	
Иовик Ю.А., Кривцов Е.Б., Головкин А.К.	777
Влияние жидкого n-алкана на удаление сероводорода из метана в барьерном разряде	
Кудряшов С.В., Рябов А.Ю., Очеретько А.Н.	778
Влияние состава реакционной смеси на неокислительную конверсию метана в присутствии воды в барьерном разряде	
Кудряшов С.В., Рябов А.Ю., Очеретько А.Н.	779
Влияние твердофазных добавок на превращения асфальтенов гудрона в условиях механохимического воздействия	
Сурков В.Г., Можайская М.В., Певнева Г.С., Головкин А.К.	780
Изменение состава и структуры смол и асфальтенов высокосернистых гудронов в процессе крекинга	
Гончаров А.В., Кривцов Е.Б., Головкин А.К.	781
Фиторемедиация выщелоченного чернозема, загрязненного углеводородами	
Шаронова Н.Л., Теренжев Д.А., Фосс Л.Е., Синяшин О.Г.	782
К вопросу о нефтесорбции верхового торфа Севера РФ	
Селянина С.Б., Орлов А.С., Пономарева Т.И., Зубов И.Н.	783
Особенности структурно-группового состава масел тяжелых нефтей различного типа	
Рявкина М.К., Корнеев Д.С., Бешагина Е.В.,	784
Структурные изменения и химизм высокомолекулярных компонентов в процессе термокаталитической переработки	
Акимов А.С., Свириденко Н.Н., Алексенко В.О., Панин С.В.	785
Увеличение выхода бензиновой фракции в технологии каталитического крекинга с применением метода математического моделирования	
Назарова Г.Ю., Ивашкина Е.Н., Орешина А.А.	786
Кинетические закономерности образования производных тиофена в процессе крекинга вакуумного газойля и гудрона	
Иовик Ю.А., Гончаров А.В., Кривцов Е.Б., Головкин А.К.	787
Моделирование процесса гидрокрекинга нефтяного сырья	
Белинская Н.С., Бедарева Е.К., Иванчина Э.Д.	788
Новые подходы и технологии переработки природного газа и нефти в компоненты экологически безопасных компонентов моторных топлив	
Белый А.С.	789
Тестирование тонкодисперсных порошков из сплава вкб в качестве катализаторов GTL-процесса	
Пивовар В.А., Попок Е.В., Журавков С.П.	790
Особенности биодеструкции различных классов углеводородов в нефтезагрязненных биоценозах Монголии	
Сваровская Л.И., Алтунина Л.К., Яценко И.Г.	791

Содержание

Научное издание

ТЕЗИСЫ ДОКЛАДОВ

**International Workshop
«Multiscale Biomechanics and Tribology
of Inorganic and Organic Systems»,**

**Международной конференции
«Перспективные материалы с иерархической структурой
для новых технологий и надежных конструкций»,**

**VIII Всероссийской научно-практической конференции с международным
участием, посвященной 50-летию основания института химии нефти
«Добыча, подготовка, транспорт нефти и газа»**

**в рамках
Международного междисциплинарного симпозиума
«Иерархические материалы: разработка и приложения
для новых технологий и надежных конструкций»**

**1–5 октября 2019 года
Томск, Россия**

Издание подготовлено в авторской редакции

Подписано к печати 25.09.2019 г.
Бумага для офисной техники. Гарнитура Times
Усл. печ. л. 47,7. Тираж 50 экз. Заказ № 3988

Отпечатано на оборудовании
Издательский Дом
Томского государственного университета
634050, г. Томск, пр. Ленина, 36
Тел.: 8+(382-2)-52-98-49
Сайт <http://publish.tsu.ru>
E-mail: rio.tsu@mail.ru

ISBN 978-5-94621-841-2

