

Исследование получения нанопорошка алюмомагниевого шпинели с помощью лазера

Наумова Мария Сергеевна

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина

Платонов Вячеслав Владимирович, к.ф.-м.н.

Naumova.marya@mail.ru

В настоящее время нанопорошки благодаря своим уникальным свойствам применяются во многих областях науки и техники. В частности, они используются для получения различных видов керамики, включая так называемые лазерные керамики, служащие активными средами твердотельных лазеров. Такая керамика должна иметь максимально близкую к теоретически возможной прозрачность на длине волны генерируемого излучения (как правило, это ИК-диапазон). Этому требованию удовлетворяют монокристаллические матрицы с внедренными активными примесными центрами и керамики, изготовленные из порошков с наноразмерными зёрнами. Например, в работах [1,2] описаны лазеры на монокристаллах ZnSe и ZnS с активными центрами в виде ионов Fe^{2+} и оптической накачкой электроразрядным HF-лазером, работающие в спектральном диапазоне 4-5 мкм. Однако по сравнению с монокристаллами керамики обладают рядом преимуществ: возможность введения более высоких концентраций активатора, большие размеры получаемых образцов, а также возможность синтеза многослойных керамики. Перспективной матрицей для внедрения ионов Fe^{2+} является шпинель $MgAl_2O_4$, максимальная прозрачность которой лежит в диапазоне 0,27-4,5 мкм. Она обладает большей температурой плавления, чем ZnS и ZnSe, что может позволить генерировать мощное излучение. Хотя керамику из чистой шпинели получают достаточно давно, в частности в ГОИ, опыты по легированию её ионами железа ещё не проводились.

Исходные порошки для синтеза лазерных керамики должны быть химически чистыми и состоять из частиц малого размера со слабой степенью агломерации. Такими свойствами обладают нанопорошки, получаемые методом лазерного испарения мишени, который подробно описан в [3, 4]. В его основе лежит испарение вещества, облучаемого мощным лазерным излучением. Образующийся при этом пар охлаждается и конденсируется в потоке газа-носителя, формируя наночастицы. Испаряя мишень соответствующего состава, можно сразу допировать наночастицы ионами железа. В настоящей работе проводилось исследование синтеза нанопорошка $Fe:MgAl_2O_4$ с помощью волоконного иттербиевого лазера.

Мишень для испарения была изготовлена из смеси оксидов Al_2O_3 , MgO и Fe_2O_3 (соотношение $(1,65\text{мол.}\%Fe_2O_3:MgO):1,3Al_2O_3$) путём их прессования и спекания на воздухе при температуре 1400°C в течении 5 часов. При получении нанопорошка волоконный иттербиевый лазер ЛС-07-Н генерировал импульсы излучения мощностью 600 Вт длительностью 280 мкс и скважностью 2. Мишень устанавливалась в перетяжку сфокусированного пучка и по мере испарения вручную поднималась вверх, чтобы её поверхность оставалась в фокусе. При диаметре лазерного пятна 430 мкм плотность мощности излучения равнялась $0,41\text{ МВт}/\text{см}^2$. За счёт движения мишени лазерный луч перемещался по спирали от центра мишени таким образом, что скорость его скольжения по поверхности составляла $76\text{ см}/\text{с}$.

Производительность получения нанопорошка оказалась довольно низкой ($2,7\text{ г}/\text{ч}$). Выход порошка при испарении одной мишени составил 19 мас.%. Удельная поверхность порошка, измеренная анализатором TriStar3000, оказалась равна $104\text{ м}^2/\text{г}$. Рентгенофазовый анализ показал, что в нанопорошке присутствуют 4 фазы: шпинель $MgAl_2O_4$ – 67 мас.%, $\gamma-Al_2O_3$ – 25 мас.%, 5 мас.%, MgO и 3 мас.%, Fe_3O_4 . Размер областей когерентного рассеяния этих фаз – 8,8 нм, 13 нм, 4,8 нм и 2,3 нм соответственно. Неполный переход оксидов в шпинель объясняется слишком быстрым остыванием испарённых наночастиц. Предположительно, полное фазовое превращение произойдёт при спекании керамики.

Элементный анализ выявил отличие химического состава мишени от состава нанопорошка, представленное в таблице:

Элемент	Доля, ат.%	
	Мишень	Нанопорошок
Fe	1,53	1,71
Al	47	49,95
Mg	51,47	48,34

За 100 ат.% здесь взята сумма атомных концентраций Fe, Al и Mg в образце. Причиной увеличения содержания атомов железа является меньшая температура плавления оксида железа (1565°C) по сравнению с температурами плавления оксидов магния и алюминия (2850°C и 2050°C соответственно), из-за чего концентрация атомов железа в паре и, следовательно, в нанопорошке оказывается выше, чем в исходной мишени.

Таким образом, путём испарения мишени (1,65 мол.%Fe₂O₃:MgO):1,3Al₂O₃ волоконным лазером был синтезирован нанопорошок 3,3 ат.%Fe:MgAl₂O₄, имеющий сложный фазовый состав. Причинами низкой производительности его получения могут быть как высокая прозрачность этого материала для излучения волоконного лазера, так и небольшой коэффициент преломления этого материала. Последний фактор также может приводить к увеличению глубины проникновения лазерного излучения в мишень и снижению скорости её испарения. Требуется дополнительные исследования. Авторы выражают благодарность Медведеву А. И. за проведение рентгенофазового анализа, Дёминой Т. М. за анализ удельной поверхности и Лисиенко Д. Г. за проведение элементного анализа.

Список публикаций:

- [1] Великанов С. Д., Зарецкий Н. А., Зотов Е. А., Казанцев С. Ю. и др. // *Квантовая электроника*. 2016. № 1. С. 11.
- [2] Великанов С. Д., Дормидонов А. Е., Зарецкий Н. А., Казанцев С. Ю. и др. // *Квантовая электроника*. 2016. № 9. С. 769.
- [3] Лисиенко В. В., Осипов В. В., Платонов В. В. // *Журнал технической физики*. 2013. Т. 83. № 10. С. 78.
- [4] Осипов В. В., Лисиенко В. В., Платонов В. В., Орлов А. Н. и др. // *Журнал технической физики*. 2014. Т. 84. № 5. С. 97.

Исследование влияния ионно-плазменного азотирования на электропроводность легированных сталей

Русских Павел Александрович

Колеух Д.С., Крутиков В.И., Спириин А.В., Мамаев А.С.

Институт электрофизики УрО РАН

Спириин Алексей Викторович, к.т.н.

russkikh_p@inbox.ru

Настоящая работа посвящена исследованию влияния низкотемпературного ионно-плазменного азотирования на электропроводность легированных сталей. На сегодняшний день стали могут составить реальную альтернативу упрочненным бронзам, из которых изготавливают силовые индукторы для магнитно-импульсной обработки материалов (МИО), привлекающей к себе все большее внимание. В последних работах авторов, например [1,2], для магнитно-импульсной сварки труб использовали одновитковые индукторы из стали. Использование для этого стали обусловлено её невысокой стоимостью, доступностью, высокой прочностью и возможностью улучшения прочностных характеристик индуктора наряду с термической закалкой, например, плазменной обработкой. Подход по модификации рабочей поверхности стального индуктора в плазме разряда предложен авторами недавно, в настоящее время реализуется и в полной мере не изучен [3]. Одной из основных характеристик материала индуктора является его электропроводность, которая для конструкционных сталей зачастую неизвестна. Также в литературе не обнаружено результатов исследований влияния на электропроводность сталей плазменной обработки, что и составляет цель работы.

В работе исследованы отечественные конструкционные стали марок: 30ХГСА, 40Х, 50ХГА, 38Х2МЮА, 3Х2В8Ф, 4Х5В2ФС и У8А. Для измерения удельного сопротивления из сталей были изготовлены тонкие пластины шириной, длиной и толщиной соответственно около 6, 25 и 0,4 мм. Часть образцов была подвергнута отжигу, другая – закалке с последующим низким отпускком при 200°C. Часть закаленных образцов далее подвергали азотированию в аргон-азотной плазме электронного пучка (Ar:N₂ = 0,8, p = 3 Па) при температуре 500°C в течение 4 часов с двух сторон при плотности ионного тока около 3 мА/см². Такая обработка была применена для азотирования пластин на всю толщину. Использование низкотемпературного (400-500°C) азотирования в плазме разряда позволяет проводить обработку закаленных образцов, что оказывается существенным при изготовлении индуктора. Детальное описание оборудования и процесса ионно-плазменного азотирования можно найти в [4]. Равномерность азотирования тонких пластин оценивали по распределению микротвердости Н_v по их толщине, измеренной индентированием, а также по распределению концентрации азота, измеренной методом EDS (рис. 1). Удельное сопротивление сталей измеряли 4-зондовым методом на постоянном токе с погрешностью не более 2,5%.

Из рис. 1 видно, что стали с содержанием хрома не более 1% (30ХГСА, 40Х, 50ХГА и У8А) характеризуются достаточно равномерным распределением азота по толщине пластин. Наименее однородное распределение имеют штамповые стали 3Х2В8Ф и 4Х5В2ФС. Тем не менее, данные по их электропроводности укладываются в общую картину.