

10862694

Proceedings of the  
International meeting



**Order, Disorder and  
Properties of Oxides  
issue 20, volume I**

Jubilee  
International meeting

5-10 of September 2017  
Moscow - Rostov-on-Don - Yuzhny, Russia

Порядок, беспорядок и свойства оксидов  
20-й юбилейный  
международный симпозиум

При поддержке  
Российского фонда  
фундаментальных исследований

5-10 сентября 2017  
г.Москва - г.Ростов-на-Дону - пос.Южный  
(п."Южный"), Россия

УДК 536: 539.2:548:549  
ББК 22.37

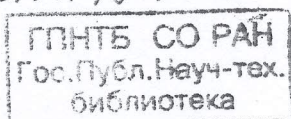
20-й Юбилейный Международный междисциплинарный симпозиум  
"Порядок, беспорядок и свойства оксидов" ОДРО-20, Ростов-на-Дону –  
Москва - пос. Южный (п. "Южный"), 5-10 сентября 2017г. Труды  
симпозиума.- Ростов-на-Дону, Фонд науки и образования. 2017. Выпуск 20.  
Том 1. 344 с

ISBN 978-5-9500657-4-3

УДК 536.7: 539.2:548:549  
ББК 22.37

© Научно-исследовательский институт физики  
ФГАОУ ВО «Южный Федеральный университет»

*КМ-17-18-052831*



# ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДАМИ МЕХАНОХИМИЧЕСКОЙ И ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ОБРАБОТКИ

**А.И. Анчаров<sup>1,2</sup>, Восмериков<sup>1</sup>, Т.Ф. Григорьева<sup>1</sup>, М.Ю. Косачев<sup>2</sup>, Ю.И. Семенов<sup>2</sup>,**

1. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук  
*email: ancharov@mail.ru*

*ул. Кутателадзе 18, г. Новосибирск, Российская Федерация*

2. Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт ядерной физики им Г.И. Будкера, Сибирского отделения Российской академии наук  
*пр.Лаврентьева 9, г. Новосибирск, Российская Федерация*

Доля композиционных материалов в современной технике все время растет. Возможность получить материалы, которые соединяли бы в себе лучшие характеристики металлов, оксидов, карбидов и боридов, и т.д. привлекает интерес разработчиков новой техники. Механохимическая и электронно-лучевая обработка позволяет получать новые высокотемпературные композиционные материалы быстрее и с меньшими энергозатратами.

## RESEARCH OF THE POSSIBILITY OF RECEIVING HIGH-TEMPERATURE COMPOSITES BY METHODS OF MECHANOCHEMICAL AND ELECTRON BEAM TREATMENT

**A.I. Ancharov<sup>1,2</sup>, Vosmerikov<sup>1</sup>, T.F. Grigoreva<sup>1</sup>, M.Yu. Kosachev<sup>2</sup>, Yu.I. Semenov<sup>2</sup>.**

1. *Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the Russian of Science*

*18 Kutateladze str., Novosibirsk, Russian Federation,*

*email: ancharov@mail.ru*

2. *Budker Institute of Nuclear Physics of the Siberian Branch of the Russian of Science*  
*9 Lavrentiev ave., Novosibirsk, Russian Federation.*

The share of composites in the modern technique all the time grows. An opportunity to receive materials which would unite the best characteristics of metals, oxides, carbides and borides, etc. attracts interest of developers of new technique. Mechanochemical and electron beam treatment allows to receive new high-temperature composites quicker and with smaller energy consumption.

### ВВЕДЕНИЕ

Композиционными материалами называют сплошные материалы из двух и более компонентов с четко различимыми границами. Входящие в состав композита фазы могут обладать различающимися физико-химическими свойствами. Одними из первых изделий в истории человечества были корзины из прутьев обмазанные глиной. При выдержке в огне прутья обугливались и сгорали, а глина спекалась, образуя керамический сосуд. Другой пример использования композиционных материалов – дамасская сталь. Изделия получали совместной многократной проковкой полос из низко-и высокоуглеродистой стали. В современной технике композиционные материалы используются очень широко. Это и железобетон, стекло- и углепластики, эвтектические сплавы. Эвтектические сплавы являются природными композиционными материалами.

При механохимической обработке, в начальной стадии могут образовываться механокомпозиты. Каждая отдельная частица механокомпозита состоит либо из чередующихся слоев исходных веществ, либо включений в матрицу, либо состоит из ядра и оболочки. При образовании механокомпозитов многократно увеличивается площадь межфазных границ и

накапливается энергия при образовании дефектов структуры. Эти факторы приводят к резкому увеличению скорости образования новых соединений.

Электроннолучевая обработка позволяет быстро разогреть локальную область образца до высоких температур 4000-5000°C. При этом, если в состав образца входят вещества с сильно различающимся удельным весом, не успевает произойти гравитационное разделение компонентов.

Использование методов аддитивных технологий позволяет наращивать слои композитов с различными концентрациями, или добавлять в новые слои с другими компонентами и обеспечивать градиент физико-химических характеристик по толщине образца.

### ТЕХНИКА ЭКСПЕРИМЕНТА И ПОЛУЧЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ.

Для проведения исследований по получению композиционного материала использовалась система W-TiB<sub>2</sub>. Оба материала имеют высокую температуру плавления. Вольфрам плавится при 3422 °С, а борид титана TiB<sub>2</sub> при 3225 °С. Получение композиционного материала возможно методом прессования при высоких температурах 2000-2500 °С. По имеющимся данным данный композит мог быть перспективным высокотемпературным катодным материалом, а также быть использован в качестве защитного материала от нейтронного и рентгеновского облучения. Подготовка образцов производилась путем механохимической обработки в шаровой мельнице АГО-2. Время механохимической обработки составляло 40сек. Целью мехактивации было получение механокомпозита с увеличенной площадью межфазных границ. Дифракционные исследования проводились на станции «Дифрактометрия при энергии квантов 33.7 кэВ» на 4-ом канале СИ накопителя ВЭПП-3 Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения. Порошок механокомпозита помещался графитовую лодочку шириной 4 мм и глубиной 1.5 мм. Порошки вручную слегка уплотнялись.

Электронно-лучевая обработка уплотненной реакционной смеси проводилась на установке ЭЛС - В - 60/500. Ускоряющее напряжение составляло 60 кэВ, ток менялся от 5 до 10 мА, размер фокусного был 1.5мм. Образование композита происходило в результате сканирования пучка электронов по поверхности образца, со скоростью 2 мм/сек.

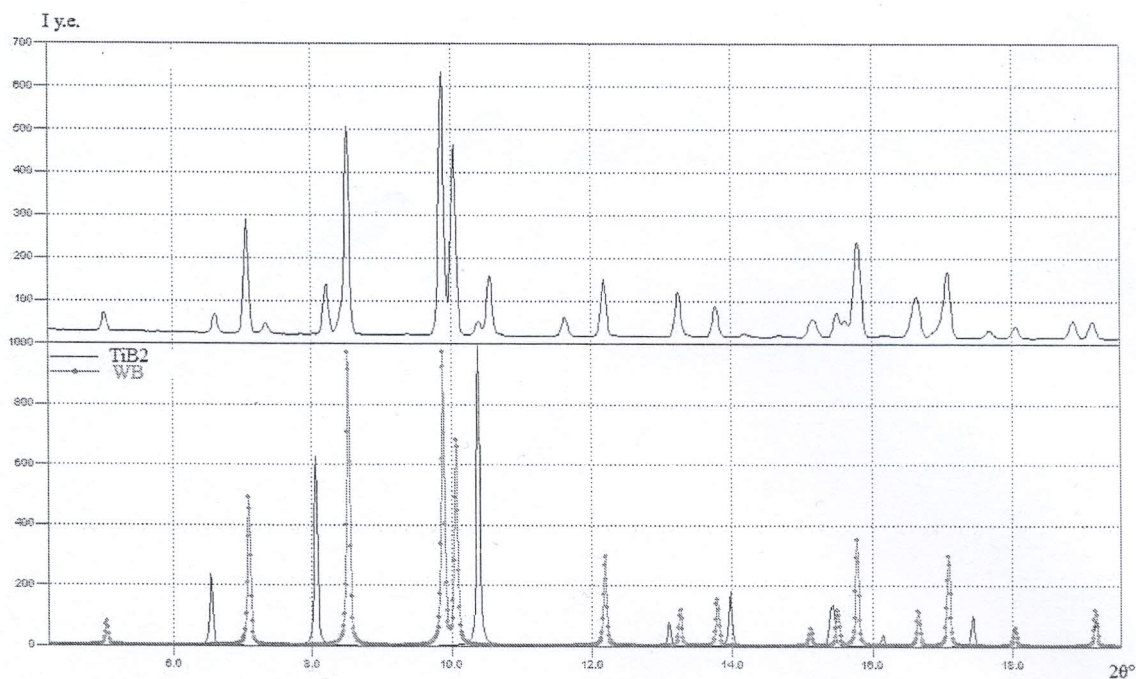
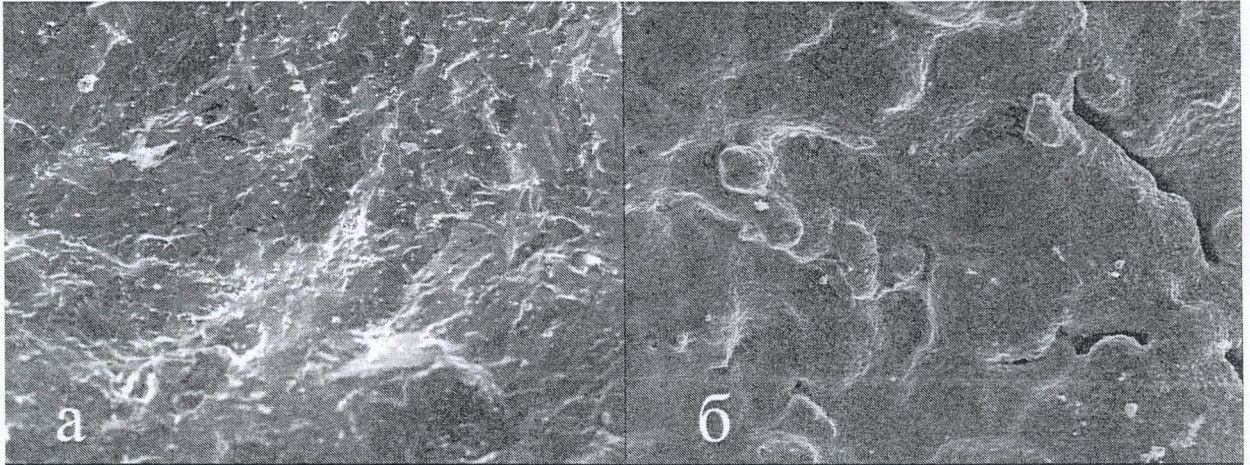


Рис.1- Дифрактограммы от полученного композита (вверху), в сравнение с эталонными дифрактограммами от TiB<sub>2</sub> и WB (внизу).

В результате электронно-лучевой обработки поверхность образца представляла полосу композита с зеркальным блеском по траектории движения пучка электронов, и матовые полосы серого, металлического цвета по краям. По данным рентгеноструктурного анализа все области практически идентичные дифрактограммы (рис.1)

Как видно из дифрактограмм образец композита состоит из трех фаз: борид вольфрама, из борид титана с искаженной решеткой и не определенной на настоящий момент фазы. Вероятно это соединение типа  $(W,Ti)B_2$ . По виду дифракционной картины видно, что у третьей фазы размер кристаллитом меньше, чем у первых двух фаз. Электронно-микроскопические изображения плавленного и спеченного композита представлены на рис.2.



**Рис.2-** Электронно-микроскопические изображения скола поверхности образца перпендикулярного направлению движения пучка электронов: зона плавления композита(а), зона спекания композита (б).

Как видно из представленных результатов, электронно-лучевая обработка позволяет получать высокотемпературные композиты достаточно просто и с малыми энергозатратами. Использование аддитивных технологий позволит получать изделия, которое смогут работать в условиях высоких температур.

#### БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена в рамках государственного задания ИХТТМ СО РАН (проект 0301-2016-0016). Дифракционные и электронно-микроскопические исследования выполнялись с использованием инфраструктуры и оборудования Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения при ИЯФ СО РАН. Электронно-лучевая обработка проводилась на оборудовании ИЯФ СО РАН.

**IN VIVO ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ ЛЕКАРСТВЕННЫХ ФОРМ В ЖИВОМ  
ОРГАНИЗМЕ ДИФРАКЦИОННЫМИ МЕТОДАМИ НА ПУЧКАХ  
СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. МОДЕЛИРОВАНИЕ НА ФАНТОМЕ.**

**М.Р. Шарафутдинов, Б.П. Толочко, А.И. Анчаров**

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт химии твердого тела и механохимии  
Сибирского отделения российской академии наук  
630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе 18,  
e-mail: marat@solid.nsc.ru*

Рассмотрены условия для *in vivo* определения фазового состава лекарственных форм. Предложены способы моделирования этих условий. Приведены экспериментальные данные по изменению дифрактограмм при различных толщинах фантомов.

**IN VIVO RESEARCH OF MEDICINES BEHAVIOR IN A LIVE ORGANISM BY  
SYNCHROTRON RADIATION DIFFRACTION METHODS. MODELING ON THE  
PHANTOM.**

**M.R. Sharafutdinov, B.P. Tolochko, A.I. Ancharov**

*Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry  
of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences  
e-mail: marat@solid.nsc.ru*

The conditions required for *in vivo* determination of phase composition of medicines were considered. The ways to modeling ones were offered. Experimental data for different thickness of the phantoms were obtained.

Денол – широко используемый препарат для лечения язвы желудка. Действующей субстанцией является комплексная соль - висмута трикалия дицитрат. В среде желудочного сока она осаждается в виде нерастворимых оксихлорида и цитрата висмута, также образуются хелатные соединения с белковым субстратом создавая нерастворимое защитное покрытие в месте язвы. С практической точки зрения важно иметь информацию о химическом и структурном состоянии данных комплексов. Вероятно, они будут аморфны и потребуют таких методов как малоугловое рентгеновское рассеяние и построение функций радиального распределения атомов. Для оценки возможности применения этих методов необходимо определить практические коэффициенты поглощения в фантомах (имитаторах биологических тканей) различной толщины с помощью известного кристаллического соединения – твердого висмута трикалия дицитрата.

Исследование фазового состава и его динамики производится рентгеноструктурными методами. Наиболее эффективным является применение синхротронного излучения (СИ) ввиду его высокой интенсивности и малой расходимости. Данные свойства позволяют в радиационно-щадящем режиме получать сведения о фазовом составе непосредственно с интересующей зоны. Ранее была показана возможность таким методом исследовать состав почечных камней [1].

В данной работе было оценено поглощение рентгеновского излучения в фантоме, поскольку это напрямую влияет на предел обнаружения фазы. Для этого между образцом и детектором ставили различное количество пластин из оргстекла. Толщина пластины – 1 см, количество – до 7 шт. Съемка дифрактограмм велась на экспериментальной станции канала 4 накопителя

ВЭПП-3 с помощью двухкоординатного детектора Mar345. Энергия квантов – около 33 кЭв обеспечивала достаточно большую пробивную способность.

На рис.1 представлена дифрактограмма, полученная при использовании трех пластин поглотителя. Хорошо видно, что кроме узких пиков от порошка твердого комплекса наблюдается гало от оргстекла.

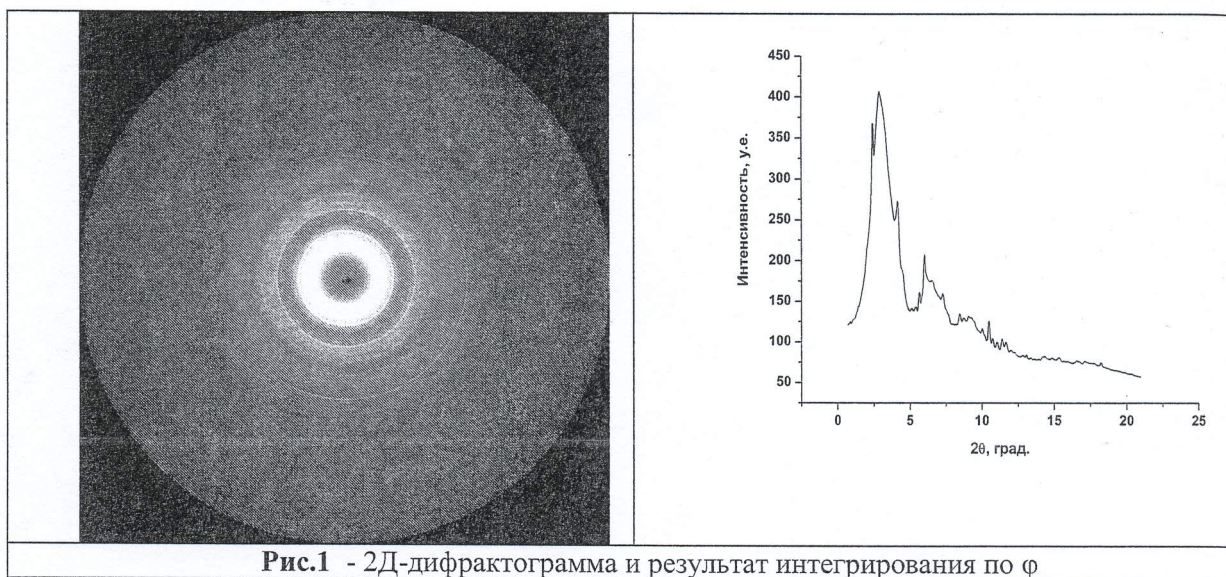


Рис.1 - 2Д-дифрактограмма и результат интегрирования по  $\phi$

На рис.2 представлена зависимость интенсивности пика с  $d \sim 8.7$  А от суммарной толщины поглотителя в см.

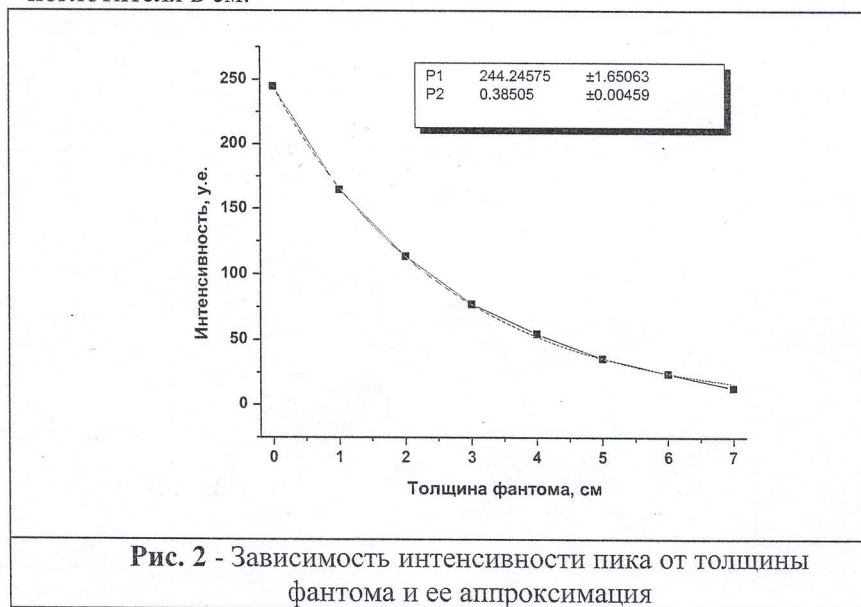


Рис. 2 - Зависимость интенсивности пика от толщины фантома и ее аппроксимация

Взаимодействие рентгеновского излучения с веществом в данном диапазоне энергий подчиняется закону Бургера-Ламберта-Бера  $I=I_0 \exp(-\mu x)$ . Полученное значение 0.385 позволит планировать дальнейшие эксперименты.

Дифрактограммы получены с использованием инфраструктуры ЦКП "СЦСТИ" на базе ВЭПП-3 ИЯФ СО РАН. Работа выполнена при поддержке РФФИ, грант № 15-29-01297

1. Ancharov A.I., Potapov S.S., Moiseenko T.N., Feofilov I.V., Nizovskii A.I. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A. 2007. V. 575. N 1-2. P. 221-224.