

**БЪЛГАРСКА АКАДЕМИЯ НА НАУКИТЕ
ИНСТИТУТ ЗА КОСМИЧЕСКИ ИЗСЛЕДВАНИЯ И ТЕХНОЛОГИИ
СЕКЦИЯ: “КОСМИЧЕСКО МАТЕРИАЛОЗНАНИЕ”**

ИНЖ. АННА ДИМИТРОВА БУЗЕКОВА-ПЕНКОВА

**“МЕТОДИКА ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ ВЛИЯНИЕТО НА ОТКРИТИЯ
КОСМОС ВЪРХУ СТРУКТУРНИ И ФИЗИКО – МЕХАНИЧНИ
ПАРАМЕТРИ НА ДИСПЕРСНО УЯКЧЕНА С НАНОДИАМАНТ
АЛУМИНИЕВА СПЛАВ В95”**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

на дисертация
за присъждане на образователна и научна степен „ДОКТОР”

София, 2016 г.



**БЪЛГАРСКА АКАДЕМИЯ НА НАУКИТЕ
ИНСТИТУТ ЗА КОСМИЧЕСКИ ИЗСЛЕДВАНИЯ И ТЕХНОЛОГИИ
СЕКЦИЯ: “КОСМИЧЕСКО МАТЕРИАЛОЗНАНИЕ”**

ИНЖ. АННА ДИМИТРОВА БУЗЕКОВА-ПЕНКОВА

**“МЕТОДИКА ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ ВЛИЯНИЕТО НА ОТКРИТИЯ КОСМОС
ВЪРХУ СТРУКТУРНИ И ФИЗИКО – МЕХАНИЧНИ ПАРАМЕТРИ НА
ДИСПЕРСНО УЯКЧЕНА С НАНОДИАМАНТ АЛУМИНИЕВА СПЛАВ В95”**

А В Т О Р Е Ф Е Р А Т

на дисертация

за присъждане на образователна и научна степен „ДОКТОР”

област на висше образование 4. Природни науки, математика и информатика, професионално направление 4.1. Физични науки, научна специалност “Физика на океана, атмосферата и околоземното пространство” (Влияние на параметрите на открития космос върху физичните и структурни свойства на материалите).

Научен консултант:

проф. дфн. Корнели Григоров

Научно жури:

проф. д-р Божана Табакова

проф. д-р Румен Янков

доц. д-р Любомир Анестиев

проф. д-р Димитър Теодосиев

проф. дфн. Корнели Григоров

Резервни членове:

проф. д-р Нарцислав Петров

доц. д-р Здравка Карагъзова

София, 2016 г.

Дисертацията включва 152 страници, включително 78 фигури, 23 таблици, 25 графики, оформени в 4 глави, общи изводи, приноси и публикации по дисертацията. Библиографията обхваща 160 литературни източници. Номерата на фигурите, таблиците и графиките съответстват на тези в дисертационния труд.

Дисертационният труд е обсъден и предложен за защита на разширен научен семинар на секция “КМ” на ИКИТ–БАН на 24.11.2016 г.

Защитата на дисертацията ще се състои на2017 г. от..... часа в зала 309 на ИКИТ (София, бул. “Акад. Г. Бончев, бл. 1) при открито заседание на Научното жури.

Материалите по защитата (дисертацията и рецензиите) са на разположение на интересувашите се в сградата на ИКИТ и на интернет страницата на института: www.space.bas.bg.

Докторантът работи в секция “Космическо материалознание” в ИКИТ на Българска Академия на Науките.

Автор: инж. Анна Димитрова Бузекова - Пенкова

Заглавие: “МЕТОДИКА ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ ВЛИЯНИЕТО НА ОТКРИТИЯ КОСМОС ВЪРХУ СТРУКТУРНИ И ФИЗИКО – МЕХАНИЧНИ ПАРАМЕТРИ НА ДИСПЕРСНО УЯКЧЕНА С НАНОДИАМАНТ АЛУМИНИЕВА СПЛАВ В95”

София, 2016 г.

1. ОБЩА ХАРАКТЕРИСТИКА НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Актуалност на проблема

Изучаването на влиянието на космическите условия върху различни материали доведе до разработване и използване на нови материали, получени в хода на изпълнение на космически програми както на Земята така и в Космоса. Тези материали трябва да издържат и функционират в нестандартни условия (висок вакуум, температурни колебания, космическа радиация, механичен стрес: ускорение, вибрации и др.). Това доведе до разработването на нови материали, които комбинират висок модул на еластичност, устойчивост на топлина, устойчивост на износване, ниска плътност и други свойства. Това е материал на алуминиева основа, количествена прибавка на ултрадисперсен диамантен прах /УДДП/ и Волфрам /W/. Ето защо изследването на този материал в условията на открития космос се предхожда от предварителни изследвания, свързани с изучаване на структурата и физико-механичните характеристики. По следващите резултати ще са от значение за влиянието на открития космос върху композита (високи и ниски температури, цикличност на натоварването, облъчване в широк диапазон с различни видове лъчения).

Изхождайки от по-горе изложеното, тази работа се явява актуална и идейният проект се реализира в сътрудничество с водеща космическа държава - Руския модул на Международната Космическа Станция (МКС), в което разделение, се участва активно с блок ДП-ПМ, като част от експеримент "ОБСТАНОВКА".

Обект и предмет на изследване

Обект на изследване в дисертацията е уякчена композитна алуминиева сплав В95 с количествена добавка от ултрадисперсен диамантен прах и легирана с волфрам. **Предмет на изследване** са разликите в структурните и физико - механичните характеристики на пробни тела изработени от споменатия по-горе материал, престояли две години и четири месеца в открития космос с такива престояли в земни условия.

Цел и задачи на дисертацията

Основната цел на изследването е да се определи влиянието на космическата радиация и температурните промени върху механичните и физико-химични характеристики на композита при продължителен престой в открития космос, като се подберат оптимален набор от методи за изследването им. Резултатите ще позволят да се направи оценка на възможностите за използване на композитният материал за изработване на корпуси и детайли, на уреди и апарати, както за изследване на космическото пространство, така и за приложения в наземни условия.

Основни задачи:

1. Изследване на композитен материал базиран на сплав В95 уякчен с УДДП и легиран с Волфрам.

2. Разработване на методика базирана на набор от методи за изследване и установяване на ефекта от влиянието на открития космос върху разработения композитен материал.

2.1. Структурни изследвания

2.1.1. Микроанализ (химичен анализ EDX)

2.1.2. Сканираща електронна микроскопия (SEM) за топографски и морфологични наблюдения.

2.1.3. Ренгеноструктурен анализ (RSD)

2.1.4. Прахов рентгенов дифракционен метод

2.1.5. Рентгенова фотоелектронна спектроскопия (XPS)

2.1.6. Атомно силова микроскопия (AFM)

2.2. Механични изследвания

2.2.1. Експериментално определяне на твърдост

2.2.2. Експериментално определяне на микротвърдост

2.2.3. Тест на Наноиндентация. Модул на Юнг

2.2.4. Тест на триене и износване

2.2.5. Метод за изпитване на опън

Методологична основа

Методологията включва прецизно подбран и сложен комплекс от спектроскопски, механични и физични методи за охарактеризиране на физико-химичните, структурни и морфологични промени възникнали под влиянието на космическите условия.

Методи за изследване:

Изследването на структурата, състава и морфологията на композита, както и настъпилите промени в структурата са постигнати чрез съвременни методи за анализ, като: микроанализ (химичен анализ EDX), сканираща електронна микроскопия (SEM) за топографски и морфологични изследвания, ренгеноструктурен анализ (RSD), прахов рентгенов дифракционен метод, рентгенова фотоелектронна спектроскопия (XPS) и атомно силова микроскопия (AFM). За охарактеризиране на механичните свойства са приложени набор от изследвания, целящи определяне на основни механични параметри като твърдост, микротвърдост, нанотвърдост, модул на Юнг, трибологичен тест на износване и изпитване на опън.

Обем и структура на дисертационния труд

Дисертационния труд съдържа: 4 глави с общо 78 фигури, 23 таблици, 25 графики, заключение и 160 литературни източника. Работата е в обем от 152 страници и се състои от анализ на резултатите, публикувани във включената литература, характеризиращи сегашното състояние на разглеждания проблем. Целта и задачите са определени на основание на нерешени до този момент въпроси, касаещи проблематиката на космическото материалознание. В дисертацията са описани проведените експерименти, обсъдени са получените резултати, и е направен задълбочен анализ на получените данни. Заключениеето включва основните изводи

получени в резултат от работата по дисертацията и направените в научно отношение приноси.

Научна новост

В резултат от направените изследвания и с цел изпълнение на целите на дисертацията е разработена методика по която да се изследват метални композити и са предложени критерии по които да се определи влиянието на открития космос върху структурата и физико-механичните свойства на сплав В95, с количествена добавка на нанодиамант и легирана с Волфрам.

Практическа приложимост

Резултатите позволяват да се оценят възможностите за използване на уякчените алуминиеви сплави за изработване на детайли за уреди и апарати, при реализирането на бъдещи космически експерименти и приложението им за работа в екстремни наземни условия.

Апробация на изследванията

Основните резултати върху дисертационната работа са изнесени като пленарни доклади от автора и оформени в 5 публикации, съответно в сборници от научни конференции с международно участие: SES 2012, SES 2013, SES 2014, SES 2015, както и в Списание “Доклади на БАН”.

2. ОСНОВНО СЪДЪРЖАНИЕ НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Глава I. Въведение обхваща: актуалност на темата, обект и предмет на изследване, основна цел на изследването, основни задачи на изследването. Представена е в 4 страници.

Глава II. Материали и методи на изследване обхваща: анализ на състоянието на проблема, исторически обзор за избор на сплав, структура и свойства, метод за получаване на композита, приготвяне на образците за изследване, методика за провеждане на изследванията включваща: методи за определяне на структурните характеристики на материала както и методи за определяне на механичните свойства на материали. Представена е в 34 страници. Направен е анализ на описаните и изследвани в специализираната литература композити, които се използват широко в самолетостроенето, машиностроенето и космическата техника, поради високите си механични показатели. Разгледани са някои от използваните до сега добавки като: графитни частици, нанодиаманти, SiC, диаманти и SiC, TiC, Al₂O₃, ZrO₂, които се използват за уякчаващи добавки от някои научни групи, както и постигнатите от тях резултати.

След проведения анализ на състоянието на проблема могат да се направят следните изводи:

Добавката на различни видове уякчители в метални сплави, допринася съществено за подобряването на физичните и механичните им свойства.

Нанодиамантените частици могат да бъдат успешно въведени в алуминиеви композити и сплави

В литературния обзор за избор на сплав, структура и свойства са разгледани различни високоякостни алуминиеви сплави. За обект на изследване бе избрана високоякостната алуминиева сплав В95, като в дисертацията е показан химичния и състав, механичните и свойства, както и термичните режими, използвани за подобряване на качествата и.

Синтезирано е разгледан избрания уякчител, който използваме за подобряване качествата на сплав В95, а именно ултрадисперсен диамантен прах (УДДП). Описана е методиката за получаване на композита, както и подготовката на образците за изследване.

Разгледана е **методиката за провеждане на изследванията**, която включва: методи за определяне на структурните характеристики на материала и методи за определяне на механичните свойства на материала.

Методи за определяне на структурните характеристики на материала.

При наблюдаване на микроструктурата се използват различни видове микроскопи. Изследванията са проведени чрез оптична микроскопия, ренгеноструктурен анализ, сканираща електронна микроскопия, прахов ренгенов дифракционен анализ, рентгенова фотоелектронна спектроскопия и атомно силова микроскопия.

1. Оптическа микроскопия (металографски микроскоп)

Резултатите от анализа на структурата позволяват да се обяснят причините за наблюдаваното изменение в свойствата на материалите, в зависимост от промените в химическия състав и условията на обработка, дали сплавта се намира в равновесно или е неравновесно състоянието и в много случаи да се определи на каква термична обработка е била подложена [64].

2. Сканираща електронна микроскопия (SEM)

SEM предлага значително по-висока разделителна способност и дълбочина на фокуса в сравнение с оптичния микроскоп. **SEM** се основава на взаимодействието на електронен сноп с атомите на съответния изследван материал. Отразените или избитите електрони се улавят от детектор и след обработка на сигнала, се получава образ върху монитор. В зависимост от използвания детектор и геометрията на експеримента има различни режими за работа на SEM (BEC и SEI). BEC – обратно отразени електрони (дава информация за химичния състав, структура на образеца) SEI – вторични електрони (дава информация за топографията на повърхността). След получаване на топографско изображение от вторичните електрони SEI, е възможно да се изследва химичния състав на избрани области. Нарича се елементен анализ или картографиране по елементи.[63, 65, 66, 67].

3. Ренгеноструктурен анализ

Ренгеноструктурният анализ е основен, а понякога и единственият допълващ метод в химическите, физическите и механичните методи за научни и приложни изследвания. С помощта на ренгеноструктурният анализ може да се изследва кристалната структура, да се определи константата на кристалната решетка, ориентация на поликристалитите,

дефекти и количеството на фазите в една многофазна система. Той се базира на зависимостта, която съществува между интегралната интензивност на линиите на изследваната фаза и нейното количество [70].

4. Прахов рентгенов дифракционен метод

Праховите рентгенови дифракционни методи позволяват да се получи детайлна информация за кристалната структура и микроструктурните особености на изследваните кристални фази. Получената кристалографска информация дава възможност да се определят качествения и количествен фазов състав, типа и параметрите на елементарната кристална решетка, заселеност и позиция на атомите в структурата, размер и форма на кристалитите в праховия образец. На базата на получената информация може да се направи връзка между начина на получаване от една страна и структурните особености и свойствата на материалите от друга.

5. Рентгенова фотоелектронна спектроскопия (XPS)

Рентгенова фотоелектронна спектроскопия (XPS), известна също като електронна спектроскопия за химически анализ (ESCA), е най-широко използваната техника за анализ на повърхности, защото може да се прилага за широка гама от материали и дава ценна информация за състоянието на изучавания материал и химическия му състав. XPS спектрите се получават чрез облъчване на материала с поток от рентгенови лъчи, като едновременно с това се измерва кинетичната енергия и броя на електроните, които се отделят от материала. XPS изисква условия на ултра-висок вакуум (UHV).

6. Атомно силова микроскопия (AFM)

AFM техниката се използва за определяне на топографията на повърхността на изследвания материал, чрез директен контакт между повърхността на пробното тяло и острието на сонда, монтирана на края на микроскопична греда [76-79]. С подобряване на възможностите на атомно-силовиата микроскопия, вниманието бе фокусирано върху силите на взаимодействие между пробното тяло и острието, което доведе до използване на микроскопа като апарат за прилагане на сила върху повърхността. В този режим, наречен силов [79], AFM отчита силите на взаимодействие, като функция на вертикалното разстояние, преминало от острието спрямо повърхността на образца [80].

Според разликата в твърдостта на отделните пълнители спрямо матрицата, фазовото изображение показва в еднакъв цвят близките по твърдост обекти [77, 78].

Предимството на използването на атомно-силов микроскоп за определяне на механичните свойства на повърхности пред всички познати методи е в неговата изключително висока резолюция (под 0.01nm) [82].

Методи за определяне на механичните свойства на материала.

Всяка конструкция, корпус, машинна част е подложена при известни условия на натоварване, което тя трябва да понесе не само без да се разруши, но и без да се деформира над определена допустима граница.

Механичните характеристики на изследваната сплав В95, уякчена с УДДП и легирана с Волфрам, бяха изследвани и определени с различни методи. Измерването на твърдостта може да се осъществи чрез проникване в материала на друго по-твърдо тяло – **метод на проникването** и чрез драскане върху повърхността – **метод на драскането**. Проведено е и изпитване на опън.

1. Експериментално определяне на твърдост

В техниката **методът на проникването** е намерил най-голямо разпространение. Твърдостта, определена по този метод, характеризира съпротивлението, което оказва материалът, срещу проникването в него на друго по-твърдо тяло, сфера или конус, при контактното прилагане на определено натоварване за определен период от време.

В зависимост от формата и размерите на проникващото тяло, големината на натоварващата сила и начина на измерване на получения отпечатък, в практиката най-често се прилагат три метода: **метод на Бринел, метод на Рокуел и метод на Викерс**.

2. Експериментално определяне на микротвърдост

Определянето на микротвърдостта намира все по-голямо приложение в практиката при охарактеризиране на твърдостта в много малки зони. Той дава възможност да се определя твърдостта на отделни фази и структурни съставлящи на материалите, а също така да се оценят различни техни характеристики. Микротвърдостните параметри дават идея за цялостната картина на механичните свойства на материала.

Най-широко се прилагат три типа тестове за измерване на микротвърдост: **тест на твърдост по Бринел, тест на твърдост по Рокуел и тест на твърдост по Викерс**.

Този метод се различава от класическия метод за определяне на твърдост по това, че **се използват много по-малки натоварвания**, обикновено под един Нютон ($1 \div 200 \text{ g}$). [86-87].

3. Тест на триене и износване

Друг метод за измерване на твърдостта е чрез метода на драскането. Това е тест на триене и износване чрез драскане, микро-надраскване (Blade), върху повърхността на материала познат още като износоустойчивост.

Износоустойчивостта на машинните елементи е основен фактор за дълготрайността и надеждността на машините. Причината за износването е триенето. При износване се променят формата и размерите на детайлите, което води до загуба на функционалните свойства на изделията. При триенето протича разрушаване на повърхностния слой на триещите се материали, което се проявява във възникване на частици с характерни размери, форма и химичен състав, наричащи се частици на износване. Съставът и размерите на тези частици зависят от условията на триене и механизма на износване [98].

Тестът за устойчивост при надраскване предоставя данни за коефициента на триене по Роквел и степента на проникване в обема на материала.

4. Тест на Наноиндентация. Модул на Юнг

Наноиндентацията е сравнително нов метод на механично тестване на материалите, която значително разширява възможностите на традиционните тестове на твърдост. Използваните уреди са с непрекъснат контрол и следене на натоварванията и преместванията на индентора от проникването му в материала до изтеглянето му от него. Този метод дава възможност да бъдат едновременно отчитани приложеното натоварване и дълбочината на проникване на внедрявания индентор [99 - 101].

Съвременните наноиндентори осигуряват голяма точност и надеждност на резултатите. Обикновено минималното натоварване, което се прилага при наноиндентацията е 1 nN , а измереното преместване с голяма точност до $0,1 \text{ nm}$. Максималното натоварването за стандартните уреди е до 500 nN . Едно важно предимство на наноиндентацията е, че получената крива натоварване-преместване може да се използва за определяне на еластичните свойства на материала. Освен това

при определяне на твърдостта на материала не се налага визуално измерване на отпечатъка, което се прави при тестовете на твърдост и внася значителна грешка в резултата, особено при по-меки материали, където следата се деформира и точното измерване е трудно. Това, че при наноиндентацията не се измерва геометрична характеристика на следата, а се използва кривата натоварване - преместване улеснява определянето на механичните свойства в много малки мащаби. Те могат да се определят от отпечатък с максимален геометричен размер под 1 микрон и дълбочина на проникване на индентора само няколко десетки нанометра [99, 102, 103].

Механичните свойства при наноиндентация на материала се получават от индентационната кривата „натоварване – преместване“, представляваща графична зависимост между приложеното натоварване и отчетеното от уреда преместване на индентора спрямо нивото на изследваната повърхност на образеца. От тази крива, с помощта на аналитични зависимости, могат да бъдат извлечени различни механични характеристики на изпитвания материал, като твърдост при индентация (НТ), индентационен модул (ЕИТ), различни характеристики на процеса на пълзене и зависимост на деформационното поведение от скоростта на натоварване и др.

5. Метод за изпитване на опън

Най-разпространеният метод за определяне на механичните свойства на пробни тела е статичното изпитване, където се определя съпротивлението, което пробното тяло оказва срещу действието на приложена външна сила. Тази сила предизвиква напрежения на опън.

Образец от изпитвания материал (нормална епруветка), с дължина 10 mm, и сечение F_0 mm², се подлага на опън в специална машина, така че напрежението (натоварването на 1m² от сечението) да расте от 0 до даден максимум, плавно и с определена скорост. Машината притежава устройство за измерване на силата на опън P в N . Може също така да се измерва и съответстващото на всяко натоварване абсолютно удължение $l - l_0$ в m [60].

Глава III. Експеримент “ОБСТАНОВКА”. Източници на йонизираща радиация в космическото пространство.

В тази глава са описани подробно програмата и методиките за провеждане на космическия експеримент „ОБСТАНОВКА“ [118-119] на борда на Руския Сегмент на Международната Космическа Станция (РС МКС), в състава на Плазмено – Вълновия Комплекс. Първата методика е свързана със специално конструиран блок, наречен блок ДП-ПМ в които са разположени планираните за изследване образци, които са тема на изследване в дисертацията.



Следващите методики са свързани с качването и монтирането на блока от външната страна на МКС. След престой от две години и четири месеца блокът ДП-ПМ бе демонтиран при строго спазване на специална методика за демонтаж и свален на Земята при спазване на методика за доставка. Според изискванията за гарантиране на по-нататъшна безопасна работа с образците, блокът първо бе подложен на микробиологично изследване и автоклавиране в съответствие с инструкциите (препоръките) на РКК „Енергия”.

Микробиологичните изследвания са свързани с вземане на натривки (проби) за микробна обсемененост от групата на плесените, дрождите и бактериите. Взети са натривки от общо седем места. След престой в различни среди и при различни температури бе установено, че намерените микроорганизми са по-скоро случайно попаднали върху пробните тела в процеса на прехвърляне, идентификация и обработка след доставяне от МКС.

Разгледани са източниците на йонизираща радиация в космическото пространство, показан е апарат (дозиметър- радиометър) R3DR2, който е част от съоръжението EXPOSE-R2. Той също е бил монтиран от външната страна на МКС и е измервал потока на радиация през периода през които блок ДП-ПМ е бил в откритив космос. Отчетената радиация за периода от 04.2013 - 08.2015 г. през които пробите са били монтирани от външната страна на МКС е 425 кGy [140].

Глава IV. Резултати и обсъждане

За охарактеризиране на физико-химичните, структурни и морфологични промени възникнали под влиянието на космическите условия върху композита са използвани голям набор от изключително модерни методи за анализ.

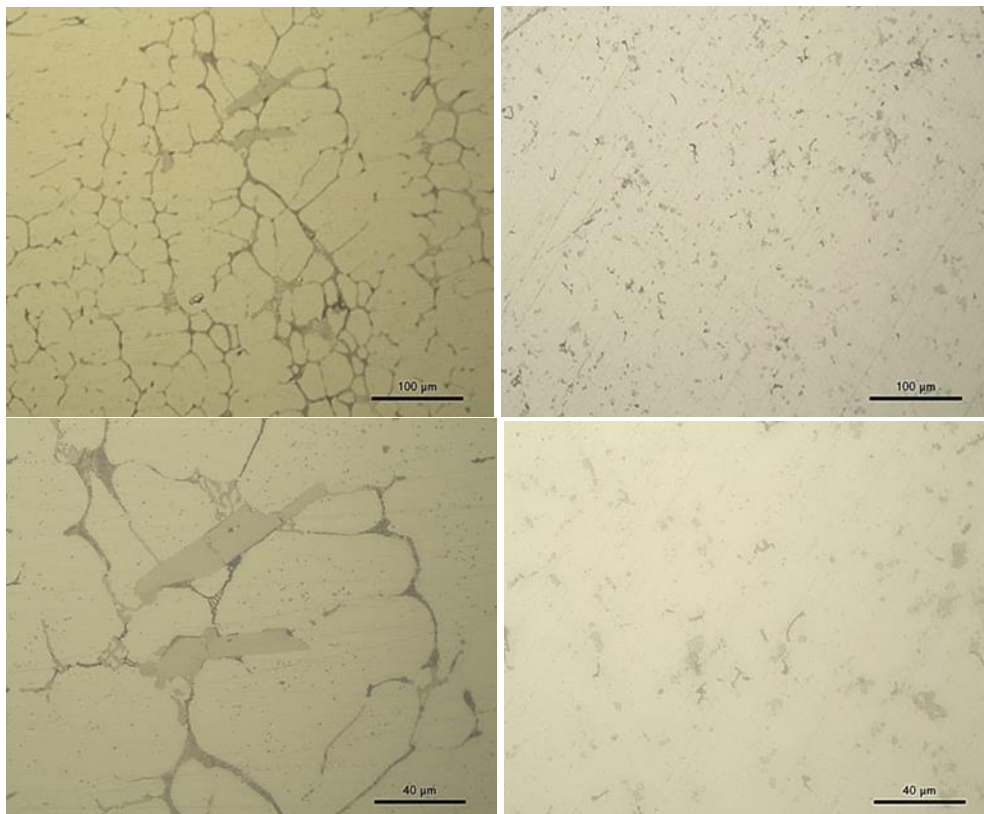
Анализите са проведени върху два типа образци съхранявани за период от 2 години и 4 месеца в различни условия. Единият образец наричан, референтен, беше съхраняван в естествени земни условия, а другият наричан по-нататък, космически, е бил разположен от външната страна на МКС в открития космос. Космическият образец е бил подложен на радиационно облъчване и температурни промени, като температурите са се променяли от - 120°C до + 150°C през 2 часа.

1. Структурни изследвания

1.1. Микроструктурен анализ

Наблюдението и анализът на образците е направен с помощта на металографски светлинен микроскоп Polyvar Met, при увеличение до $\times 1000$. Изображенията са заснети с помощта на цифрова камера ProgRes СТ3, свързана към компютър. Образците са подготвени по стандартна процедура.

На фигура 39 и фигура 40 са дадени изображенията на микроструктурата на земен образец и космически образец при различни увеличения.



Фиг. 39. Микроструктура на референтен образец

Фиг. 40. Микроструктура на космически образец

От фигура 39 се вижда, че структурата на референтния образец е с почти еднаква големина на зърна (големи зърна), наблюдават се дендрити от α – твърд разтвор (светлата основа на фигурата), няколко вида интерметални съединения и евтектика.

В космически образец (фигура 40) не се наблюдават дендрити, нито евтектика, а интерметалните съединения са два вида. Структурата в космическия образец е дребно зърнеста.

1.2. Сканираща електронна микроскопия (SEM) за топографски и морфологични наблюдения.

С помощта на сканираща електронна микроскопия SEM е направен количествен микроанализ посредством метода EDX, които е приставка към метода даваща процентното и пространствено разпределение на микроелементите на изследвания образец.

В таблицата 6 са показани резултатите от микро-химическия анализ за двата образца. Елементната матрицата при двете проби е сравнително еднаква за (Al-Zn-Mg-Cu), като процентното съдържание на Al в референтния образец е в по-големи количества.

От данните в таблица 6, се забелязва наличието на волфрам, който присъства само в интерметалидните фази на референтния образец. Прави впечатление, че наличието на волфрам в тези фази е съпроводено присъствие на елементите манган, хром и отчасти цинк. Вследствие на продължителното високо-енергетично облъчване при космическия

образец, тези интер-структури или агломерати се разрушават, като техните високи концентрации се разпределят в основната матрица.

Таблица 6. Микро елементен и топографски анализ за всяка една от намерените ази (интерметалиди, матрица, евтектика)

елемент	РЕФЕРЕНТЕН ОБРАЗЕЦ						КОСМИЧЕСКИ ОБРАЗЕЦ			
	α твърд разтвор %	Интерметалиди				евтек тика %	Интерметалиди			
		T.2	T.3	T.5	T6		%			
Al	95.52	53.5	69	83.2	90.25	86.1	52.94	41.73	91.52	58.63
W		23.2	12.97	3.02						
Cr		12.0	8.1	2.53						
Mn		6.81	4.6	2.08						
Zn	1.94		1.8	3.5	5.62	7.89	2.43	1.72	4.39	2.27
Cu					1.34	2.43			1.10	Под1%
Mg	1.42			1.68	2.8	2.69	13.58	24.57	2.72	13.46
Fe		2.03	1.4	2.24			1.27	Под1%	Под1%	
Mn,Cu,Cr,Fe	Под 1%									
Ti		1.1								
O		1.2								
Ti,O,Mn			Под1%							
Mg,Cu,O				Под1%						
Si							29.04	31.46	Под1%	25.08
Mn,Cr							Под1%			

Намерените основни фази от SEM са: $MgZn_2$, $Al_2Mg_3Zn_3$ и Al_2CuMg .

За потвърждаване на процентното съдържание на химичните елементи на отделните фази, беше проведен и химически анализ.

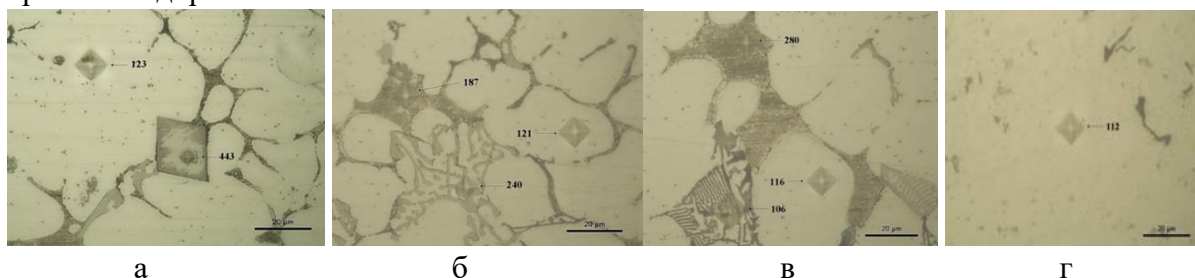
Таблица 7. Химичен анализ в % по маса за референтен образец

Наименование на показателя	Единица на величината	Методи (стандартизирани или валидирани вътрешно лабораторни)	образец	Резултати от изпитването (неопределеност)	Условия на изпитването
Cu	% по маса	ТПК 504 – 3	земен	1,41	21±2 °C
Mg	% по маса	ТПК 504 – 3		2,11	
Si	% по маса	ТПК 504 – 3		0,37	
Fe	% по маса	ТПК 504 – 3		0,41	
Mn	% по маса	ТПК 504 – 3		0,35	
Zn	% по маса	ТПК 504 – 3		4,93	
Ti	% по маса	ТПК 504 – 3		0,04	
Cr	% по маса	ТПК 504 – 3		0,22	

Извод:

С два различни метода микроструктурен и химически анализ се получават приблизително еднакви резултати. Вижда се, че процентното съдържание на легиращите елементи отговаря на процентното съдържание на изходната сплав. Това говори за една добра хомогенност на композита в изследваните точки.

С цел да бъдат идентифицирани някои фази и да бъдат сравнени микротвърдостите на матрицата на двата образца беше измерена микротвърдостта им, резултатите са показани на фигура 43. Измерването на микротвърдост е проведено чрез микротвърдомер MicroDuromat 4000, при товар 10g, време за достигане на товара 10s и време за задържане – 10s.



Фиг. 43. Стойности на микротвърдостта, измерени в референтен образец (а, б и в) и космически образец (г)

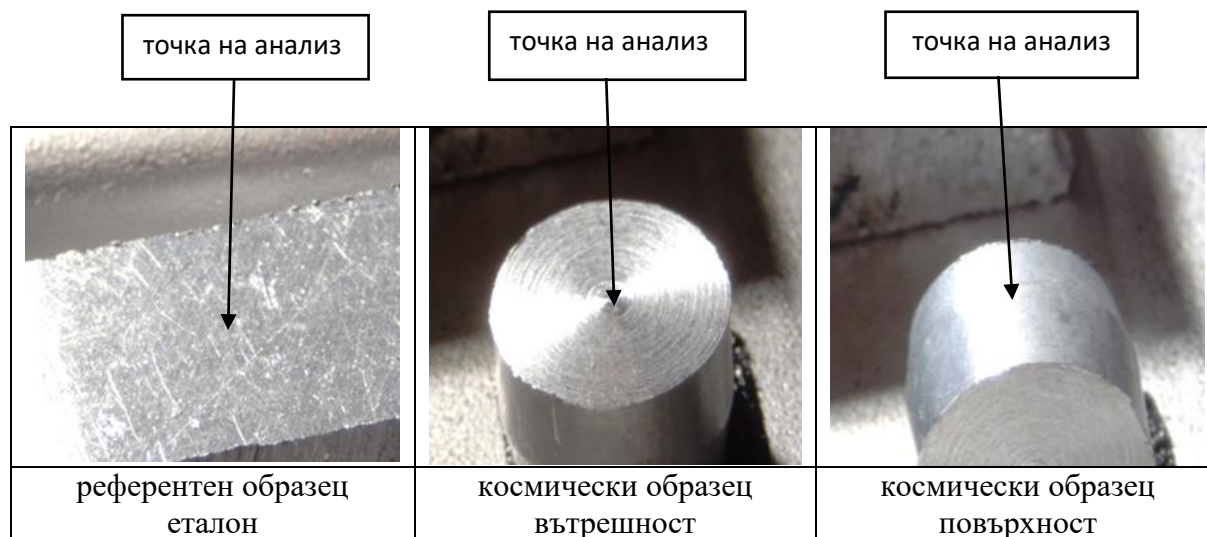
Установено е, че микротвърдостта на матрицата на референтния образец има по – високи стойности от тази на космическия образец (120 kg/mm² към 112 kg/mm²).

1.3. Ренгеноструктурен анализ (XRD)

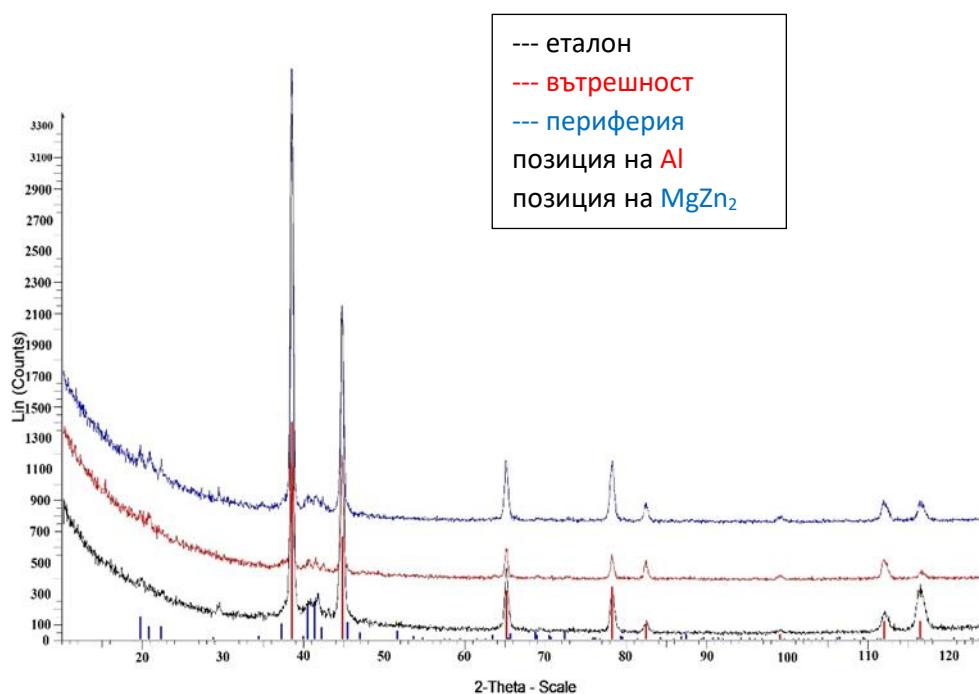
Проведен е ренгеноструктурен анализ с универсален дифрактометър EMPYREAN на компанията PANalytical, оборудван с позиционно чувствителен твърдотелен детектор Pixcel от най-ново поколение и рентгенова тръба с меден анод (CuKα = 1.541838 Å).

Фазовият състав на изследваните образци е определен с помощта на програма „Highscore“.

Изследването е проведено както върху референтен образец, така и върху космически образец. Върху космическия образец са направени две измервания, едното във вътрешността на образца (вътрешност), а другото от външната страна на цилиндъра наречен – повърхност (Фигура 59). Резултатите са показани на графика 7.



Фиг. 59. Изследваните образци в точката на анализ



Графика 7. Обобщена рентгенова дифрактограма с позиция на фазите

Въпреки сходството на изследваните рентгенови спектри, благодарение на чувствителността на използваната апаратура и на добре планирания експеримент, се

наблюдават и някои малки разлики, които са следствие от различните експериментални условия. Идентифицирани са всички фази с помощта на референтни еталони като сме установили, че преобладаващата фаза и при двата образеца е елементарен алуминий с определени количества на основните елементи съставлящи разтвора с ограничена разтворимост - $MgZn_2$.

1.4. Прахов рентгенов дифракционен метод

Поради естеството на спектрите, с цел постигане на висока точност и съпоставяне на резултатите получени от различни по качество измервателна апаратура, охарактеризирането е повторено и на прахов рентгенов дифрактометър Bruker D8 Advance, оборудван с позиционно чувствителен твърдотелен детектор LynxEye и рентгенова тръба с меден анод ($CuK\alpha = 1.541838 \text{ \AA}$). Фазовият състав на изследваните образци е определен с помощта на програма DiffracPlus EVA v.12 и сравнителна база данни с референтни прахови дифрактограми ICDD PDF-2 от 2009 година. Параметрите на елементарната клетка и размер на кристалити бяха определени с помощта на програма Bruker Topas v.4.2. Размера на кристалитите беше определен по формулата на Шерер от полуширината на измерените пикове:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (11)$$

Таблица 13. Параметри на кристалната клетка на Al и $MgZn_2$ и размер на кристалитите пресметнати по формулата на Scherer.

	Параметри на елементарната клетка [\AA]	
	Al	$MgZn_2$
Референтен образец	a = 4.0502	a = 5.170 c = 8.464
Повърхност космически образец	a = 4.0493	a = 5.201 c = 8.524
Вътрешност космически образец	a = 4.0500	a = 5.193 c = 8.531
PDF # 00-004-0787	a = 4.0494	n.a.
PDF # 01-077-1177	n.a.	a = 5.223 c = 8.566
	Размер на кристалити [nm]	
Референтен образец	30.4	15
Повърхност космически образец	36.8	22
Вътрешност космически образец	33.4	15

Изчислени са параметрите на елементарната клетка за Al и MgZn₂, както за референтния образец, така и за космическия.

Установено е, че обема на елементарната клетка MgZn₂ за референтния образец е по малка от тази на космическия.

При фазата MgZn₂ намираме изоморфно заместване на Zn с медни катиони водещо до MgZn_{1.98}Cu_{0.02}.

Изводи:

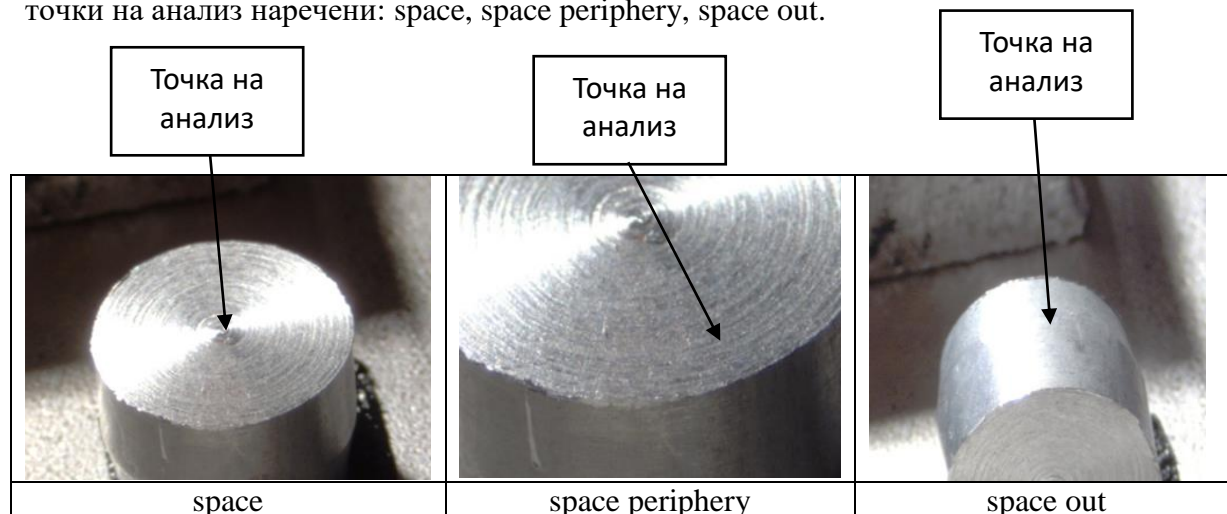
Проведените комплексни рентгенови изследвания еднозначно показват наличието на частична рекристализация при космическия образец. Тя е съпътствана с макар и слаба миграция на някои елементи и фази от повърхността навътре в обема на образца. Най-ясно това се наблюдава при фазата MgZn₂ при която намираме изоморфно заместване на цинка с медни катиони водещо до Mg(Zn_{1.98}Cu_{0.02}) фаза с по – голям йонен радиус от изходното съединение. Описаните промени са следствие на генерираните от космическата радиация дефекти и цикличните температурни промени.

Наблюдаваните промени са потвърдени и от XPS анализи разгледани по долу.

1.5. Рентгенова фотоелектронна спектроскопия (XPS)

Използван е рентгенов фотоелектронен спектрометър на фирмата Kratos Analytical Ltd., England). Всички изследвания са проведени в условията на свръхвисок вакуум от порядъка на 10⁻⁹ Torr. Повърхността на пробите се облъчват с монохроматично рентгеново лъчение (Al Kα) с енергия на фотоните 1486.6 eV. Вследствие на това въздействие се емитират електрони от различни енергетични нива на атомите, съставлящи пробите и се измерват енергетичните спектри на тези фотоемитирани електрони. Методът позволява да се определи химическото състояние и концентрациите (в атомни проценти) на химичните елементи съставлящи повърхностен слой с дебелина до 6-8 nm. Ето защо методът е чувствителен към най-горните повърхностни атомни слоеве на твърдите тела. Използвана е входна апаратура с диаметър 750 микрона пред анализатора, което ограничава анализираната площ върху пробите с размери също от този порядък. В зависимост от концентрацията на даден химичен елемент и вероятността му за фотойонизация е възможно детектиране на атоми с малка концентрация до около 0.1 % (атомни проценти).

Анализът се състои в изследване на референтен образец и космически образец в три точки на анализ наречени: space, space periphery, space out.



В таблиците 14, 15, 16 и 17 са показани Атомните концентрации на Al2p, O1s, Zn2p_{3/2}, Mg1s и Cu2p_{3/2} в точките на анализ.

Таблица 14. Атомни концентрации на Al2p, O1s, Zn2p_{3/2}, Mg1s и Cu2p_{3/2} за референтен образец

Референтен образец	
Елементи	Атомна конц. [%]
Al 2p	45.29
Zn 2p _{3/2}	0.13
Mg1s	0.75
Cu 2p _{3/2}	0.16
O 1s	53.67

Таблица 16. Атомни концентрации на Al2p, O1s, Zn2p_{3/2}, Mg1s и Cu2p_{3/2} в периферията на космически образец

Космически образец – space periphery	
Елементи	Атомна конц. [%]
Zn 2p _{3/2}	0.48
O 1s	39.75
Mg1s	0.91
Cu 2p _{3/2}	0.43
Al 2p	58.42

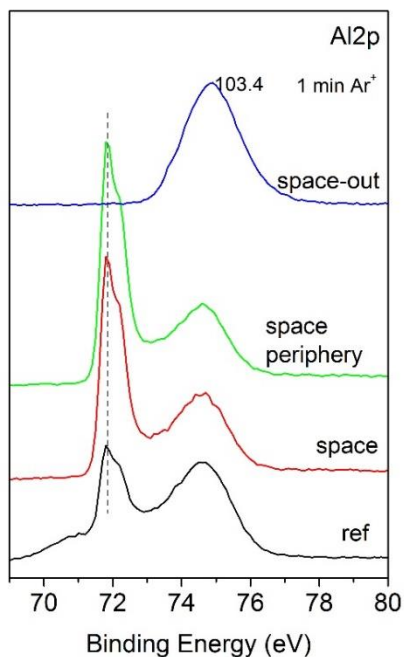
Таблица 15. Атомни концентрации на Al2p, O1s, Zn2p_{3/2}, Mg1s и Cu2p_{3/2} в центъра на космически образец

Космически образец - център	
Елементи	Атомна конц. [%]
Zn 2p _{3/2}	0.42
O 1s	41.31
Mg1s	1.09
Cu 2p _{3/2}	0.51
Al 2p	56.67

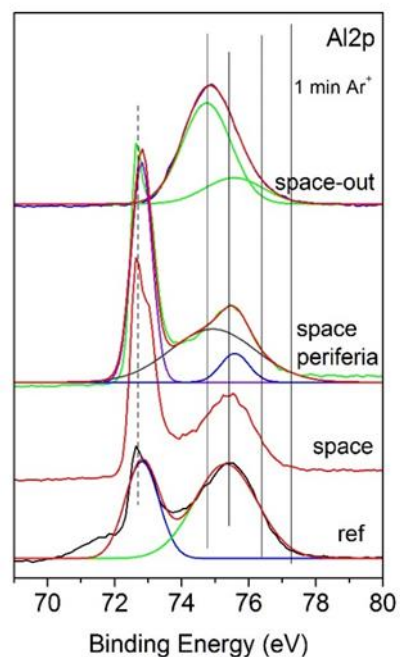
Таблица 17. Атомни концентрации на Al2p, O1s, Zn2p_{3/2}, Mg1s и Cu2p_{3/2} от външната страна на космически образец

Космически образец – space out	
Елементи	Атомна конц. [%]
Zn 2p _{3/2}	0.13
O 1s	60.83
Mg1s	0.96
Cu 2p _{3/2}	0.22
Al 2p	37.85

От анализите на разпределението на елементните концентрации показани в съответните таблици се вижда миграция на някои елементи от повърхността към центъра на металния образец. Периферията на цилиндричния образец като правило е по-силно нагрята от вътрешността му и лигандите от тази зона с по-висока кинетична енергия предизвикана от радиацията мигрират към вътрешността където енергията на трептене е по-ниска. В този аспект, по-лесно подвижните алуминиеви атоми заемат тяхното място в процеса на интердифузия. Тук също наблюдаваме, че цинкът и магнезият влизат в химическа връзка и образуват стабилно съединение, хексагонално MgZn₂, при което в дълбочината на образца количеството на Zn намалява и той бива заместен от Cu.



Графика 12. Пикове на Al 2p в изследваните области



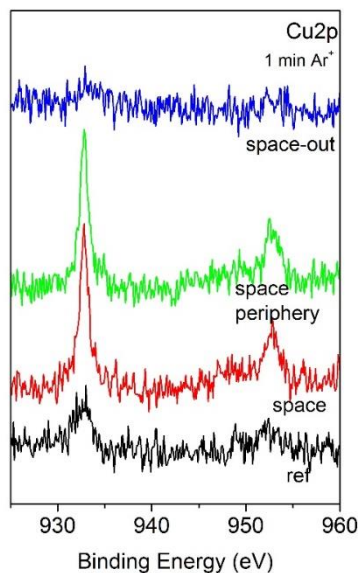
Графика 13. Пикове на Al 2p и деконволюция в изследваните области

На Графика 12 са представени фото емисионните спектри на Al 2p/3. Наблюдава се сравнително подобие между земния образец и вътрешната част на образца при космически условия (space). Пика на чистият алуминий се появява на 72,7 eV, което съвпада с табличните стойности на енергията на връзката на чистия алуминий. На 75,4 eV се появява съществен пик на Al O (OH), което съединение в космическия образец е чувствително редуцирано както в центъра, така и в периферията на образца. Фотоемисионната картина е значително по различна за външната част на изложения космически образец, където пик на чист алуминий не се наблюдава, а преобладаващите фази са на Al₂O₃ и фази на AlO (OH).

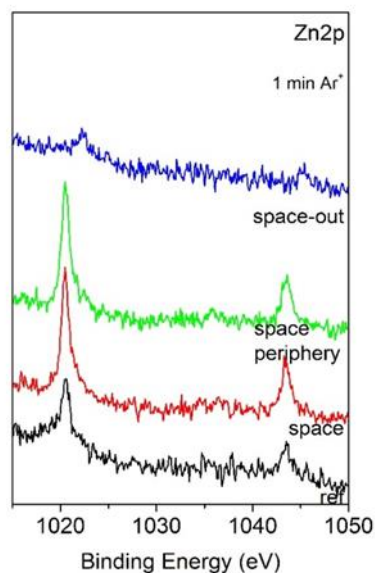
Таблица 18. Данни за видовете образци и фазите

ОБРАЗЕЦ		Al	Al ₂ O ₃ 74.7 eV	AlO(OH), 75.6 eV
Референтен	площ	4 700 а.у.		8 500 а.у.
	ширина	1 eV		1,8 eV
Space	площ	6 600 а.у.		7 660 а.у.
	ширина	0,65 eV		1 eV
Space periphery	площ		6 500 а.у.	1 200 а.у.
	ширина		1. 45 eV.	
Space out	площ		7 146 а.у.	2 201 а.у.
	ширина		1. 45 eV	1.72 eV

В таблица 18 са показани изчислените ширина и площ на всеки пик с фазите.



Графика 14. Пикове на Cu 2p в изследваните области



Графика 15. Пикове на Zn 2p в изследваните области

От Графика 14 и Графика 15 става ясно, че елементите Cu и Zn отсъстват от повърхността на изследвания образец (space-out). Те се наблюдават във вътрешността на образца. Това се обяснява с миграцията на тези елементи вследствие на температурните разлики, които по същество са внесена енергия, активираща дифузията на тези елементи. От друга страна, радиацията, по същество, води както беше споменато по-рано до дефекти в кристалната структура, които благоприятстват миграцията на елементите. Тъй като миграционните процеси са винаги съпътствани от интердифузионни такива, се наблюдава сегрегация на алуминиеви и магнезиеви хидроокиси, които имат тенденция да се локализируют на повърхността на образца.

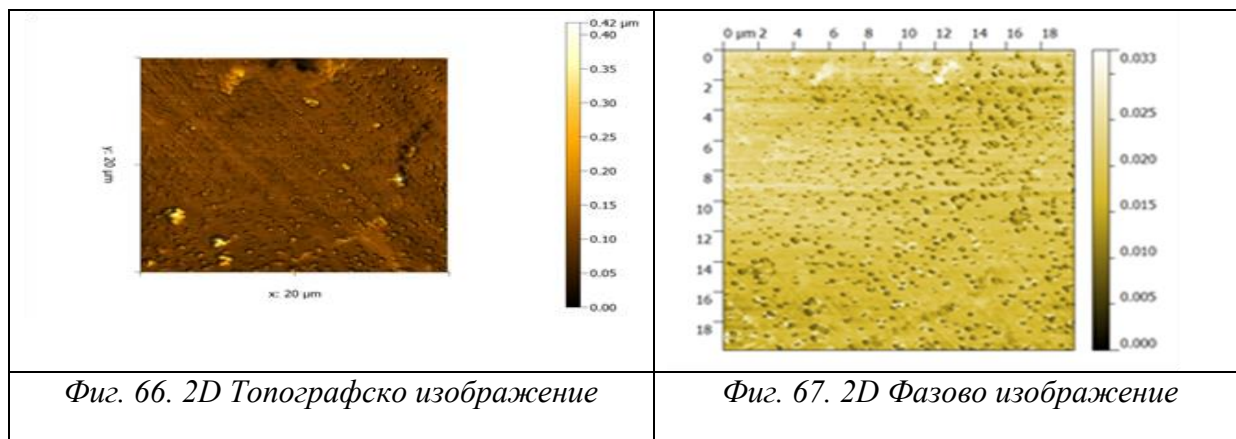
Изводи:

По същество наблюдаваните промени в химическия и структурен състав вследствие въздействието на открития космос не могат да бъдат определени като пагубни за изследвания материал.

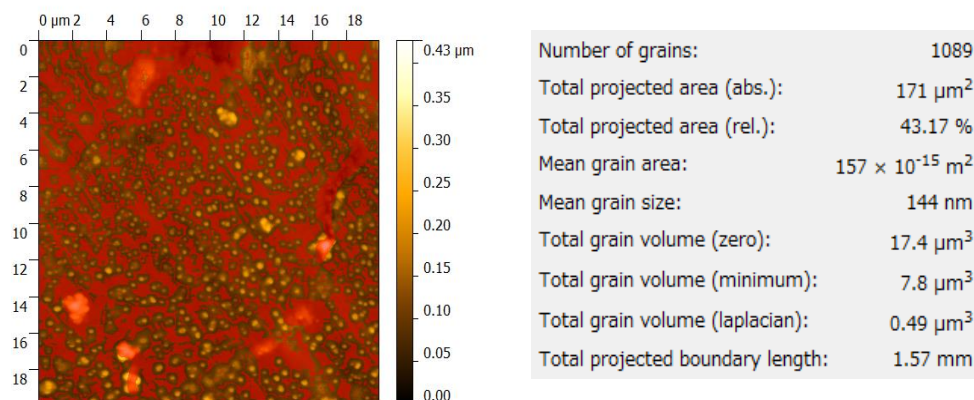
Открояват се два фактора, действащи в синергетизъм, а това са температурните колебания и радиацията. Радиацията се характеризира с внасяне на дефекти в кристалната структура, които в последствие фаворизират миграцията на дадени елементи. Температурните колебания, по същество представляват внесена енергия която води до възникване на интердифузионни процеси. Двата фактора, комбинирани по този начин водят до изменение на механичните свойства. При повърхността на космическия образец липсват елементите пикове на Cu 2p и Zn 2p (фиг. 14 и 15). Това частично обедняване от страна на тези елементи, води до значителни разлики в стойностите на модула на Юнг, които са разгледани по нататък.

1.6. Атомно силова микроскопия (AFM)

Целта на експеримента е да се определи топографията и грапавостта на повърхността на полирания образец, да се извърши анализ на фазовите изображения, да се определи размера на вложените нанообекти.



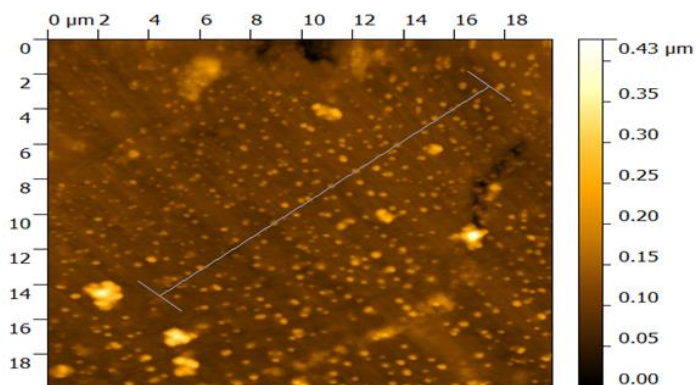
Степента на диспергиране се определя с използването на специализиран софтуер (Gwyddion 2.30). Софтуерът позволява върху изображението да останат само интересуващите ни нанообекти, след което е възможно да се направи статистика за степента на разпределение върху площта от изображението.



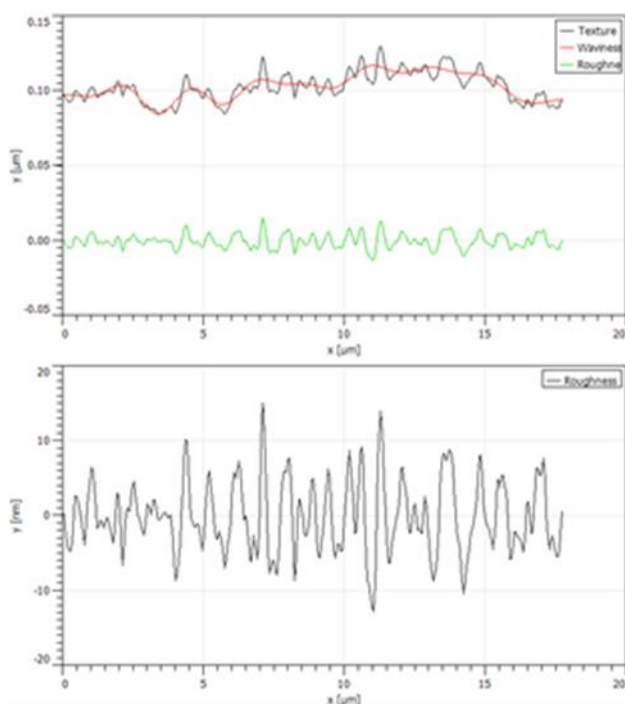
Фиг. 69. Обработено изображение 20x20 микрона за снемане на статистика за степента на диспергиране на наночастиците

Определяне на грапавост

Определена е грапавостта на повърхността на изследвания участък по определени международни стандарти.



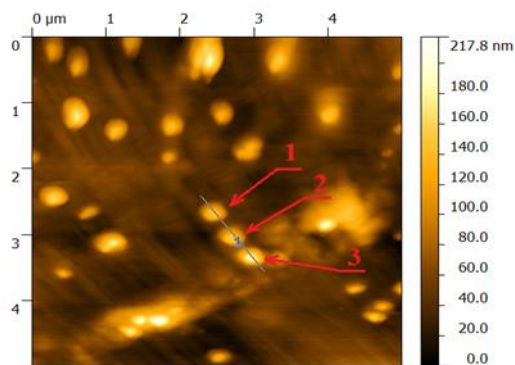
Фиг. 70. Обработено изображение 20x20 микрона за снемане на статистика за степента на грапавост



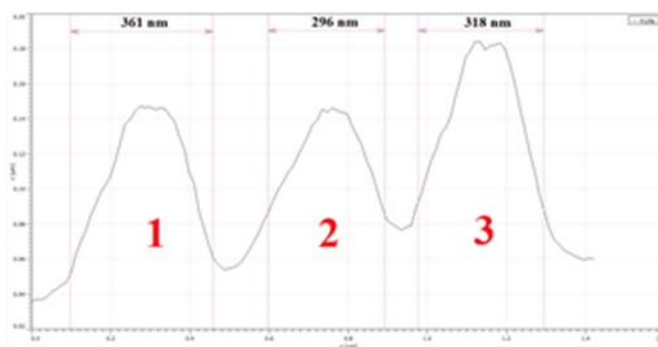
Графика 16. и 17. Грапавост на изследвания участък

Намерената, средна грапавост на референтния образец R_{RMS} е под 5 нанометра (nm), което дава основание да се счита, че въпросният композит притежава добри трибологични качества.

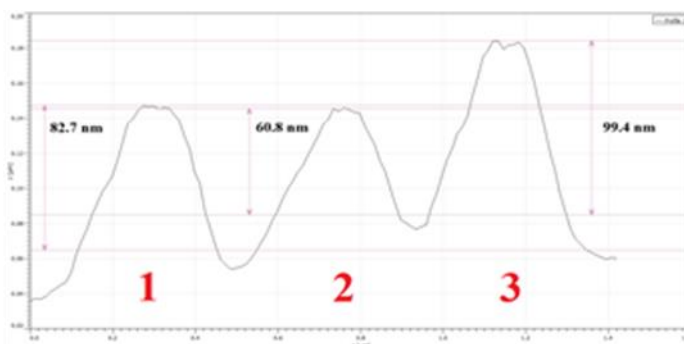
Определянето на размерите на нанобекти се осъществява графично след снемане на профила на частиците посредством упоменатия софтуер. В случая са оразмерени 3 съседни една на друга наночастици (фигура 74) [155].



Фиг. 74. AFM изображение на снетият профил и номерация на три съседни частици



Графика 18. Диаметри на съответните нанобекти



Графика 19. Височини на съответните нанобекти

Изводи:

Използваните методи за деагрегация и модификация на нано диаманти са подходящи за целта.

От снетите посредством атомно силова микроскопия изображения се вижда, че е постигнато добро разпределение на частиците в композита. Големите агломерати са сравнително малко, с размери $\approx 300 \times 70$ нанометра, като останалите наночастици са равномерно разпределени в обема на пробното тяло.

Сравнението между топографските и фазови изображения ясно показва формата и местоположението на диамантените наночастици (по-тъмните сферични участъци, които се открояват върху по-светлата матрица от алуминий).

2. Механични изследвания

2.1. Експериментално определяне на твърдост

Проведено е измерване за твърдост на стандартен твърдомер, като получената средна стойност е 136.6 HV.

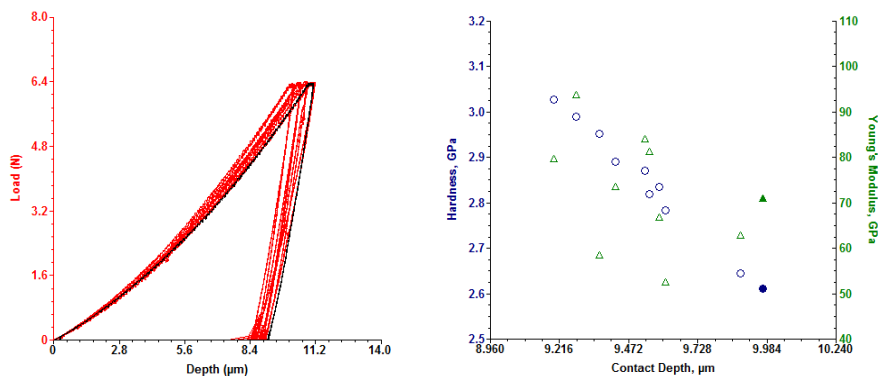
Също така е проведено стандартно изследване на твърдост, с универсален апарат TMVS – 1 (Vickers, hardness, tester), с помощта на оптичен микроскоп Time GROUP. Експеримента представлява притискане на тестовото пробно тяло с индентор, с четиристенна диамантена пирамида на Викерс с ъгъл при върха 136° , върху който е приложено натоварване 200 g. Времето на задържане е автоматично, 10 sec. Отпечатъкът има форма на квадрат, чиито диагонал се измерва посредством микроскоп. След измерване на диагоналите на получените отпечатъци, апарата автоматично изчислява твърдостта. Получената средна стойност за твърдост на референтния образец при натоварване от 200 g е 131.6 HV.

2.2. Експериментално определяне на микротвърдост

Експеримента на микротвърдост е проведен на същия апарат върху който е проведен експеримента на твърдост само, че в случая приложено натоварване е 25 g.

Измерванията са направени на случаен принцип, 10 броя в различни точки от повърхността на референтния образец. Получената средна стойност за микротвърдост при натоварване от 25 g е 127.62 HV.

Осъществени бяха експерименти на микроиндентация за референтните образци върху микроиндентор UMT-2 на Bruker с максимална сила на натоварване 7N.



Графика 20. Експериментални графики

Отляво – кривите „натоварване-дълбочина на индентацията“ (Load-Depth Curves).

Отдясно – резултатната графика с изчисленията за всяка индентация твърдост и модул на Юнг.

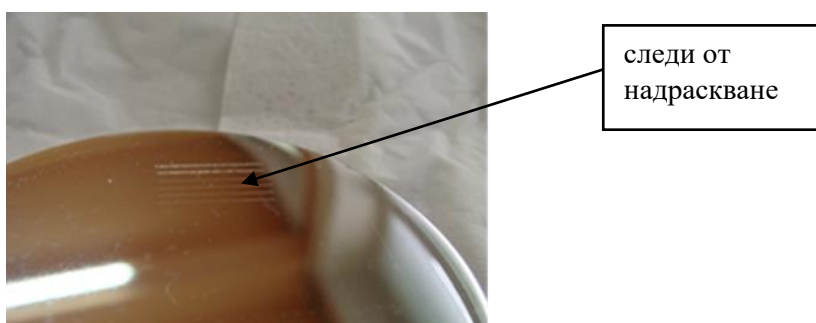
Направени са 10 броя индентации, като осреднените стойности за твърдост и модул на Юнг са определени чрез статистическа обработка на данните. Изчисленията са направени при коефициент на Пуассон – 0.33. Резултатите са представени в Таблица 21.

Таблица 21. Резултати за твърдост и модул на Юнг

Максимално натоварване – 7N	Твърдост (GPa)	Стандартно отклонение(GPa)	Модул на Юнг (GPa)	Стандартно отклонение(GPa)
сплав В95 +W+УДЦП	2.84	0.137	72.33	12.612

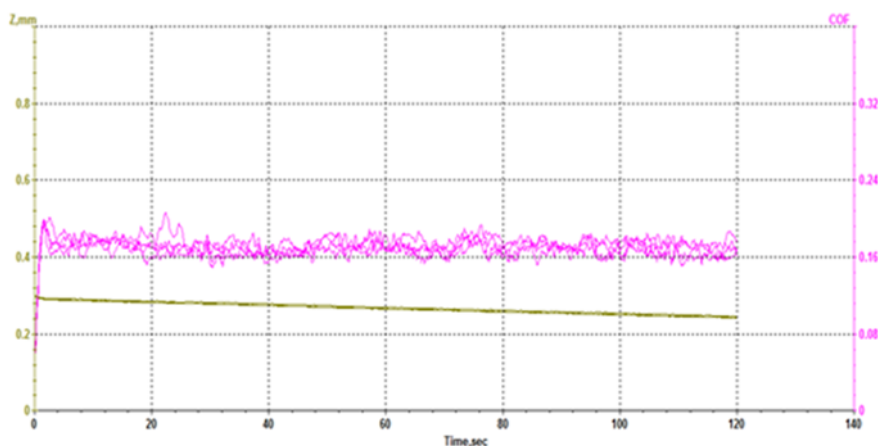
2.3. Тест на триене и износване

В тази част са описани проведените микромеханични изследвания - устойчивост при надраскване, микро-надраскване (Blade) на наноиндентор UMT-2 на Bruker.



Фиг. 76. Пробно тяло изследвано за надраскване

При използвания от нас метод образецът е захванат статично, като по повърхността му се придвижва индентор, с предварително зададено постоянно натоварване. В нашия случай, 7N и скорост на надраскване, 0.083 mm/s. Процедурата е повторена шест пъти за натрупване на статистически данни и проверка за повторяемост на резултатите. Дължината на следата е 10 mm, отстоянието между следите от 1 mm.



Графика 21. Експериментални графики

На Графика 21 със зелен цвят е обозначена промяната с времето на степента на проникване на индентора в обема на образеца. С розов цвят е обозначен коефициента на триене при надраскване.

Отчетеното максимално проникване в образеца е със стойност $Z = 297$ микрона, а минималното – $Z = 244$ микрона. Получената разлика, най-вероятно се дължи на разлики в твърдостта на образеца.

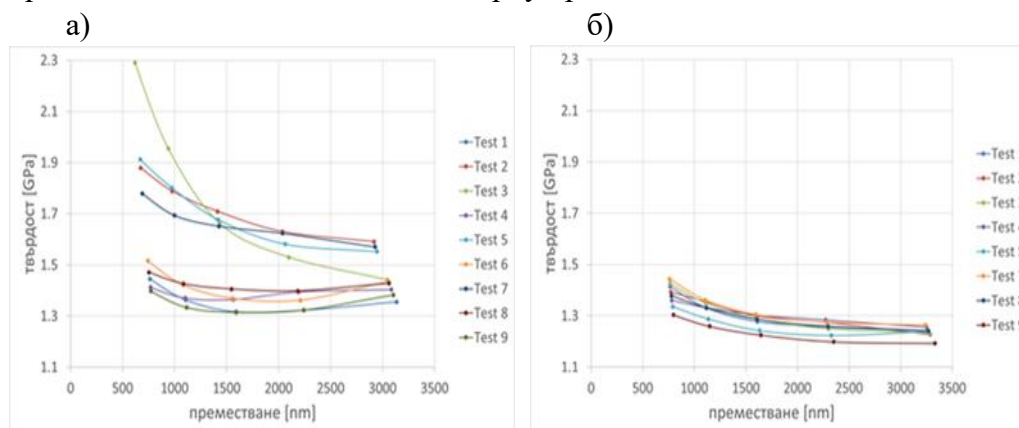
2.4. Тест на Наноиндентация. Модул на Юнг

Целта на експеримента е определяне на основните механични характеристики – твърдост на индентация (НIT) и модул на индентация (EIT). За целта е използван наноиндентор Agilent G200 на фирма Agilent Technologies, снабден със стандартна ХР-глава на индентора, която позволява да се правят измервания с точност на проникване < 0.01 nm и точност на прилагане на натоварването 50 nN. Използваният накрайник на главата е триъгълна пирамида на Беркович с начално закръгление на върха 20 nm.

При изследването на двата образеца, референтния и този престоял в открития космос, е използван стандартен операционен метод на индентация - Series Hardness and Modulus via Cycles Load Control.

Времето за проникване на индентора във всички случаи е 10 секунди. Приложено е различно натоварване, а именно натоварване $P_{max} = 300$ mN.

Като резултат от експерименталните измервания е построена първо кривата на натоварван-преместване $P - h$ показана на графика 21. В резултат на нея е изчислена нанотвърдостта, като отношение - сила върху проектната контактна площ.

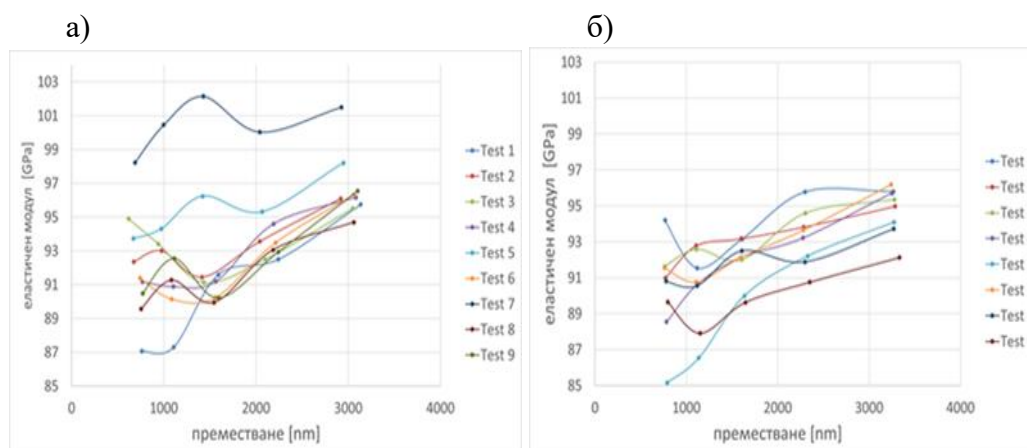


Графика 23. Експериментална крива твърдост-преместване $H - h$ за референтен образец (а) и космически образец (б)

Направени са измервания на твърдостта в зърната и в границите между зърната. От таблица 22 се вижда, че твърдостта на зърната за референтния образец е по – висока от тази на космическия. Същото е валидно и за твърдостта, измерена в границите между зърната.

Таблица 22. Резултати от нанотвърдост

Образци	Нанотвърдост на зърното [GPa]	Нанотвърдост в границата на зърното [GPa]	Дълбочина на окисляване [nm]
Референтен	1.67	1.35	1300
Космически	1.28	1.24	1400



Графика 24. Експериментална крива еластичен модул - преместване $E-h$ за референтен образец (а) и космически образец (б)

От построените криви за еластичен модул на Юнг, е установено, че стойностите му при космическия образец в сравнение с тези за земния са по-високи, 84 GPa срещу 92 GPa, съответно.

Изводи:

Чрез проведената наноиндентация е изследвано влиянието на космическите условия върху механичните свойства на сплав В95 и резултатите са сравнени с тези на референтни образци. Установено е, че абсорбираната радиация, която в случая беше 425 KGu [160], води до разрушаване на елементарната кристална решетка. Това се отразява чувствително върху стойностите на еластичния модул на Юнг. Нещо повече, цикличните температурни промени също влияят на структурата на материала, което се изразява в издребняване на структурата, в която се наблюдават частични процеси на

сегрегация. Този резултат се потвърждава и от направените в последствие металографски изследвания.

Трябва да се отбележи, че при референтните образци се наблюдават две отделни тенденции в измерената твърдост, което е дискутирано детайлно по-горе. Основните причини за наблюдаваните отклонения в механичните характеристики са свързани с:

- естественият оксиден филм формиращ се върху изделия от алуминий и сплавите му, характеризиращ се с дебелини от порядъка на няколко нанометра.
- високата радиация водеща до създаването на множество дефекти в кристалната структура на композита и водеща до разрушаване на кристалната решетка. [160]
- цикличните промени в температурата, които предизвикват вътрешни напрежения в структурата, водещи до промени в кристалната решетка, която не успява да рекристаллизира ефективно и това повишава крехкостта на изследвания материал.

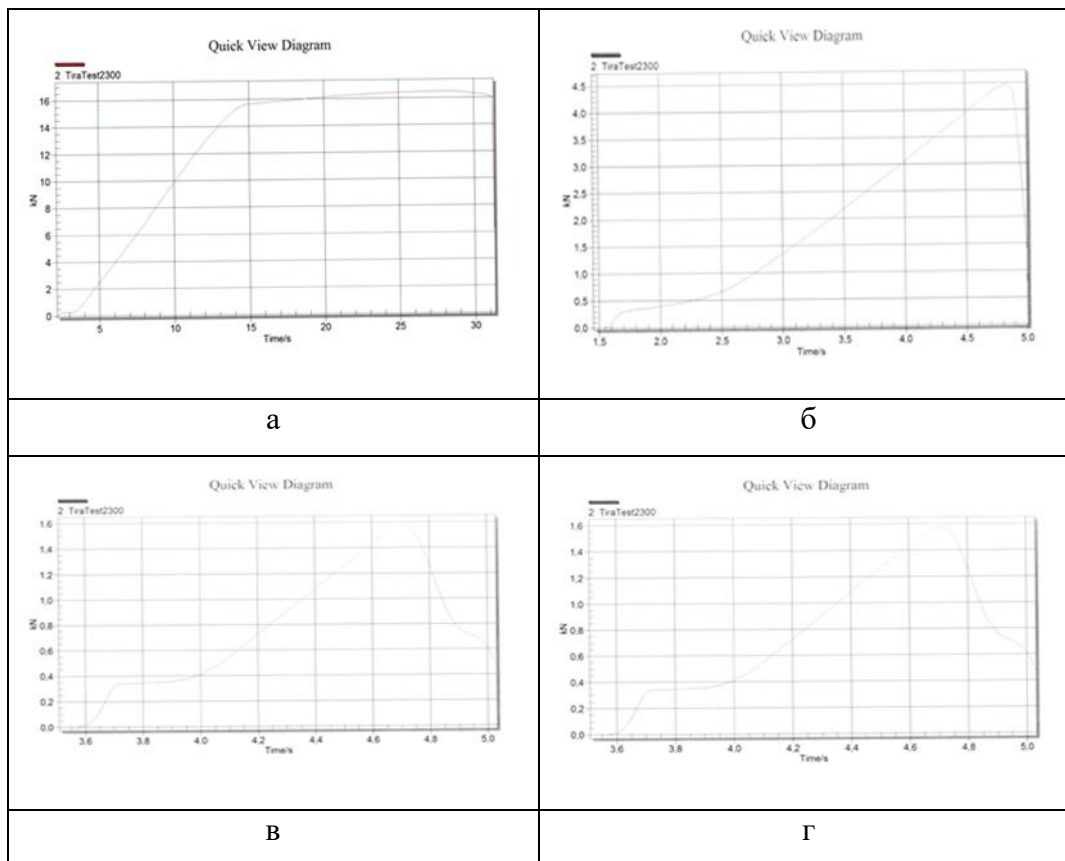
2.5. Изпитване на опън

Изпитанията на опън бяха проведени с помощта на универсална машина за механични изпитания, снабдена с автоматично устройство за записване на диаграмите на изпитанията.

Изследването е проведено върху 6 идентични цилиндрични пробни тела изработени от изследвания от нас композит с диаметър $d = 5 \text{ mm}$ и дължина 70 mm . Три броя са от референтни проби и 3 от проби изложени в космическото пространство, показани по-долу. Преди всяко изпитване бяха измервани напречното сечение ($S_0 = 26.04 \text{ mm}^2$) и дължината ($L_0 = 30 \text{ mm}$) на всеки образец. Данните от измерването са показани в таблица 23.

Таблица 23. Резултати от опън за референтен и космически образец

Пробно тяло за изпитване на опън	Fm, kN сила на натоварване	Rm, МПа – граница на якост за референтен образец	Rm, МПа – граница на якост за космически образец	Fm, kN сила на натоварване
Пробно тяло 1	7.972	641 МПа	172 МПа	4.467
Пробно тяло 2	16.72	642 МПа	161 МПа	4.195
Пробно тяло 3	16.47	652 МПа	61 МПа	1.577



Графика 25. Диаграми на опън съответно: а) референтен образец; б, в, г) космически образец

Изводи: От получените резултати можем да заключим:

- Якостта в трите референтни образци е по-голяма спрямо якостта на изходната сплав В95 - 642 МРа към 520 МРа.
- Якостта на космическите образци е значително по-малка в сравнение с тази на изходната сплав и тази на референтните образци. Космическите образци притежават ниско съпротивление на разкъсване.

Тези резултати още веднъж показват, че под въздействието на температурния стрес в границите на 300°C и действието на космическата радиация се фаворизират процеси на дифузия и интердифузия. Последните водят до дефекти в кристалната структура получена при мигрирането на лигантите с по-висока кинетична енергия към вътрешността където вибрационната енергия е по-ниска. В този аспект, по-лесно подвижните алуминиеви атоми заемат тяхното място в процеса на интердифузия. Описаните процеси водят до важни промени в механичните свойства на материала, като той става сравнително по-крехък.

Глава V. Заключение включва: основни изводи от работата, приноси, благодарности, бъдещи планове за развитие на тематиката, списък на публикациите на автора използвани в дисертацията, списък на забелязаните до Ноември 2016 г. цитати на публикациите на автора, използвани в дисертацията, както и използвана литература.

Основни изводи от работата:

На базата на проведени комплексни изследвания на референтни и образци подложени на въздействието на открития космос, включващи Металографски микроскоп, Рентгеново дифракционна микроскопия, Сканиращата електронна и Атомно силова микроскопия е установено, че:

1. Композитът е предимно хомогенен, но на места се наблюдава неравномерно разпределение на елементите и добавките в обема на образците. Наблюдават се конгломерати само от един химичен елемент. Например, SEM показва наличието на конгломерати на W в референтния образец, докато в космическия образец W е сравнително равномерно разпределен и в ограничени количества.

2. Резултатите от микроструктурният анализ (SEM), също показват че референтния образец е с големи, почти еднакви размери на зърната, а космическия поради постоянните температурни промени е рекристализирал и е с издробенна структура.

3. Резултатите от SEM позволяват да се направи извода, че топографското разпределение на въглерода е със значителен релеф (грапавост). Този резултат се потвърждава и от резултатите получени от Атомно силовата микроскопия.

4. Резултатите от атомно силовата микроскопия показват, че средната грапавост на референтния образец R_{RMS} е под 5 нанометра (nm), което дава основание да се счита, че въпросният композит притежава добри трибологични качества.

5. Проведените комплексни рентгенови изследвания еднозначно показват частична рекристализация в структурата на космическия образец. Наблюдава се, макар и слаба миграция на някои елементи и фази, от повърхността на образца към обема. Най-ясно това се наблюдава, например, при фазата $MgZn_2$ при която намираме изоморфно заместване на цинка с медни катиони водещо до формиране на $Mg(Zn_{1.98}Cu_{0.02})$ фаза с по – голям йонен радиус от изходното съединение. Показано е, че така наблюдаваните промени в структурата, са следствие от привнесените радиационни дефекти и цикличните промени в температурата. Наблюдаваните промени са потвърдени и от XPS анализи.

6. Резултатите от механичните изследвания могат да бъдат обобщени по следния начин:

- Установена е, че твърдостта за референтния образец е 131.6 HV
- Построени са кривите на зависимостта “натоварване-дълбочина на индентацията”. Получената осреднена микротвърдост за референтния образец е 2.84 GPa, а за модул на Юнг е 72.33 GPa.
- Установено е, че микротвърдостта на матрицата на референтния образец има по – високи стойности от тази на космическия образец (120 kg/mm^2 към 112 kg/mm^2).
- Построени са графиките за модул на Юнг и нанотвърдост за всяка точка на индентация. На базата на получените резултати, може да се заключи, че привнесените радиационни дефекти са причина за значителния спад в твърдостта на космическия образец. Получени са стойности за нанотвърдостта в зърната, която е 1.67 GPa за референтен образец и 1.28 GPa за космически образец. Нанотвърдостта, измерена в границите между зърната, е 1.35 GPa за референтен образец и 1.24 GPa за космически образец.

- На базата на измерванията на модула на Юнг, който е значително с по-високи стойности за космическия образец в сравнение с тези за земния – 84 GPa срещу 92 GPa, съответно, е установено е, че влиянието на внесените радиационни дефекти в кристалната структура превишава по значимост ефекта от температурния стрес.
- Построена е експериментална крива за референтен образец “време-проникване” и е определен коефициента на триене при надраскване, като максималното проникване в образца е със стойност $Z = 297$ микрона, а минималното – $Z = 244$ микрона, което се дължи на разлики в твърдостта на образца.
- Установено е, че якостта на опън при референтния образец е до $R_m = 642$ МРа, а якостта при космическия образец е намалена драстично, средната стойност е $R_m = 131$ МРа вследствие на двата доминиращи фактора на въздействие, а именно йонизиращата радиация и температурните колебания.

ПРИНОСИ НА ДИСЕРТАЦИОННИЯ ТРУД

Научни приноси

1. Разработена е методика и са установени критерии, по които да се изследват метални композити, за установяване влиянието на открития космос върху структурата и физико-механичните му свойства.

2. Изяснени са механизмите на въздействието на открития космос върху физико-химичните и в частност механични свойства на композитна сплав В95. От проведения комплекс спектrometerични, спектроскопски и механични изследвания са определени механизмите, водещи до структурни промени и механична деградация, възникнали в кристалната структура на композита под въздействието на йонизиращата радиация и цикличните промени в температурата.

3. Установено е, че тези два фактора действат синергично, като радиацията създава точкови и други дефекти в кристалната структура, а внесената енергия от друга страна е предпоставка за преодоляване на прага на енергията на активация на дифузионните процеси. В този смисъл става специфично елементно преразпределение – миграция водеща до образуване на нови интерметални фази променящи свойствата на изходния материал. Твърдостта на космическия образец намалява спрямо референтния, а еластичността му се повишава спрямо същия.

Научно-приложни и приложни приноси

1. Разработената методика може да бъде прилагана за провеждане на анализи за установяване влиянието на открития космос върху структурата и физико-механичните свойства и на други метални композити.

2. Получените резултати позволяват да се оцени надеждността за използване на уякчените алуминиеви сплави, за изработване на корпуси и детайли, научни уреди и апарати, при изследване на космическото пространство в бъдещи космически експерименти, така и за приложение при работа в екстремни условия наземни условия.

Списък на публикациите на автора използвани в дисертацията

1. **Бузекова – Пенкова Анна**, Програма и методика за провеждане на експеримент за изследване влиянието на открития космос върху материали на основата на дисперсноуякчена алуминиева сплав, Осма научна конференция с международно участие “Космос, екология, сигурност”, SES 2012, София, България, 4-6 Декември 2012г.,стр. 280 – 283, ISSN 1313 – 3888
2. **Бузекова – Пенкова Анна**, Механични свойства на модифицирана алуминиева сплав – В95, Десета научна конференция с международно участие “Космос, екология, сигурност”, SES 2013, стр. 479 – 483
3. **Бузекова-Пенкова А., А. Митева**, Уякчаващи добавки в композиционни материали на алуминиева основа, Десета юбилейна научна конференция с международно участие „Космос, екология, сигурност” SES 2014, стр. 484 - 488
4. **Бузекова – Пенкова А.**, Методика на снемане на блок ДП-ПМ от борда на МКС и програма за последващи наземни изпитания, „Космос, екология, сигурност” SES 2015, стр. 397 – 402
5. **Bouzekova – Penkova A.**, Korneli Grigorov, Maria Datcheva, Cicero Alves Cunha, Influence of the outer space on nanohardness properties of Al- based alloy, Списание “Доклади на БАН”, том 69, № 10, 2016.

Списък на забелязаните до Ноември 2016 г. цитати на публикациите на автора, използвани в дисертацията

1. **Бузекова – Пенкова Анна**, Програма и методика за провеждане на експеримент за изследване влиянието на открития космос върху материали на основата на дисперсноуякчена алуминиева сплав, Осма научна конференция с международно участие “Космос, екология, сигурност”, SES 2012, София, България, 4-6 Декември 2012г.,стр. 280 – 283, ISSN 1313 – 3888

2. **Бузекова – Пенкова Анна**, Механични свойства на модифицирана алуминиева сплав – В95, Десета научна конференция с международно участие “Космос, екология, сигурност”, SES 2013, стр. 479 – 483

Двете работи са цитирани **четири** пъти.

БИБЛИОГРАФИЯ КЪМ АВТОРЕФЕРАТА

- [60] Балевски А., Металознание, София, 1988 г., стр. 101-109, стр. 370-374.
- [63] Кларк Э.Р., К.Н. Эберхардт, „Микроскопические методы исследования материалов“, Издательство „Техносфера“, Москва, 2007 г.
- [64] Reed S.J.B., Elektron mikroskope . Analysis and scanning Electron Microscopy, Univrsity of Cambrige 2005, pp.41.
- [65] Egrton Ray F., Physical Principles of Electron Microscopy, An Introduction to TEM, SEM, and AEM, Springer 2005, pp.17-19.
66. Reimer L., Scanning Electron Microscopy, 2nd edition. Springer-Verlag, Heidelberg, 1998.
- [67] (<http://rsb.info.nih.gov/ij/>) програма ImageJ за цифрова обработка на изображенията.
- [70] Cullity B.D., *Elements of X-ray Diffraction*, (Addison- Wesley Publ. Comp., Inc., 1967).
76. Binnig G., C. F. Quate, Ch. Gerber. Atomic Force Microscopy. Phys. Rev. Let., 56:930-933, 1986.
- [77] Biresaw G., K. L. Mittal. Surfactants in tribology. Taylor & Francis Group, LLC, 2008.
- [78] Syed Asif S. A. , K. J. Wahl, R. J. Colton, and O. L. Warren. Quantitative imaging of nanoscale mechanical properties using hybrid nanoindentation and force modulation. Journal of Applied Physica, 90(3):1192–1200, 1 August 2001.
- [79] Hafner Thomas Atomic Force Microscopy-Physikalisch-Chemischen Fortgeschrittenenen Praktikums. Ruprecht-Karls Universit“ at Heidelberg, Heidelberg, June 2003.
- [80] VanLandingham M.R., S.H. McKnight, G.R. Palmese, R.F. Eduljee, J.W. Gillespie, and R.L. McCullough. Relating polymer indentation behavior to elastic modulus using atomic force microscopy. Materials Research Society, 1996.
- [82] Приборы для определения твердости металлов, Госмашметиздат, 1934г.
- [83] Киринос В. И., И. И. Ярновский, Машины и приборы для испытания материалов, Государственное научно-техническое издательство, Москва 1957, стр.219
- [84] Мальков О.В., Литвиненко А.В. - Измерение твердости металлов, 1992 г., стр. 97
- [85] Tabor D. “The Hardness of Metals” Oxford University: London, 1951
- [86] Гогоберидзе Д. В., Твердость и методы ее измерения, Машгиз, 1952 г.
- [87] Додник И. Г., Механические испытания металлов, издательство Академии наук Украинской ССР, Киев 1962, стр.107
- [98] Pharr G.M. and A. Bolshakov. Understanding nanoindentation unloading curves. Journal of Materials Research, 17(10):2660–2671, Oct 2002.
- [99] Мощенок В.И., - Наноиндетирование и нанотвердость материалов, Статья, 2007г.
- [100] Головин Ю., Наноиндетирование е его возможности, „Машиностроение“, 2009 г., стр. 312
- [101] Булычев С.И., Алехин В.П. - Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора, Машиностроение, 1990 г., стр. 224
- [102] Мощенок В.И., Наноиндетирование и нанотвердость материалов, Статья, 2007 г..
- [103] Eddie McCumiskey’s ”Master’s Thesis Presentation”, 23 January 2008, Virginia Commonwealth University
- [118] Програма и методика приемо-сдаточных и конструкторско-доводочных испытаний прибора ДП для измерения потенциала корпуса МКС, НРДК. 412131.000 ПМ

[119] Бузекова – Пенкова А., Програма и методика за провеждане на експеримент за изследване влиянието на открития космос върху материали на основата на дисперсноуякчена алуминиева сплав, “Space, Ecology, Safety“ SES 2012, стр. 280-283

[140] Dachev T.P., N. G. Bankov, G. Horneck, D.-P. Häder, Letter to the Editor, EXPOSE-R2 cosmic radiation time profile (Preliminary results), Radiation Protection Dosimetry, (Advance Access published May 31, 2016)