

БАРЫШЕВ ГЕННАДИЙ КОНСТАНТИНОВИЧ

**МЕТОДОЛОГИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИЗУЧЕНИЯ
ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАНОСТРУКТУРНЫХ
КОМПОЗИТОВ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ
КАЧЕСТВА ИХ ПРОИЗВОДСТВА**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук



Москва 2022

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования Национальном исследовательском ядерном университете «МИФИ» (НИЯУ МИФИ)

Научный руководитель: **Тутнов Игорь Александрович**
доктор технических наук, профессор
Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»
г. Москва

Официальные оппоненты: **Юрков Николай Кондратьевич**
доктор технических наук, заведующий кафедрой
Пензенский государственный университет, г. Пенза

Галиновский Андрей Леонидович
доктор технических наук, профессор
Московской государственной технической университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), г. Москва

Григорьев Сергей Александрович
доктор технических наук, профессор
Национальный исследовательский университет «МЭИ», г. Москва

Защита диссертации состоится «29» июня 2022 г. в _____ часов на заседании диссертационного совета МИФИ.01.03 в НИЯУ МИФИ по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31, телефон +7 (499) 324-87-66, факс +7 (499) 324-21-11.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ и на сайте <https://ds.mephi.ru>.

Автореферат разослан «__» _____ 20__ г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в двух экземплярах, заверенных печатью организации, по адресу НИЯУ МИФИ.

Ученый секретарь диссертационного совета,
кандидат технических наук, доцент



Е.Г. Куликов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

В ближайшие годы особую важность приобретает проблема национального уровня – ускоренное развитие отечественных технологий и создание новой конкурентной продукции, замещение импортных изделий специального назначения, в том числе созданных на основе наноструктурных композиционных материалов. Актуальность задачи экспериментального изучения электрофизических свойств композитов и создания для этого информационных и технических средств определяется существенной необходимостью по формированию новых физических основ промышленного производства перспективных изделий из композитов с учетом мировых тенденций в области управления качеством и технического регулирования безопасности промышленных технологий и готовой продукции. Физические основы промышленного производства – многогранная сфера исследований и пока еще не решенных многих научных задач. В их числе: задачи инженерного, технологического, нормативного обеспечения качества высокотехнологичного промышленного производства на базе экспериментальных методов изучения физических свойств и создание промышленной технологии получения материалов с определенными свойствами, в частности, путем разработки новых методов и средств для формирования нормативных методик, методических рекомендаций и иных важных документов для промышленного изготовления перспективных изделий из композитов.

Для создания физических основ промышленной технологии получения материалов и производства изделий из композитов, включая композиты с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, становятся важными разработка и верификация методологии создания свода рабочих методик, которые отражают технические и технологические приложения физики конденсированного состояния для управления качеством и обеспечения безопасности новой продукции. Актуальность данной задачи определяется также тем, что практическое применение методик измерения служебных свойств композитов позволит в реальном производстве обеспечить уникальную возможность адаптации служебных свойств конструкционных материалов этого класса к современным требованиям эксплуатационной надежности и эффективности, обязательных норм безопасности элементов ядерных, аэрокосмических, медицинских и других образцов современной техники. Примерами таких материалов и изделий являются проволоки из наноструктурных композитов типа Cu-Nb; аморфные ленты из металлического расплава, применяемые для защиты от электромагнитного излучения; композиты с упрочнением карбидом титана и матрицей из высокоуглеродистого легированного чугуна и др.

Известны различные экспериментальные методы и нормативные методики исследования служебных свойств перспективных материалов с помощью инструментария физического измерения свойств неупорядоченных композитов, современного материаловедения, неразрушающего контроля и технической диагностики. Однако пока еще существует нарастающая необходимость развития и улучшения физических основ и нормативно-технического обеспечения для становления и обеспечения качества промышленного производства изделий из

композитов, в первую очередь для уменьшения степени зависимости отечественной промышленности от импорта. Это обстоятельство, а также необходимость соблюдения международных соглашений в области качества и сертификации производственной продукции ведет к потребности в разработке методологии экспериментального исследования служебных свойств новых материалов и изделий из композитов, важной для их эффективного промышленного производства в национальной экономической системе Российской Федерации.

Вместе с этим актуальность задачи создания физических основ промышленного производства, в первую очередь – нормативно-технического обеспечения качества производства материалов и изделий из наноструктурных композитов определяется положениями стратегии национальной безопасности России (Стратегия национальной безопасности Российской Федерации, утверждена Указом Президента Российской Федерации от 02.07.2021 г. №400), постановлениями Правительства Российской Федерации в области развития перспективных производств конструкционных материалов и замещения импортных изделий продукцией российского происхождения (постановление Правительства РФ от 15 апреля 2014 г. № 328 об утверждении государственной программы Российской Федерации «Развитие промышленности и повышение ее конкурентоспособности» и др.), реализацией Национальной технологической инициативы (постановление Правительства РФ от 18 апреля 2016 г. № 317 «О реализации Национальной технологической инициативы»).

Цель работы

Целью работы являлись создание информационной модели и методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, в том числе с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, и отработка ряда новых научных положений, принципов и основ нормативно-технического обеспечения качества промышленного производства перспективных изделий из композитов российского происхождения.

Для достижения указанной цели решены следующие задачи:

1. Проведен анализ и сформулированы принципы построения методологии и типовых методик измерения электрофизических свойств композитов, сформулированы новые предложения по улучшению диагностических процедур для изучения электрофизических свойств перспективных материалов и изделий из наноструктурных композитов.

2. Осуществлены разработка, верификация и апробация информационной модели и оригинальной для российских условий методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов на примере отработки представительского состава образцов материалов этого класса.

3. На примере создания методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, в том числе с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, проведена отработка физических основ технологии и нормативно-технического обеспечения качества промышленного производства материалов и изделий такого класса.

Научная новизна работы:

1. Впервые сформулированы принципы построения оригинальной для российских условий методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов.

2. Предложена и верифицирована информационная модель оригинальной методологии для типового процесса экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, которая комплексно учитывает характеристики, связанные с их промышленным производством.

3. Впервые создана и апробирована практикой применения методология формирования рабочих методик для экспериментального изучения электрофизических свойств перспективных композитов, объединяющая на системной основе подходы, принципы и инструменты, позволяющие гарантировать защиту от недобросовестного производителя и поставщика через государственную систему обеспечения единства измерений, а также систему обеспечения качества их промышленного производства, которая является важной для становления и отработки физических основ технологии и нормативно-технического регулирования безопасности технологий и продукции.

4. С применением разработанной методологии разработан новый способ исследования анизотропии эксплуатационно-технологических свойств объектов, основанный на определении анизотропии электрофизических служебных свойств материалов и изделий.

Научная и практическая значимость работы

Представленные результаты диссертационной работы способствуют созданию позитивных условий для становления промышленного производства новых материалов и изделий из композитов. Данная методология в перспективе будет основой для улучшения высокотехнологичного производства изделий из композиционных материалов, а также совершенствования системы управления качеством, системы метрологического и нормативно-технического обеспечения будущего промышленного производства и получения качественной продукции и открывает новые возможности в сфере технических и технологических приложений физики конденсированного состояния.

Соискатель является победителем программы «УМНИК» по теме проекта, непосредственно способствующего внедрению результатов диссертационного исследования.

Полученные в рамках диссертационного исследования результаты могут быть использованы на предприятиях и в организациях, ведущих разработки в данной предметной области знаний (МГУ им. М.В. Ломоносова, ОАО «Русский Сверхпроводник», ОАО «ВНИИХТ», ОАО «ВНИИНМ им. А.А. Бочвара», НИЦ «Курчатовский институт», ОАО «МСЗ», АО «ТЗ «Ревтруд» и др.), в том числе, для разработки методов, экспериментальных измерительных средств и опытных образцов систем для производственного и эксплуатационного контроля качества тепловыделяющих элементов и сборок ядерных реакторов нового поколения с перспективными видами ядерного топлива.

По результатам выполнения диссертационной работы получен патент на изобретение.

Основные положения, выносимые на защиту

- Информационная модель оригинальной для российских условий методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов.
- Формальная методология экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, в том числе с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, комплексно учитывающая требования системы метрологического обеспечения, обеспечения качества, безопасности, сертификации производства, с целью предоставления гарантии качества промышленной продукции.
- Результаты верификации и апробации методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, задающие вектор для разработки новой нормативно-технической базы и развития экспериментальных и типовых рабочих методик с целью создания и развития высокотехнологичного производства композитов и удовлетворения потребителей качественной продукцией.

Достоверность научных положений, результатов и выводов

Достоверность результатов, изложенных в работе, обеспечена анализом погрешностей измерений при проведении повторяющихся физических экспериментов, использованием верифицированных и апробированных методов изучения физической природы свойств металлов и сплавов, механики деформируемого твердого тела, неразрушающих испытаний контроля качества, технической диагностики, и подтверждается положительным совпадением результатов экспериментальных исследований с проведенными оценками, известными литературными данными в этой предметной области знаний, а также положительными рецензиями при апробации и опубликовании основных результатов работы. Вместе с этим достоверность и качество результатов данного исследования обеспечены использованием современных физических представлений о протекании технологических процессов производства материалов и изделий из композитов, ясном представлении о деградации их служебных характеристик, позитивной апробацией в составе отчетных материалов о выполненных НИР, при этом был получен положительный социально-экономический эффект.

Личный вклад автора

Все результаты, представленные в работе, получены автором лично, либо в соавторстве при его непосредственном приоритетном участии.

Апробация работы

Основные положения работы представлены и обсуждены на следующих научных конференциях: Международная молодежная научная школа-конференция «Современные проблемы физики и технологий» (Москва, 2014–2016 гг.); Осенний научный форум «От фундаментальной нейронауки к практике» (Москва, 2015 г.); Финальный отбор конкурса «УМНИК» (Москва, 2015 г.); 54-я Международная научная студенческая конференция МНСК-2016 (Новосибирск, 2016 г.); 13-я международная научно-техническая конференция «Актуальные проблемы электронного приборостроения» (АПЭП-2016, Новосибирск, 2016 г.); международных конференциях ICMTMTE (Севастополь, 2017-2019 гг.), NMTME

Публикации

По теме диссертации опубликовано более 20 работ, из них 10 статей в реферируемых журналах, входящих в перечень ВАК, и публикаций, индексируемых в базах данных Web of Science и Scopus, а также патент на изобретение.

Объем и структура диссертации

Диссертационная работа изложена на 116 страницах, содержит 20 рисунков, 12 таблиц, состоит из введения, трех глав, выводов и списка цитируемой литературы из 156 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы диссертационной работы – проведения поисковых научных исследований для отработки физических основ промышленной технологии производства материалов и электротехнических, других изделий из композитов, в том числе с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов. Сформулированы цель работы и решаемые задачи, отмечена научная новизна и практическая значимость полученных результатов, приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе изложены результаты аналитического обзора работ по созданию новых материалов и перспективных изделий из композитов. Показано, что задача формирования технологических основ промышленного производства новой продукции, в первую очередь в целях импортозамещения, в том числе – нормативно-технического обеспечения качества производства для предоставления гарантии защиты от недобросовестного производителя и поставщика, связана не только с исследованиями технологий создания новых материалов, но и с появлением и внедрением формальной методологии экспериментального изучения электрофизических и других служебных свойств композитов.

Предполагается что такая методология и ее основные инструменты (методики, нормативные рекомендации, средства, включая стандартные образцы и эталоны) позволят в будущем решать существенные для становления высокотехнологичного производства российских изделий электротехнические задачи и задачи диагностики качества. В числе этих задач – технологическая подготовка производства, создание стандартных образцов и эталонов для диагностики качества готовой продукции, нормативы и средства мониторинга качества готовой продукции и пр.

В заключении главы определяется существенная потребность в разработке новой информационной модели и оригинальной методологии для типового процесса экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, которая комплексно учитывает характеристики, связанные с их промышленным производством (системы обеспечения качества, безопасности, сертификации и т.п.), с целью развития экспериментальных измерительных методик и разработки новых нормативов (включая стандарты предприятий, методические рекомендации, рабочие программы) для развития высокотехнологичного производства перспективных материалов и изделий этого класса.

Во второй главе представлены результаты исследований, направленных на вектор создания позитивных условий для проектирования и производства новых изделий из композиционных материалов, по разработке информационной модели методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, в том числе с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, проведен анализ и сформулированы принципы построения методологии и типовых методик измерения удельного электрического сопротивления, термо-ЭДС, контактной разности потенциалов материалов и изделий из композитов. В числе основных предложенных принципов:

- принцип верификации единого информационного поля численных результатов измерения;
- принцип реализации системного подхода при выполнении процедур фактических измерений и анализа измерительной информации;
- принцип приоритета для объектно-независимых методик измерения электрофизических свойств образцов наноструктурных композитных материалов и изделий.

Перспективы промышленного производства электротехнических и других изделий для новых образцов техники из наноструктурных композитных материалов подразумевают наличие определенных требований, нормативов предприятий по технологическим примесям и чистоте элементного состава используемых материалов, технических ограничений, в числе прочего возникающих в процессе производства проводов. Сформулированные принципы построения методологии исследования электрофизических свойств проволок и других образцов композитов, а также состав самой методологии позволяют обеспечить инвариантность как к элементному составу, так и к составу паразитных примесей как самой методологии, так и рабочих программ и методов или экспериментальных методик, которые могут быть разработаны на ее основе.

С целью разработки методологии, имеющей все признаки соответствия национальной системе обеспечения единства измерений и оценки качества готовой продукции, сформулированы новые предложения по улучшению диагностических процедур для изучения электрофизических свойств перспективных материалов и изделий из наноструктурных композитов, в их числе:

1. Измерение электрофизических свойств образцов материалов и изделий из наноструктурных композитов (электрического сопротивления, термо-ЭДС, контактной разности потенциалов) следует осуществлять с помощью технических устройств, позволяющих оперативно управлять режимами и параметрами измерений, согласовывать характеристики внешних механических и температурных воздействий на образец, соотносить изменение регистрируемых параметров с изменением условий проведения эксперимента.

2. Состав измерительных диагностических процедур должен формироваться в векторе модернизированного цикла Деминга.

3. Оценку погрешностей и достоверности при получении данных о служебных характеристиках материалов и изделий следует выполнять с применением основных методов планирования эксперимента и контроля качества в машиностроении, приборостроении.

Сущность информационной модели методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, включая композиты с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, для общего случая поясняет рисунок 1.

Основными шаговыми процедурами методологии являются:

1. Планирование измерительного исследования и подготовка исходных данных для исследования служебных свойств образцов наноструктурных композитных материалов и изделий.

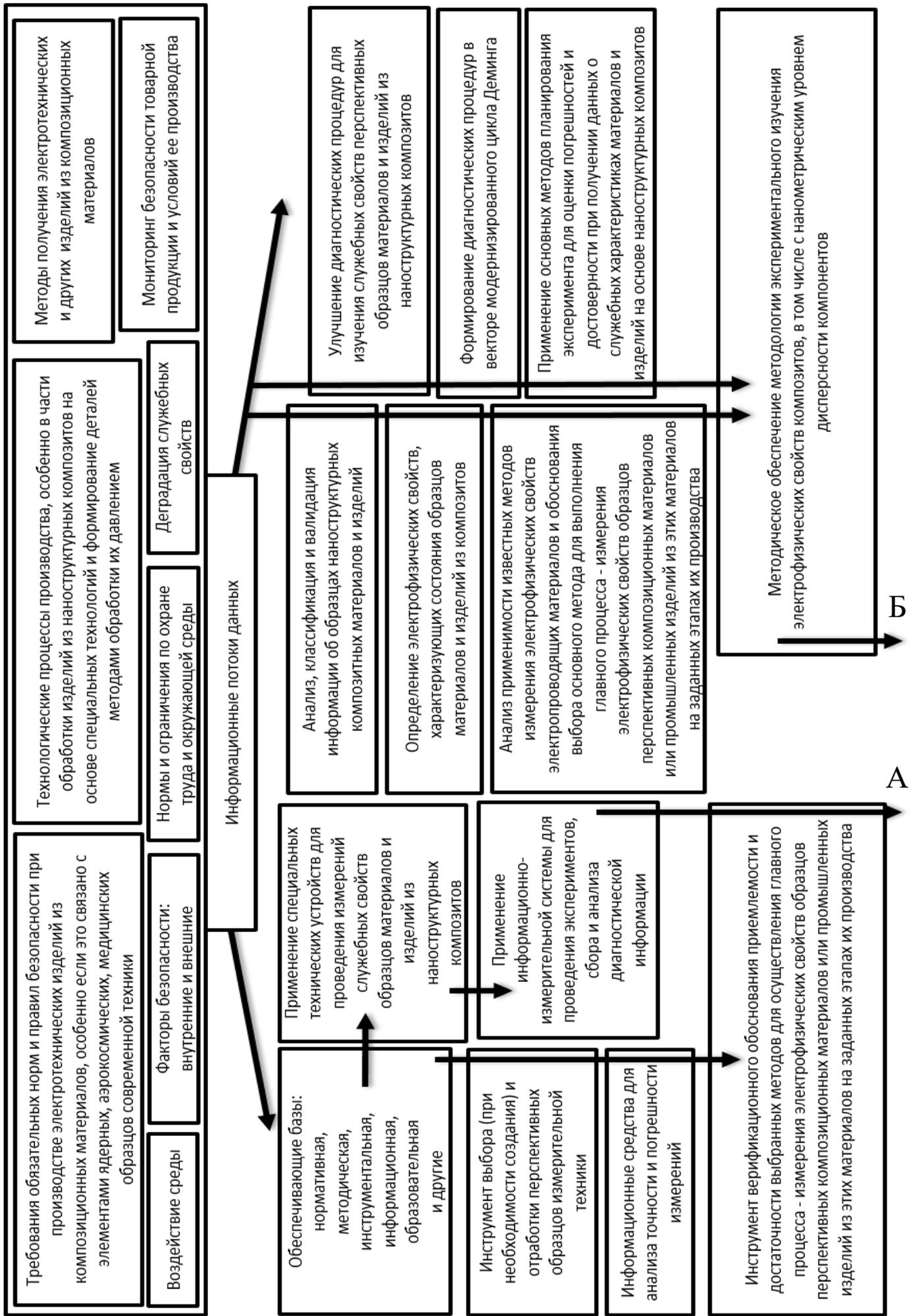
2. Разработка документированной программы проведения диагностического исследования электрофизических свойств образцов.

3. Типовое инструментальное исследование электрофизических свойств образцов наноструктурных композитных материалов и изделий.

4. Оценка и установление достоверности результатов исследования электрофизических свойств образцов наноструктурных композитных материалов и изделий.

5. Демонстрация, валидация и представление итоговых данных о служебных свойствах испытываемых образцов.

Представленная информационная модель, таким образом, учитывает современные представления об особенностях технологических процессов производства наноструктурных композитных материалов и изделий, деградации служебных свойств перспективных изделий на протяжении жизненного цикла продукции, требования норм безопасности, надежности и эффективности, опирается на усовершенствованные диагностические процедуры для исследования служебных свойств образцов, а также на современные технические системы и аппаратные средства и использует совершенный инструментарий основных методов планирования эксперимента для оценки погрешностей и достоверности при получении данных о служебных характеристиках изделий на основе наноструктурных композиционных материалов.



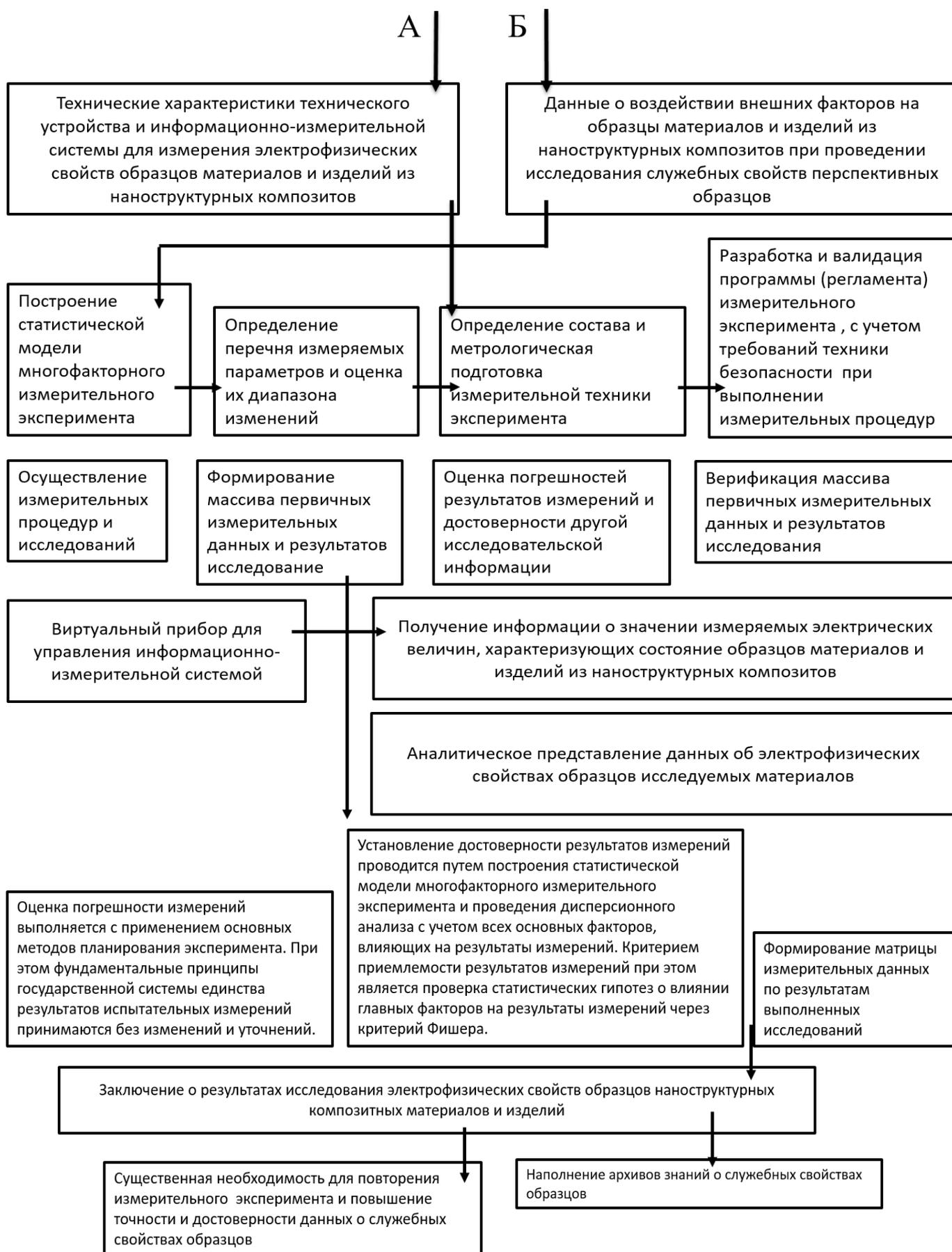


Рисунок 1 – Информационная модель методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, в том числе с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов.

На информационной базе представленной методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов был создан ряд валидированных методик для выполнения главного процесса – измерения электрофизических служебных свойств перспективных композитных материалов и промышленных изделий на их основе. В частности, была разработана и утверждена в установленном порядке методика исследования электрофизических свойств образцов материалов и изделий из наноструктурных композитов на лабораторной базе кафедры конструирования приборов и установок (№ 18) НИЯУ МИФИ. Вместе с этим на информационной базе разработанной методологии на ряде промышленных предприятий рассмотрены и учтены возможности создания системы управления качеством и системы метрологического обеспечения перспективного производства и получения качественной продукции из наноструктурных композитных материалов и изделий.

В конце главы сделаны выводы и сформулированы задача и перспективный план верификации и апробации предложенной новой формальной методологии.

В третьей главе показаны результаты верификации методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, в том числе с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, и отработка физических основ технологии и нормативно-технического обеспечения качества их промышленного производства.

С целью верификации разработанной информационной модели и самой методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов были подготовлены следующие образцы перспективных конструкционных материалов этого класса:

- наноструктурные композиты типа Cu-Nb (рисунок 2);
- цилиндрические образцы перспективных конструкционных материалов с упрочнением карбидом титана и матрицей из высокоуглеродистого легированного чугуна (рисунок 3);
- композиты типа медь-сталь (рисунок 4);
- аморфные микрокомпозитные ленты с металлической и алмазной фазой (рисунок 5);
- углеродное волокно – заготовка для изделий из углепластика (карбона) (рисунок 6);
- термоэлектрик на основе сплава полу-Гейслера системы Ni(M)Sn (M = Ti, Zr, Hf).

На рисунке 2А показан образец для испытаний из проволоки Cu-Nb, он имеет круглое сечение в поперечнике. На рисунке 2Б демонстрируется впервые наблюдаемый в эксперименте факт, что в процессе получения композита Cu-Nb из исходного слитка включения практически чистого ниобия деформируются с формированием первоначально круглых в поперечном сечении волокон, распределенных в медной матрице, которые приобретают форму скрученных лент. Это, со всей очевидностью, и обеспечивает возможность независимого по длине образца рандомизированного выбора области испытываемой проволоки для изучения свойств образца, с целью получения статистически независимых данных для проведения диагностических измерительных процедур при верификации разработанной методологии.

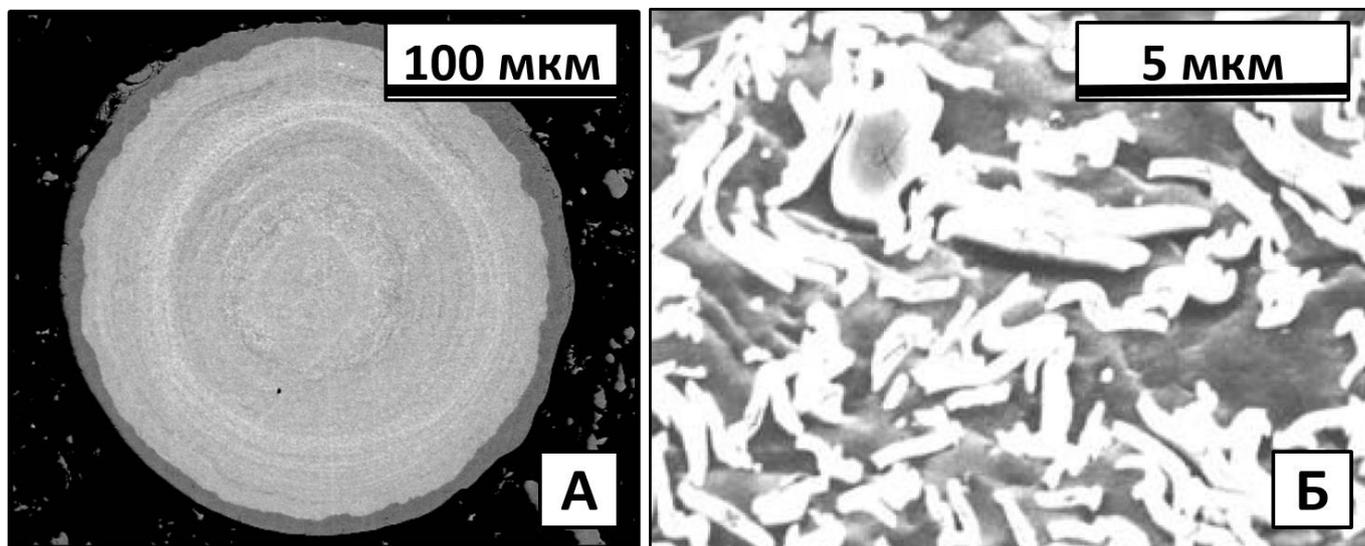


Рисунок 2 – Поперечное сечение образца проволоки Cu-Nb (А) и реальная геометрия ниобиевых волокон в композите Cu—Nb на этапе деформации (поперечное сечение) (Б).



Рисунок 3 – Общий вид торца таблетки композиционного материала типа TiC в высокоуглеродистой высоколегированной чугуновой матрице.

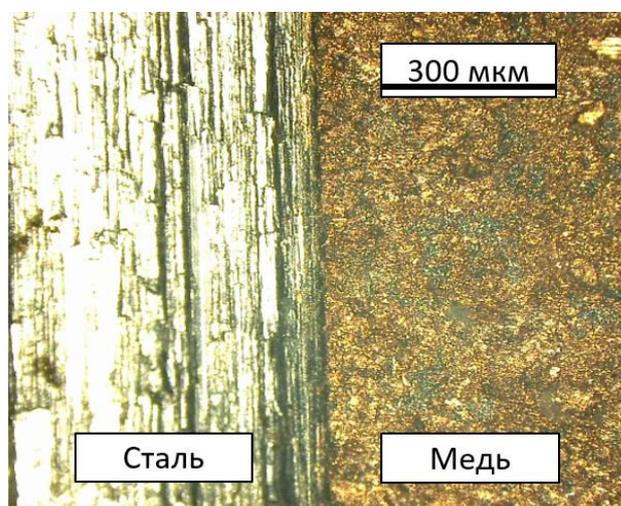


Рисунок 4 – Структура композита типа медь-сталь.

Образец таблетки из композиционного материала с упрочнением TiC и высоколегированной чугуновой матрицей, представленный на рисунке 3, был получен методом электроконтактного механо-термического формования. Внешний вид таблетки, не имеющей значительных отклонений от цилиндрической формы, позволяет сделать вывод о хорошем качестве спекания, и предположить, что фактор геометрии образца не будет существенно влиять на результаты диагностических измерительных процедур при верификации разработанной методологии.

Образец на рисунке 4 для тестирования и верификации методологии был выбран в форме центральной стальной малоуглеродистой проволоки с внешним тонкостенным медным кольцом. Плотное соединение стали с медью обеспечивалось по технологии диффузионной пайки. По факту методом диффузионной пайки на

стальную проволоку наносился слой меди, в результате в зоне границы контакта медь–сталь появился композитный слой.

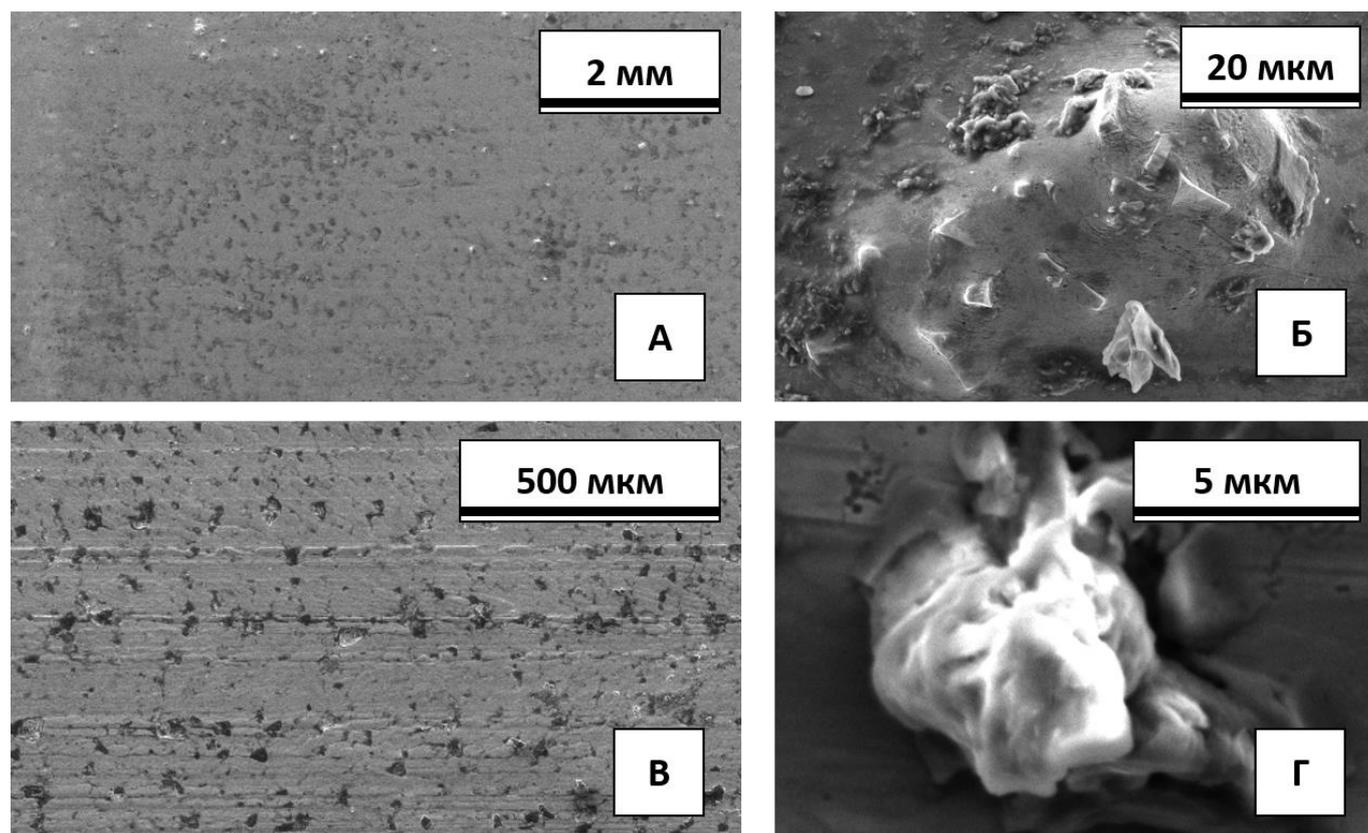


Рисунок 5 – Микроструктура аморфных композитных лент, полученных из металлического расплава, с алмазной (А, Б) и металлической (В, Г) крошкой.

На рисунке 5 видно, что алмазная и металлическая крошка равномерно распределены по поверхности ленты – таким образом, можно предположить, что этот фактор не будет оказывать существенного влияния на результаты диагностических измерительных процедур при верификации методологии на образцах аморфных композитных лент.

Рисунок 6 иллюстрирует, что каждое углеродное волокно в пучке бездефектно, одинакового диаметра по длине. Это означает, что фактор геометрии отдельного волокна не будет являться значимым при проведении диагностических исследований в процессе верификации методологии.

С целью верификации и апробации разработанной методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов разработана и предложена типовая программа проведения измерений и исследований служебных свойств выбранных образцов с учетом особенностей технологических процессов производства проволок и других изделий из композитов, методов получения электротехнических изделий из двухфазных композитов с металлической матрицей, которая опирается на ясное представление о деградации служебных свойств и о воздействии внешней среды и условий на исследуемый материал. Основные положения программы определяются следующими главными процессами, гармонизированными с типовыми процедурами системы менеджмента качества для общего случая.

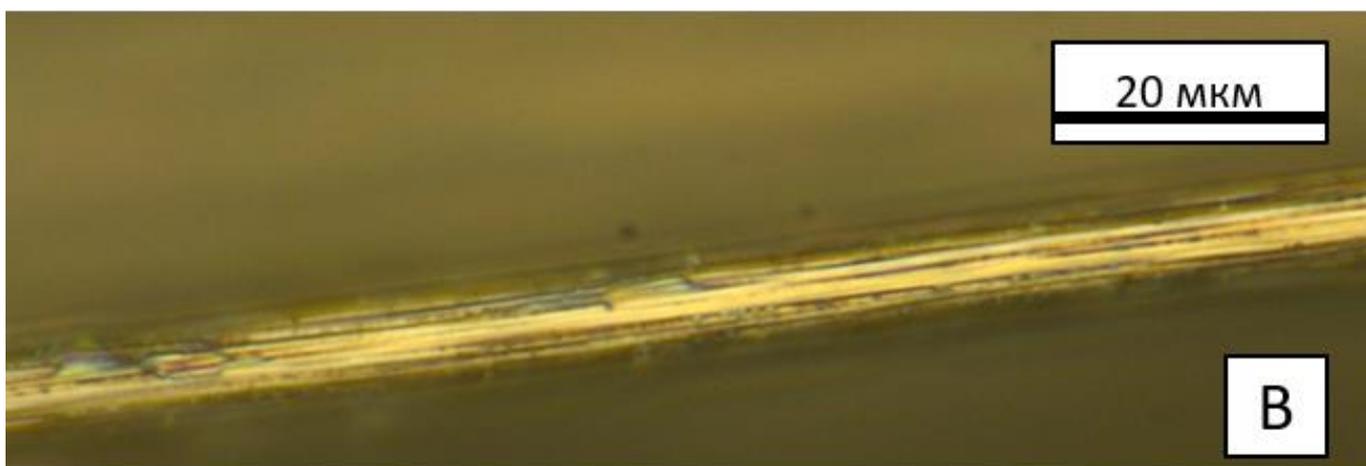
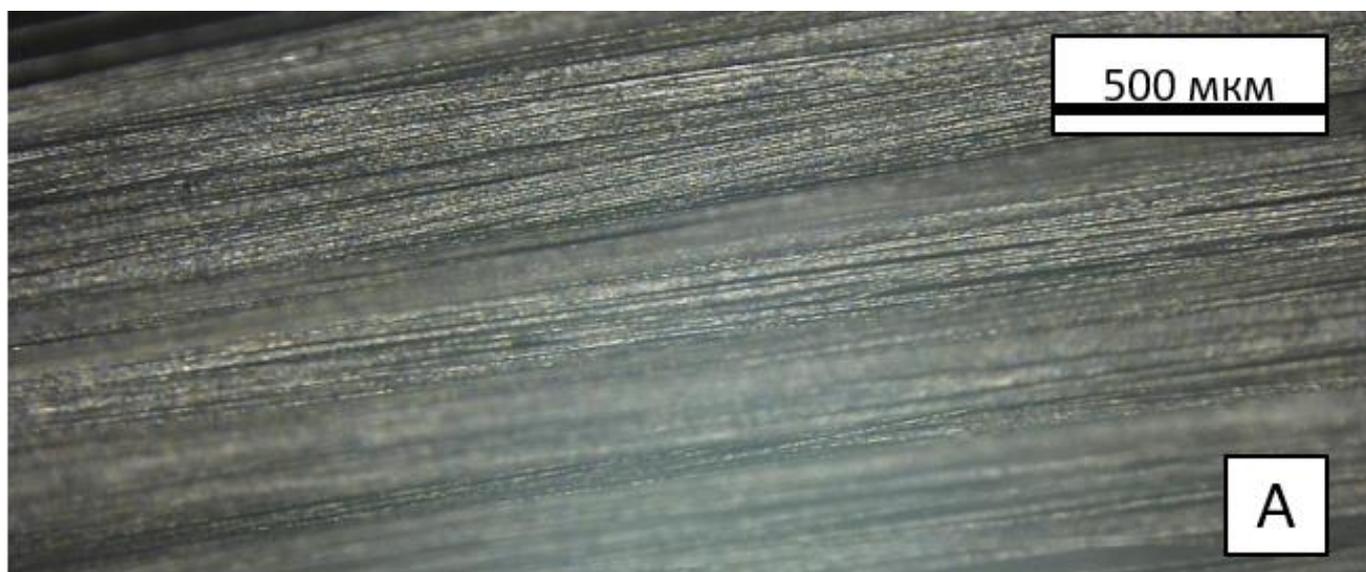


Рисунок 6 – Структура заготовок для перспективных изделий из карбона (А – пучок углеродных волокон, Б и В – вид отдельного углеродного волокна).

1. Сбор данных о воздействии внешних факторов на образцы композитных материалов при проведении исследования их служебных свойств (электрического сопротивления, термо-ЭДС, контактной разности потенциалов).

2. Определение соответствия технических характеристик технического устройства и (или) информационно-измерительной системы возможности учета всех определенных факторов, воздействующих на результаты измерений при выполнении диагностических измерительных процедур и исследований.

3. Осуществление измерительных процедур исследования электросопротивления образцов с помощью технического устройства и аппаратных средств.

4. Осуществление измерительных процедур исследования термо-ЭДС образцов с помощью технического устройства и аппаратных средств.

5. Осуществление измерительных процедур исследования дифференциальной контактной разности потенциалов при растяжении проволок с помощью технического устройства и аппаратных средств.

6. Формирование массива первичных измерительных данных и результатов исследования.

7. Оценка погрешностей результатов измерений и достоверности другой исследовательской информации.

8. Верификация массива первичных измерительных данных и результатов исследования.

Статистическая модель многофакторного измерительного эксперимента, построенная для программы проведения измерений и исследований служебных свойств образцов перспективных композитов, опирается на следующий перечень измеряемых величин:

- геометрические размеры образцов;
- абсолютное электрическое сопротивление измеряемых участков (базы) образцов при проведении измерения электрического сопротивления четырехзондовым методом;
- дифференциальная термо-ЭДС образцов;
- дифференциальная контактная разность потенциалов (КРП) образцов.

Таким образом, можно сформулировать, что, в соответствии с моделью многофакторного эксперимента Хикса, на измерение удельного электрического сопротивления материалов и изделий из наноструктурных композитов влияют следующие главные факторы:

- температура образцов;
- геометрия образцов, а в случае проволочных образцов – база, т.е. длина образцов, на которых проводится измерение падения напряжения в измерительной цепи;
- вклад в результаты измерения сопротивления измерительной цепи;
- точность измерительного процесса и приборы, используемые для проведения измерений;
- сопротивление электрических контактов «электрод-образец»;
- элементный химический состав образцов;
- паразитные примеси в исследуемом материале;
- неоднородность поверхности контакта электродов с образцами;
- для случая волокнистых углеродных композитов – микроструктура волокна, неоднородная по длине.

Для полностью рандомизированного плана (т.е. плана эксперимента, когда уровень фактора изменяется случайным образом, применяя то большие, то меньшие значения) модель факторного эксперимента измерения удельного электрического сопротивления образцов наноструктурных композитных материалов и изделий в общем случае имеет вид:

$$X_{i,j,k,l} = \mu + A_{ij} + B_{ik} + C_{il} + AB_{ijk} + AC_{ijl} + BC_{ikl} + ABC_{ijkl} + \varepsilon_{ijkl}, \quad (1)$$

где $X_{i,j,k,l}$ обозначает i -е наблюдение величины удельного электрического сопротивления на уровнях j, k, l ; A – фактор геометрии образцов (в частности, базы измерений падения напряжения в измерительной цепи); B – фактор элементного химического состава, C – фактор полярности тока в измерительной цепи; AB, BC, AC, ABC – сочетания вышеописанных факторов; μ – общий эффект для всего эксперимента; ε_{ijkl} – случайная погрешность в i -м наблюдении на уровнях j, k, l .

Аналогично, на измерение термо-ЭДС композитов влияют факторы со следующими уровнями:

- материал электрода сравнения;
- величина задаваемого градиента температуры;
- длина образцов, на которых проводится измерение падения напряжения в измерительной цепи;
- приборы, используемые для проведения измерений;
- элементный химический состав образцов и/или паразитные примеси в исследуемом материале;
- посторонние наводки, вибрации измерительного устройства и т.п. внешние факторы.

С помощью компенсационного метода измерения термо-ЭДС исключалось влияние иных факторов, кроме первых двух (факторы A и B), а также элементного химического состава образцов и присутствующих паразитных примесей (фактор C).

Для полностью рандомизированного плана модель факторного эксперимента измерения термо-ЭДС образцов композитов, таким образом, имеет тот же вид, что и уравнение (1).

Аналогично, на измерение контактной разности потенциалов образцов проволок системы Cu-Nb при деформации на растяжение влияют следующие факторы со следующими уровнями:

- величина деформации (относительного удлинения) проволоки;
- расстояние между датчиками-электродами;
- элементный химический состав образцов и/или паразитные примеси в исследуемом материале.

Влияние остальных факторов, по аналогии с предыдущими моделями, исключалось посредством измерения именно дифференциальной КРП.

Результаты дисперсионного анализа трехфакторного эксперимента проведения диагностических измерительных процедур исследования электрического сопротивления образцов композиционных проволок Cu-Nb приведены в таблице 1.

Сравнение каждого среднего квадрата со средним квадратом случайной погрешности показывает, что гипотезы о влиянии факторов геометрии образцов и полярности тока в данном случае можно отвергнуть. Значимым является фактор элементного химического состава, различия в котором и привели к различающимся значениям измеренной величины. Таким образом, через критерий Фишера подтверждается высокая достоверность полученных результатов проведения диагностических измерительных процедур исследования электрического сопротивления образцов композиционных проволок Cu-Nb .

Таблица 1. Дисперсионный анализ трехфакторного эксперимента проведения диагностических измерительных процедур исследования электрического сопротивления образцов композиционных проволок Cu-Nb

Источник изменчивости	Число степеней свободы	Среднеквадратическое отклонение	Отношение дисперсий	Критерий Фишера для данной выборки
Фактор А – геометрии образцов	2	$2 \cdot 10^{-5}$	2,2	3,00
Фактор В – элементного химического состава	2	$4,44 \cdot 10^{-4}$	49,33	3,00
Фактор С – фактор полярности тока в измерительной цепи	1	10^{-5}	1,11	3,84
AB	2	$4,47 \cdot 10^{-4}$	49,67	3,00
AC	2	$2,2 \cdot 10^{-5}$	2,44	3,00
BC	2	$3,6 \cdot 10^{-4}$	40,00	3,00
ABC	4	$3,7 \cdot 10^{-4}$	41,11	2,37
Случайная погрешность ε	522	$9 \cdot 10^{-6}$	–	–

В таблице 2 приведены результаты измерения электрического сопротивления образцов аморфной композитной ленты типа металл-алмаз и металл-металл, композитов с различным содержанием карбида титана, композитов типа медь-сталь.

Проверка гипотез о том, какой именно фактор оказывает существенное влияние на результаты диагностических измерительных процедур, проводилась для всех случаев для 5%-ного уровня значимости. Сравнение среднего квадрата для каждого источника изменчивости со средним квадратом случайной погрешности для всех образцов, представленных в таблице 2, показывает, что значимым является фактор элементного химического состава. Через критерий Фишера подтверждается высокая достоверность полученных результатов проведения диагностических измерительных процедур исследования электрического сопротивления образцов аморфных композитных лент, композитов типа TiC-чугун, медь-сталь.

Измерение электрического сопротивления образцов углеродных волокон проводились статистически случайным образом для двух типов образцов: с более уплотненными и менее уплотненными волокнами.

Проверка по критерию Фишера результатов дисперсионного анализа исследования электрического сопротивления образцов углеродных волокон, проведенная для 5%-ного уровня значимости, подтверждает гипотезу о влиянии фактора плотности пучка волокон на результат измерений.

Таблица 2. Результаты измерения электрического сопротивления образцов аморфной композитной ленты типа металл-алмаз и металл-металл, композитов с различным содержанием карбида титана, композитов типа медь-сталь

№	Образец	Абсолютное сопротивление R (для одинаковой базы)
1	Аморфная композитная лента типа металл-алмаз	1,012±0,007 Ом
2	Аморфная композитная лента типа металл-металл	0,057±0,005 Ом
		Удельное сопротивление ρ
3	Композит 20%TiC-высоколегированный чугун	0,215±0,005 мкОм·м
4	Композит 30%TiC-высоколегированный чугун	0,252±0,004 мкОм·м
5	Композит 40%TiC-высоколегированный чугун	0,286±0,006 мкОм·м
6	Композит 20%Cu-12X18H10T	0,087±0,003 мкОм·м
7	Композит 40%Cu-12X18H10T	0,063±0,004 мкОм·м

Этот результат проиллюстрирован на рисунке 7, где представлены как результаты факторных экспериментов измерения электрического сопротивления образцов, так и приведены значения дисперсии результатов для групп образцов с менее уплотненными (группа А) и более уплотненными (группа Б) волокнами.

Проверка по критерию Фишера результатов дисперсионного анализа исследования термо-ЭДС образцов подтверждает гипотезу о том, что в случае образцов проволок Cu-Nb материал электрода сравнения оказывается, как и ожидается в соответствии с логическими рассуждениями, фактором, в наибольшей степени влияющим на результат исследования термо-ЭДС перспективных наноструктурных композитных проводов. Факторы градиента температуры и элементного химического состава не оказывают значительного влияния на величину измерения дифференциальной термо-ЭДС для композитных материалов этого класса. В случае образца термоэлектрического сплава полу-Гейслера фактор градиента температуры также оказывается значимым, что соответствует известным литературным данным.

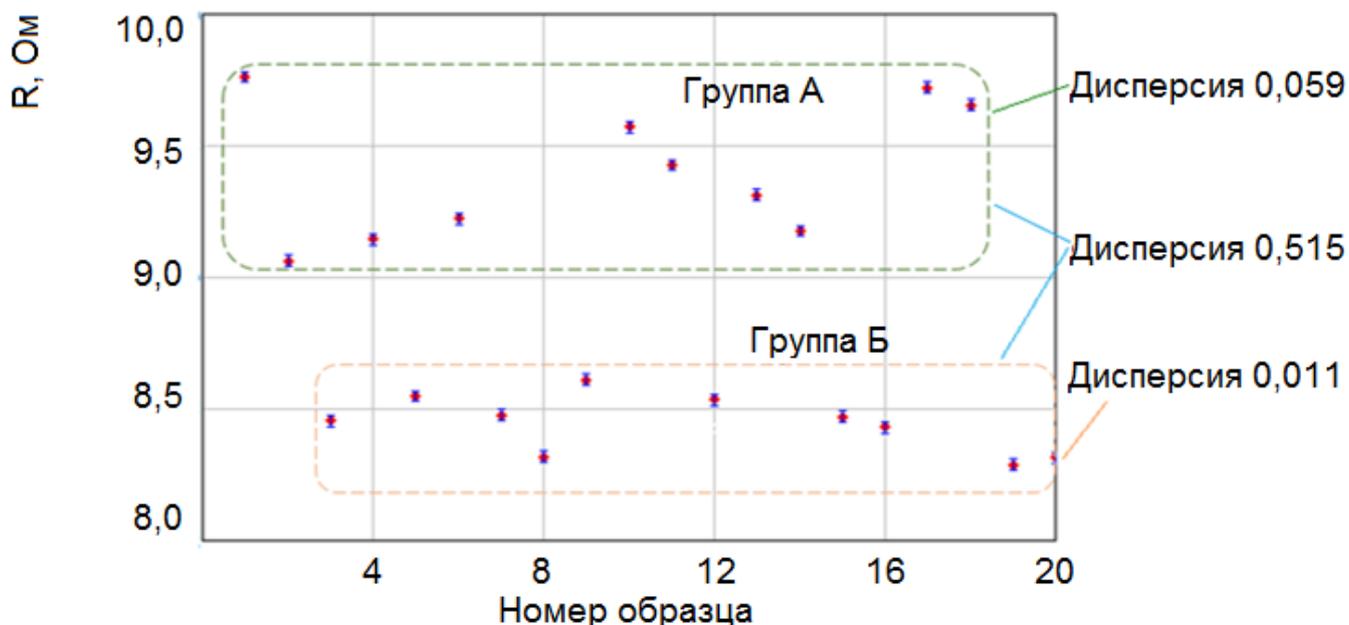


Рисунок 7 – Электрическое сопротивление образцов углеродных волокон. Показана также дисперсия результатов как для групп образцов с менее уплотненными (группа А) и более уплотненными (группа Б) волокнами, так и для всех результатов в целом.

Проверка по критерию Фишера результатов дисперсионного анализа исследования дифференциальной КРП проволоки из композита с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов типа Cu-Nb подтверждает гипотезу о том, что расстояние между датчиками-электродами, равно как и величина деформации проволоки, являются факторами, в значительно большей степени влияющими на результат измерения, чем фактор элементного химического состава.

Апробация разработанной и верифицированной методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов проводилась через формирование и отработку физических основ технологии и нормативно-технического обеспечения качества их промышленного производства. При этом под физическими основами технологии промышленного производства материалов и изделий из композитов для целей диссертационного исследования понимались:

- обеспечение главных процессов технологической подготовки производства в части отработки режимов производства готовых изделий на основе измерений их электрофизических свойств;
- отработка технических условий обеспечения межоперационного и выходного качества промышленных изделий по результатам измерения их электрофизических свойств;
- создание технологических карт пооперационных технологических процессов производства серийных изделий из наноструктурных композитов;
- отработка условий контроля качества технологического процесса производства композитов;

- создание специальных средств, в т.ч. приборов для постоянного производственного мониторинга качества промышленной продукции из наноструктурных композитов;
- охват всего цикла необходимых для становления и реализации технологий промышленного производства изделий из наноструктурных композитов главных процессов и вспомогательных процедур;
- представление гарантий безопасности промышленной технологии и готовой продукции из наноструктурных композитов;
- обеспечение промышленной безопасности и экологической приемлемости промышленного производства продукции из наноструктурных композитов.

Результаты успешной апробации методологии, в том числе – в части отработки ее основных положений и принципов и создания физических основ технологии и нормативно-технического обеспечения качества промышленного производства материалов и изделий из наноструктурных композитов подтверждаются актами о внедрении из предприятий и организаций: АО «ВНИИНМ», АО «ВНИИХТ» и др.

На указанных предприятиях рассмотрены и учтены возможности создания системы управления качеством и системы метрологического обеспечения перспективного производства и получения качественной продукции из наноструктурных композитных материалов и изделий. Использование формальной методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов способствовало решению ряда научно-исследовательских и инновационно-технологических задач предприятий реального сектора промышленной экономики. Результаты диссертационного исследования были также использованы при выполнении научно-исследовательских работ в части изучения вопросов, связанных с рассмотрением перспектив развития системы обеспечения качества инновационной продукции в контексте управления их полным жизненным циклом. По результатам верификации и апробации методики получен положительный социально-экономический эффект.

Результаты разработки методологии были использованы при разработке нового способа исследования анизотропии эксплуатационно-технологических свойств объектов. По результатам исследования получен патент на изобретение № 2650731.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

В результате диссертационного исследования по разработке методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов и отработке физических основ технологии и нормативно-технического обеспечения качества их промышленного производства сформулированы следующие основные выводы.

1. Разработана информационная модель методологии изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности

компонентов с учетом современных тенденций в сфере технического регулирования безопасности и мониторинга качества сложной продукции.

2. Разработана оригинальная для российских условий методология экспериментального изучения электрофизических свойств композитов, инвариантная к их количественному элементному химическому составу. Сформулированы основные принципы построения методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов, представлены ее основные положения.

3. Осуществлена верификация разработанной информационной модели и самой методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов для выбранного представительского состава образцов: проволок из композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов типа Cu-Nb; углеродного волокна; аморфных композитных лент; образцов с упрочнением карбидом титана и матрицей из высокоуглеродистого легированного чугуна; композитов типа медь-сталь и термоэлектрика на основе сплава полу-Гейслера Ni(M)Sn ($M = \text{Ti, Zr, Hf}$).

4. С целью верификации и апробации разработанной и названной выше методологии проведена подготовка исходных данных и разработана программа проведения исследований служебных свойств образцов композитов, гармонизированная с типовыми процедурами системы менеджмента качества для общего случая.

5. Апробация разработанной и верифицированной методологии экспериментального изучения электрофизических свойств композитов с нанометрическим уровнем дисперсности компонентов проводилась через формирование и отработку физических основ технологии и нормативно-технического обеспечения качества их промышленного производства.

6. С применением разработанной методологии разработан новый способ исследования анизотропии эксплуатационно-технологических свойств объектов, основанный на определении анизотропии электрофизических служебных свойств материалов и изделий.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Gennady Baryshev, Yuri Bozhko, Igor Yudin, Aleksandr Tsyganov, Anna Kainova. Design of a Transcranial Magnetic Stimulation System with the Implementation of Nanostructured Composites // Brain-Inspired Cognitive Architectures for Artificial Intelligence: BICA*AI 2020. BICA 2020. Advances in Intelligent Systems and Computing.. Springer, Cham. – 2021. – Vol. 1310, pp. 24-31.
2. Gennady Baryshev, Yuri Bozhko, Nadezhda Konashenkova, Konstantin Kavkaev, Yuliana Kuznetsova. Principles of development of a mobile system for transcranial magnetic stimulation // Procedia Computer Science. – 2020. – Vol. 169, pp. 359-364.
3. G. Baryshev, Y. Bozhko, A. Kondrateva, N. Konashenkova. Perspectives of application of nanostructured composites for new diagnostic systems for transcranial magnetic stimulation // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – Vol. 666.
4. Baryshev G.K., Tokarev A.N., Berestov A.V. Information measuring system for research of anisotropy of conductive materials // Materials Today: Proceedings. International Conference on Modern Trends in Manufacturing Technologies and Equipment 2019 (ICMTME 2019) – 2019. – Vol. 19, pp. pp. 2295-2298.
5. Baryshev G.K., Berestov A.V., Tokarev A.N., Kondrateva A.S., Chernykh P.O. General Method of Research of Electrophysical Properties of Nanostructured Composites // Key Engineering Materials. – 2019. – Vol. 822, pp. 264-269.
6. Baryshev G.K., Barzov A.A., Biryukov A.P., Kondrateva A.S., Tutnov I.A. General Experimental Method of Research of Anisotropy of Conductive Materials // Key Engineering Materials. – 2019. – Vol. 822, pp. 72-78.
7. Барзов А.А., Барышев Г.К., Бирюков А.П., Осипков А.С., Никулин В.Я., Сысоев Н.Н., Тутнов И.А. Способ исследования анизотропии эксплуатационно-технологических свойств объектов. – 2018. – Патент на изобретение №2650731.
8. Baryshev G.K., Kondratyeva A.S. A comparison of principles of development of information measuring systems and methods of experimental physics for application of obtaining and quality control of nanostructured materials and composites // Proceedings of 2016 International Conference on Control, Instrumentation, Communication and Computational Technologies (ICCICCT). – 2016. – - P. 603–606.
9. Baryshev G.K., Tutnov I.A., Biryukov A.P. Perspectives and principles of formulation of legal basis of diagnostic quality measurement and control of materials and products of nanostructure composites // MATEC Web of Conferences. – 2017. – Vol. 129. International Conference on Modern Trends in Manufacturing Technologies and Equipment 2017 (ICMTME 2017). – 02036.
10. Baryshev G.K., Kondratyeva A.S., Berestov A.V. Development of methodical instruments of obtaining, research and control of electrophysical service properties of nanostructure composites // MATEC Web of Conferences. – 2017. – Vol. 129. International Conference on Modern Trends in Manufacturing Technologies and Equipment 2017 (ICMTME 2017). – 02037.
11. Baryshev G.K., Tutnov I.A., Bozhko Yu.V. Method of Engineering-economic Choosing of the Conditions of Development of Devices and Perspective Measurement Systems of Monitoring of Quality of Nuclear Fuel Elements // 2016 13th International Scientific Technical Conference on Actual Problems of Electronic Instrument Engineering (APEIE) – 39281 Proceedings. – 2016. – V. 1, Part 3. – P. 214–217.