Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

Межкафедральная лаборатория перспективных технологий создания новых материалов с применением электромагнитных полей

Высоковольтная электроимпульсная консолидация (электроимпульсное прессование) порошковых материалов.

(По результатам проведенных в МИФИ исследований)

"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

1. История развития метода ВЭК (ЭИП)
2. Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ВЭК (ЭИП)
3. Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием
4. Процессы на контактах между частицами порошка
5. Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор
6. Электро - тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения
7. Направление дальнейших исследований

"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

1. **История развития метода ВЭК (ЭИП)**
2. Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ВЭК (ЭИП)
3. Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием
4. Процессы на контактах между частицами порошка
5. Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор
6. Электро- тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения
7. Направление дальнейших исследований

Первое авт. свид. СССР
и
Первый патент Великобритании:

Д.М. Скоров, С.А.Баланкин, С.С.Башлыков, Е.А. Данилкин **Способ изготовления изделий из электропроводных порошковых материалов** //*Авторское свидетельство СССР №760570, 1975* (**Приоритет: 17.06.1975**)

S. Clyens, S.T.S. Al-Hassani, W. Johnson

British Patent No.45778, 1975 (**Приоритет: июль 1975г.**)

Clyens, S., Johnson, W., Al-Hassani, S.T.S., 1976.

*UK Patent 5778/75***.**

ОНИЛ-709 (отраслевая научно-исследовательская лаборатория)

Премия ЛК 1979 года :
«Технология получения нового вида топлива и исследование свойств сплавов на его основе»

Канд. диссертации по ЭИП:

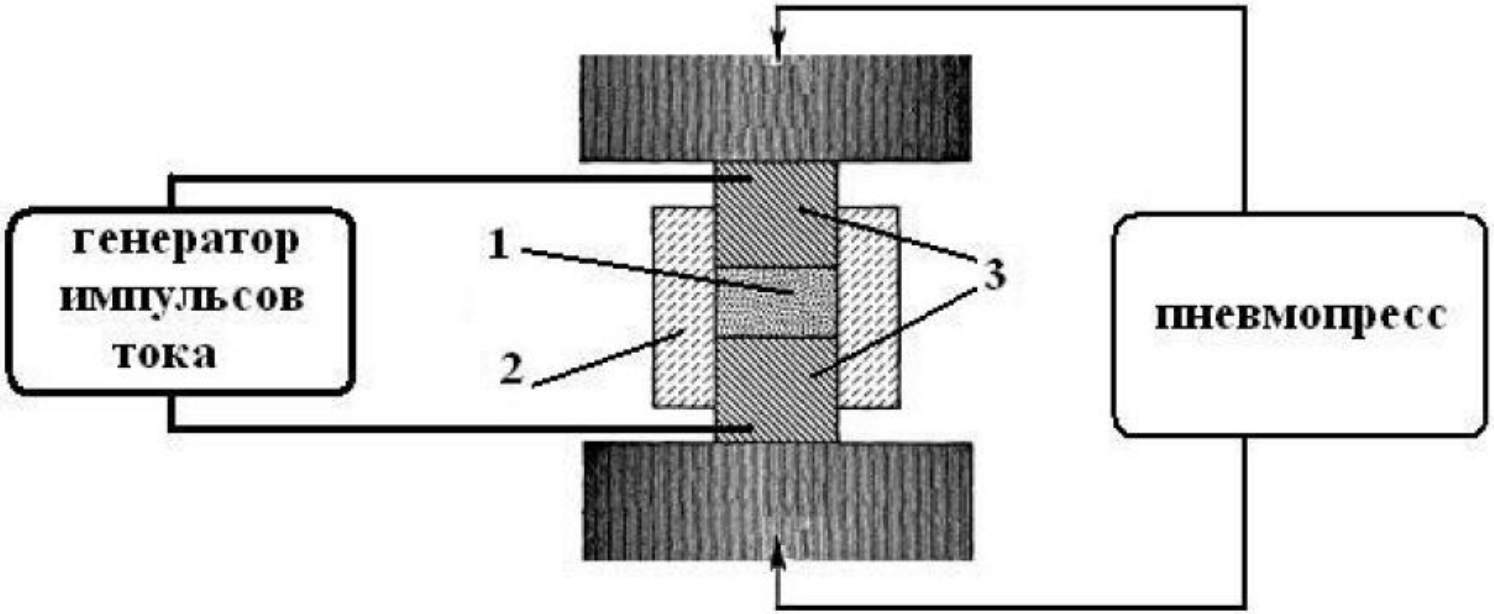
Башлыков С.С. 1980,
Григорьев Е.Г. 1980,
Быков И.И. 1983,
Добровольский В.Б.1985,
Базанов В.Н. 1988,
Новиков С.В. 1990,
Росляков А.В. 2000

"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

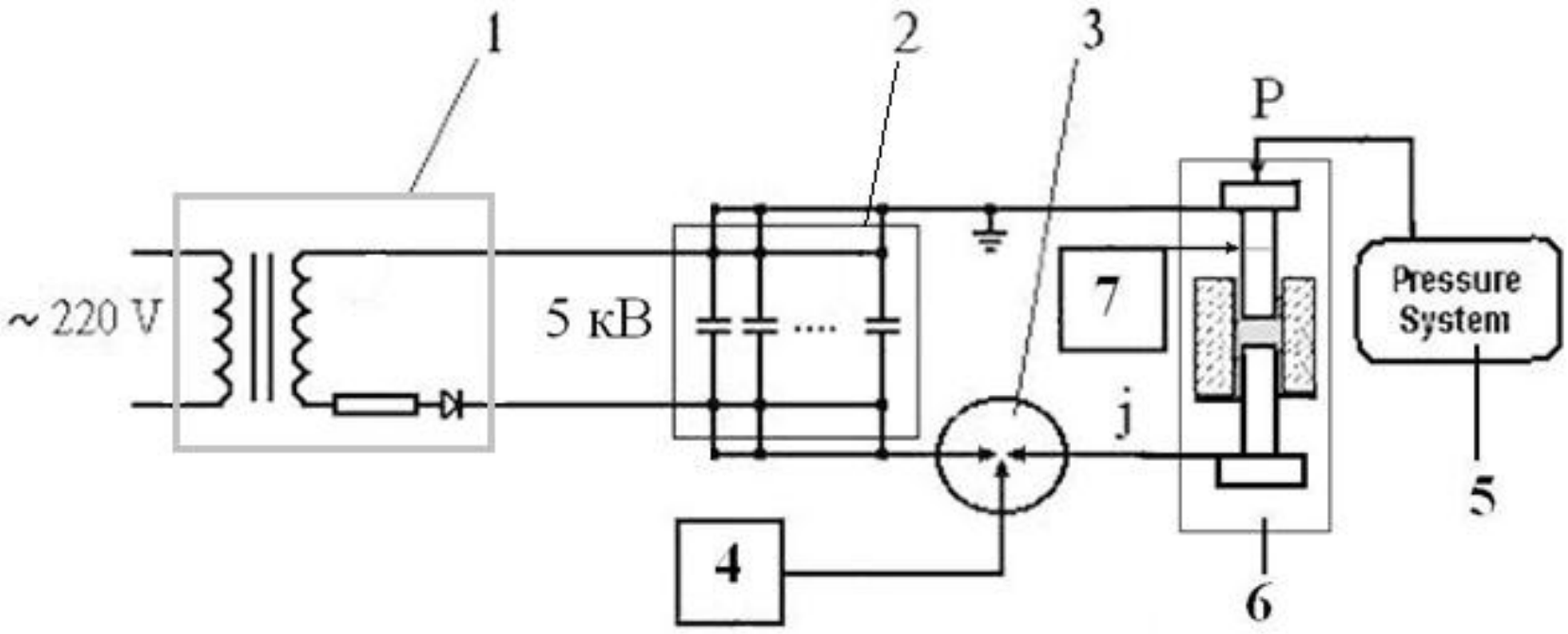
1. История развития метода ВЭК (ЭИП)
2. **Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ВЭК (ЭИП)**
3. Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием
4. Процессы на контактах между частицами порошка
5. Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор
6. Электро- тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения
7. Направление дальнейших исследований

Принципиальная схема процесса ВЭК (ЭИП)



1 – консолидируемый порошок, 2 – матрица, 3 – электроды-пуансоны

Принципиальная схема установки ВЭК



Зарядное устройство-**1,** батарея конденсаторов-**2**, коммутатор-**3**, модуль управления-**4**, пневмосистема-**5**, технологический блок-**6**, система регистрации параметров импульса тока-**7**

Экспериментальное оборудование для ВЭК (МИФИ)

Емкость батареи конденсаторов
6400 мкФ

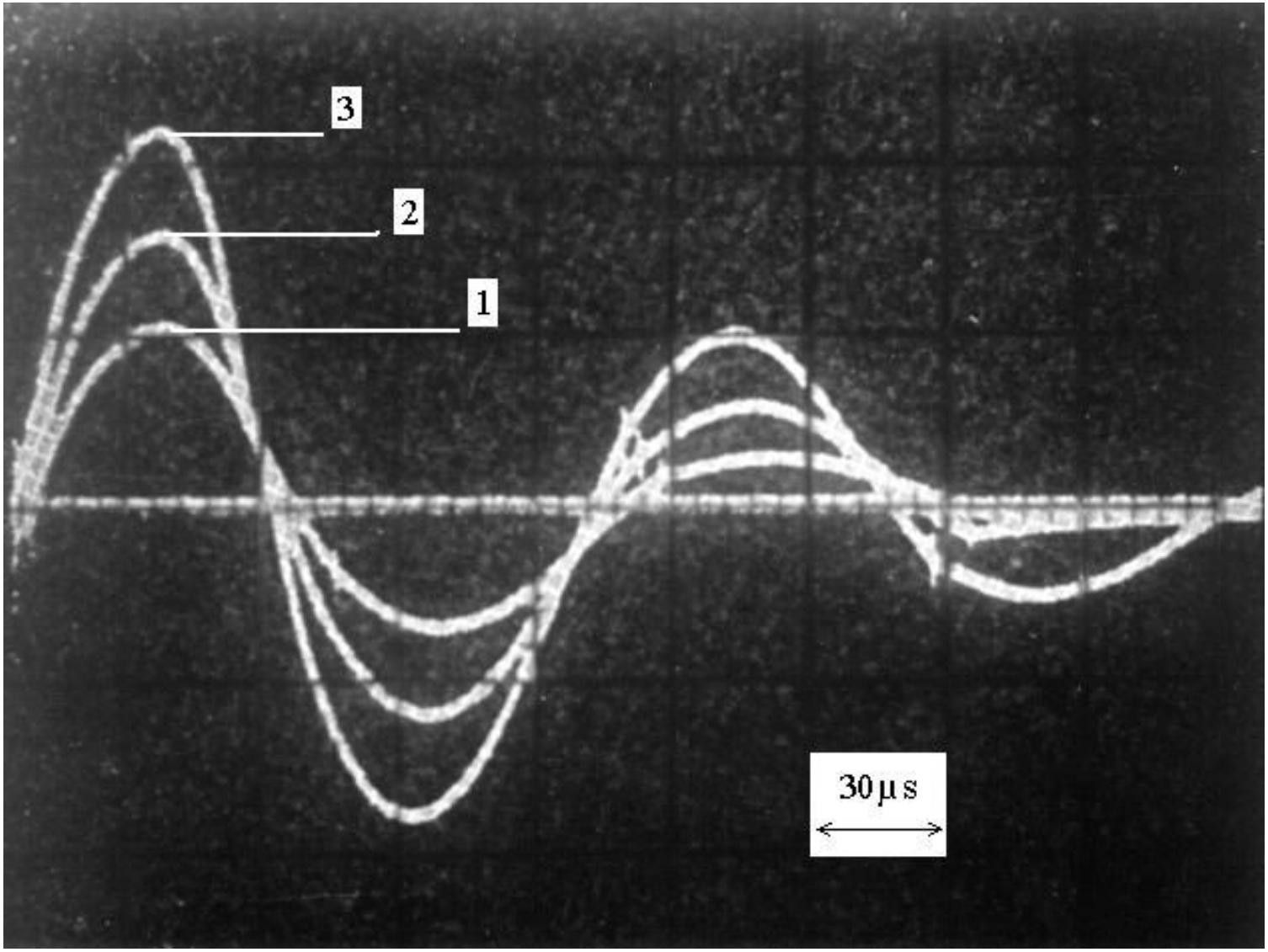
Амплитуда импульса тока
до 300 кА

Энергия батареи конденсаторов (при 5 кВ)
75 кДж

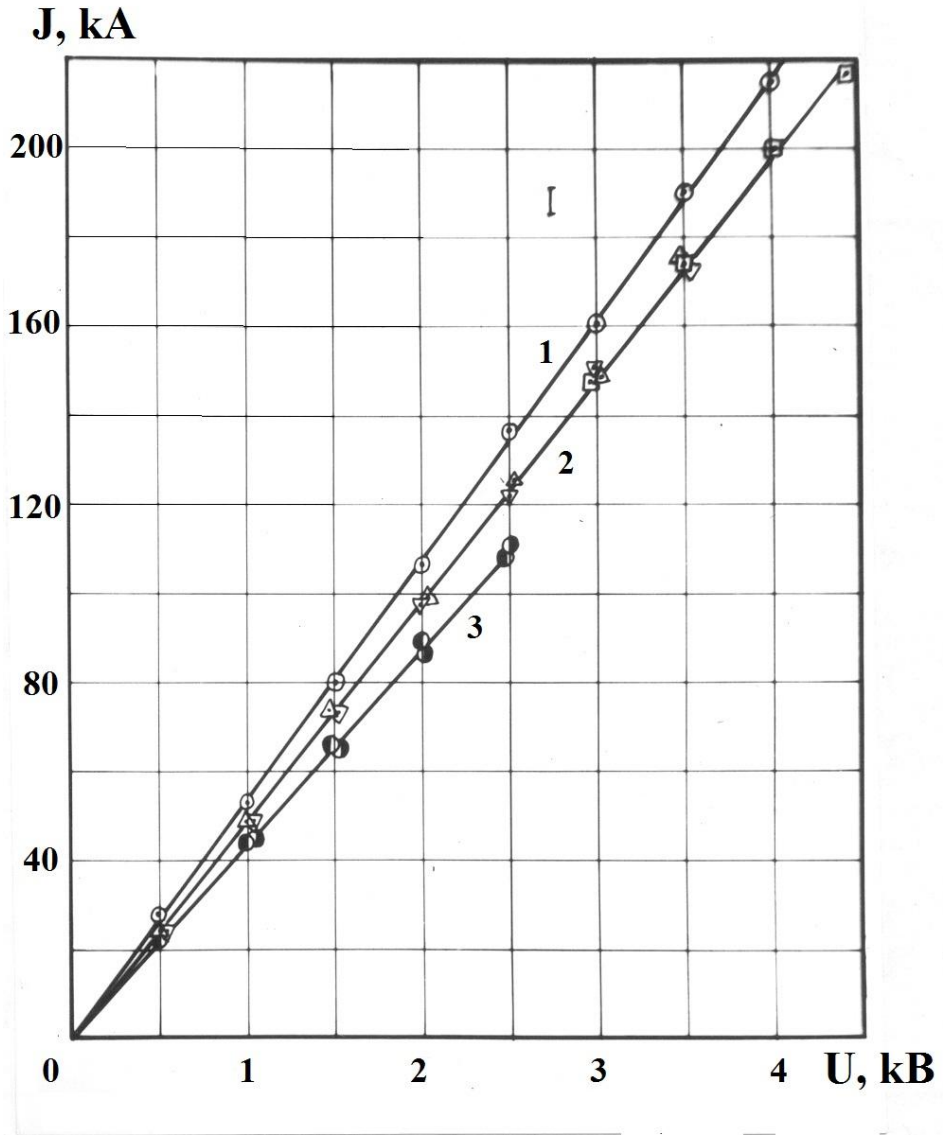
Длительность импульса тока ≤ 300 мкс

Усилие в пневмосистеме
до 250 МПа

Типичные формы импульсов тока:
1 – 50 кА, 2 – 80 кА, 3 – 100 кА



Амплитуда тока при напряжении на конденсаторной батарее



1 – без порошка; 2 – P = 200 МПа; 3 – P = 10 МПа (*порошок ПЖ2М3*)

Параметры внешнего воздействия на порошковую заготовку:

Амплитуда плотности тока – j_0, длительность импульса тока - τ_0, механическое давление – P_0.

Характеристики порошковой заготовки:

Плотность порошковой заготовки - γ,

Удельное сопротивление порошковой заготовки – ρ (проводимость - σ),

Удельная теплоемкость материала порошковой заготовки – c_p,

Температура плавления материала порошковой заготовки – $T_{пл}$,

Предел текучести материала порошковой заготовки – $\sigma_т$.

Безразмерные параметры, определяющие температурное и механическое (силовое) воздействие на порошковую заготовку:

$$\theta = \frac{\rho j_o^{\,2} \tau_0}{\gamma c_p T_{пл}} = \frac{T}{T_{пл}}; \beta = \frac{\sigma_T(T)}{P_0}$$

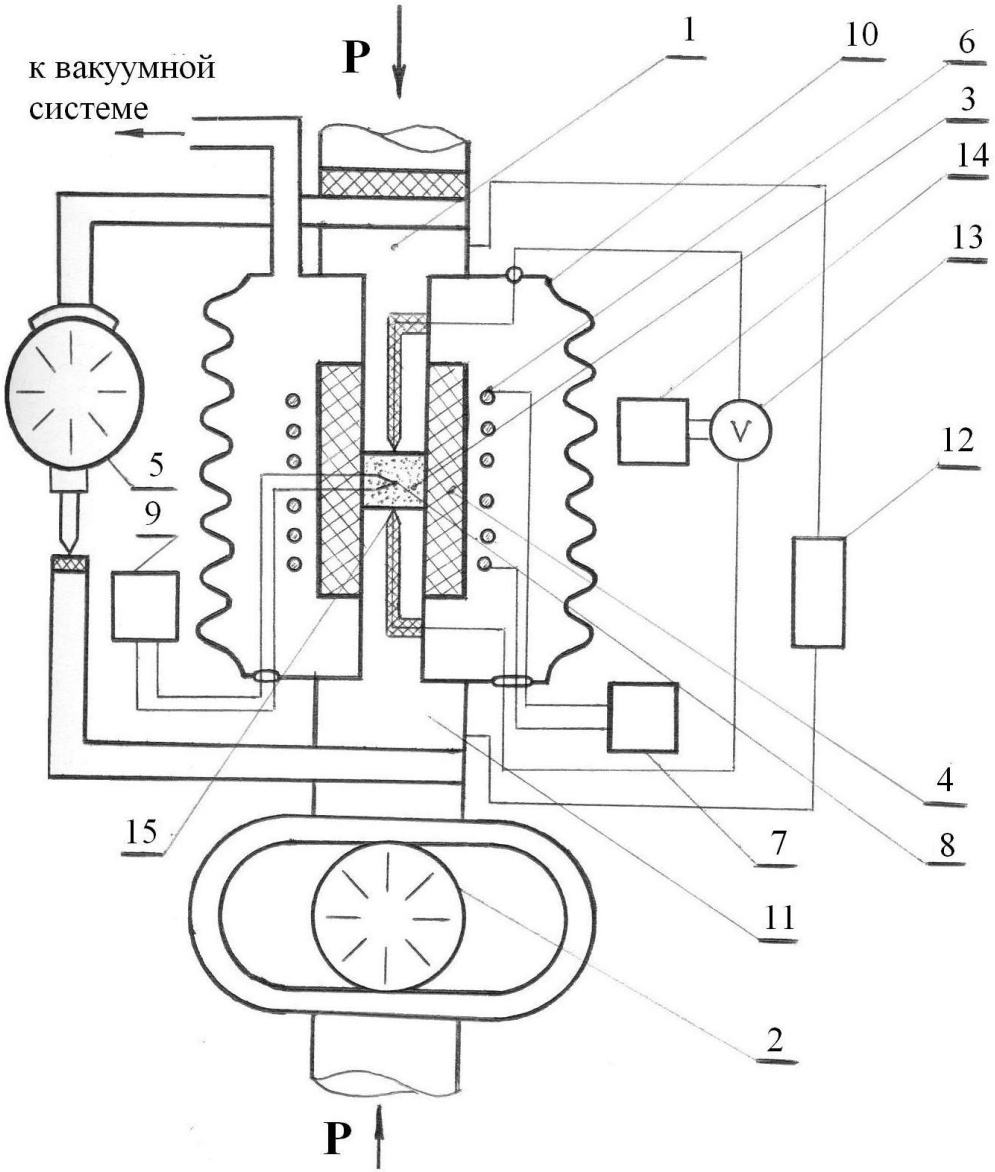
Характеристики порошка, определяющие исходные свойства порошковой заготовки:

- гранулометрический состав,
- текучесть,
- свойства поверхностных оксидных пленок на частицах,
- …

Изменение свойств порошковой заготовки в процессе ВЭК:

Влияние трения порошка о внутреннюю поверхность матрицы.
Изменение проводимости порошка при приложении давления.
Изменение проводимости порошка при прохождении по нему импульса электрического тока.

Измерение проводимости порошковой заготовки

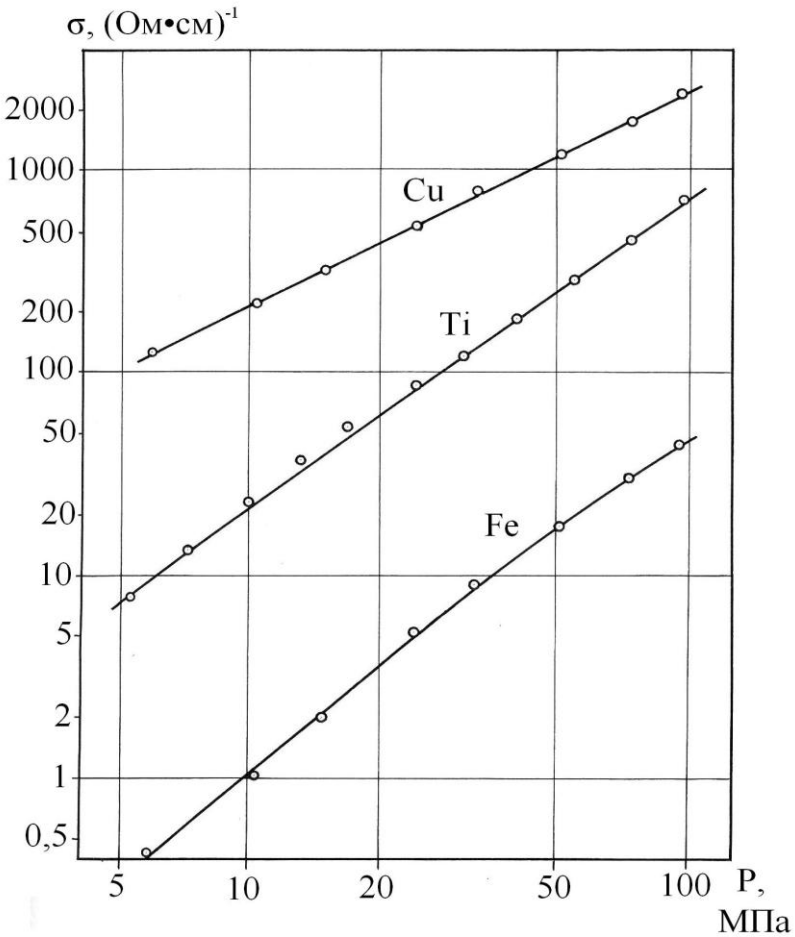


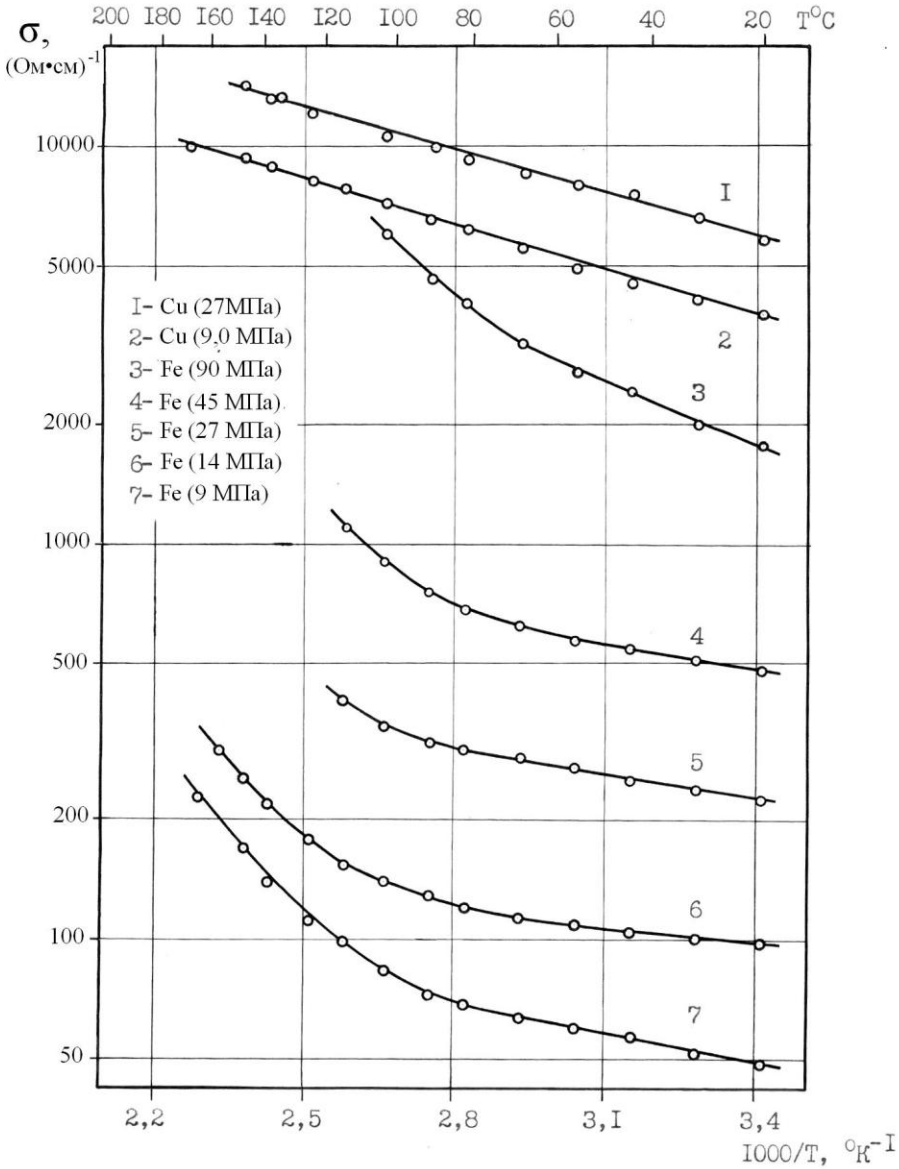
1, 11 – пуансоны
2 – динамометр
3 – порошок
4 – матрица
5 – индикатор
6 – нагреватель
7 – латр
8 – термопара
9, 14 – потенциометр
10 – сильфон
12 – источник тока
13 – вольтметр
15 – контактная пара

Зависимость проводимости порошка

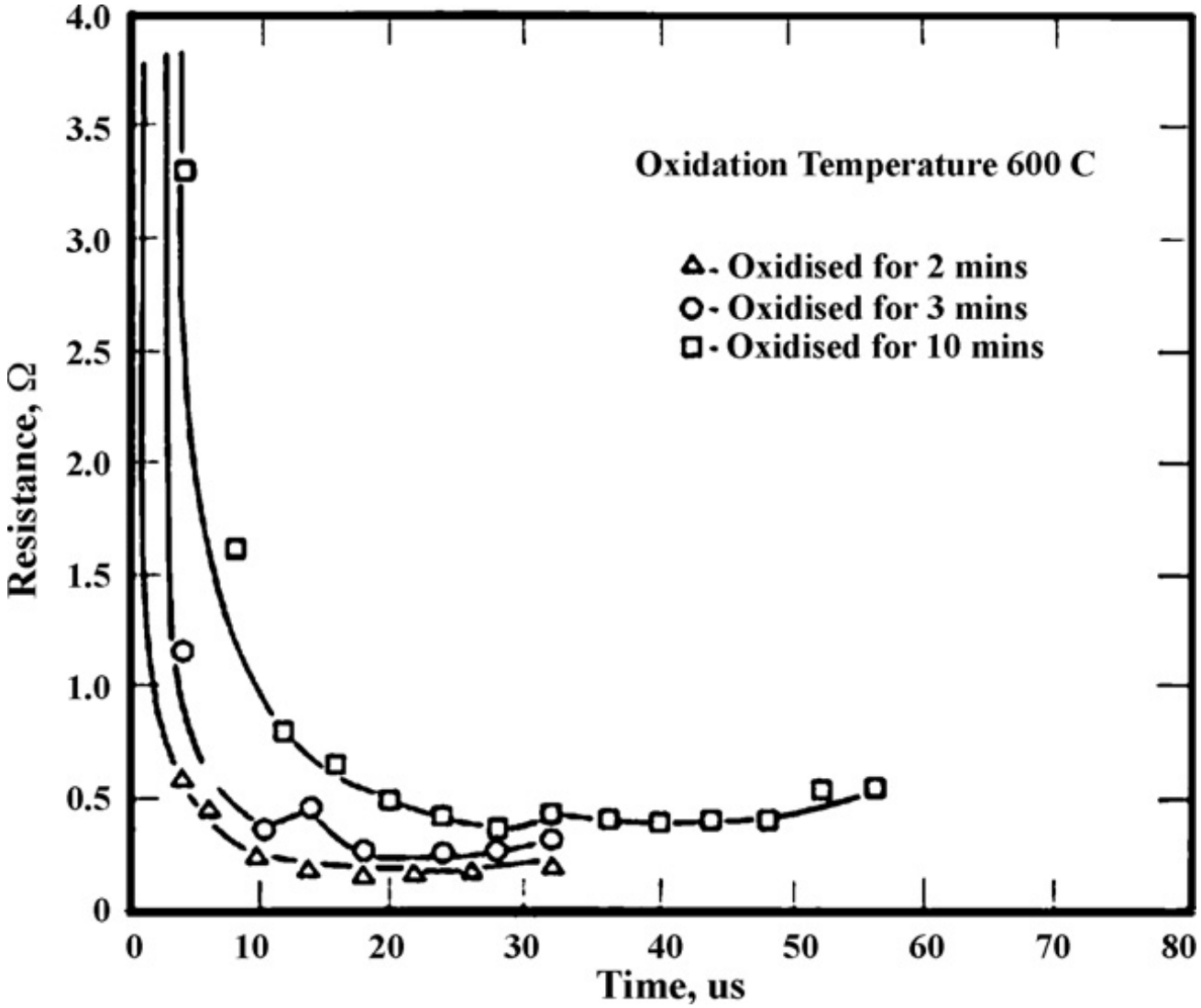
от температуры

от давления





Изменение сопротивления порошкового образца при прохождении импульса тока



M. Alitavoli, A. Darvizeh J.of Materials Processing Technology 209 (2009) 3542–3549

Особенности процессов при ВЭК:

– зависимость процессов от многих параметров;

– сильная взаимосвязь и взаимозависимость электромагнитных, тепловых и деформационных процессов;

– пространственная неоднородность и нестационарность во времени;

– многомасштабность процессов по времени и по пространству:

- **макро**: распределение тока, температуры, трение с поверх. матрицы;
- **мезо**: распределение темп-ры в частицах, локализация деформации;
- **микро**: пробой оксидных пленок, электрический взрыв проводящих мостиков.

"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

1. История развития метода ЭИП - ВЭК
2. Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ЭИП – ВЭК
3. **Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием**
4. Процессы на контактах между частицами порошка
5. Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор
6. Электро - тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения
7. Направление дальнейших исследований

Уравнения математической модели:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + div(\rho \vec{v}) = 0 \qquad (1)$$

$$\rho\left(\frac{\partial \vec{v}}{\partial t} + (\vec{v}, \nabla)\vec{v}\right)_i = \left(\frac{\partial \sigma_{ik}}{\partial x_k}\right) + F_i \qquad (2)$$

$$\frac{\partial}{\partial t}\rho\left(\varepsilon + \frac{\vec{v}^2}{2}\right) = -div\left(\rho\vec{v}\left(w + \frac{v^2}{2}\right) - (\vec{v}, \sigma') - \kappa\nabla T\right) + \frac{\vec{j}^2}{\sigma} \qquad (3)$$

$$rot\vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}, \quad rot\vec{H} = \vec{j}, \quad div\vec{B} = 0 \qquad (4)$$

$$\vec{F} = \left[\vec{j}, \vec{B}\right], \quad \vec{j} = \sigma\left(\vec{E} + \left[\vec{v}, \vec{B}\right]\right) \qquad (5)$$

здесь: ρ - плотность, $\vec{v}$ - скорость, ε- внутренняя энергия, w - энтальпия, $\hat{\sigma}$ - тензор внутренних напряжений, σ' - тензор вязких напряжений, T - температура, $\vec{E}, \vec{H}$ - напряженность электрического и магнитного поля, $\vec{B}$- индукция магнитного поля, $\vec{j}$ - плотность электрического тока, $\vec{F}$ - сила Ампера, κ- теплопроводность, σ- проводимость среды.

Уравнение состояния порошкового материала

$$P = \frac{2}{3}\sigma_T \ln\frac{\alpha}{\alpha(\alpha-1)} - \frac{4}{3}\eta\frac{\dot{\alpha}}{\alpha(\alpha-1)} - \frac{\rho_m a^2}{3(\alpha_0-1)^{2/3}}\frac{d}{d\alpha}\left\{\frac{\dot{\alpha}^2}{2}\left[(\alpha-1)^{-1/3}-\alpha^{-1/3}\right]\right\}, \qquad (6)$$

P - давление в порошковой среде, $\alpha=\rho_m/\rho$ ($\dot{\alpha}$ - дифференцирование α по времени), ρ и ρ_m - плотность порошка и компактного композиционного материала, σ_T - предел текучести вещества порошка, η – динамическая вязкость вещества порошка, a_0 - начальный размер пор в порошковом материале, α_0 – начальное значение α.

M.M. Carroll, K.T. Kim, V.F. Nesterenko “The effect of temperature on viscoplastic pore collapse”. Journal of Applied Physics, 59, N6, 1986, pp. 1962-1967.

Схема макроскопических процессов:

Время ввода энергии в порошковый материал определяется длительностью импульса тока: $\tau_0 < 300$ мкс.

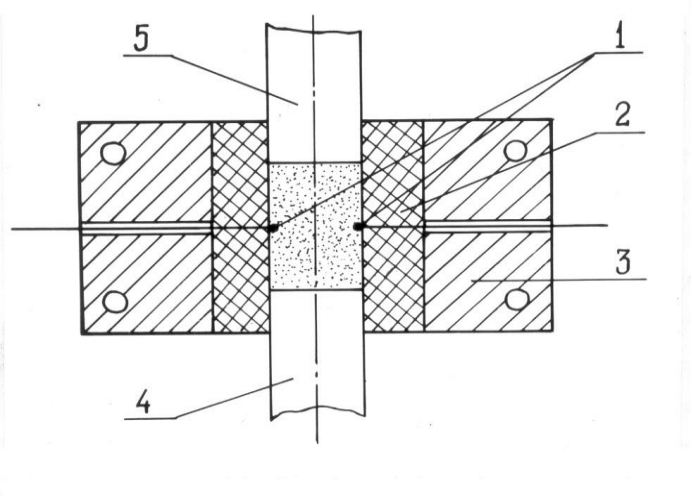
Время уплотнения (формирования компактного материала из порошковой заготовки) τ_1 зависит от механической системы нагружения и лежит в пределах: 2 мс $< \tau_1 <$ 20 мс.

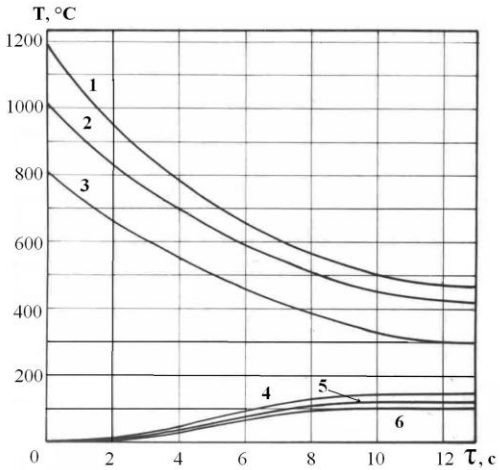
Время охлаждения прессуемого материала τ_2 определяется теплопроводностью материала и характерным размером прессовки: $\tau_2 \sim 2{,}5$ с.

Соотношение между временными масштабами процессов:

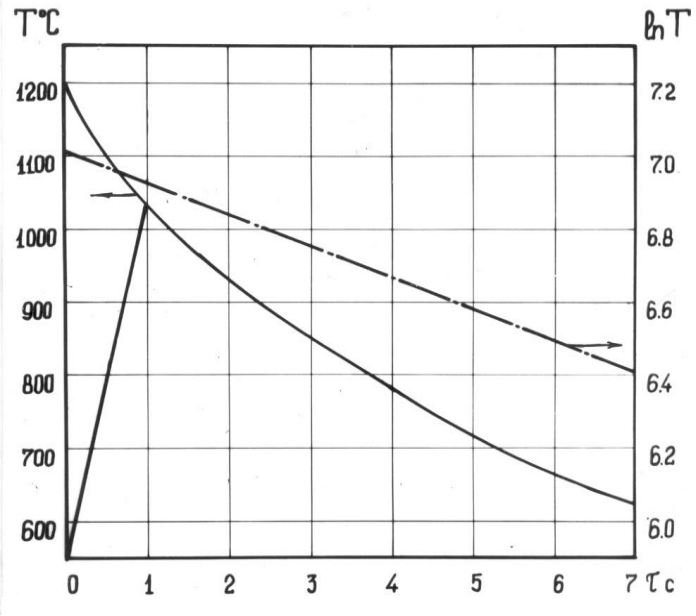
$$\tau_0 < \tau_1 \ll \tau_2$$

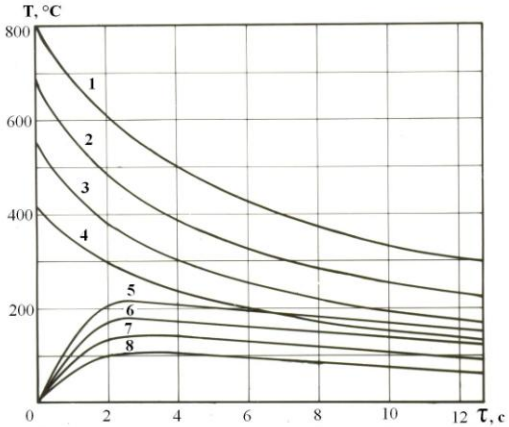
Изменение температуры боковой поверхности образца





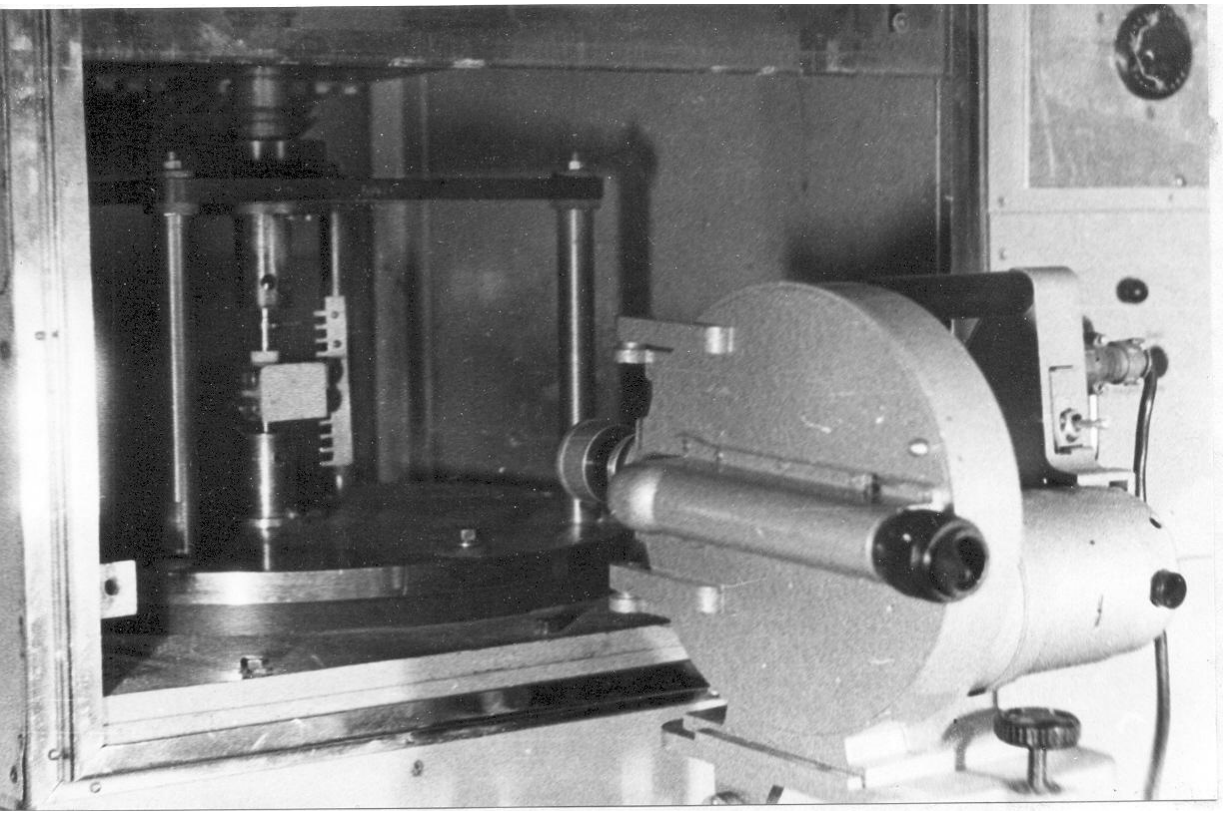
(ПЖ2М3, толщина керамики 5,5 мм)



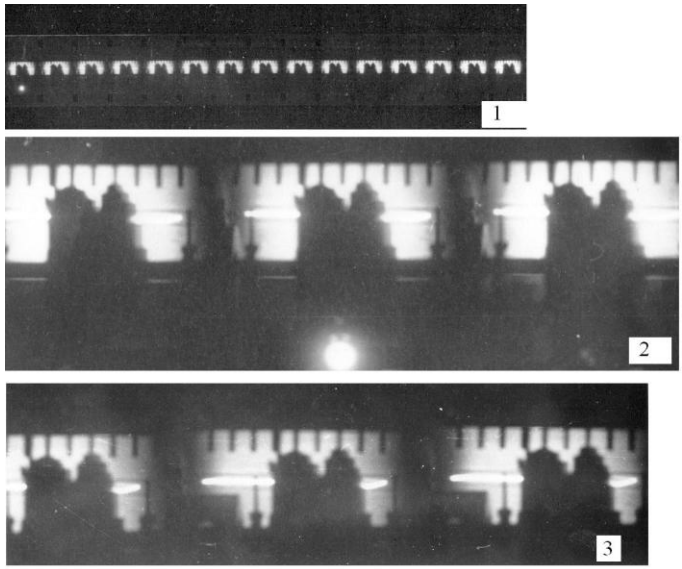


(ПЖ2М3, толщина керамики 2 мм)

Аппаратура для регистрации кинетики уплотнения образца



Фрагмент кинограммы уплотнения

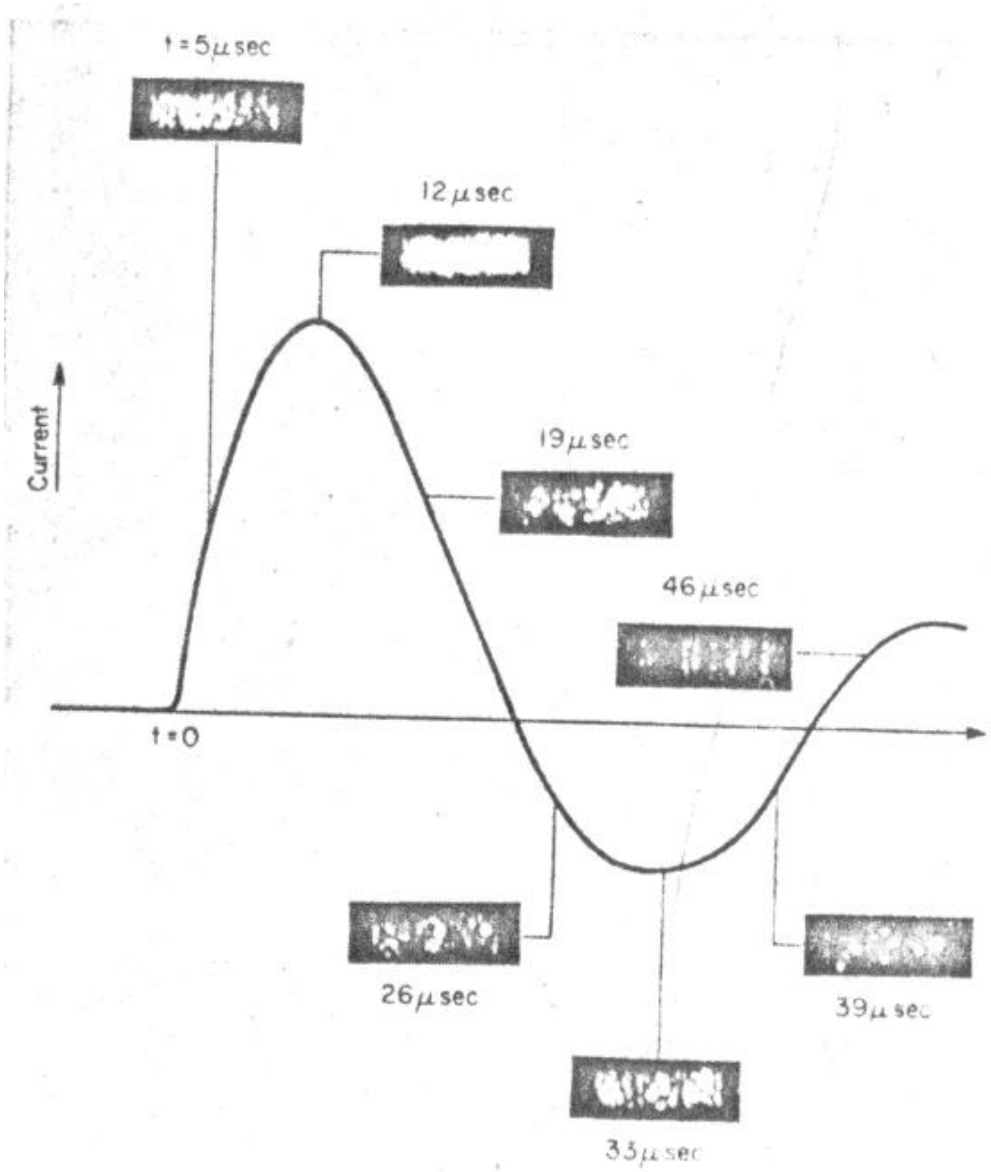


"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

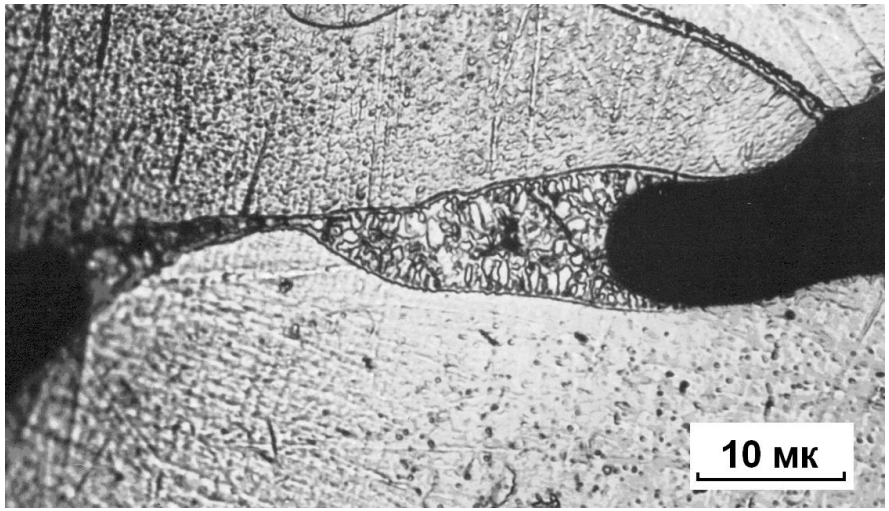
1. История развития метода ЭИП - ВЭК
2. Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ЭИП – ВЭК
3. Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием
4. **Процессы на контактах между частицами порошка**
5. Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор
6. Электро - тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения
7. Направление дальнейших исследований

T. Alp, S. T. S. Al-Hassani, W. Johnson The Electrical Discharge Compaction of Powder: Mechanics and Material Structure. J. Eng. Mater. Technol. 107 (1985) p. 186

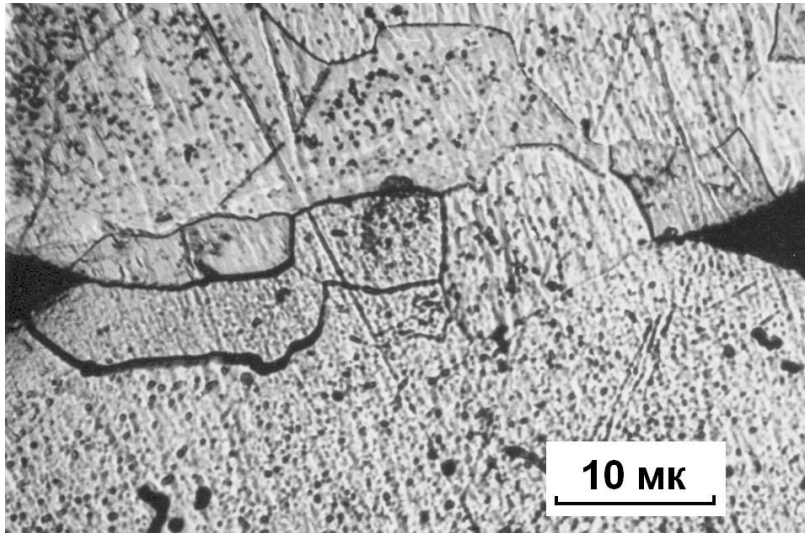


Высоковольтная электроимпульсная консолидация порошковых материалов

(электроимпульсное прессование)



Зона контакта двух частиц Mo с образованием расплава.

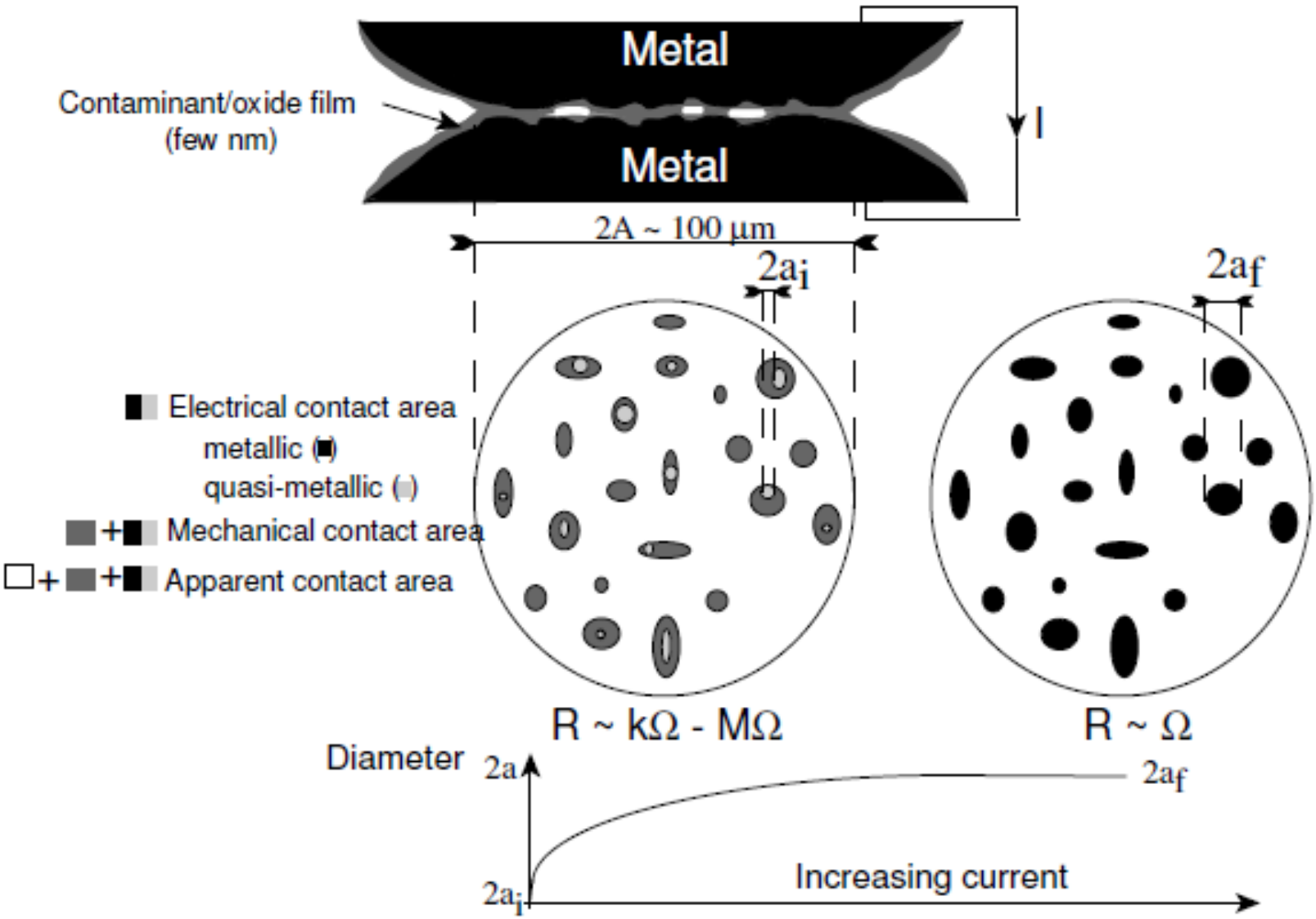


Зона контакта двух частиц Mo, пластическая деформация

Тепловые процессы при электроимпульсном прессовании порошков. ФХОМ, 1984, N2, с.124-129. (Баланкин С.А., Горбачев Л.П., Григорьев Е.Г. и др.)

Nonlinear electrical conductivity in a 1D granular medium

E. Falcona, B. Castaing, and M. Creyssels, Eur. Phys. J. B **38**, 475–483 (2004)



Nonlinear electrical conductivity in a 1D granular medium

E. Falcona, B. Castaing, and M. Creyssels, Eur. Phys. J. B **38**, 475–483 (2004)

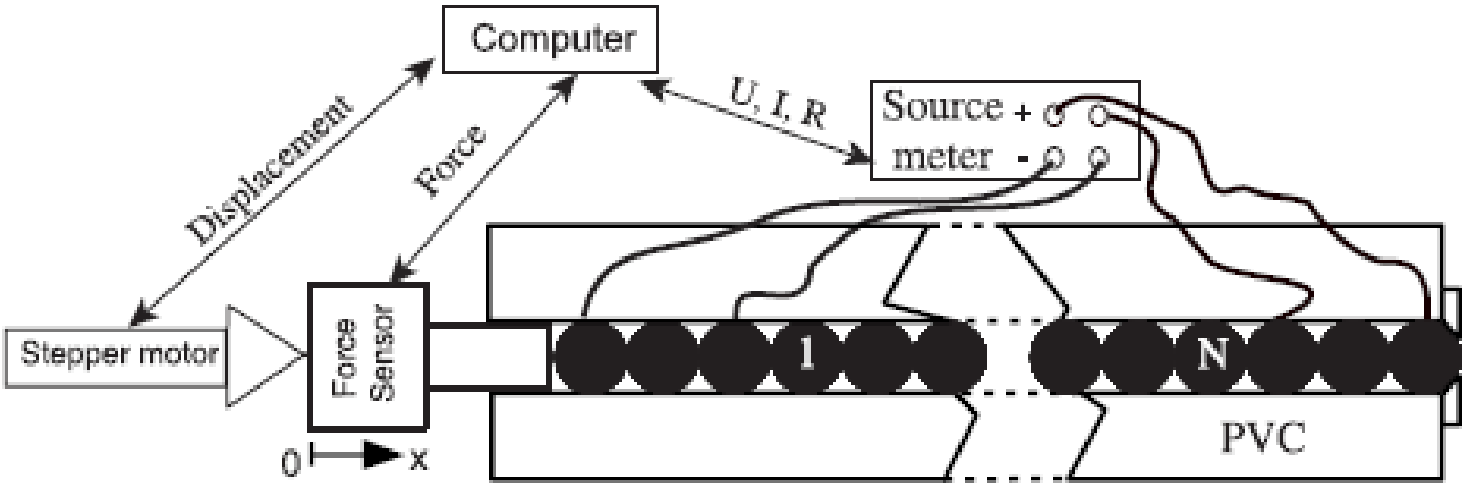
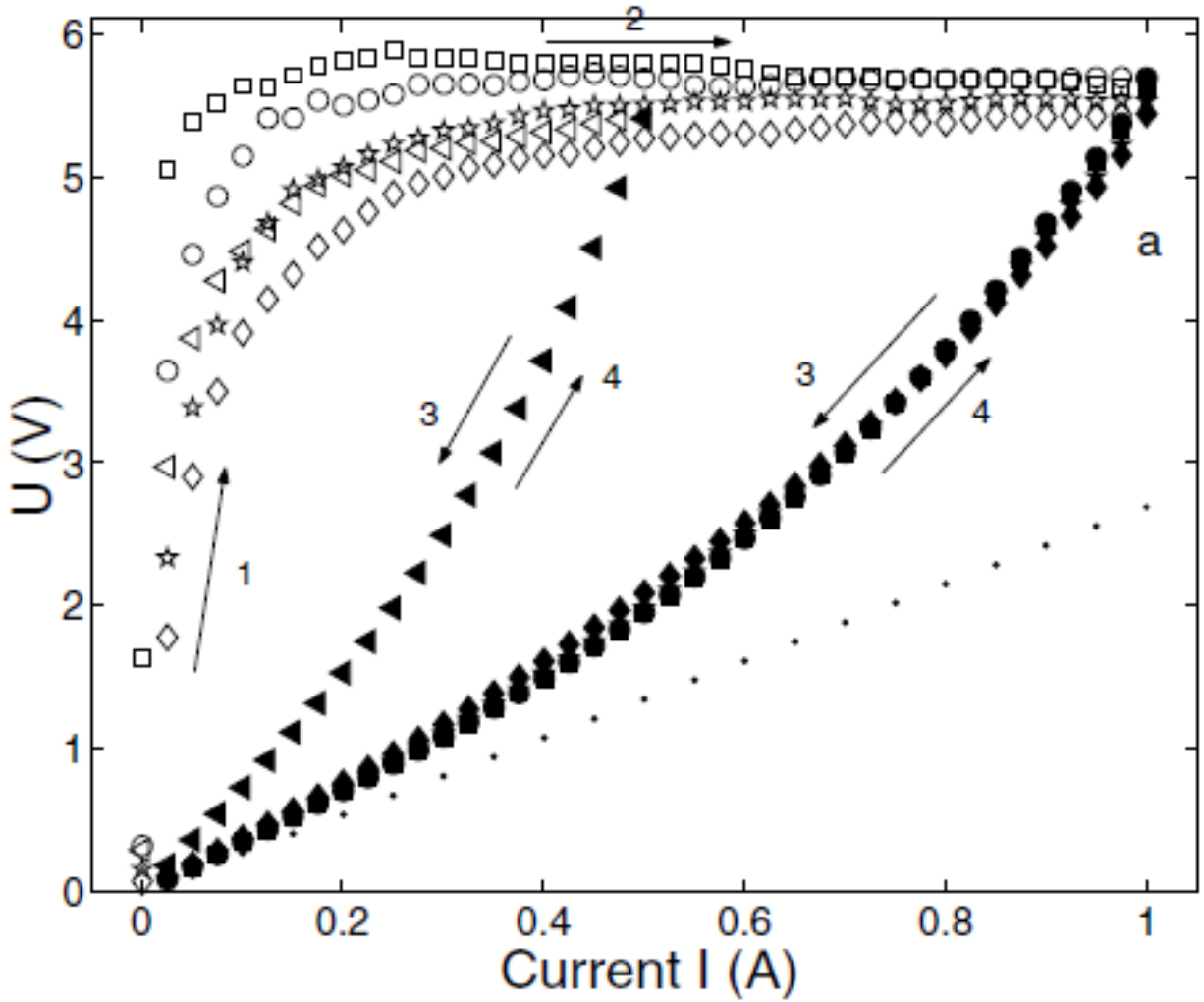


Fig. 1. Schematics of experimental setup.

properties of stainless steel beads used in the chain (AISI 420C)

r	Bead radius	4 mm $\pm$ 2 μm [31]
R_a	Roughness	0.1–0.2 μm [31]
ρ	Density	7750 kg/m^3 [31]
ν	Poisson's ratio	0.27
E	Young's modulus	1.95×10^{11} N/m^2 [32]
ρ_{el}	Electrical resistivity 20 °C	72 $\mu\Omega$ cm [32]
	650 °C	116 $\mu\Omega$ cm [32]
λ	Thermal conductivity 20 °C	16.2 W/(Km) [32]
	500 °C	21.5 W/(Km) [32]
T_{mel}	Approx. melting point	1425 °C [32]



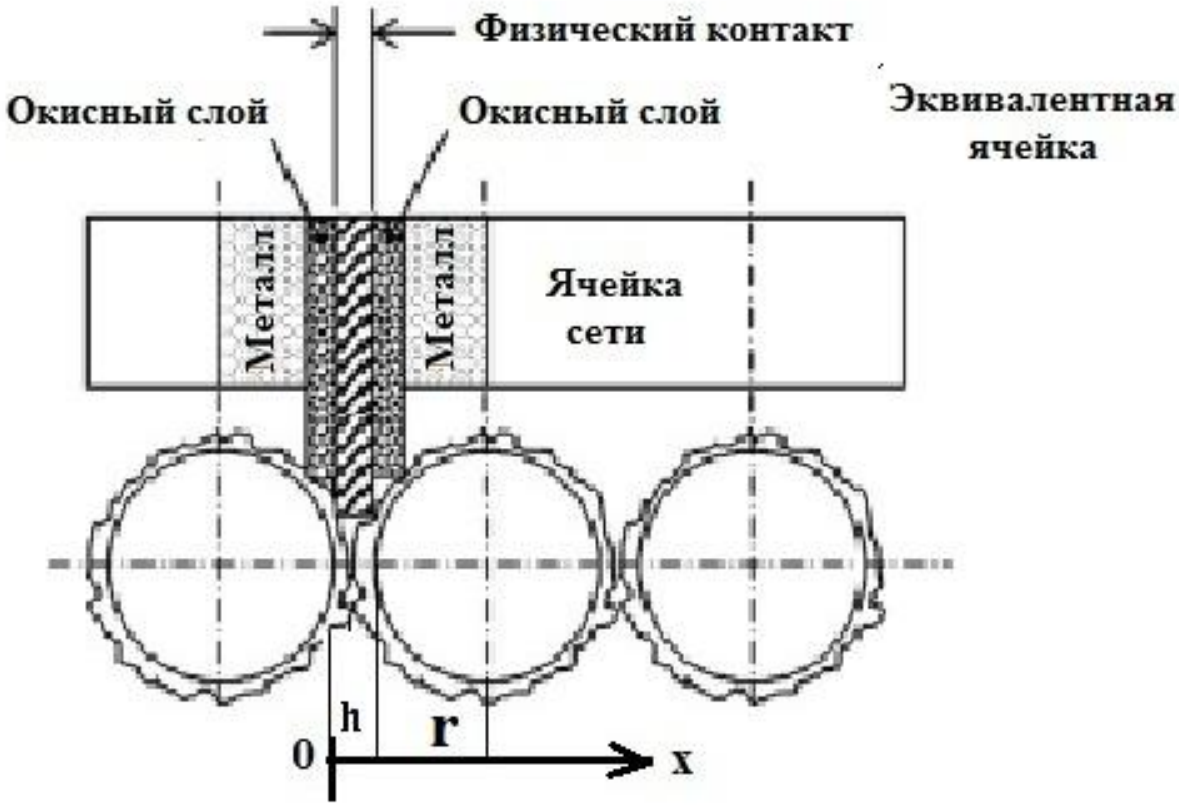
$$U^2 = 8 \int_{T_0}^{T_m} \lambda \rho_{el} \, dT,$$

$$\lambda \rho_{el} = LT,$$

$$T_m = \sqrt{T_0^2 + \frac{U^2}{4LN_c^2}},$$

(a) *U*–*I* characteristics (in linear axes) showing the saturation voltage, *U*0 = 5.8 V, when increasing the current *I* in the range 1 mA ≤ *I* ≤ *Imax* (open symbols), then decreasing *I* (full symbols) for various *F* = 32 (□), 125 (○), 321 (✩) and 505 (◊) N with *Imax* = 1 A, and for *F* = 211 N (◁) with *Imax* = 0.5 A. Measurement of test resistance *Rtest* = 2.7 Ω (small •-marks) instead of the chain.

Модель межчастичных контактов



Форма импульса тока:

$$j(t) = j_0 e^{-\beta t} \sin(\omega t)$$

Безразмерные параметры:

$$\varepsilon = (\rho j_0^2 t_r / \gamma c_p T_m)$$

$$\Omega = \omega t_r, \quad \delta = 2\beta t_r$$

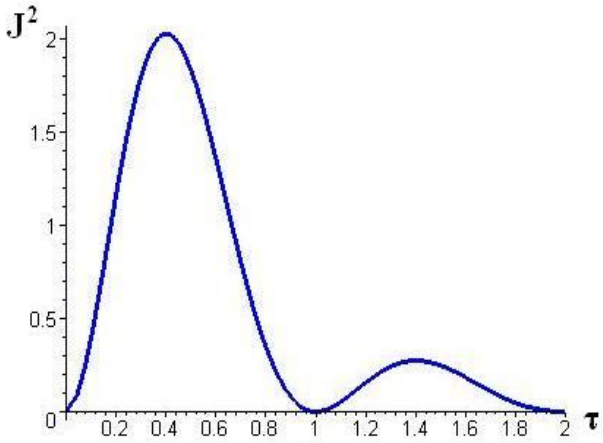
Безразмерная температура

$$\vartheta = T/T_m$$

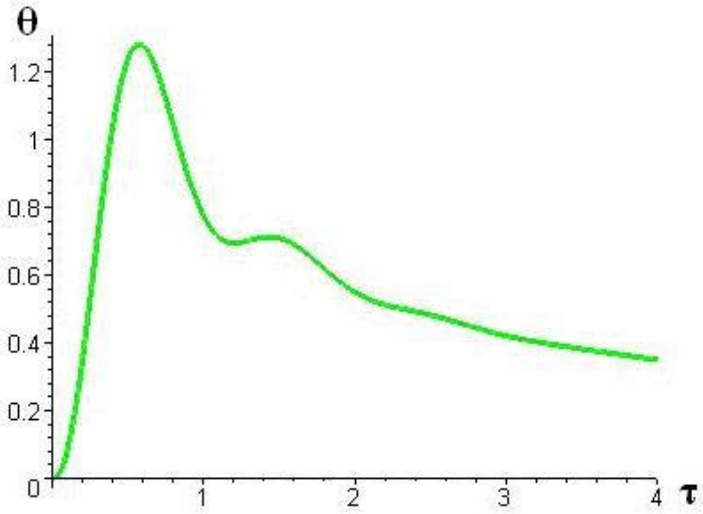
($h \ll r$, $a \ll r$, $h < a$)

ρ – удельное сопротивление материала в области контакта;
j_0 – амплитуда плотности тока в контакте;
γ, c_p, χ – плотность, теплоемкость, температуропроводность;
T_m, T_b – температуры плавления, кипения (потери проводимости);
a – радиус межчастичного контакта, r – радиус частицы;
$t_r = r^2/\chi$ – характерный масштаб времени; $\tau = t/t_r$ – безразмерное время;

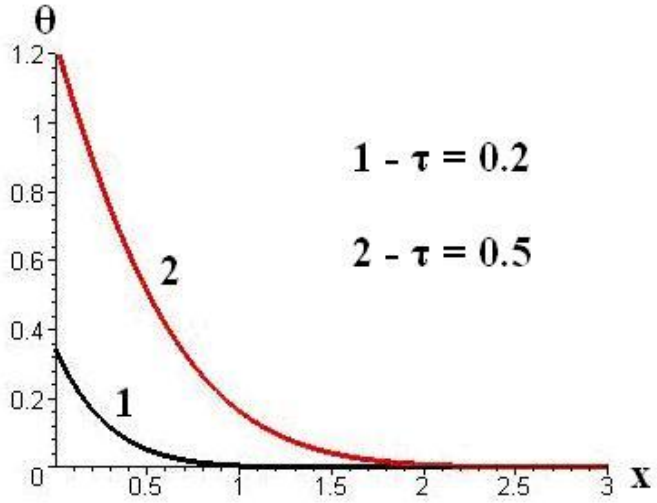
Функция квадрата плотности импульсного тока от времени



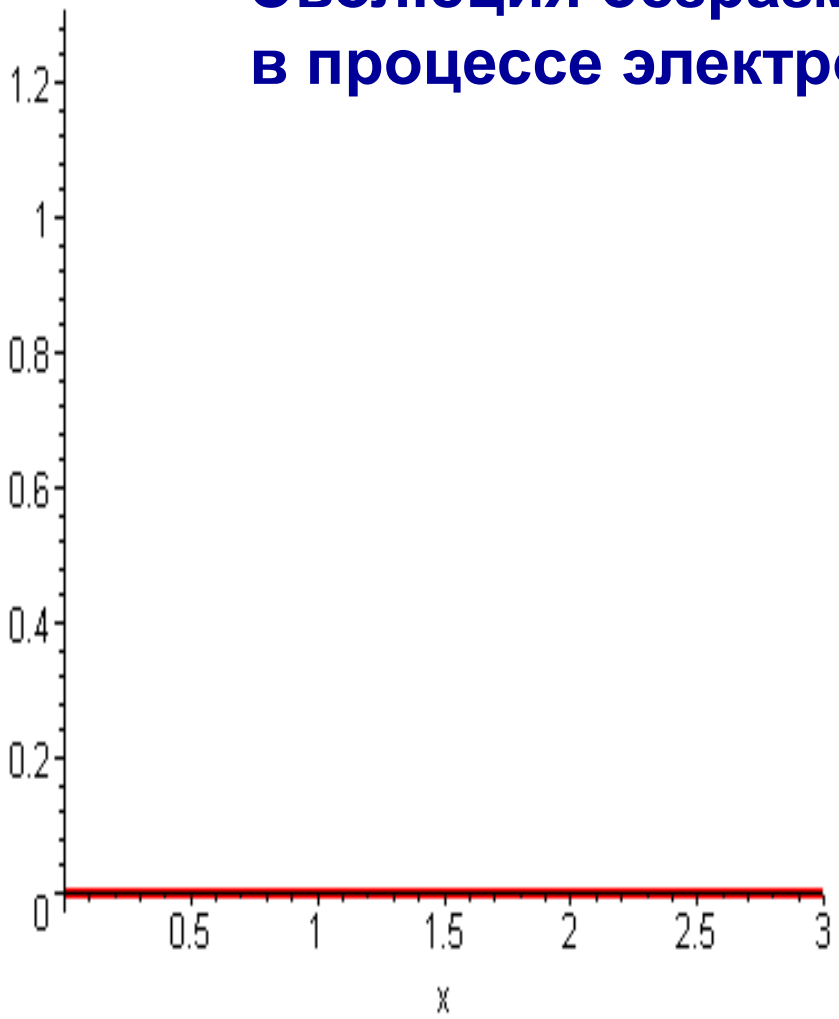
Температура в межчастичном контакте

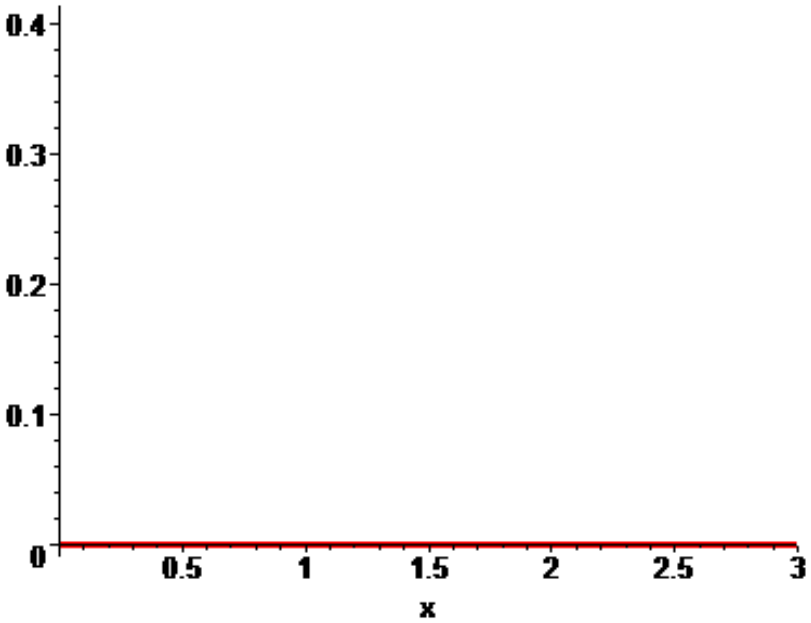


Локализация температуры в зоне контакта



Эволюция безразмерной температуры ϑ в процессе электроимпульсной консолидации





$\varepsilon = 5;\ \Omega = 3;\ \delta = 2.$

$\varepsilon = 1;\ \Omega = 1;\ \delta = 0.7.$

Условие локализации тепловыделения в межчастичном контакте:

1) P ~ Pк, давление, соответствующее максимальному значению электрической емкости прессовки

2) Для значений плотности тока в межчастичных контактах, не превышающих условия теплового взрыва контакта:

$$j < \sqrt{\frac{2\xi\sigma}{\rho h}} T_b^{\,2}$$

$$\left(\frac{dj}{dt}\right)_{crit} \le \frac{E_*^{\,3}}{3\rho^2 \gamma c_p (T_b - T_m)}$$

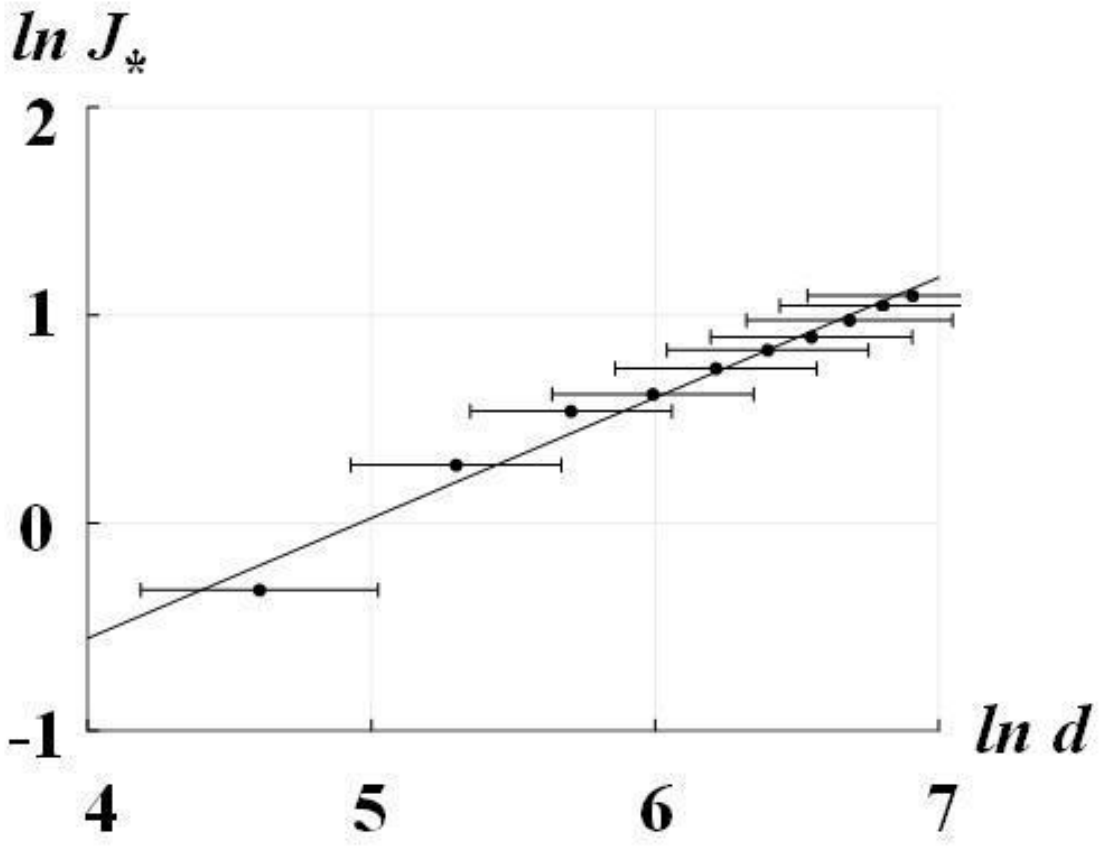
σ – постоянная Стефана – Больцмана; $\xi \le 1$; E_* – электрическая прочность пленки

Критическое значение для тока теплового взрыва контакта:

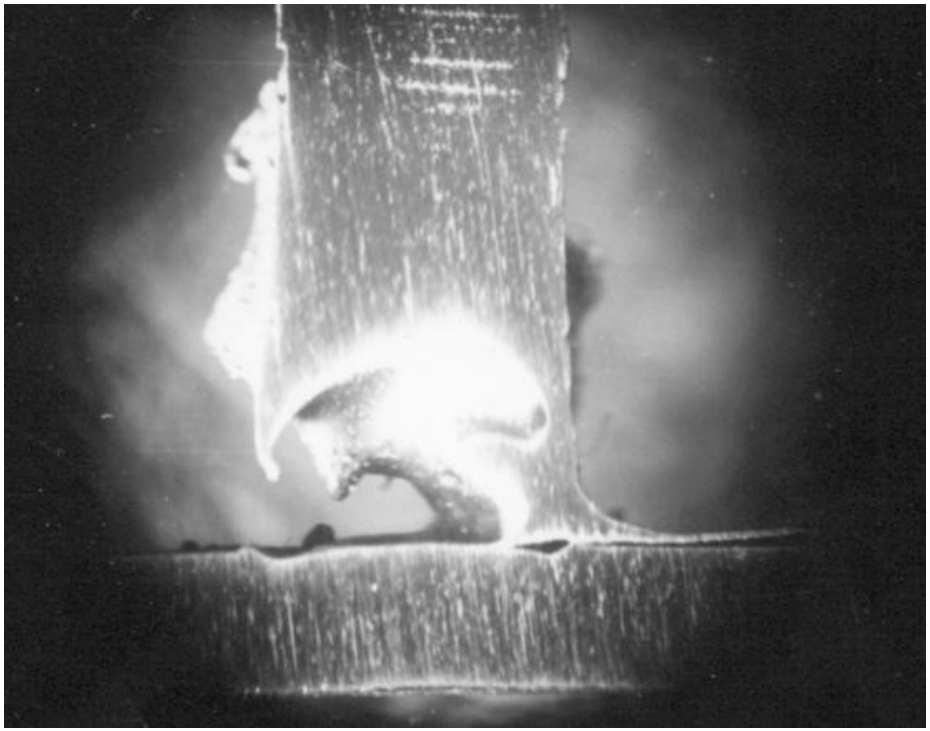
$J_* \sim d^{2/3}$ (d – характерный размер гранул)

График линейной зависимости $\ln J_*$ от $\ln d$

(коэффициент корреляции 0,99)

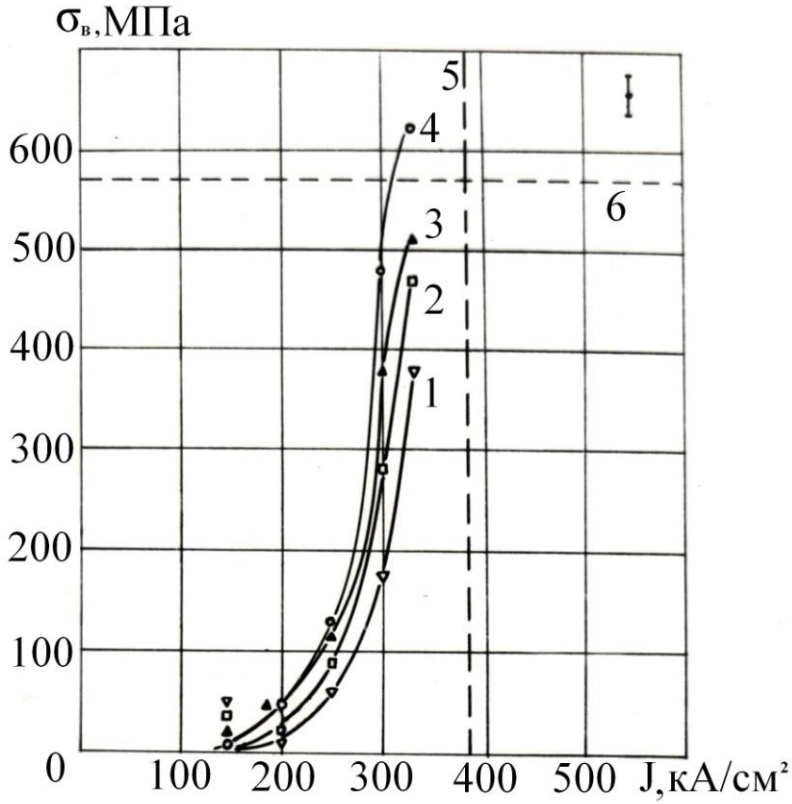


Взрыв контакта «стержень-плоскость», сталь 12Х18Н10Т

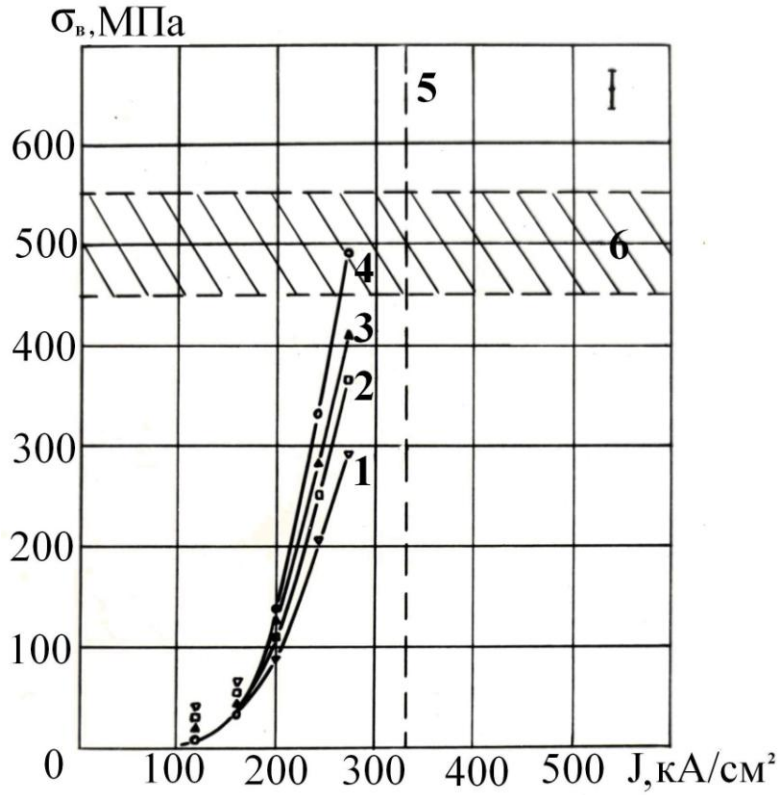


Стержень (диаметр 4 мм),
диск (диаметр 25 мм, толщина 2,5 мм)

Зависимость предела прочности соединений стали 12Х18Н10Т от амплитуды плотности тока

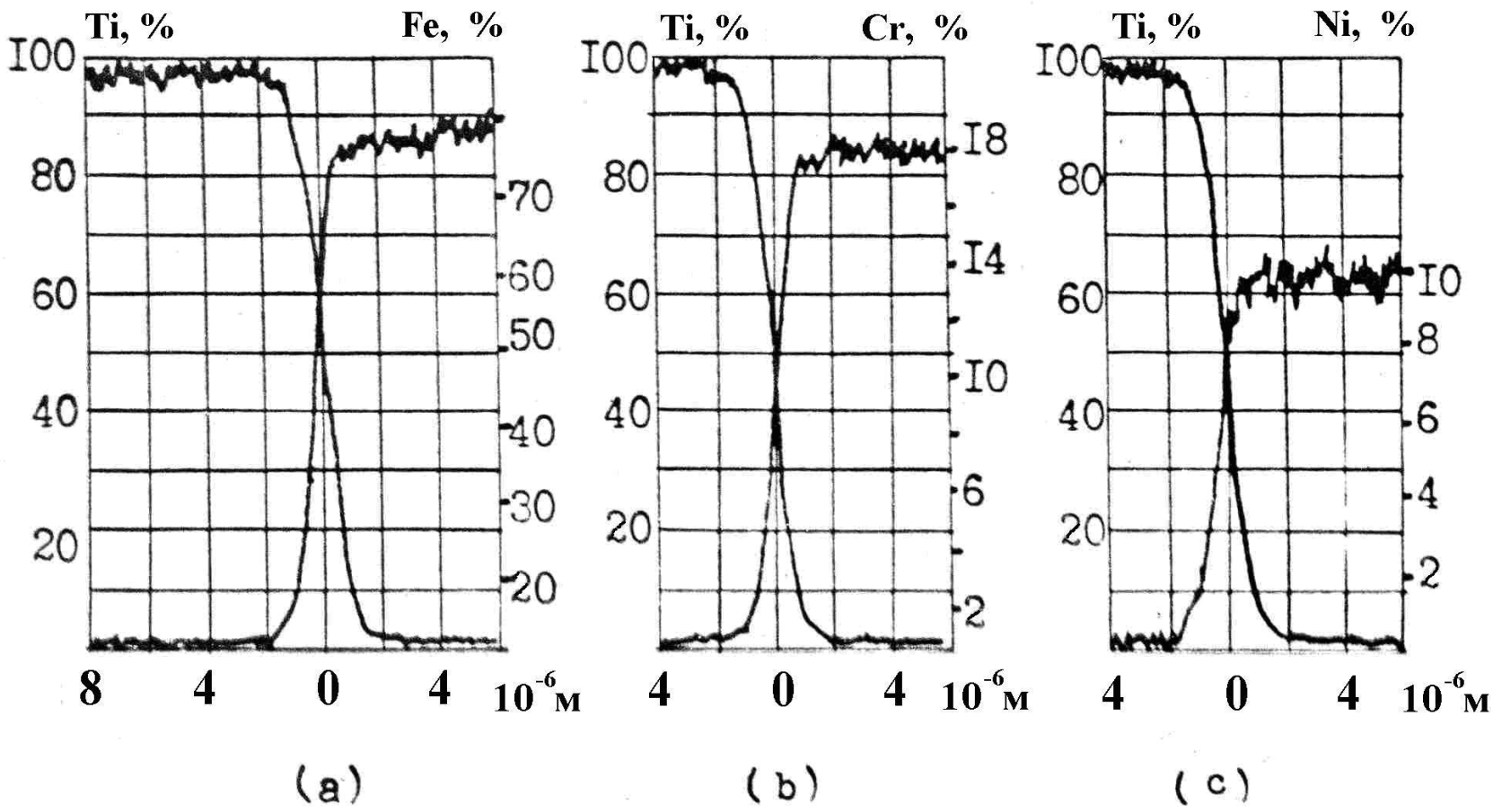


Зависимость предела прочности соединений титана ВТ1-0 от амплитуды плотности тока

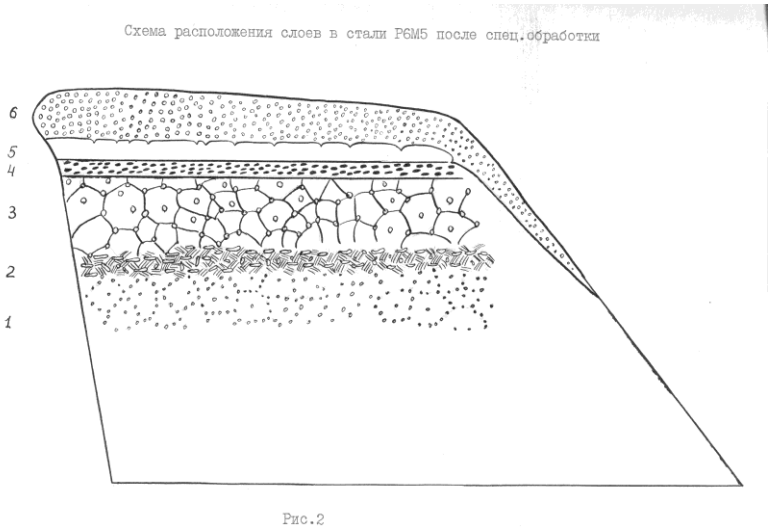


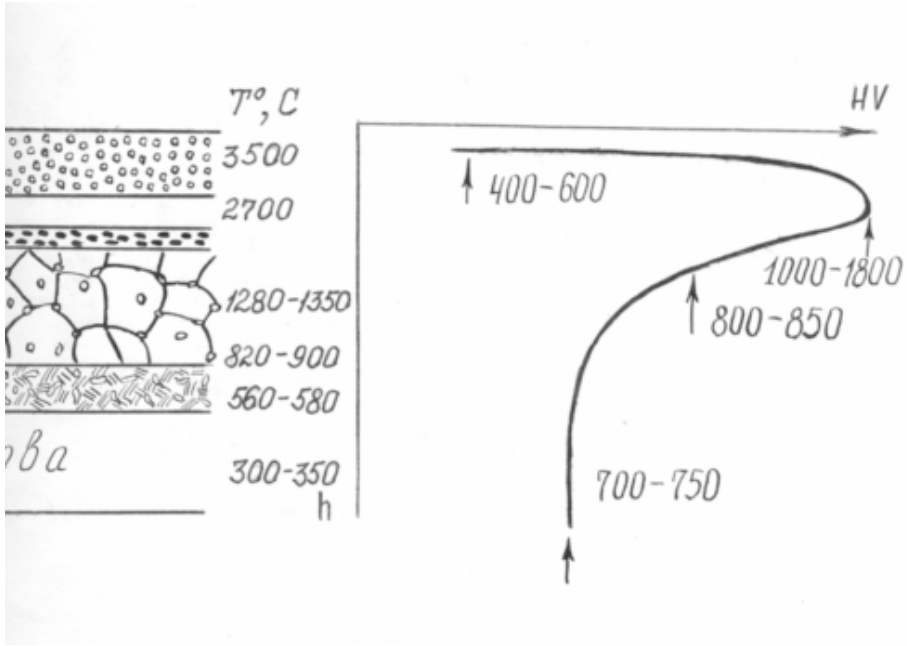
Номер кривой	1	2	3	4
Давление, МПа	730 ± 30	530 ± 30	170 ± 10	340 ± 20

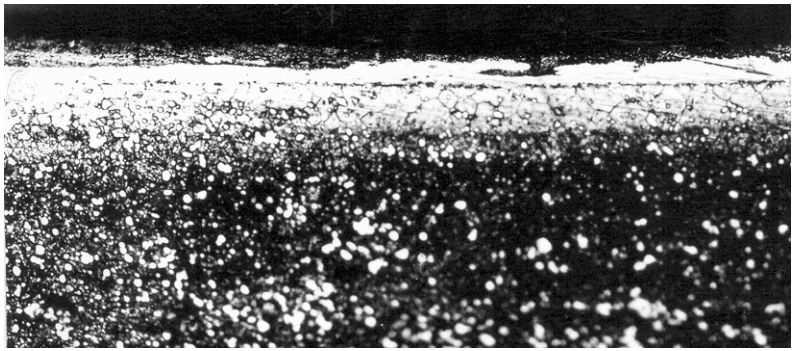
Распределение элементов в зоне соединения Ti и стали 12Х18Н10Т

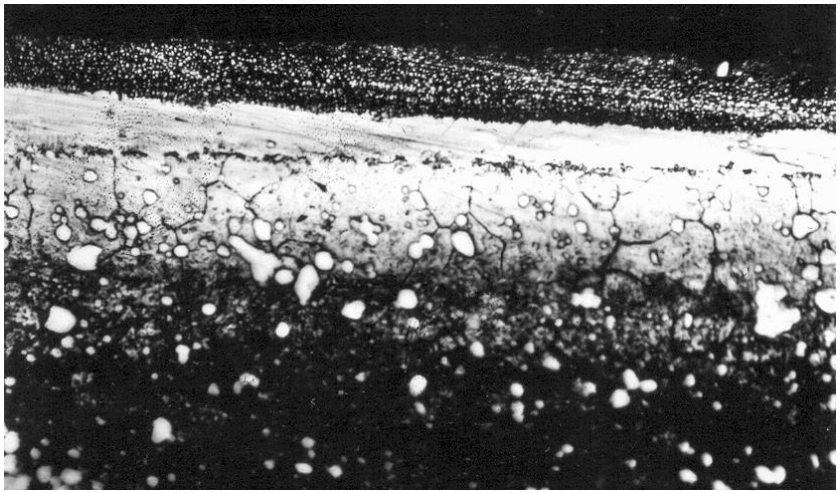


Покрытие поверхности быстрорежущей стали Р6М5 продуктами электрического взрыва ВК8







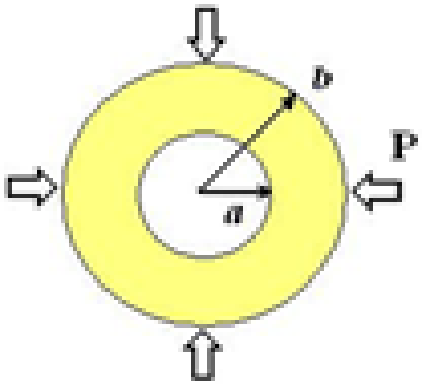


"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

1. История развития метода ЭИП - ВЭК
2. Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ЭИП – ВЭК
3. Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием
4. Процессы на контактах между частицами порошка
5. **Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор**
6. Электро - тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения
7. Направление дальнейших исследований

Модель CARROLL'а-HOLT'а для порошкового материала:



P – давление прессования;

a - радиус пор в материале;

a_0 – начальный радиус пор;

$\alpha = b^3/(b^3 - a^3)$

Безразмерные параметры характеризующие процесс захлопывания пор:

$$R = \frac{a}{\nu}\sqrt{\frac{P}{\rho}}, \qquad \beta = \frac{\sigma_T}{P} \qquad \alpha = \frac{\rho}{\rho_0};$$

$\beta = 0$ – захлопывание полости в вязкой жидкости;

$R = 0$ - захлопывание поры в идеально-пластичном материале;

$\beta = 0$ и $R = 0$ – соответствует захлопыванию полости в идеальной жидкости (задача Рэлея: при $a \to 0$ $d \sim a^{-3/2}$).

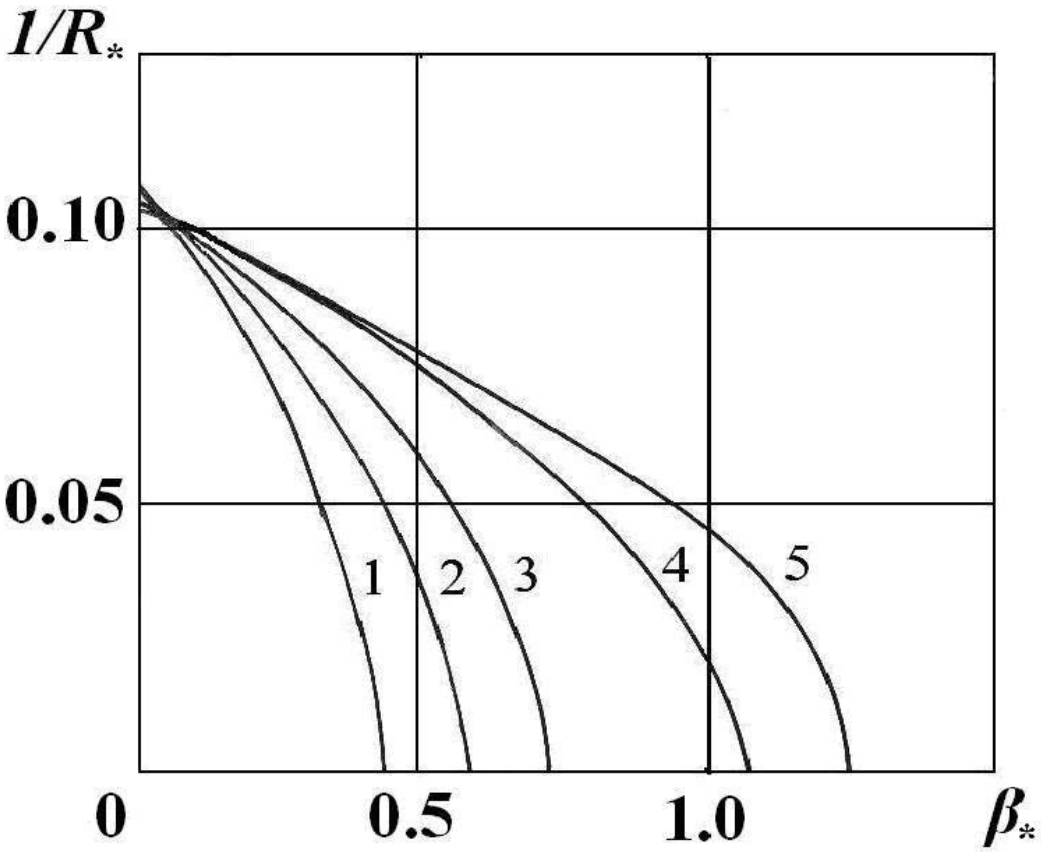
Безразмерные параметры *R*, *β*, характеризующие процесс уплотнения при ВЭК:

(вязко-пластическая модель материала)

$$R = \frac{a}{\nu}\sqrt{\frac{P}{\rho}}, \qquad \beta = \frac{\sigma_T}{P}, \qquad \Pi = (1 - \rho_0/\rho) * 100\%$$

a – начальный размер пор, ν – вязкость материала порошка,
P – давление на порошок, σ_T – предел текучести материала,
Π – начальная пористость порошкового образца,
(ρ – теоретическая плотность, ρ_0 – начальная плотность)

Диаграмма оптимальных значений безразмерных параметров R_*, β_* процесса ВЭК:



1 - *П* = 9%,

2 - *П* = 20%,

3 - *П* = 30%,

4 - *П* = 50%,

5 - *П* = 57%

"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

1. История развития метода ЭИП - ВЭК
2. Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ЭИП – ВЭК
3. Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием
4. Процессы на контактах между частицами порошка
5. Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор
6. **Электро - тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения**
7. Направление дальнейших исследований

Временные масштабы процессов при ВЭК:

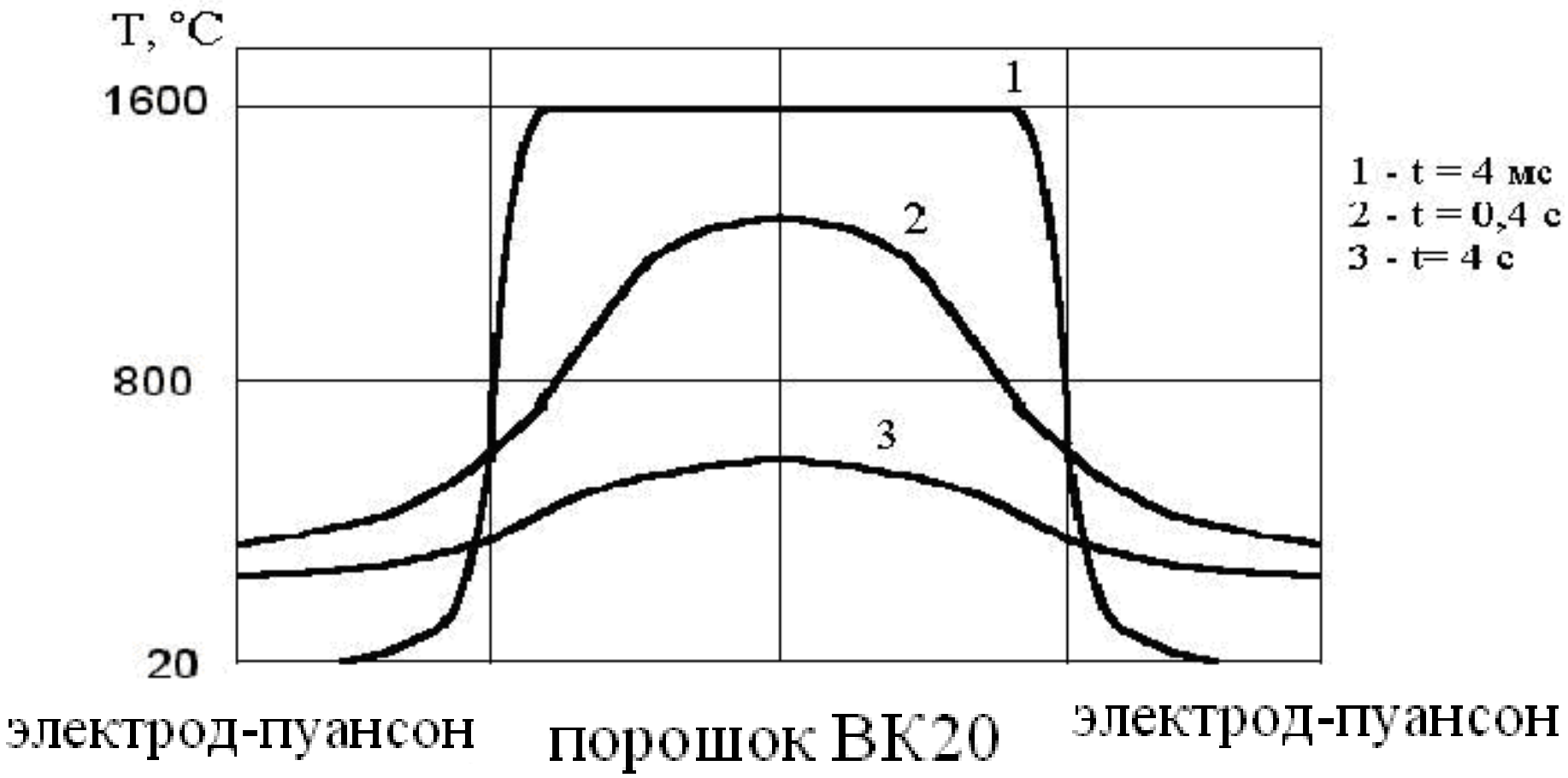
$$\tau_0 < \tau_1 << \tau_2$$

$\tau_0 < 10^{-3}$ **s** - время ввода энергии в образец,

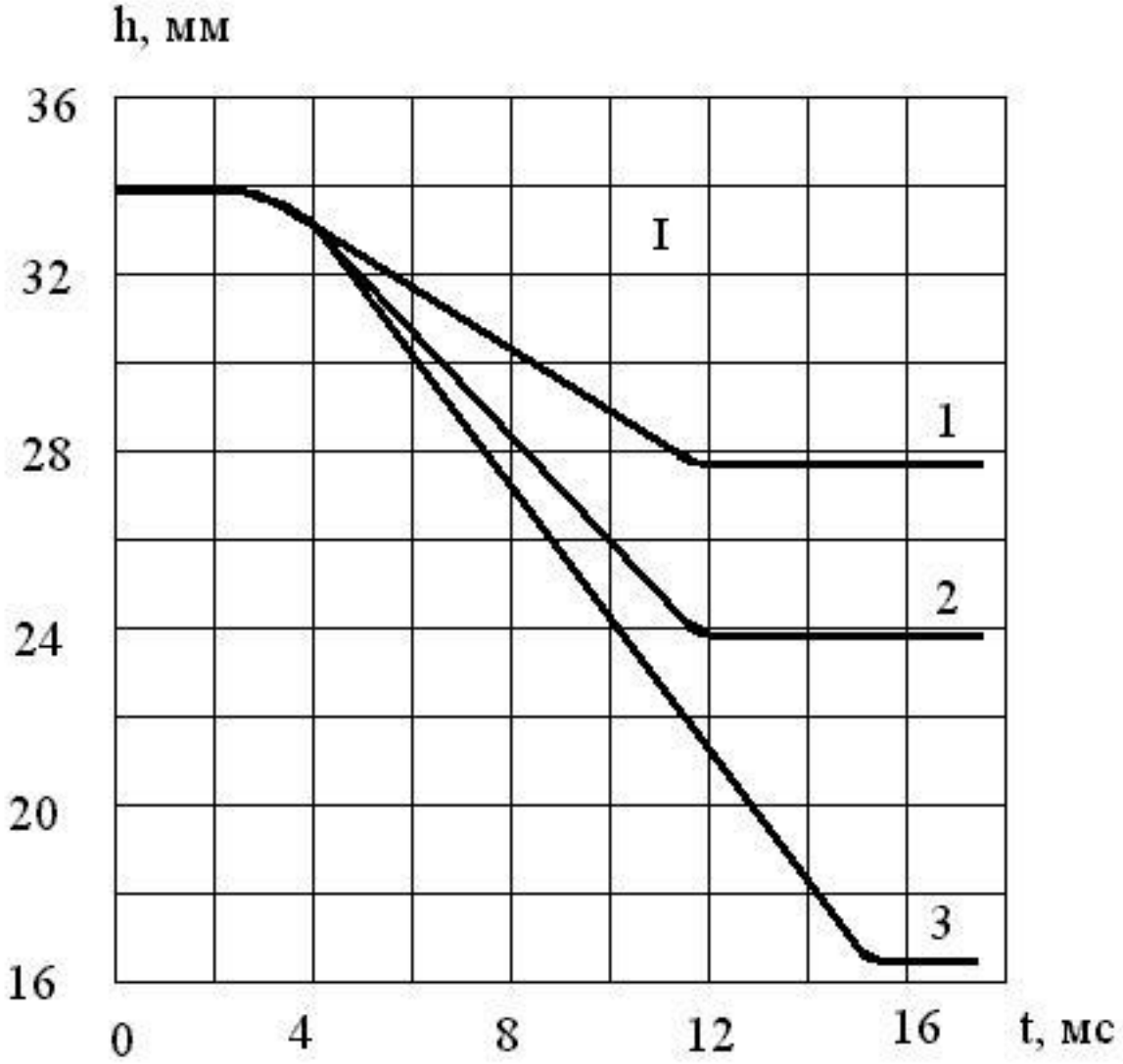
$2 \times 10^{-3} < \tau_1 < 2 \times 10^{-2}$ **s** - время консолидации образца за счет пластической деформации,

$\tau_2 \geq 2.5$ **s** – время охлаждения образца

Распределение температуры вдоль оси консолидируемого образца



Кинетика уплотнения образца при ВЭК (P=106 MPa)

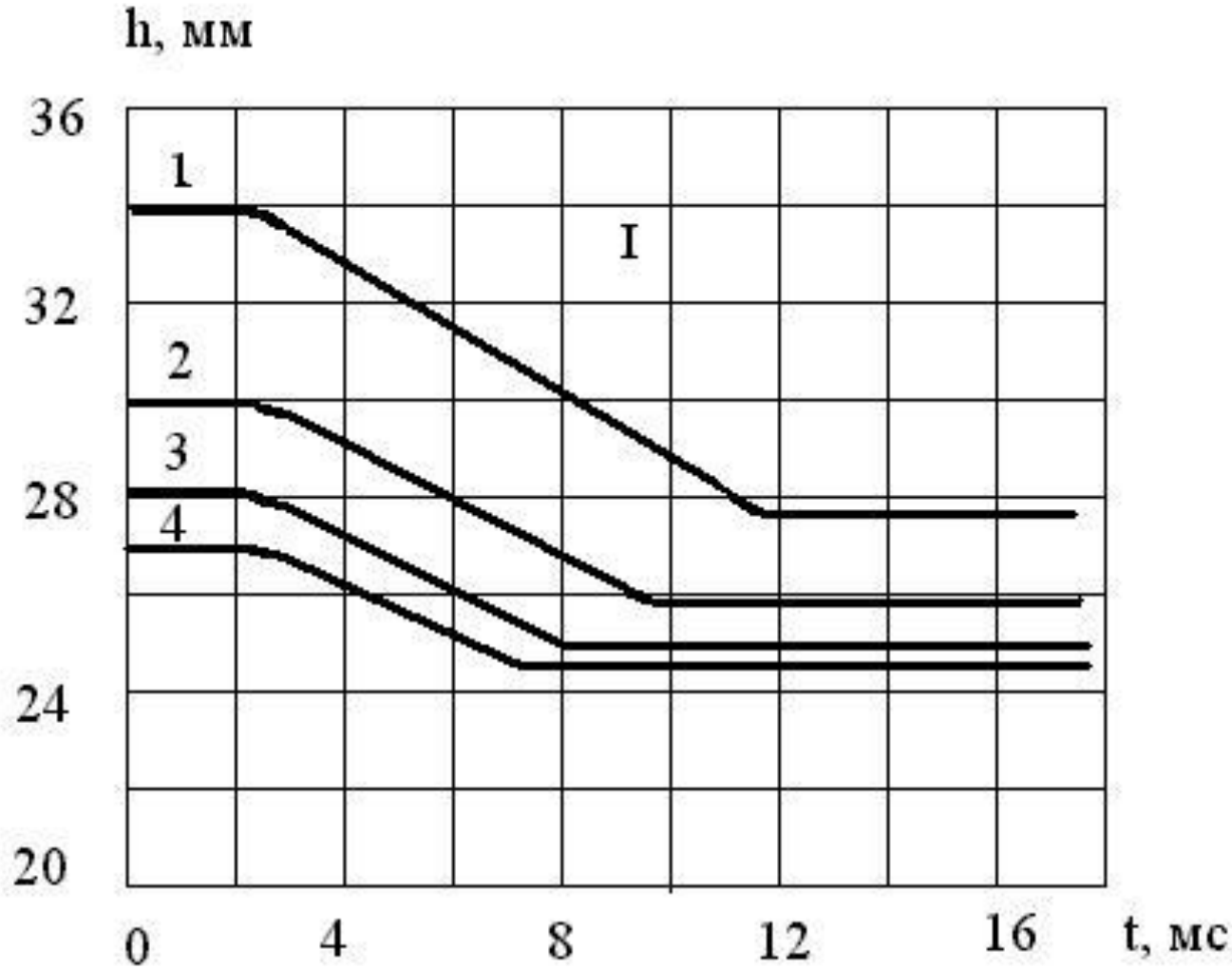


1 – 156 kA/см^2

2 – 195 kA/см^2

3 – 234 kA/см^2

Кинетика уплотнения образца при ВЭК (J_0=156 кА/см^2)



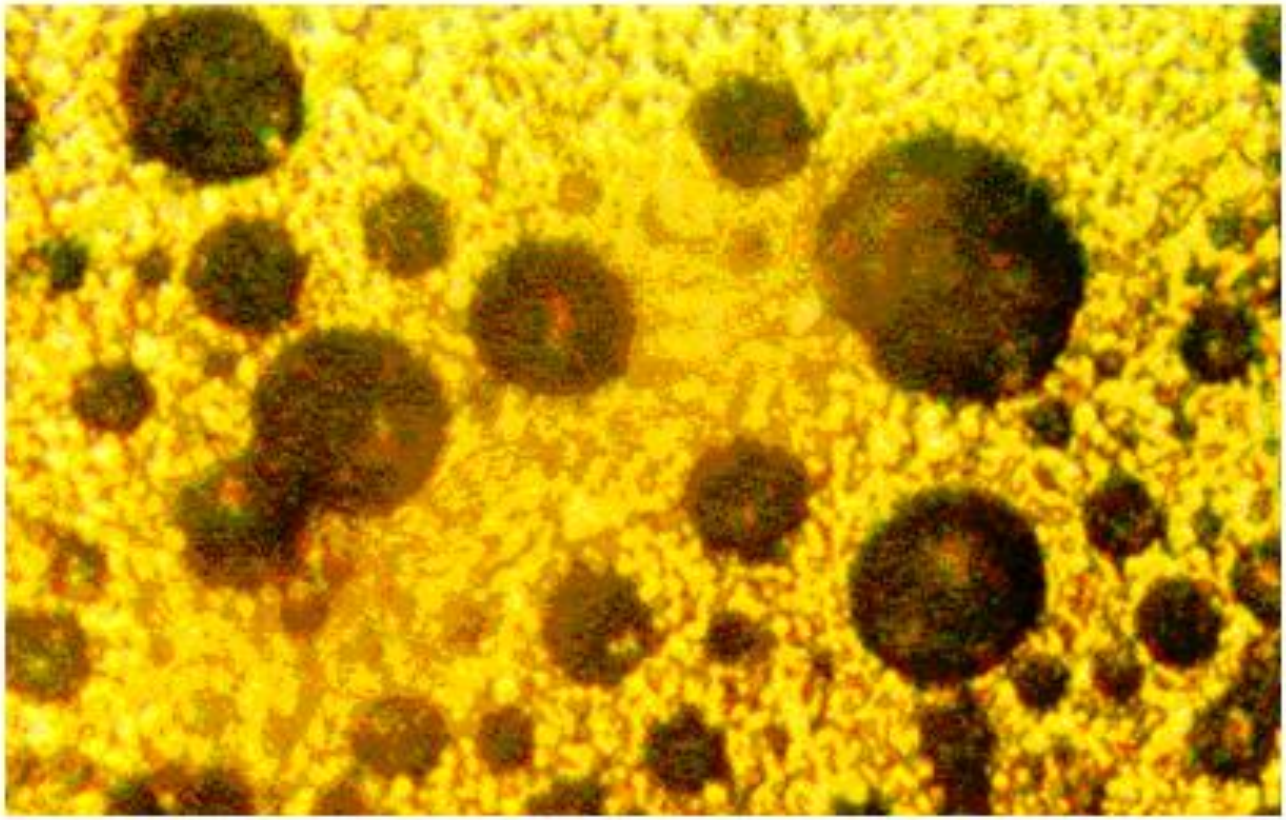
1 – 106 МПа,

2 – 176 МПа,

3 – 247 МПа,

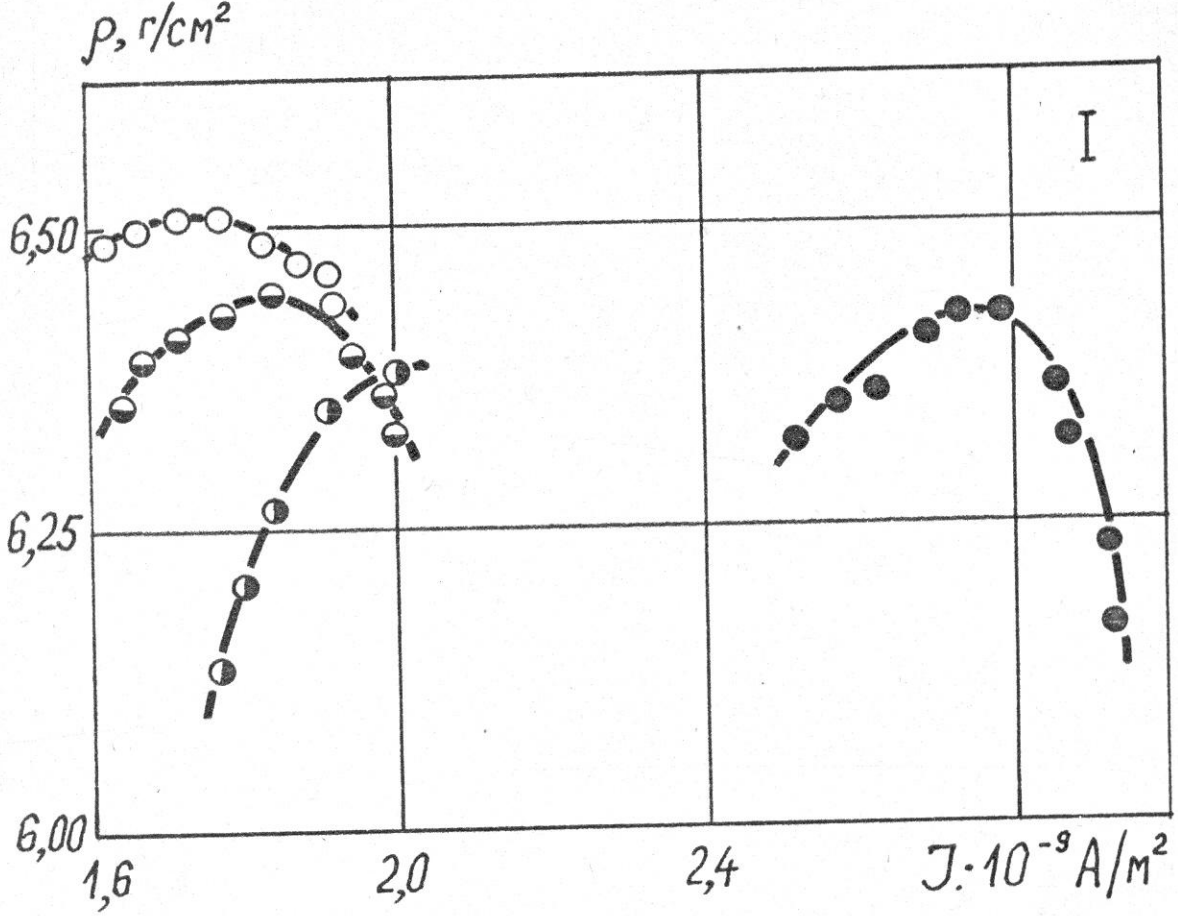
4 – 282 МПа

Плотность образца (ВК10) при ВЭК (Р=200 МПа)



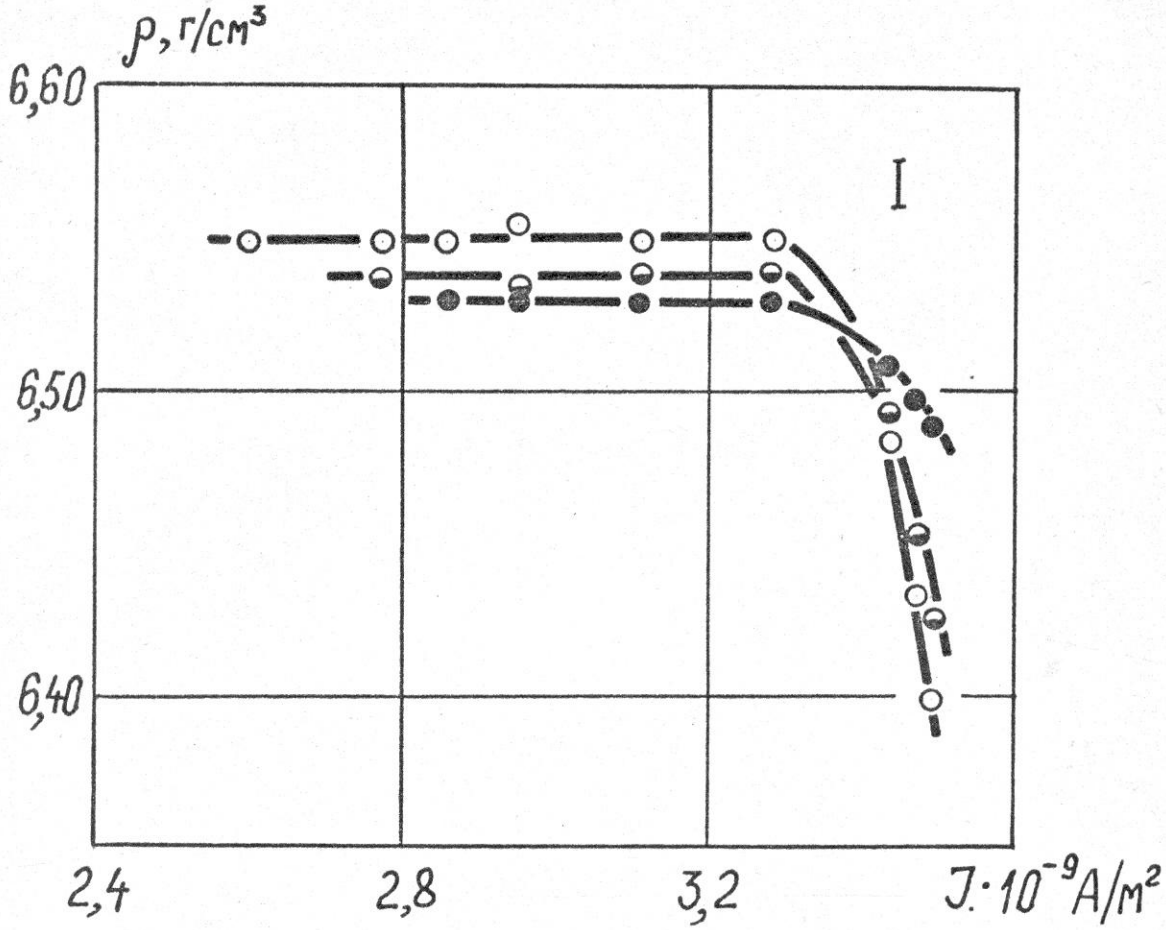
x1000

Микроструктура сплава ВК20, сформированного методом ЭИП на кумулятивных режимах.



Зависимость плотности изделий из электролитического сплава Zr+I,5%Nb, полученных электроимпульсным прессованием, от плотности тока через засыпку порошка при различных значениях давления подпрессовки.

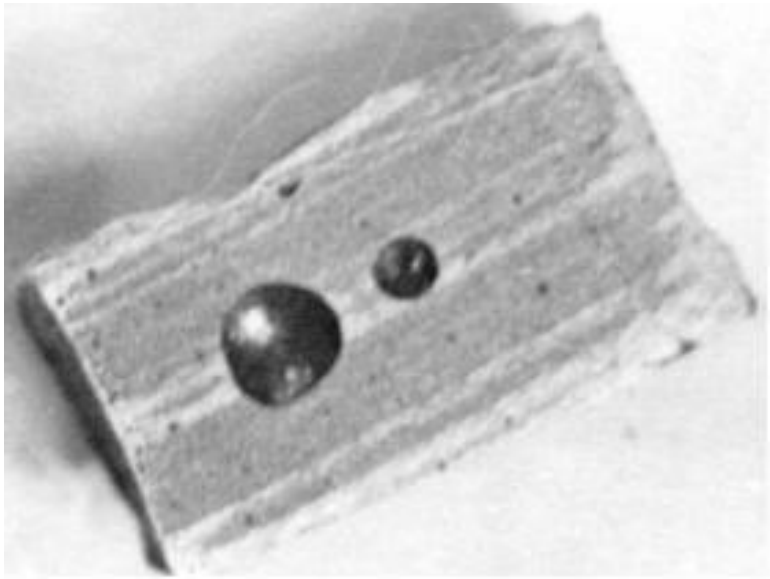
○ – диаметр изделия d=I5 мм, давление P=I,90·I0^8 Па
◒ – диаметр изделия d=I5 мм, давление P=I,65·I0^8 Па
◐ – диаметр изделия d=I5 мм, давление P=I,08·I0^8 Па
● – диаметр изделия d=I0 мм, давление P=3,07·I0^8 Па



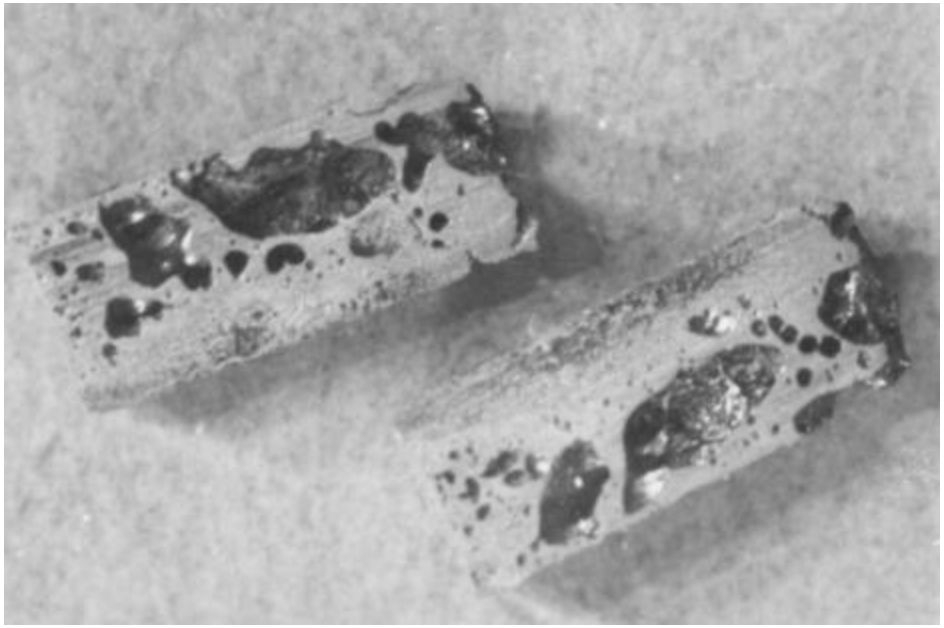
Зависимость плотности изделий из сплава ЭII0 (Zr+I%NB), полученных электроимпульсным прессованием, от плотности тока через засыпку порошка при различных значениях давления подпрессовки. Диаметр изделий d =I0 мм.

○ - давление P=2,5 I0^8 Па
◒ - давление P=3,5 I0^8 Па

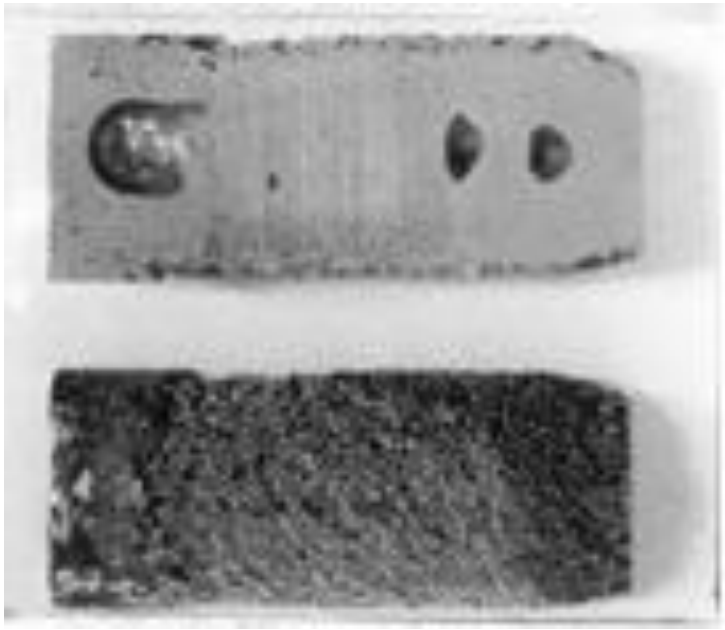
Макроструктуры образцов после ВЭК при параметрах импульсного воздействия, превышающих оптимальные значения:

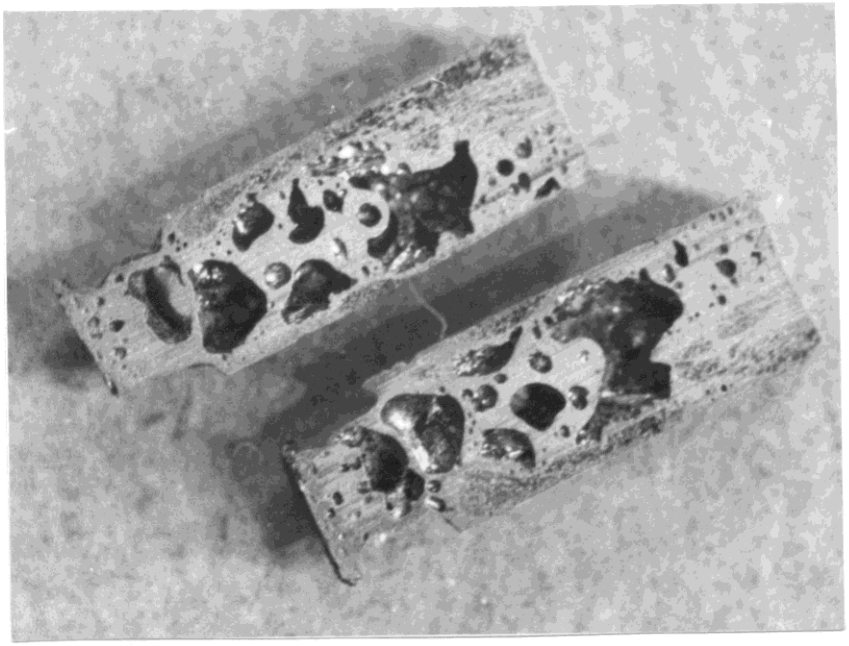


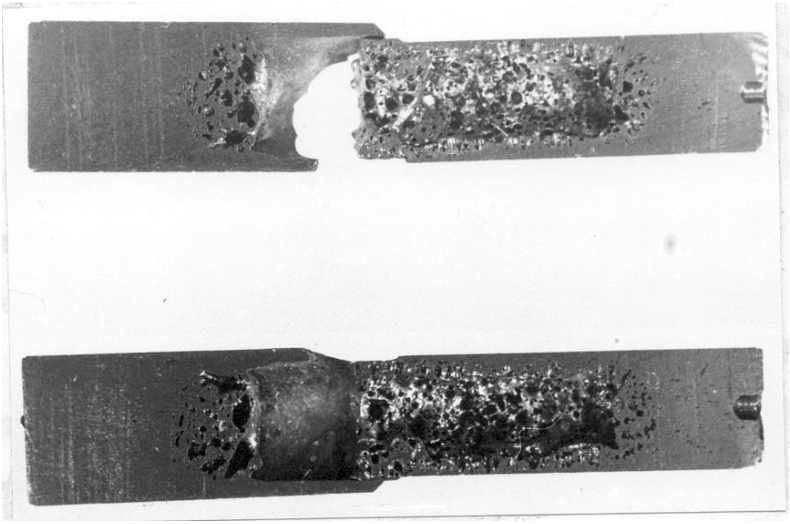
Порошок тантала

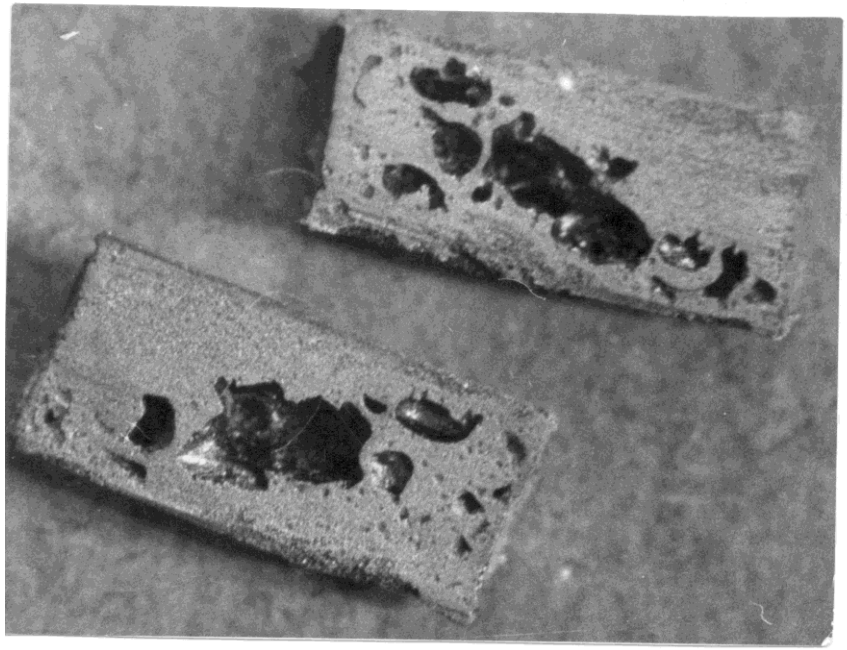


Порошок электролитического циркония



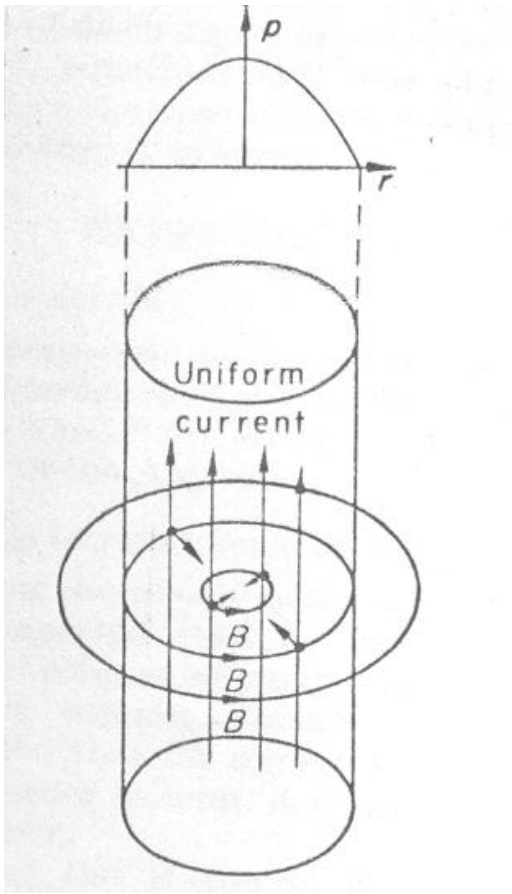




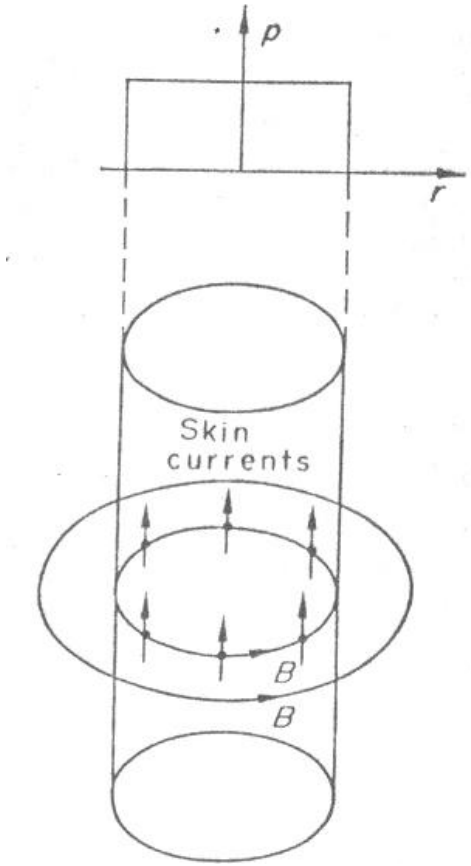


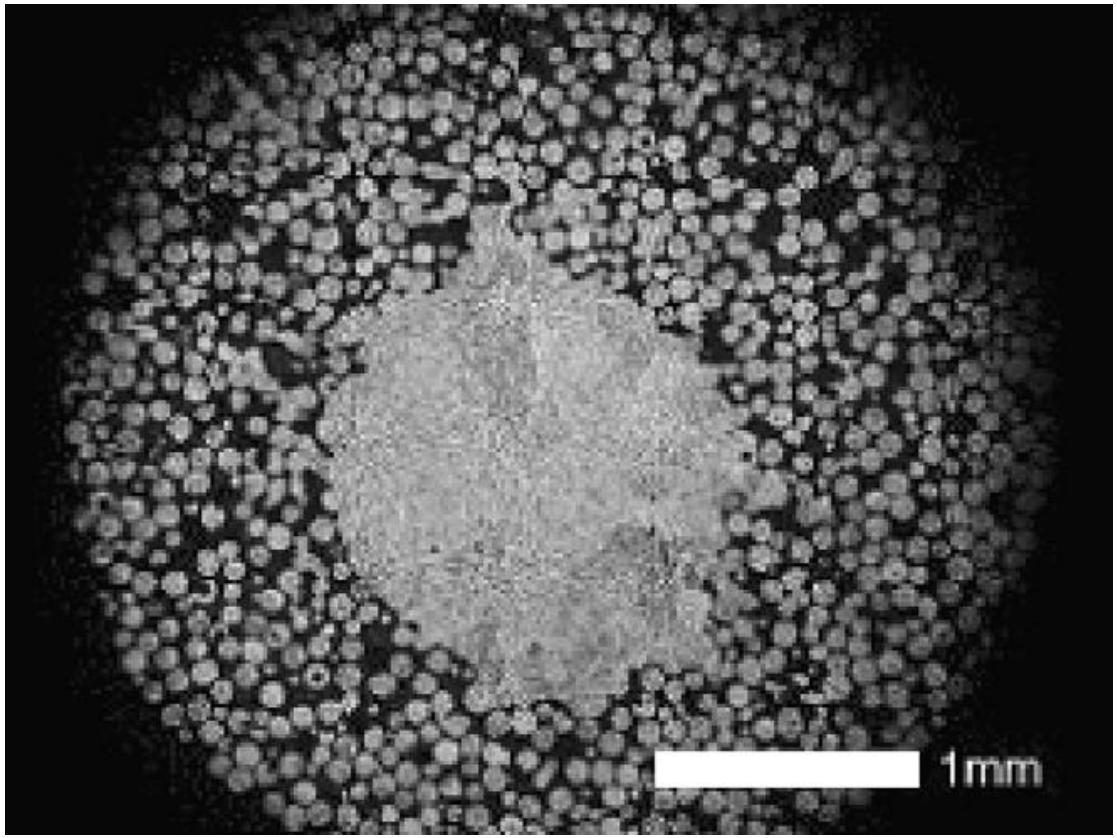
Магнитное давление в образце

Однородная плотность тока



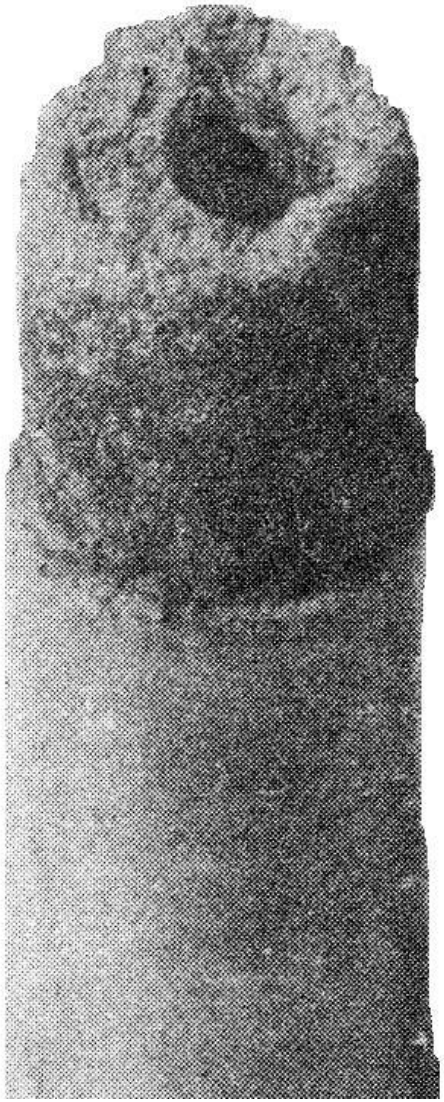
Сильный скин-эффект

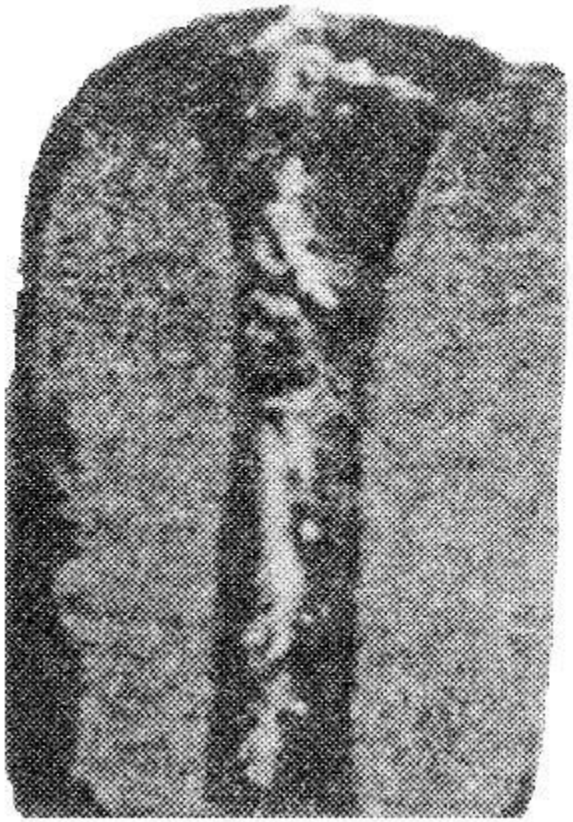




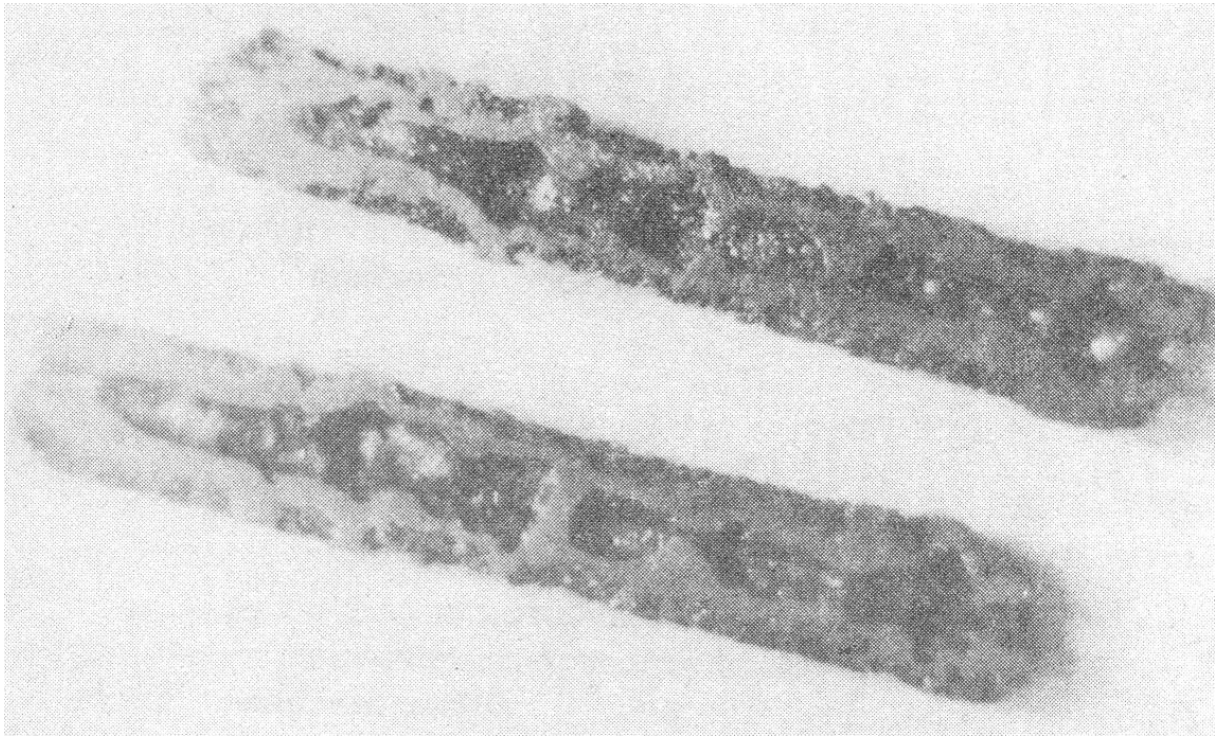
Типичное литое ядро в центре титанового образца

Образование центрального канала, порошок ПЖ2М3:

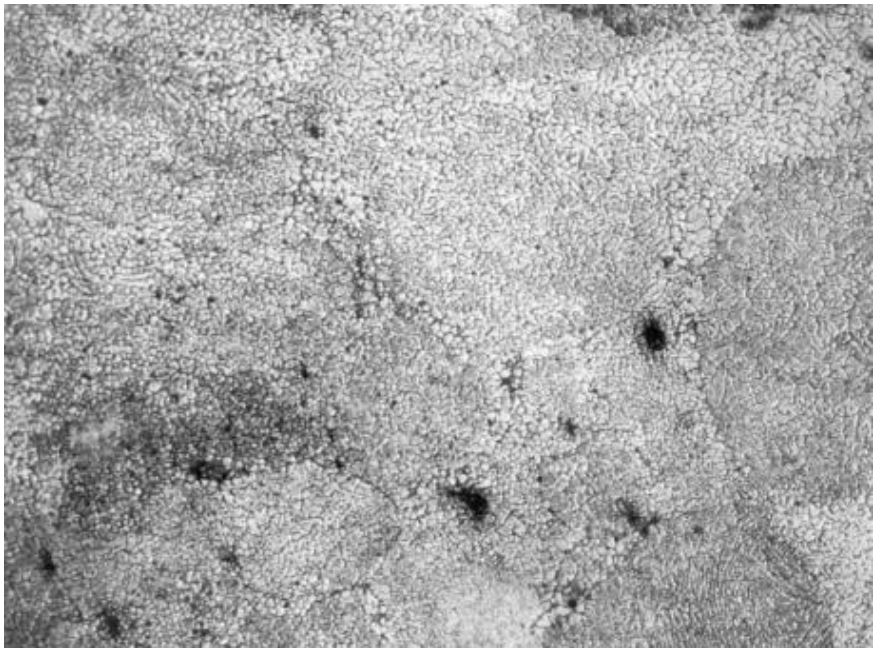


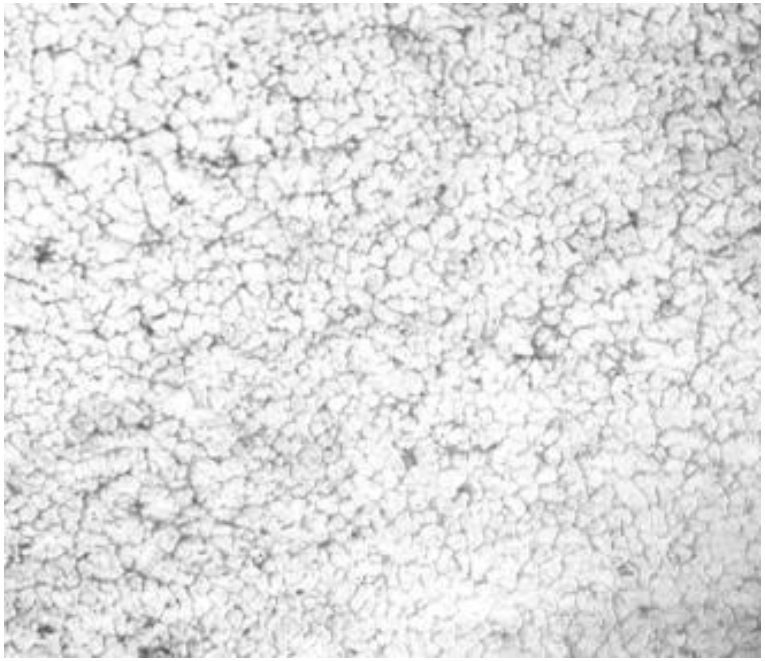


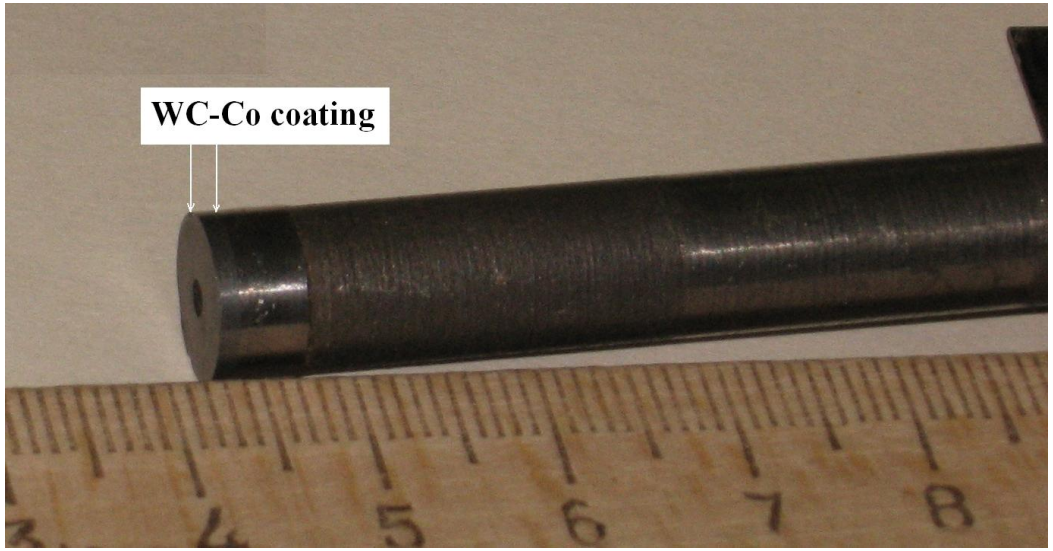
«Сосисочная» неустойчивость, порошок ПЖ2М3:



$$\frac{\mu_0 j_0^2 r_0^2}{\rho_0}\left|\frac{\partial \rho}{\partial P}\right| + \frac{J_0^2 r_0^2}{\varkappa}\left|\frac{\partial \rho}{\partial T}\right| \leq \alpha_1^2 + \pi^2\left(\frac{r_0}{d}\right)^2 m^2 \quad (m = 1, 2 \ldots).$$






WC-Co coating
5
6
7
8

Электроимпульсная технология способна:

1. Создавать изделия из порошков компактных материалов и изделий с уникальными свойствами (плотность, пористость, структура, свойства, состав композиции), недостижимыми с помощью других методов.

2. Изготавливать композиционный твердосплавный алмазосодержащий инструмент.

3. Наносить твердосплавные покрытия на рабочую поверхность лезвийного и штампового инструмента.

4. Получать высокопрочные герметичные сварные соединения.

5. Упрочнять материалы и т. д…

"Опыт, сын ошибок трудных" (А.С. Пушкин)

Краткое содержание

1. История развития метода ЭИП - ВЭК
2. Принципиальная схема, аппаратура, существенные характеристики ЭИП – ВЭК
3. Методы исследования: эксперимент совместно с математическим (компьютерным) моделированием
4. Процессы на контактах между частицами порошка
5. Процессы деформации частиц и кинетика схлопывания межчастичных пор
6. Электро - тепловые процессы в образце и кинетика уплотнения
7. **Направление дальнейших исследований**

Направления исследований:

1. Развитие континуального подхода для описания процессов ВЭК.

2. Построение общих моделей с учетом особенностей процессов спарк-плазменного спекания и высоковольтной консолидации порошков.

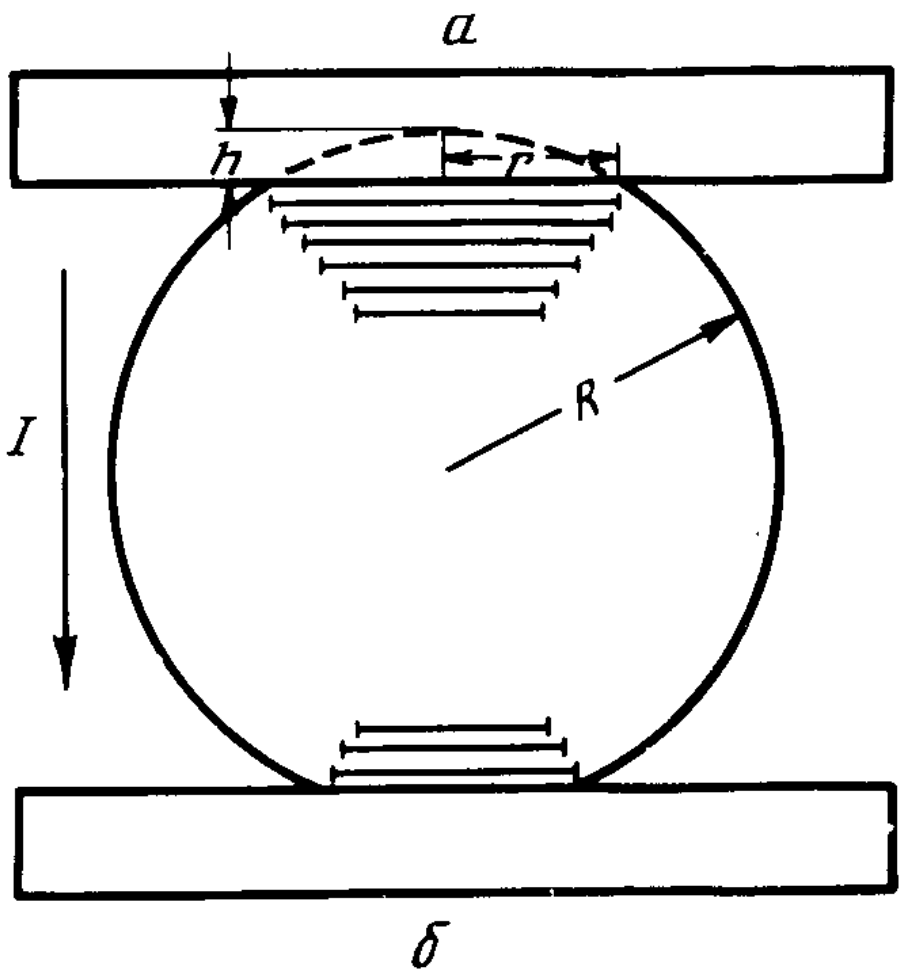
3. Дальнейшее исследование зависимости сопротивления порошков от прикладываемого давления, температуры и влияние атмосферы.

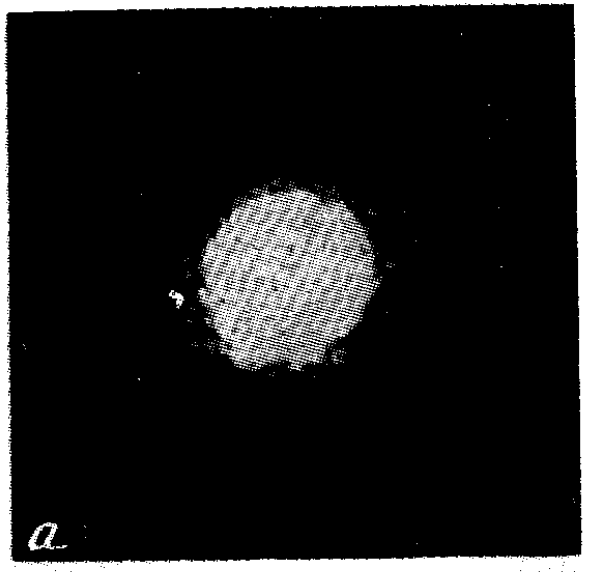
4. Исследование процессов в межчастичных контактах.

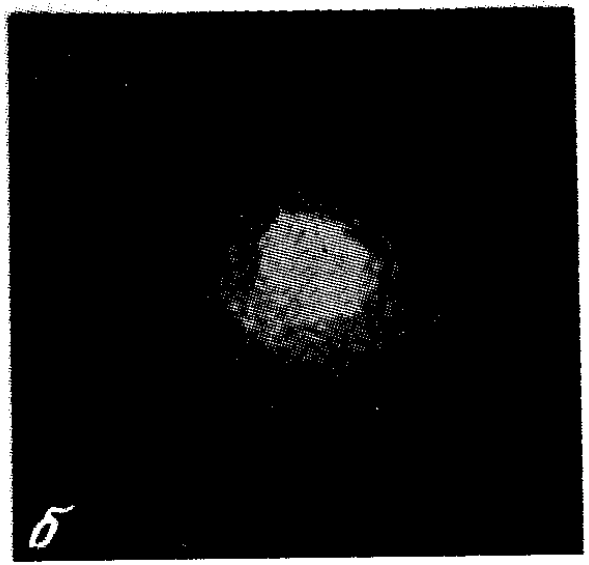
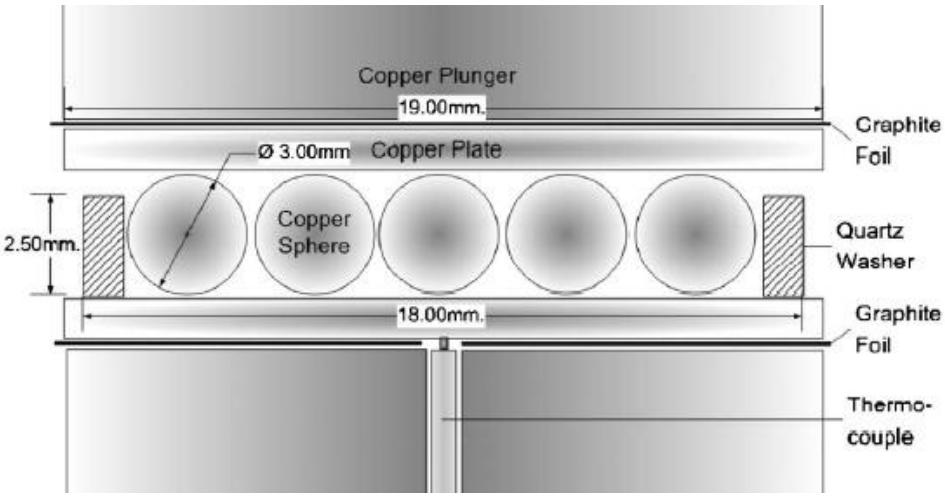
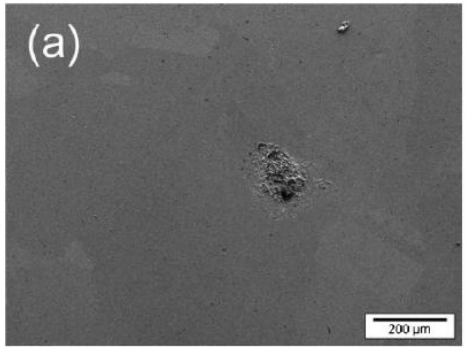
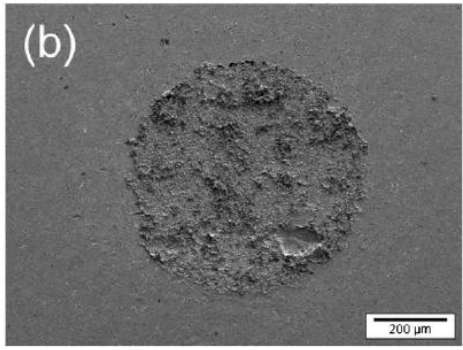
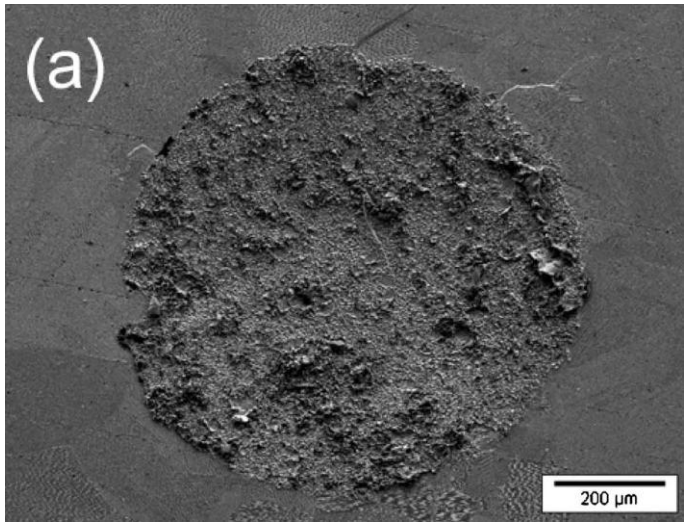
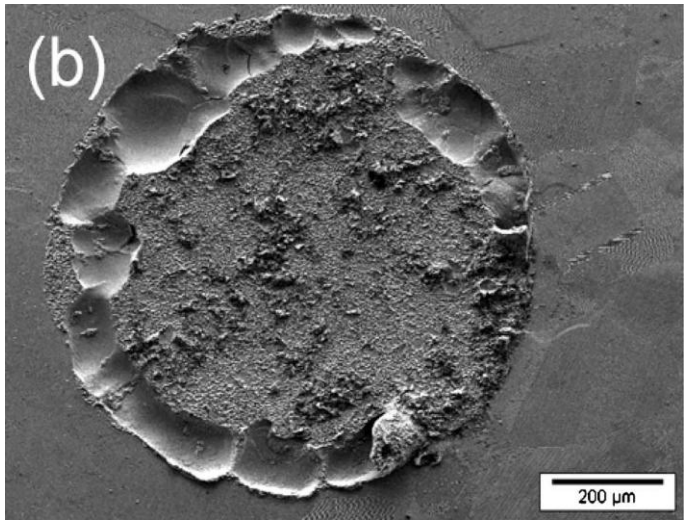
5. Разработка технологии, использующей совместно высоковольтную консолидацию с магнитно-импульсным воздействием на порошок.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ОБНАРУЖЕНИЕ УВЕЛИЧЕНИЯ ДИСЛОКАЦИЙ ЭЛЕКТРОННЫМ ВЕТРОМ В МЕТАЛЛАХ

Ю.И.Бойко, Я.Е.Гегузин, Ю.И.Клинчук







Моделирование процесса припекания сферических частиц к пластине