

УДК 537.621

Р.Б. Моргунов¹, Р.А. Валеев¹, А.А. Скворцов², Д.В. Королев¹,
В.П. Пискорский¹, Е.И. Куницына³, В.В. Кучеряев¹, О.В. Коплак³

МАГНИТОПЛАСТИЧЕСКИЙ И МАГНИТОМЕХАНИЧЕСКИЙ ЭФФЕКТЫ В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ С МАГНИТОСТРИКЦИОННЫМИ МИКРОВКЛЮЧЕНИЯМИ

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-3-13

Обсуждается влияние магнитного поля на механические свойства алюминиевых сплавов и эффекты магнитного последдействия. Обнаружены микровключения FeAl, создающие внутренние напряжения в алюминиевой матрице. Микронапряжения изменяют ползучесть, микротвердость и динамику дислокаций в магнитном поле. Сообщается также об обратном эффекте, который можно назвать магнитоэлектрическим или пьезомагнитным. Он заключается в увеличении коэрцитивной силы микровключений, вызванной пластической деформацией алюминия. Эти опыты показывают, что микровключения можно использовать в качестве сенсоров механических напряжений, с помощью которых можно измерять остаточные напряжения в материалах.

Ключевые слова: ползучесть, микротвердость, дислокации, магнитопластичность, магнитострикция.

R.B. Morgunov¹, R.A. Valeev¹, A.A. Skvortsov², D.V. Korolev¹,
V.P. Piskorskii¹, E.I. Kunitsyna³, V.V. Kucheryaev¹, O.V. Koplak³

MAGNETOPLASTIC AND MAGNETOMECHANIC EFFECTS IN ALUMINUM ALLOYS WITH MAGNETOSTRICTIVE MICRO INCLUSIONS

Effect of magnetic field on mechanical properties of aluminum alloys and magnetic after-effects are discussed. The FeAl microinclusions providing internal stresses in aluminum matrix were revealed. These stresses affect creep, microhardness and dislocation dynamics in magnetic field. The opposite effect, which can be called magnetomechanic or piezoelectric, is also reported. It consists in increasing the coercive force of microinclusions caused by plastic deformation of aluminum. These experiments show that microinclusions can be used as sensors of mechanical stresses, with the help of which residual stresses in materials can be measured.

Keywords: creep, microhardness, dislocation, magnetoplasticity, magnetostriction.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский политехнический университет» [Federal State Budgetary Institution of High Education «Moscow Polytechnic University»]; e-mail: mospolytech@mospolytech.ru

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем химической физики Российской академии наук [The Institute of Problems of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences]; e-mail: director@icp.ac.ru

Введение

Влияние магнитного поля на пластичность материалов (или магнитоэлектрический эффект) привлекает внимание специалистов довольно давно. Феноменология подобных явлений очень разнообразна и зависит от величины магнитного поля, типа материала и физических процессов, стимулированных магнитным полем в твердых телах.

Главной причиной повышенного интереса к этой теме является возможность оптимизации энергозатрат при обработке материалов магнитным полем. Присутствие постоянного магнитного поля при деформации металлов не требует источников энергии, однако способно изменять механические свойства последних. В настоящее время известно множество магнитопластических эффектов очень разной природы. Кратко упомянем те из них, которые могут быть использованы в процессе обработки материалов. В металлах (например, Nb) известны эффекты, связанные с изменением вязкости электронного газа при сверхпроводящем переходе в нормальное состояние под действием магнитного поля. Эти явления можно наблюдать только при низких температурах, несовместимых с производственными процессами обработки металлов. Широко распространены исследования влияния сильного магнитного поля величиной 15–30 Тл на ориентацию зерен в процессе роста поликристаллического алюминия. Изменение зеренной текстуры алюминия в постоянном магнитном поле, вызванное анизотропией магнитной восприимчивости зерен, влияет на все его остальные (в том числе и механические) свойства. Этот эффект наблюдается при температурах 500–600 К, однако требует дорогих и сложных в обслуживании сверхпроводящих магнитов, плохо совместимых с производственным процессом. Следует отметить, что значительные эффекты в улучшении свойств «немагнитных» металлов и сталей, создаваемых в магнитном поле, достигнуты благодаря использованию сверхпроводящих магнитов и обеспечивают государственный заказ для научно-производственных лабораторий в Гренобле (Франция). Имеется внушительная лаборатория сверхсильных магнитных полей, обеспечивающая производственную необходимость в создании материалов с улучшенными свойствами в постоянном магнитном поле величиной до 45 Тл.

В полярных полимерах магнитное поле величиной 1–20 Тл влияет на термоактивированное вращение электрически заряженных боковых групп. Это вращение «размораживается» при температурах выше температуры стеклования и приводит к тому, что магнитное поле создает достаточную силу Лоренца, изменяющую динамику боковых групп. До настоящего времени не установлено, каким образом это влияет на пластичность полимеров, хотя сами эффекты такого типа и их исчезновение ниже температуры стеклования или при использовании неполярных полимеров – достоверно установленные факты.

Из сказанного следует, что влияние магнитного поля на пластичность твердых тел является многообразной группой явлений [1–11], а не единичным случаем, сводящимся к одному физическому механизму влияния поля. Установлены физические принципы нескольких магнитопластических эффектов (МПЭ), получивших признанное доказательное объяснение. К ним можно отнести МПЭ, связанные с переходом между сверхпроводящим и нормальным состоянием металлов; вызванные изменением спинового состояния пар структурных дефектов в процессе их миграции в кристаллической решетке, а также вызванные анизотропией магнитной восприимчивости зерен и процессом их анизотропного роста в магнитном поле и др. Однако экспериментально обнаруживаются все новые МПЭ, которые отнюдь не сводятся к упомянутым явлениям. Одной из причин влияния магнитного поля на пластичность, а также мощным средством управления пластичностью могут быть нано- и микроскопические ферромагнитные включения (ФВ) в твердых телах. Этот тип МПЭ нельзя назвать новым, однако он безусловно относится к малоизученным. Силовое действие поля на ФВ и их магнотрикция способны создавать внутренние механические напряжения вокруг включений в магнитном поле и влиять на пластичность образца, в котором они содержатся. Такие материалы можно создавать преднамеренно, как вид магнитоуправляемых композиционных материалов, но чаще ФВ возникают случайно в процессе обработки материалов.

Например, предварительные исследования показывают, что не удастся найти ни одного промышленного типа алюминия, который бы не демонстрировал наличие магнитного гистерезиса, доказывающего присутствие ферромагнитных частиц. Таким образом, МПЭ, связанный с ФВ, является весьма универсальным и может встречаться в самых разных твердых телах. Существует множество работ, где авторы бездоказательно склоняются к спин-зависимому типу магнитоэластического эффекта в парах дефектов, игнорируя рассмотрение причин, связанных с наличием ФВ. Может показаться, что физика МПЭ, связанная с ФВ, проста и не представляет фундаментального интереса. Однако простые оценки механических напряжений, создаваемых магнитоупругостью или вращающим моментом, вызванным анизотропией ФВ, часто показывают недостаточность величины этих напряжений для создания в твердых телах остаточных изменений и непонимание причин влияния включений на пластичность. В большинстве случаев неясна даже природа включений, их химический состав, магнитные свойства и физические механизмы, приводящие к изменению пластичности материалов с ФВ. Поэтому развитие экспериментальной базы, самих подходов к нано- и микротехнологиям и исследованию ФВ на данном этапе принесет много информации, которую невозможно было получить тогда, когда о роли ФВ в магнитоэластичности задумались впервые. Существует и обратный эффект – влияние внутренних напряжений на магнитные свойства включений, который может быть пригоден для развития методов определения и картирования этих напряжений.

Таким образом, интерес к проблеме магнитоэластичности и магнитомеханическому эффекту связан со следующими причинами:

- возможностью переноса методов и знаний из физики магнитных наночастиц в физику прочности и пластичности для создания новых типов композитных материалов, управляемых магнитным полем;
- возможностью создания эффективных локальных наноисточников механических напряжений и магнитоуправляемых дислокационных препятствий, исследование которых приведет к пониманию связи между макроскопической пластичностью и магнитоуправляемой динамикой нано- и микродефектов;
- использованием ферромагнитных включений для определения внутренних напряжений;
- возможным применением полученных знаний для широкой группы твердых тел (от полимеров, немагнитных сплавов до ферромагнетиков со сложным фазовым составом);
- наличием нескольких возможных путей создания микронапряжений в области ФВ (в неоднородном и однородном поле, в постоянном, импульсном и переменном поле в зависимости от временных интервалов процессов, сопровождающих МПЭ и др.);
- возможностью преднамеренного введения и оптимизации свойств нано- и микровключений для максимально эффективного управления пластичностью материалов в магнитном поле.
- возможностью сформулировать признаки той группы магнитоэластических эффектов, которая связана с ФВ, отделив их от прочих механизмов влияния магнитного поля на пластичность твердых тел;
- полученные результаты могут стать основой новой технологии энергосбережения во всех процессах, где необходимую термическую обработку, обычно используемую для пластификации или упрочнения сплавов, можно заменить на магнитную обработку.

В данной статье рассмотрен такой тип МПЭ, который не требует не только дополнительной энергии, но и магнитного поля в процессе механической обработки алюминия потому, что магнитное поле воздействует на микровключения и оставляет вокруг них пластически деформированные зоны после извлечения образца из поля. Это

означает, что для практического применения этого МПЭ не требуются модификация устройств механической обработки сплавов и их сопряжение с магнитом. Как будет показано далее, этот эффект связан с пластификацией алюминия, вызванной генерированием свежих дислокаций вокруг ферромагнитных микровключений. Последние при помещении в магнитное поле увеличиваются в размерах (магнитострикция) и создают локальные механические напряжения, превышающие предел текучести алюминия. Магнитострикционные эффекты не требуют высоких магнитных полей, проявляясь до магнитного насыщения включений. Поэтому использование таких эффектов нуждается лишь в наличии постоянных (не сверхпроводящих) магнитов, разработка которых успешно реализуется в ВИАМ [12–15]. Эти эффекты легко обнаруживаются при комнатной температуре и не требуют криогенного оборудования, поэтому цель данной работы заключалась в создании экспериментальных условий для систематического исследования роли магнитострикционных микровключений в МПЭ, наблюдаемом в алюминиевом сплаве в сравнительно невысоких магнитных полях (до 1 Тл) и при температурах, близких к комнатной. Кроме того, целью было также исследование самих включений, их магнитных свойств, структуры, морфологии и химического состава для установления магнитострикционных свойств.

Материалы и методы

Методика экспериментов и аттестация образцов

В опытах использованы образцы, имеющие химический состав, установленный с помощью энергодисперсионного анализа. В табл. 1 указано как среднее значение атомных концентраций элементов в матрице, так и в микровключениях. Из этих данных следует, что матрица содержала небольшое количество диспергированной примеси железа, в то время как во включениях его атомная концентрация близка к концентрации алюминия и отвечала химическому составу сплава, из которого состоят микровключения FeAl.

Таблица 1

Химический состав матрицы и включения по данным энергодисперсионного анализа

Элемент	Содержание элементов, % (атомн.)	
	в матрице	в микровключении
O	29,7	10,1
Al	69,7	43,5
Fe	0,5	41,3
Si	0	2,4
Mn	0,9	2,7

Изображение микровключений средним размером 2–3 мкм получено с помощью просвечивающей электронной микроскопии (рис. 1, а). Микровключения видны как светлые вытянутые в одном направлении объекты, ориентация которых, очевидно, задана в процессе проката алюминия. На рис. 1, б показано электронно-микроскопическое изображение того же образца после деформирования при постоянной нагрузке. Появившиеся темные объекты соответствуют порам, образовавшимся при ползучести. Концентрация пор на границе зерен произвела эффект декорирования, так что стали видны границы зерен и зеренная структура алюминия (рис. 1, б).

В опытах по исследованию механических свойств использованы плоские алюминиевые образцы, деформируемая часть которых имела ширину 3 мм, исходную длину $l_0=80$ мм и толщину 2 мм до деформирования образца (рис. 2).

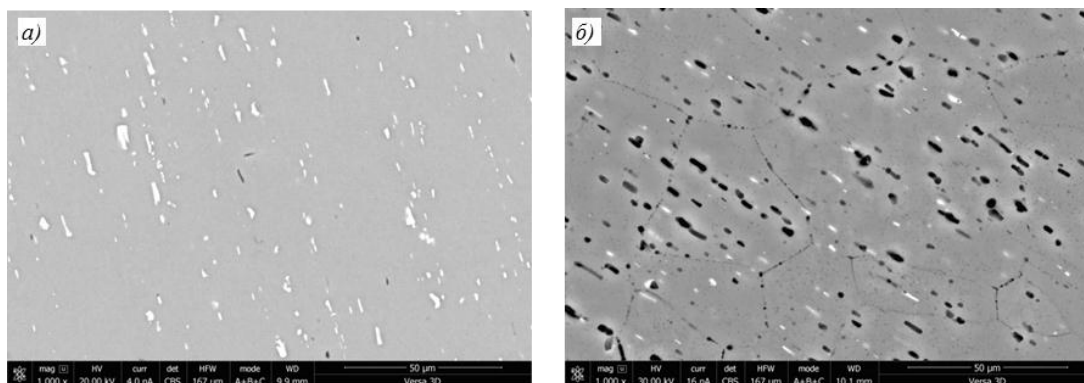


Рис. 1. Изображение поверхности образца в просвечивающем электронном микроскопе до (а) и после деформирования (б)

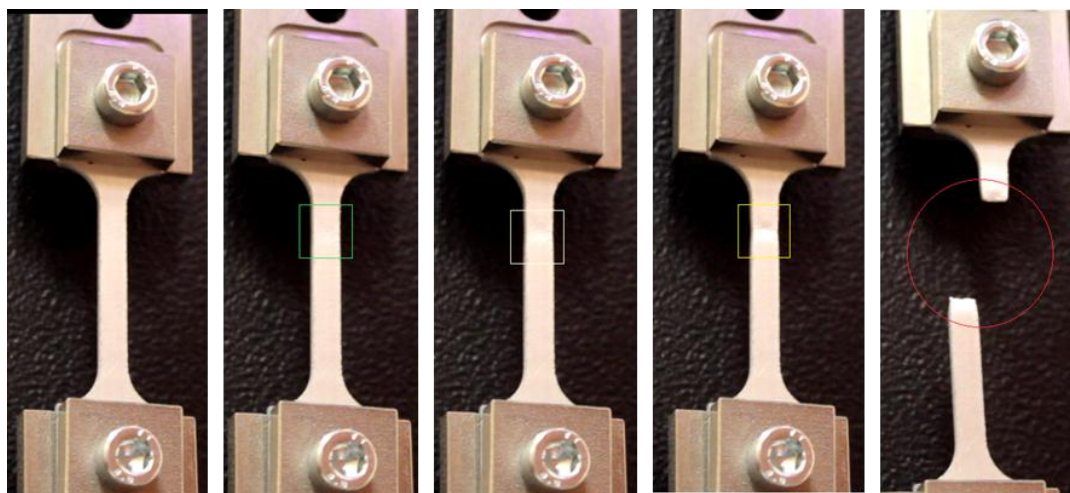


Рис. 2. Последовательные изображения образца через 100 с в процессе ползучести (квадратом отмечена деформируемая зона, впоследствии использованная для приготовления образца, магнитные свойства которого изучались с помощью квантового интерферометра)

В качестве источника постоянного магнитного поля использовали редкоземельный постоянный магнит типа NdFeB, обеспечивающий индукцию магнитного поля в зазоре до $B=0,7$ Тл [1–5]. В предварительных исследованиях установлено, что при продолжительности выдержки в магнитном поле более 5 мин дополнительных изменений свойств образцов не наблюдалось, поэтому время экспонирования во всех опытах в данной работе составляло 5 мин. В качестве характеристик механических свойств использованы параметры кривых ползучести (деформации под действием постоянной нагрузки) и микротвердость. Эти измерения проводили при комнатной температуре. Изменение длины образца Δl измеряли с помощью механического микрометра с точностью 1 мкм. Установка по исследованию ползучести обеспечивала плавное нагружение образца на начальной стадии и при его разгрузке в конце процесса деформирования.

Магнитные свойства образцов исследовали в режиме постоянного магнитного поля в сверхпроводящем магните квантового интерференционного магнитометра MPMS. Сканирование дипольного магнитного момента образца производили в области 6 см, значительно превышающей его размер 0,3 см. Для исследований магнитных свойств вырезали образцы из центральной части тех образцов, которые использовали для механических испытаний. Образцы удерживались трением в креплении магнитометра так, что однородный пластиковый держатель не вносил дополнительного вклада в дипольный момент образца. Приготовление образцов для измерений производили керамическими немагнитными инструментами, неспособными внести ферромагнитную

примесь в образец. Однако исходный материал для исследований взят из листового алюминия, подвергнутого прокатке и контакту с ферромагнитными частями оборудования при высокой температуре. Поэтому можно было ожидать присутствия ферромагнитных частиц, внесенных в приповерхностные слои образца на стадии изготовления листового алюминия. Измерения магнитных свойств образцов не только при комнатной температуре, но и при пониженных температурах нужны, чтобы определить основные параметры микроскопических включений.

Результаты и обсуждение

Влияние магнитного поля на ползучесть

На рис. 3 представлены зависимости скорости относительной деформации образца $d\varepsilon/dt$ от продолжительности его нагружения в магнитном поле (рис. 3, б) и в его отсутствие (рис. 3, а). На врезке рис. 3, а представлено схематичное распределение стадий деформации образца – кривая ползучести разделена на три участка: на участке I имеет место неустановившаяся ползучесть с постепенно уменьшающейся скоростью деформации, участок II называется установившейся ползучестью и характеризуется почти постоянной скоростью пластической деформации, на III участке в образце образуется перешеек (рис. 2), скорость деформации увеличивается и происходит разрушение материала. Поскольку разрушение – плохо предсказуемый, стохастический процесс, то исследовали влияние магнитного поля лишь на первые две стадии ползучести. Из данных рис. 3 видно, что предварительная экспозиция образцов в магнитном поле как изменяет уровень скорости деформации, достигаемый к моменту установившейся ползучести, так и укорачивает время достижения установившейся ползучести (сравним кривые 1 на рис. 3, а и 3, б). Для количественного описания этих изменений используем стандартное представление скорости ползучести на стадиях I и II функцией

$$d\varepsilon/dt = \beta \cdot l_0 \cdot t^{-2/3} + k \cdot l_0.$$

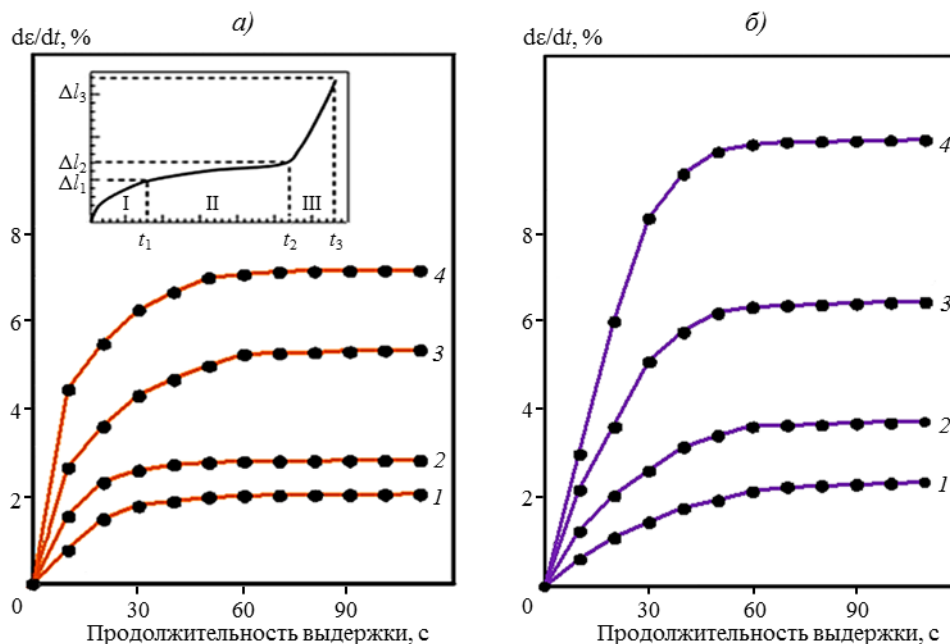


Рис. 3. Зависимости скорости ($d\varepsilon/dt$) относительной деформации образца ε от длительности t неустановившейся ползучести, полученные при постоянной нагрузке для контрольного образца, не подвергнутого выдержке в магнитном поле (а) и для этого же образца после выдержки в постоянном магнитном поле величиной 0,7 Тл в течение 5 мин при комнатной температуре (б). Величина нагрузки: 1 – 150 Н; 2 – 160 Н; 3 – 170 Н; 4 – 180 Н. На вставке рис. 3, а показаны стадии ползучести I, II и III

Аппроксимация кривых на рис. 3 этой функцией позволила определить параметры β и k ползучести на I и II стадиях (табл. 2). Величина Δl_0 характеризует скачок деформации в начальный момент нагружения образца.

Таблица 2

Значения параметров ползучести в ранее приведенной формуле в нулевом поле и в поле величиной 0,7 Тл для серии последовательных нагружений образца дискретно возрастающей нагрузкой

Параметры ползучести	Значения параметров при нагрузке и магнитном поле							
	150 Н		160 Н		170 Н		180 Н	
	$B=0$ Тл	$B=0,7$ Тл	$B=0$ Тл	$B=0,7$ Тл	$B=0$ Тл	$B=0,7$ Тл	$B=0$ Тл	$B=0,7$ Тл
Δl_0 , мкм	428	469	490	529	554	748	818	1205
$\beta \cdot 10^{-5}$, $c^{-1/3}$	0,6	1,8	1,5	3,8	3,3	11,1	13,3	25,1
$k \cdot 10^{-7}$, c^{-1}	1,3	1,3	1,4	2,01	1,3	2,3	1,6	2,8

Таким образом, магнитное поле приводит к таким остаточным изменениям в образцах, которые после устранения магнитного поля могут наблюдаться в виде изменений параметров кривых ползучести. Эти изменения соответствуют облегченному движению дислокаций.

Магнитные свойства образцов

Переходя к обсуждению магнитных свойств включений, отметим, что алюминий является парамагнетиком, который должен проявлять линейную зависимость намагниченности от поля и отсутствие магнитного гистерезиса. Поэтому при исследовании зависимости магнитного момента образца M от магнитного поля H легко разделить вклады ферромагнитных включений и алюминиевой матрицы с диспергированными в ней отдельными ионами железа, которые также вносят линейный вклад по магнитному полю (рис. 4). Недеформированный образец демонстрирует линейный вклад парамагнитной матрицы в виде линейно нарастающей части зависимости $M(H)$ в сильных полях от 5 до 20 кЭ (рис. 4, а) и быстро насыщающейся части в слабых полях 0–5 кЭ, которая характеризует присутствие ферромагнитных частиц.

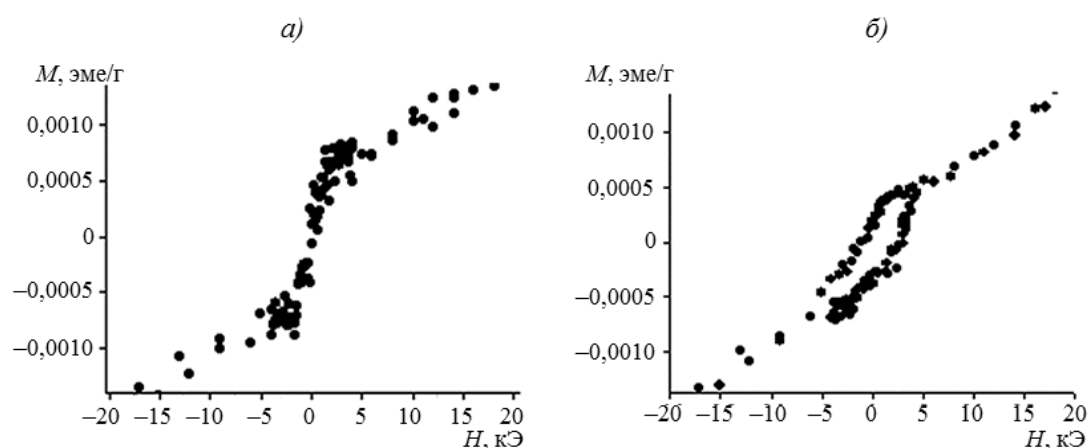


Рис. 4. Петли гистерезиса намагниченности образца до (а) и после деформации (б) при температуре 300 К

Из сравнения петель гистерезиса на рис. 4, а и б, записанных до и после пластической деформации одного и того же образца, видно, что пластическая деформация

увеличивает коэрцитивную силу включений. Таким образом, не только магнитное поле влияет на пластическую деформацию, но и наблюдается обратный эффект – пластическая деформация влияет на магнитные свойства ферромагнитных включений.

На рис. 5 показаны температурные зависимости магнитного момента в образце, охлажденном с 300 до 2 К в магнитном поле величиной 1 Тл (кривая FC) и в нулевом поле (кривая ZFC).

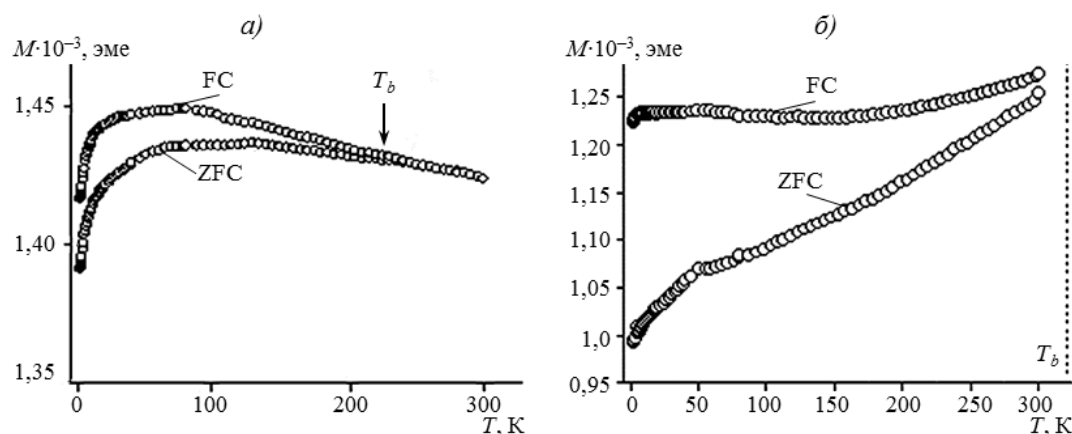


Рис. 5. Температурные зависимости магнитного момента образца, охлажденного в магнитном поле (FC) и в его отсутствие (ZFC) в измерительном магнитном поле величиной 1 (а) и 0,1 кЭ (б)

При этих измерениях использовали различное измерительное магнитное поле величиной 1 (рис. 5, а) и 0,1 кЭ (рис. 5, б). Температура, при которой пересекаются кривые FC и ZFC, называется точкой блокирования намагниченности (T_b). В соответствии с теорией Нееля–Брауна, эта точка характеризует температуру, при которой потенциальный барьер, разделяющий намагниченность микровключений вдоль поля и противоположно полю, оказывается преодолимым с помощью термических флуктуаций. Высота барьера определяется объемом частиц и величиной магнитной анизотропии. Учитывая средний объем включений $V=2,1 \cdot 10^{-17} \text{ м}^3$, полученный с помощью электронной микроскопии (рис. 2), а также значение $T_b=250 \text{ К}$ (рис. 5), рассчитали значение константы анизотропии $K=3,4 \text{ мДж} \cdot \text{м}^{-3}$.

Полученная величина константы анизотропии близка к экспериментальным значениям, определенным ранее для разупорядоченного спин-стеклового состояния сплава FeAl. Рост температуры блокировки при уменьшении измерительного поля (сравним рис. 5, а и б) с 250 до 320 К подтверждает применимость теории Нееля–Брауна и вызван увеличением высоты эффективного барьера, разделяющего намагниченности, направленные вдоль и против внешнего поля. Это хорошо согласуется с химическим составом кластеров (табл. 1).

Поскольку сплавы FeAl хорошо известны высокими значениями константы магнитострикции $\lambda_m=8 \cdot 10^8 \text{ Н}/(\text{Тл} \cdot \text{м}^2)$, можно предполагать, что увеличение объема микровключений в магнитном поле ведет к появлению механических напряжений σ_m на границе раздела микровключений с алюминиевой матрицей $\sigma_m=\lambda_m \cdot H$. Механические напряжения $\sigma_m=560 \text{ МПа}$ в магнитном поле $H=0,7 \text{ Тл}$ в 4,5 раза больше предела текучести алюминиевой матрицы (120 МПа), что подтверждает магнитострикционную природу магнитопластичности в опытах, приведенных в данной статье.

Обнаруженный обратный эффект влияния пластической деформации на магнитные свойства микровключений (рис. 4) свидетельствует о том, что высокие напряжения в ядрах дислокаций могут изменять структуру микровключений – например, способствовать их агрегации в более крупные кластеры. Подобные эффекты хорошо известны в металлах, где образование облаков Коттрела сильно зависит от внутренних напряжений, создаваемых дислокациями.

Актуальность исследований связана с высоким промышленным использованием алюминия, необходимостью развития методов его обработки, а также с возросшим интересом к фундаментальным исследованиям сплава FeAl, который в свете новых подходов в нанотехнологии, а также с помощью приборной базы нового поколения демонстрирует уникальные свойства. Можно назвать следующие факторы, делающие актуальными данную работу:

- растущий спрос точного приборо- и машиностроения на изготовление прецизионной точной механики из алюминия ставит сразу несколько задач: возможность не-термического управления механическими свойствами алюминия на стадиях, исключаяющих термообработку; контролируемое состояние ферромагнитных примесей в алюминии и их использование для управления его свойствами; создание сенсоров деформации, механических напряжений и магнитного поля на основе сплава типа FeAl, а также элементов оптической памяти, основанных на новых принципах;

- сплавы типа FeAl в последние годы очень актуальны – в научно-технической литературе наблюдается повышенный интерес к этой теме, связанный с обнаружением полностью оптического переключения намагниченности в таком материале с помощью поляризованного фемтосекундного лазера;

- магнитострикционные свойства сплавов типа FeAl – весьма небольшая коэрцитивная сила, вариативность спиновой магнитной структуры в зависимости от концентрации железа и возможность выбора этой структуры, высокая чувствительность наночастиц сплава к механическим напряжениям (высокий пьезомагнитный эффект) – все это рассматривается как перспективная основа для датчиков на основе сплавов типа FeAl, FeAlB, Fe₃Al и др. (здесь и далее использован термин *пьезомагнитный эффект*, применяемый для частиц типа AlFeB в англоязычной литературе, хотя это название дискуссионное);

- в мире возросло число работ, описывающих магнитопластичность алюминия с ошибочных позиций, причиной которых является отсутствие систематического исследования и проверки гипотез, но все эти работы разовые, хотя их число измеряется десятками. Не сформирован единый взгляд на магнитопластичность алюминия и других «немагнитных» металлов. Отсутствуют аналитические достоверные проверки состава сплавов, представления о том, какие объекты в алюминии подвержены действию магнитного поля. Многие работы выполнены на низком уровне, но апеллируют в ссылках к общепризнанным работам в области магнитопластичности. В фундаментальном отношении предлагаемое исследование могло бы сформировать стержень, физическую основу таких эффектов, отвергнуть заведомо ложные интерпретации, выстроить классификацию и системный взгляд на магнитопластические эффекты во всех металлах и материалах с включениями;

- при производстве алюминия в процессе механической обработки с большой вероятностью образуется материал с неконтролируемым количеством нано- или микроразмерного железа и его сплавов, оксидов, обладающих намагниченностью и магнитострикцией, – на это указывают зависимости намагниченности образца от изменения внешнего магнитного поля;

– если имеют место спин-зависимые процессы, управляющие пластичностью алюминия, то именно в этом материале, каждый атом которого имеет спин (алюминий-парамагнетик), эти процессы могли бы проявляться сильнее, чем в ионных кристаллах и полупроводниках, где носителями электронных спинов являются лишь примесные дефекты;

– примесь бора в алюминиевых технических сплавах, наряду с примесью железа, приводит к формированию включений типа FeAlB, обладающих превосходными пьезомагнитными характеристиками. Наличие таких включений в алюминиевой матрице является превосходной основой для создания пьезомагнитных датчиков.

Заключения

1. Магнитное поле величиной до 1 Тл при комнатной температуре инициирует магнитострикционное расширение ферромагнитных включений типа FeAl в матрице Al. Это приводит к генерации свежих дислокаций и увеличению скорости ползучести на 25% после выдержки образца в магнитном поле.

2. Наблюдается обратный эффект влияния пластической деформации на коэрцитивную силу микровключений типа FeAl. Пластическая деформация увеличивает коэрцитивную силу включений, что может быть вызвано увеличением их размеров и соответствующим ростом магнитной анизотропии.

3. Обнаруженные явления могут быть использованы для управления механическими свойствами алюминиевых изделий в процессе их механической обработки, особенно в условиях контролируемого управляемого введения микровключений заранее заданной концентрации и с повышенным значением коэффициента магнитострикции. При этом модификация производства магнитоуправляемого композитного алюминия требует лишь применения редкоземельных магнитов [12–15].

ЛИТЕРАТУРА

1. Skvortsov A., Pshonkin D., Kunitsyna E., Morgunov R., Beaugnon E. Softening of the Al–Mg–Si–Fe alloy under magnetostriction of FeAl microinclusions // *Journal of Applied Physics*. 2019. Vol. 125. No. 2. P. 023903.
2. Skvortsov A.A., Morgunov R.B., Pshonkin D.E., Piskorskii V.P., Valeev R.A. Magnetic Memory in Plasticity of an Aluminum Alloy with Iron Inclusions // *Physics of the Solid State*. 2019. Vol. 61. No. 6. P. 1023–1029.
3. Моргунов Р.Б. Спиновая микромеханика в физике пластичности // *Успехи физических наук*. 2004. Т. 174. С. 131–153. DOI: 10.3367/UFNr.0174.200402c.0131.
4. Morgunov R.B., Buchachenko A.L. Magnetic field response of NaCl:Eu crystal plasticity due to spin-dependent Eu²⁺ aggregation // *Physical Review B*. 2010. Vol. 82. P. 014115.
5. Beaugnon E. 3D physical modeling of anisotropic grain growth at high temperature in local strong magnetic force field // *Science Technology of Advanced Materials*. 2008. Vol. 9. P. 024201. DOI: 10.1088/1468-6996/9/2/024201.
6. Molodov D.A., Bollmann C., Gottstein G. Impact of a magnetic field on the annealing behavior of cold rolled titanium // *Materials Science and Engineering A*. 2007. Vol. 467. P. 71. DOI: 10.1016/j.msea.2007.02.084.
7. Bhaumik S., Molodova X., Molodov D.A., Gottstein G. Magnetically enhanced recrystallization in an aluminum alloy // *Scripta Materialia*. 2006. Vol. 55. P. 995. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2006.08.018.

8. Tournier R.F., Beaunon E. Texturing by cooling a metallic melt in a magnetic field // *Science Technology of Advanced Materials*. 2009. Vol. 10. P. 014501. DOI: 10.1088/1468-6996/10/1/014501.
9. Li H., Liu S., Jie J. et al. Effect of pulsed magnetic field on the grain refinement and mechanical properties of 6063 aluminum alloy by direct chill casting // *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2017. Vol. 93. P. 3033. DOI: 10.1007/s00170-017-0724-0.
10. Li C.J., Yang H., Ren Z.M. et al. On Nucleation Temperature of Pure Aluminum in Magnetic Fields // *Progress in Electromagnetics Research Letters*. 2010. Vol. 15. P. 45. DOI: 10.2528/PIERL10041412.
11. Bustos O., Ordoñez S., Colás R. Rheological and microstructural study of A356 alloy solidified under magnetic stirring // *International Journal of Cast Metals Research*. 2013. Vol. 7. No. 1. P. 29–37.
12. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Резчикова И.И., Бузенков А.В. Фазовый состав спеченных материалов системы Nd–Dy–Fe–Co–B // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №S5. С. 95–100. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s5-95-100.
13. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Резчикова И.И., Валеев Р.А., Давыдова Е.А. Фазовый состав спеченных материалов системы Pr–Dy–Fe–Co–B // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №S2 (39). С. 5–10. DOI: 10.18577/2071-9170-2015-0-S2-5-10.
14. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Чередниченко И.В., Резчикова И.И., Валеев Р.А., Пискорский В.П. Влияние содержания меди на фазовый состав и магнитные свойства термостабильных спеченных магнитов систем Nd–Dy–Fe–Co–B и Pr–Dy–Fe–Co–B // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №S2 (39). С. 11–19. DOI: 10.18577/2071-9170-2015-0-S2-11-19.
15. Моргунов Р.Б., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Королев Д.В. Термодинамический анализ магнитопластических эффектов в «немагнитных» металлах // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2018. №12 (72). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.09.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-12-79-87.

УДК 669.295:669.017

О.Г. Оспенникова¹, С.А. Наприенко¹, П.Н. Медведев¹,
О.А. Крупнина¹, А.М. Рогалев¹

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ СПЛАВА Ti-6Al-4V, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-14-24

В работе проведен анализ структурных особенностей титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного методом селективного лазерного сплавления (СЛС). Методами оптической и растровой электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа выявлены характеристики структурного и текстурного состояния материала, полученного при синтезе. Проведены исследования дефектов, характерных для титанового сплава, полученного по данной технологии, методами растровой электронной микроскопии, рентгеноспектрального анализа и рентгеновской томографии.

Ключевые слова: селективное лазерное сплавление (СЛС), титановый сплав Ti-6Al-4V, особенности структуры, дефект, рентгеновская томография.

O.G. Ospennikova¹, S.A. Naprienko¹, P.N. Medvedev¹,
O.A. Krupnina¹, A.M. Rogalev¹

FEATURES OF THE STRUCTURE OF Ti-6Al-4V ALLOY OBTAINED BY SELECTIVE LASER MELTING

The paper analyzes the structural features of titanium alloy Ti-6Al-4V, obtained by selective laser melting (SLM). By methods of optical and scanning electron microscopy and x-ray diffraction analysis the characteristics of the structural and texture state of the material obtained in the synthesis are revealed. The study of defects characteristic of the titanium alloy obtained by this technology using scanning electron microscopy, x-ray spectral analysis and x-ray tomography was carried out.

Keywords: selective laser melting (SLM), titanium alloy Ti-6Al-4V, structural features, defect, x-ray tomography.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Технологии селективного лазерного сплавления (СЛС) в настоящее время являются одними из наиболее современных и динамично развивающихся методов изготовления деталей из металлических материалов, которые активно применяются для производства изделий авиационной техники. Это обусловлено тем, что, в отличие от традиционных вычитающих технологий изготовления деталей, аддитивные технологии позволяют существенным образом сократить расходы на материалы и механическую обработку, а также не ограничивают конструктора при проектировании деталей сложной геометрической формы.

В свою очередь производство деталей и компактных образцов методом СЛС приводит к формированию характерной структуры, отличающейся от микроструктуры

материалов, полученных по традиционным технологиям. Вследствие этого имеющиеся знания о связи структуры со свойствами не могут быть с легкостью перенесены на детали, полученные по технологии СЛС.

Исследование микроструктуры, а также поведения различных структурных составляющих при нагружении и разрушении деталей или образцов позволяет оценить их влияние на свойства материала. Это позволяет корректировать технологический процесс синтеза с целью получения оптимальных свойств, необходимых для эксплуатации.

Анализ научно-технической литературы показывает, что при синтезе никелевых сплавов методом СЛС формируется так называемая «трековая структура», что обусловлено поочередным прохождением лазера по дорожкам с определенным шагом на каждом синтезируемом слое, в процессе чего образуются ванны расплава и, как следствие, вертикальные и горизонтальные ряды. Треки в свою очередь разбиты на фрагменты, которые состоят из отдельных ячеек кристаллизации [1–4]. Аналогичная картина наблюдается на алюминиевых сплавах [5, 6] и на сталях [7], полученных по данной технологии. Помимо структурных особенностей, для этой технологии характерно наличие дефектов микроструктуры, таких как трещины, усадочные раковины и пористость [8].

Микроструктура деталей и образцов из титановых сплавов, полученных методом СЛС, тоже имеет свои особенности и характерные дефекты. Исследованию этих особенностей, а также поведению дефектов микроструктуры в процессе разрушения посвящена данная работа.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.1. «Фундаментально-ориентированные исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [9].

Материалы и методы

В качестве объекта исследований использовали образцы сплава Ti–6Al–4V, полученные методом селективного лазерного сплавления. Печать заготовок под образцы проводили из порошка фракцией 10–63 мкм в двух взаимно перпендикулярных направлениях на установке Concept Laser M2 Cusing. Толщина одного синтезируемого слоя составляла 33 мкм. Размер одного островка, в котором треки ориентированы параллельно друг другу, составляет 5×5 мм. В одном слое треки соседних островков ориентированы перпендикулярно друг другу. При каждом последующем слое происходит смещение островков в двух направлениях на 1 мм и разворот треков внутри островка на 90 градусов. Расстояние между треками составляет 150 мкм. Условные направления в синтезируемых образцах: *X* и *Y* – параллельны сторонам островков в плоскости построения, а направление *Z* – высотное направление.

После печати проведена стандартная термическая обработка заготовок в соответствии с ASTM F136-02a для сплава CL41TiELI в вакуумной печи: выдержка при температуре 840°C в течение 2 ч, затем охлаждение с печью.

Микроструктурные и фрактографические исследования, а также рентгеноспектральный микроанализ проводили на растровом электронном микроскопе JSM6490-LV фирмы Jeol.

Текстурные исследования проводили на дифрактометре EMPYREAN фирмы PanAlytical.

Исследование распределения пор и несплошностей проводили на рентгеновском компьютерном томографе NSI X5000 с применением нанофокусной рентгеновской трубки X-Ray Worx XWT-225-XC.

Результаты

Исследования особенностей микроструктуры и текстуры проводили на образцах, ориентированных перпендикулярно плоскости синтеза и параллельно ей, на расстоянии 10 и 70 мм от подложки. Это позволило оценить изменение структурных особенностей в ходе печати.

В плоскости синтеза одного слоя наблюдается регулярная структура, представленная ячейками квадратной формы (рис. 1, *а*). Размеры ячеек сопоставимы с шагом между треками. По направлению выращивания формируются вытянутые структурные составляющие, не имеющие четкой регулярности или размеров (рис. 1, *б*). Микроструктура пластинчатая с толщиной пластин 1–1,5 мкм (рис. 1, *в*, *г*). Термическая обработка не оказывает существенного влияния на микроструктуру, только приводит к незначительному утолщению прослоек β -фазы, микроструктура на различной высоте от подложки идентична.

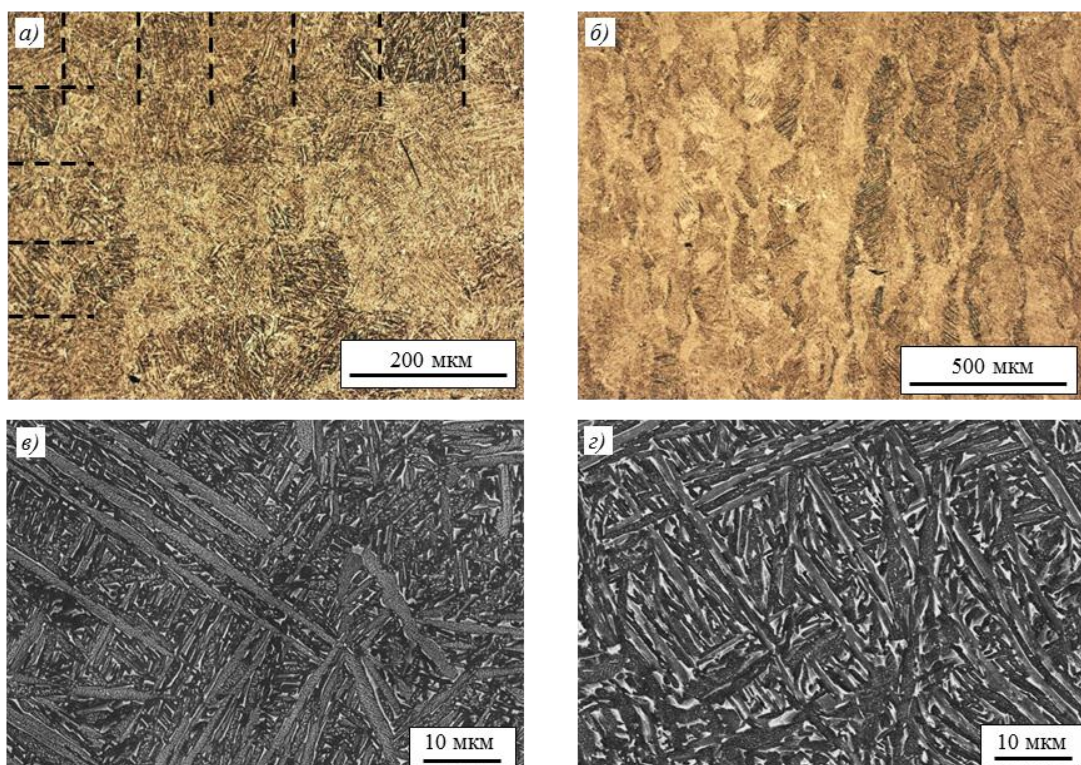


Рис. 1. Микроструктура компактных образцов из сплава Ti-6Al-4V, полученных методом СЛС:

а – плоскость синтеза $X-Y$ (пунктиром показаны границы квадратных структурных составляющих); *б* – плоскость параллельная оси синтеза $X-Z$; *в*, *г* – микроструктура в исходном состоянии и после термообработки соответственно (темно-серые пластины – α -фаза, светло-серые прослойки – β -фаза)

Рентгеноструктурные исследования показали наличие незначительной текстурной аксиальной компоненты в плоскости построения образца (рис. 2). Как и в случае с микроструктурой, термическая обработка не влияет на изменение текстурных особенностей.

Образцы были статически доведены до разрушения, при этом в одном случае плоскость разрушения совпадала с плоскостью синтеза, а в другом была параллельна его оси. Фрактографические исследования показали, что разрушение происходит вязко с формированием пластичного мелкоячеистого рельефа (рис. 3), что является характерным для титанового сплава Ti-6Al-4V.

Помимо структурных особенностей, для этих материалов характерны и дефекты, которые не встречаются в титановых сплавах, полученных по традиционным технологиям. Основными дефектами являются несплошности структуры в виде пор и непроплавов (рис. 4). Данные дефекты также имеют свои особенности, которые связаны как с их распределением в объеме образца, так и с их морфологией.

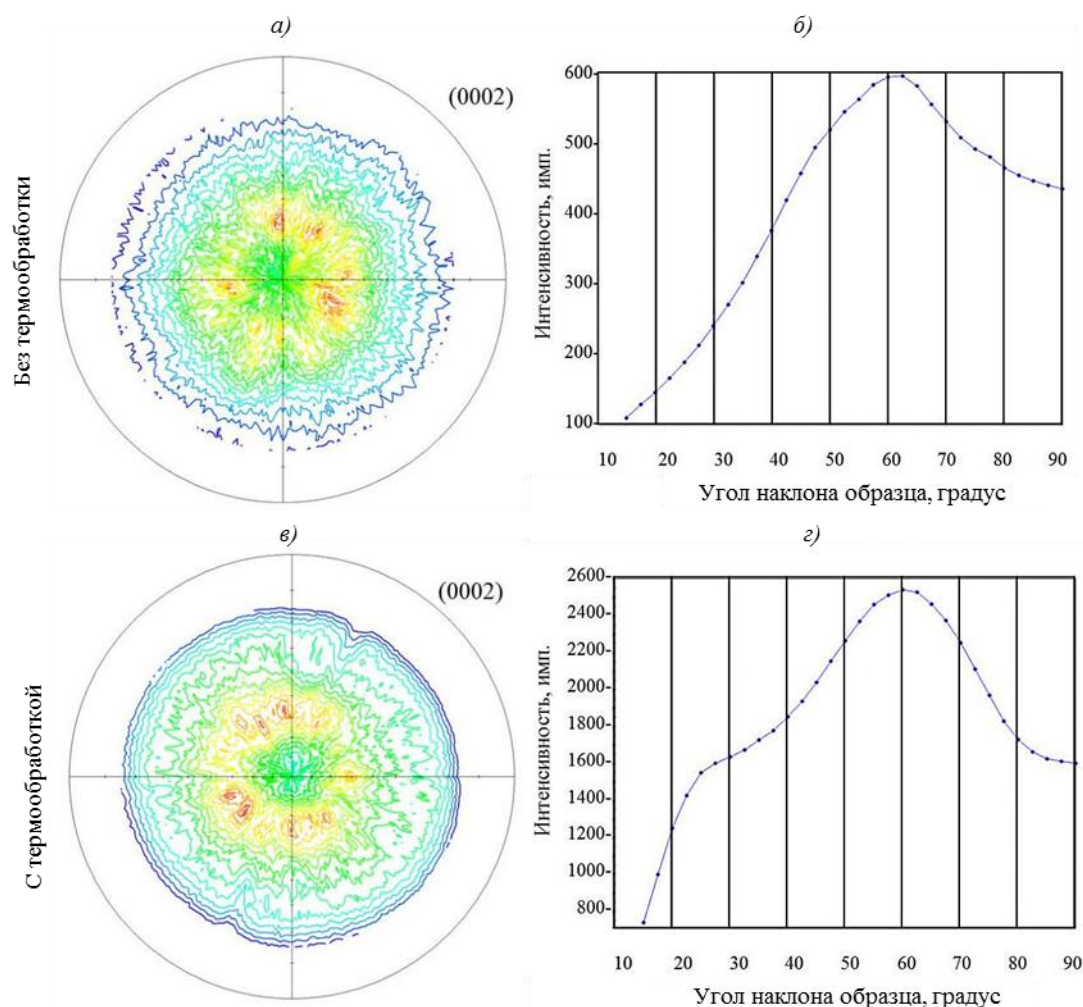


Рис. 2. Полюсные фигуры и интегральные графики по углам наклона в плоскости синтеза: *а, б* – для исходного состояния; *в, г* – для состояния после термической обработки

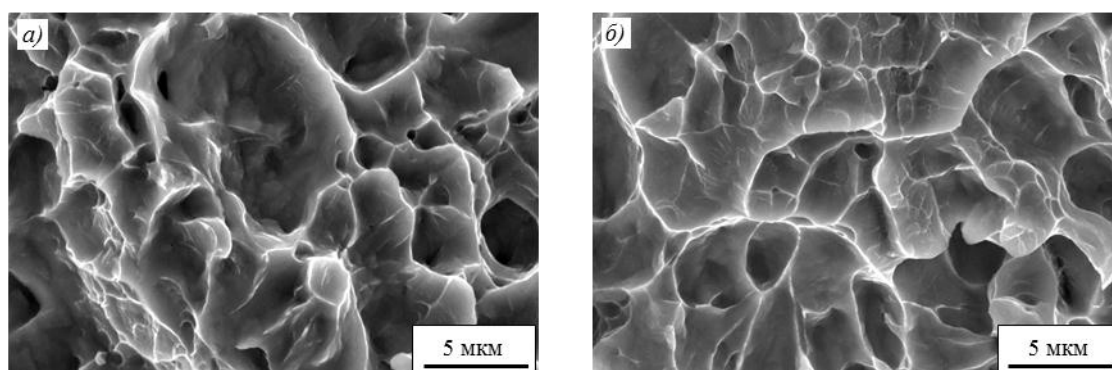


Рис. 3. Поверхность разрушения титанового сплава Ti-6Al-4V, полученного методом СЛС: *а* – в исходном состоянии; *б* – после термической обработки

В исходном и в термообработанном материале наблюдаются «литейные» поры глобулярной формы (рис. 4, *а*, *б*), которые на своей поверхности имеют концентрические окружности. Наблюдаются также непроплавленные области сложной формы (рис. 4, *в*, *г*). Исследование поверхностей разрушения в проекции плоскости синтеза $X-Y$ показывает, что эти дефекты образуют квадратную сетку с шагом ~ 1 мм (рис. 4, *г*). Эти данные подтверждаются результатами томографических исследований – в проекции пор в объеме образца на плоскость, параллельную плоскости синтеза $X-Y$, также формируется квадратная сетка с шагом ~ 1 мм (рис. 4, *д*). Исследования в плоскостях $X-Z$ и $Y-Z$, проходящих через линии сетки пор, показали наличие строчек несплошностей, ориентированных перпендикулярно оси синтеза на расстоянии $\sim (310-350)$ мкм друг от друга (рис. 4, *е*). При этом следует отметить, что формируемые строчки могут не пересекать весь образец по одной линии, а на определенном участке происходит их смещение на «полпериода» (показано стрелками на рис. 4, *е*).

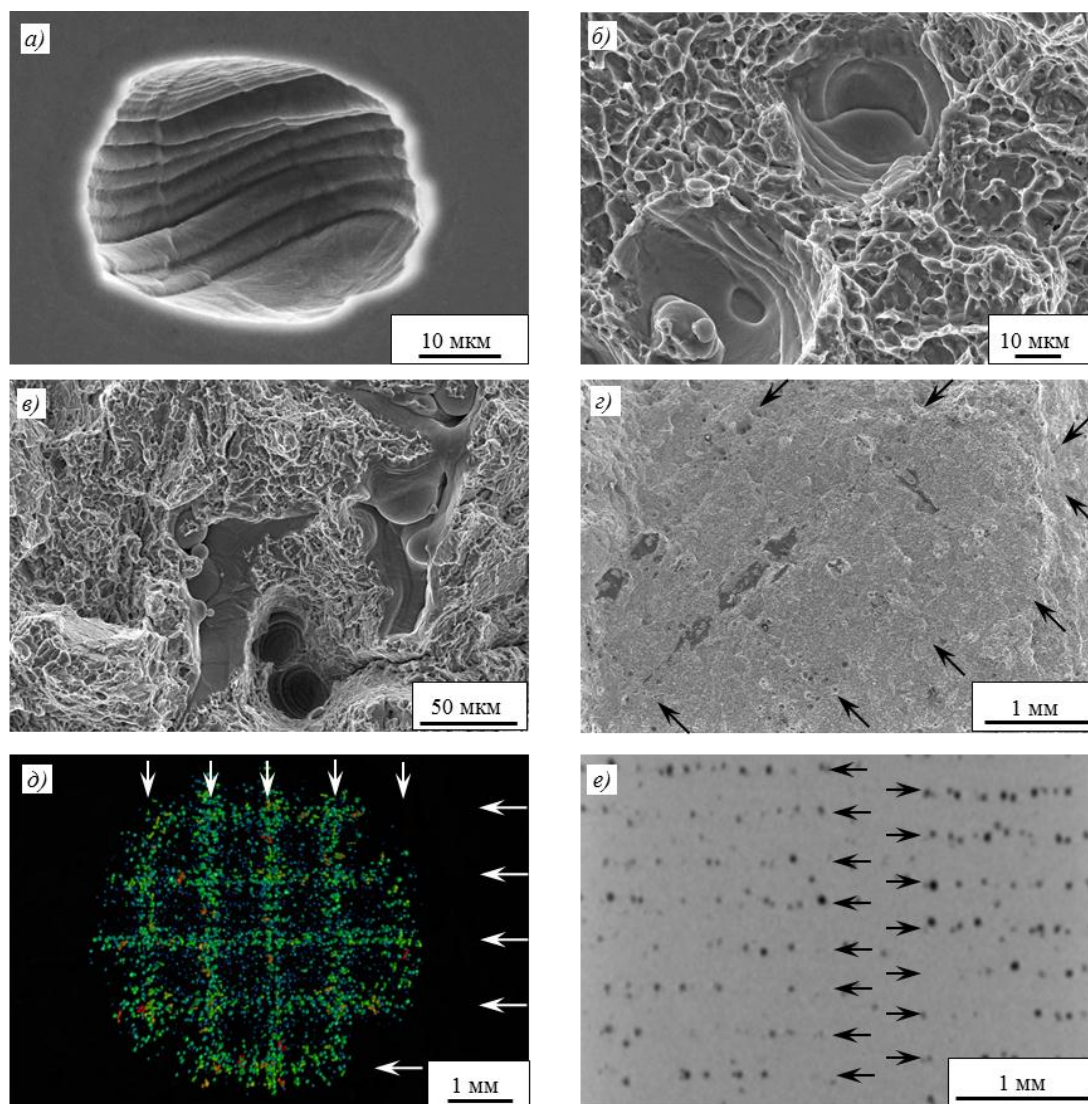


Рис. 4. Дефекты микроструктуры в виде пор и непроплавов:

а, *б* – поры на поверхности шлифа и поверхности разрушения соответственно; *в* – непроплавы на поверхности разрушения в проекции $X-Y$; *г* – макростроение излома (стрелками показаны оси скопления пор и непроплавов) в проекции $X-Y$; *д* – проекция пор в объеме образца на плоскость, параллельную плоскости синтеза $X-Y$; *е* – сечение трехмерного реконструированного изображения образца в плоскости, перпендикулярной плоскости синтеза $X-Z$

Характерным дефектом микроструктуры являются несплавленные участки поверхности частиц с окружающим их материалом, которые представляют собой «чаши» (рис. 5, *а, б*). Этот дефект ориентирован таким образом, что его края лежат в плоскости синтеза, а выпуклая часть направлена в сторону подложки. Наличие дефектов подобного вида приводит к тому, что на поверхности разрушения, ориентированной в плоскости синтеза, наблюдается значительно большее количество круглых дефектов, чем на поперечном образце (рис. 5, *в, г*). Это обусловлено тем, что в процессе разрушения в плоскости синтеза верхняя часть «чаши» отрывается и на изломе становится неотличима от сферической поры (рис. 4, *б*). В тоже время на поперечном изломе поверхности «чаши» деформируются вместе с остальным металлом и на изломе выглядят как вытянутые плоские «рубцы» (рис. 5, *д*).

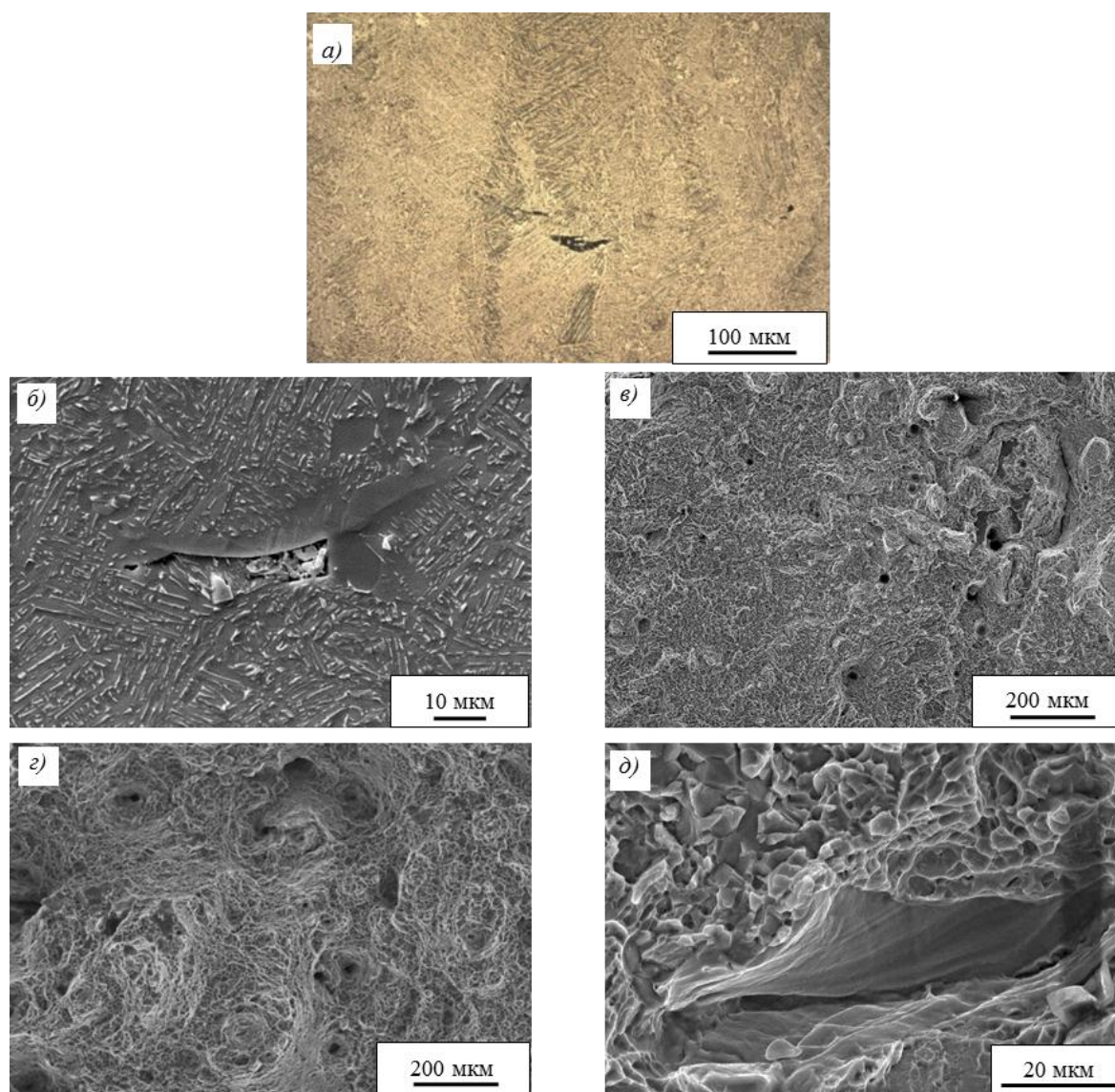


Рис. 5. Несплошности микроструктуры в виде «чаш»:

а, б – поперечное сечение дефектов; *в, г* – поверхность разрушения образцов в плоскостях, ориентированных параллельно плоскости синтеза и перпендикулярно ей соответственно; *д* – «рубец» на поверхности излома, ориентированного перпендикулярно плоскости синтеза, разрушение несплава в виде «чаши»

Помимо несплошностей микроструктуры, характерным дефектом материала, полученного по технологии СЛС, являются отдельные гранулы или фрагменты гранул порошка, которые в результате синтеза сохранили свою форму и имеют на поверхности оторочку из α -фазы титана (рис. 6). В большинстве случаев эти дефекты выглядят как фрагмент сферы (в сечении – фрагмент круга), состоящий из α -фазы и ориентированного выпуклой стороной к поверхности подложки (рис. 6, а). Встречаются отдельные гранулы, которые не потеряли свою форму и по всей поверхности которых наблюдается оторочка из α -фазы (рис. 6, б, в). Эта оторочка разделена на равноосные зерна (рис. 6, а–в). При этом четко выражены границы гранул и видно, что слой α -фазы располагается не только на внешней поверхности частиц, но и имеется оторочка на матричном материале вблизи поверхности частицы (рис. 6, а–в).

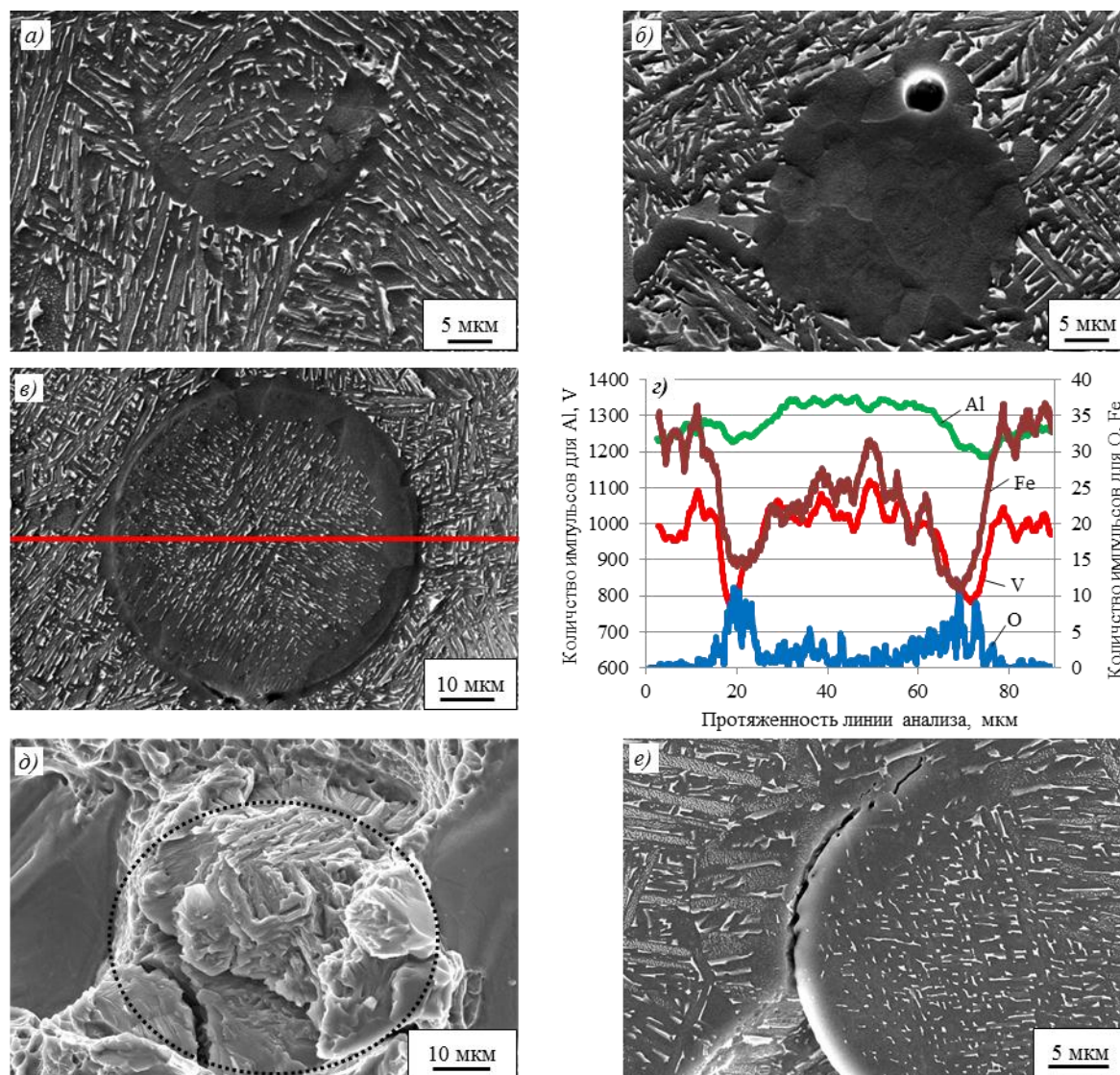


Рис. 6. Дефекты микроструктуры в виде частиц или их фрагментов, имеющих на своей поверхности оторочку из α -фазы титана:

а – фрагмент частицы, имеющий чашеобразную форму; б, в – целые частицы, сохранившие свою геометрическую форму после синтеза; г – распределение химических элементов по линии, показанной на рис. 6, в, по результатам качественного РСМА; д – разрушение, проходящее по телу гранулы с альфированным слоем (пунктирной линией показаны границы гранулы); е – трещины, формирующиеся при разрушении на границе основного металла и гранулы с альфированным слоем

Разрушение гранул с α -оторочкой происходит хрупко с формированием фасеток квазискола, в отличие от вязкого ямочного разрушения окружающей их матрицы (рис. 6, *д*). Поверхность разрушения данных областей повторяет форму и особенности строения гранул. При разрушении также наблюдается образование трещин по границам гранул с α -оторочкой (рис. 6, *е*).

Для оценки изменения химического состава в данных дефектах проведен качественный РСМ-анализ по линии, пересекающей одну из подобных частиц (рис. 6, *з*). Результаты анализа показали, что в слое α -фазы наблюдается присутствие кислорода. Выявлено, что альфированный слой обеднен алюминием, ванадием и железом по сравнению с основным металлом.

Обсуждение и заключения

Изготовление компактных образцов из титановых сплавов методом СЛС приводит к формированию структурных особенностей, отличающих их от образцов, полученных по традиционным технологиям [10, 11]. В результате синтеза формируются вытянутые по направлению выращивания структурные составляющие, которые являются бывшими β -зернами [12]. При этом вытянутые бывшие β -зерна не имеют четкой регулярности или размеров. Это, по-видимому, обусловлено направлением тепловых потоков в процессе синтеза [12] и тем, что с целью минимизации действия термических напряжений синтез в большинстве случаев производится по технологии стохастического экспонирования, при котором детали разбиваются на отдельные фрагменты квадратной формы, называемые «островками», засветка каждого «островка» идет штриховкой. При сплавлении следующего сечения шаг разбивки сдвигается. В плоскости синтеза одного слоя наблюдается регулярная структура, представленная ячейками квадратной формы. Размеры ячеек соответствуют расстоянию между треками. При этом микроструктура материала пластинчатая, схожая со структурой сплава Ti-6Al-4V в литом состоянии.

Текстурное состояние образцов до и после термообработки схоже и описывается достаточно размытой аксиальной текстурой. Текстура α -фазы формируется в результате фазового перехода из высокотемпературной β -фазы и несет информацию о кристаллографических особенностях кристаллизации β -фазы в ванне расплава. Подобная текстура может образовываться при классических технологиях осадки и отжига в β -области.

Дефекты, образующиеся при синтезе, можно разделить на две группы – это несплошности структуры в виде пор и несплавлений, а также отдельные гранулы или фрагменты гранул порошка, которые в результате синтеза сохранили свою форму и имеют на поверхности оторочку из альфированного слоя.

Несплошности структуры в виде пор и непроплавов распределены в объеме образцов особым образом. Анализ стратегии печати и результатов исследований показывает, что данные дефекты формируются в основном по границам островков размером 5×5 мм, при этом треки в первом из напечатанных островков должны быть параллельны границе, на которой образуются поры (островок, обозначенный «Тип 1» на рис. 7, *а*).

В таком случае при печати следующего островка треки в нем ориентируются перпендикулярно этой границе (островок, обозначенный «Тип 2» на рис. 7, *а*), что может приводить к колебаниям температурного поля на границе островков и, вероятно, к образованию пор (рис. 7, *а*). В случае если при синтезе происходит сначала печать островка типа 2, а потом островка типа 1, то температурное поле более равномерное и на границе между ними поры не образуются (рис. 7, *б*).

На каждом последующем синтезируемом слое происходит диагональный сдвиг границ островков на 1 мм в двух направлениях [13]. Поскольку для формирования пор

должны быть соблюдены определенные условия, о которых упоминалось ранее, то происходит чередование границ островков с порами и свободных от них. Таким образом в каждом синтезируемом слое несплошности образуют зигзагообразную линию – на границах перехода с островков типа 1 к островкам типа 2. На шестом слое образующиеся несплошности формируют зигзагообразную линию, которая на проекции в плоскости синтеза будет образовывать вместе с несплошностями на слое 1 квадратную сетку с шагом 5 мм. Через десять слоев проекция распределения пор в плоскости синтеза повторит распределение пор в слое 1. Это приводит к формированию несплошностей с периодичностью в десять слоев (в данном случае размером 330 мкм), что и наблюдается на рис. 4, е. При этом в местах, где происходит поворот зигзагообразной линии, формирующей поры, на 90 градусов, должно происходить смещение строчек пор на 5 слоев, что показано стрелками на рис. 4, е. Несплошности, образующиеся между 1 и 11 слоями, образуют на проекции сетку с размером ячейки 1 мм.

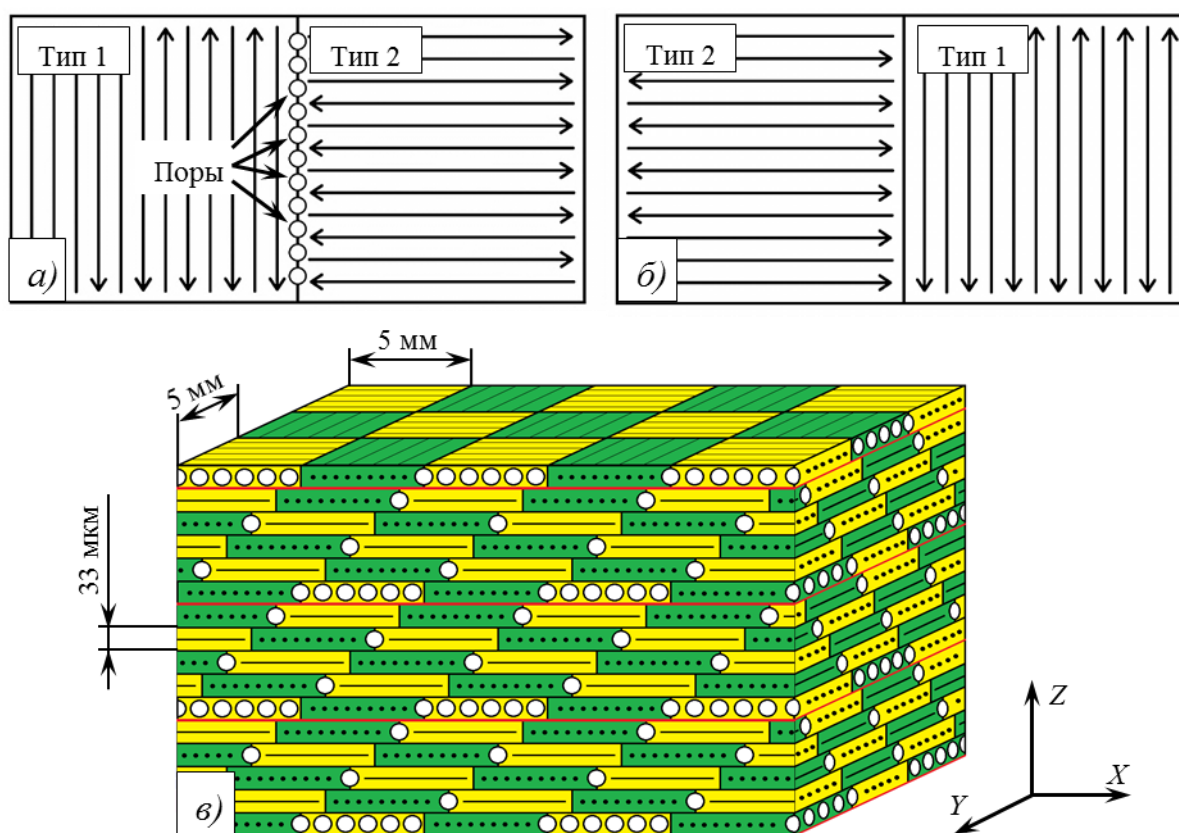


Рис. 7. Распределение пор в синтезируемом образце:

а, б – формирование пор на границах между островками типа 1 и типа 2; в – модель распределения пор в объеме образца (зеленым цветом показаны островки с ориентацией треков в направлении Y , желтым цветом – островки с ориентацией треков в направлении X , белыми кружками – места образования пор, красные линии ограничивают пять слоев синтезируемого материала)

Для описания пространственного распределения строчек пор в образце построена геометрическая модель (рис. 7), которая полностью описывает наблюдаемые закономерности формирования этих дефектов:

– несплошности структуры в виде пор и непроплавов в проекции плоскости синтеза формируют сетку с размером ячейки 1 мм;

– периодичность появления строчек в плоскостях $X-Z$ и $Y-Z$, проходящих через линии сетки пор, составляет 10 слоев;

– строчки пор в плоскостях $X-Z$ и $Y-Z$ не пересекают весь образец по одной линии, а на определенном участке происходит их смещение на «полпериода» (5 слоев).

Несплавленные участки в виде «чаш» по границам гранул ориентированы выпуклой поверхностью в сторону подложки, что приводит к утонению рабочего сечения образцов в плоскости синтеза и формированию острого концентратора.

Рассмотренные дефекты в виде несплошностей структуры имеют закономерное расположение, форму и ориентацию в объеме синтезируемой детали, что может приводить к различиям механических свойств в различных направлениях – анизотропии.

Дефекты в виде гранул или фрагментов гранул, имеющих на своей поверхности альфированный слой, распределяются в объеме хаотично. При этом слой α -фазы располагается не только на поверхности частицы, но и на поверхности матричного материала, прилегающего к ней. Результаты РСМ-анализа показывают присутствие кислорода, пониженное содержание легирующих элементов и примесей в альфированном слое. Это обусловлено диффузионными процессами при формировании данного слоя [14].

Результаты фрактографических исследований показывают, что оторочка α -фазы разрушается хрупко, что характерно для газонасыщенного альфированного слоя, формирующегося на поверхности титанового сплава при температурном воздействии в присутствии кислорода [15].

Условие появления данных дефектов связано с насыщением кислородом поверхности отдельных гранул при получении исходного порошка либо при синтезе. В результате термического воздействия лазерного луча кислород с поверхности диффундирует в материал гранулы и окружающей ее матрицы [16]. Легирование титана кислородом приводит к стабилизации α -фазы и повышению температуры ликвидус [17], в результате чего в структуре встречаются отдельные гранулы или фрагменты гранул, на поверхности которых наблюдается оторочка из α -фазы.

Проведено всестороннее исследование структуры образцов из титанового сплава Ti–6Al–4V, изготовленных методом СЛС. Выявлено, что технологические параметры определяют особенности структуры и дефектов материала. Установленные особенности могут влиять на анизотропию свойств материала, что необходимо учитывать при конструировании и производстве деталей по данной технологии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лукина Е.А., Филонова Е.В., Тренингов И.А. Микроструктура и преимущественные кристаллографические ориентировки жаропрочного никелевого сплава, синтезированного методом СЛС, в зависимости от энергетического воздействия и термообработки // Авиационные материалы и технологии. 2017. №1 (46). С. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-1-38-44.
2. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Эволюция структуры и свойств высокохромистого жаропрочного сплава ВЖ159, полученного методом селективного лазерного сплавления. Ч. I // Материаловедение. 2019. №3. С. 9–17.
3. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Эволюция структуры и свойств высокохромистого жаропрочного сплава ВЖ159, полученного методом селективного лазерного сплавления. Ч. II // Материаловедение. 2019. №4. С. 9–15.
4. Евгенов А.Г., Горбовец М.А., Прагер С.М. Структура и механические свойства жаропрочных сплавов ВЖ159 и ЭП648, полученных методом селективного лазерного сплавления // Авиационные материалы и технологии. 2016. №S1 (43). С. 8–15. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-8-15.

5. Дынин Н.В., Заводов А.В., Оглодков М.С., Хасиков Д.В. Влияние параметров процесса селективного лазерного сплавления на структуру алюминиевого сплава системы Al–Si–Mg // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №10 (58). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-1-1.
6. Рябов Д.К., Антипов В.В., Королев В.А., Медведев П.Н. Влияние технологических факторов на структуру и свойства силумина, полученного с использованием технологии селективного лазерного синтеза // Авиационные материалы и технологии. 2016. №S1 (43). С. 44–51. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.03.2019). DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-S1-44-51.
7. Богачев И.А., Сульянова Е.А., Сухов Д.И., Мазалов П.Б. Исследование микроструктуры и свойств коррозионностойкой стали системы Fe–Cr–Ni, полученной методом селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №3 (75). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-3-13.
8. Алёшин Н.П., Мурашов В.В., Евгенов А.Г., Григорьев М.В., Щипаков Н.А., Василенко С.А., Краснов И.С. Классификация дефектов металлических материалов, синтезированных методом селективного лазерного сплавления, и возможности методов неразрушающего контроля для их обнаружения // Дефектоскопия. 2016. №1. С. 48–55.
9. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 7–17.
10. Дзунович Д.А., Алексеев Е.Б., Панин П.В., Лукина Е.А., Новак А.В. Структура и свойства листовых полуфабрикатов из деформируемых интерметаллидных титановых сплавов разных классов // Авиационные материалы и технологии. 2018. №2 (51). С. 17–25. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-17-25.
11. Ночовная Н.А. Исследование влияния параметров изотермической деформации и термической обработки на структуру и механические свойства штамповки из сплава ВТ6ч. // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №10 (58). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.07.2019). DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-10-3-3.
12. Antony A.A., Meyer J., Prangnell P.B. Effect of build geometry on the β -grain structure and texture in additive manufacture of Ti/6Al/4V by selective electron beam melting // Materials characterization. 2013. Vol. 84. P. 153–168.
13. Carter L.N., Martin C., Withers P.J., Attallah M.M. The influence of the laser scan strategy on grain structure and cracking behaviour in SLM powder-bed fabricated nickel superalloy // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Vol. 615. P. 338–347.
14. Cao L., Wan Y., Yang S., Pu J. The Tribocorrosion and Corrosion Properties of Thermally Oxidized Ti6Al4V Alloy in 0.9 wt. % NaCl Physiological Saline // Coatings. 2018. No. 8. P. 285. DOI: 10.3390/coatings8080285.
15. Воронин Н.В., Кутлубаев Р.Г., Михайлов Е.А., Астанин В.В., Каюмова Э.З. Влияние газонасыщенного слоя на параметры акустической эмиссии при нагружении титанового сплава ВТ1-0 // Экспертиза промышленной безопасности и диагностика опасных производственных объектов. 2015. №5. С. 165–167.
16. Давыдов С.И., Овчинников А.В., Шварцман Л.Я. и др. Совершенствование процесса получения титановых сплавов путем разработки технологии производства титана губчатого с заданным содержанием кислорода // Титан. 2011. №4 (34). С. 21–27.
17. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 т. / под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Машиностроение, 2001. Т. 3, кн. I. 872 с.

УДК 669.295

А.А. Ширяев¹, Н.А. Ночовная¹, А.С. Помельникова²**ВЛИЯНИЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКИХ ВЫДЕРЖЕК
НА ИЗМЕНЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ВЫСОКОПРОЧНОГО
ПСЕВДО- β -ТИТАНОВОГО СПЛАВА VT47**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-25-33

Проведены исследования твердости по Роквеллу (HRC) образцов, вырезанных из листов псевдо- β -титанового сплава VT47 после изотермических выдержек (старения) в широком интервале температур и продолжительности выдержки. Построены диаграмма и C-образные кривые твердости сплава, а также проведено сопоставление значений твердости с микроструктурой. Установлено, что сплав VT47 упрочняется посредством старения в интервале температур 400–500°C до высоких значений (≥ 40 HRC). Температурный интервал 450–500°C является наиболее рациональным с позиции достигаемых значений твердости и требуемой продолжительности старения.

Ключевые слова: псевдо- β -титановые сплавы, VT47, термическая обработка, диаграмма, твердость, микроструктура.

A.A. Shiryayev¹, N.A. Nochovnaya¹, A.S. Pomelnikova²**EFFECT OF ISOTHERMAL EXPOSURES
ON HARDNESS EVOLUTION OF HIGH-STRENGTH
METASTABLE- β -TITANIUM ALLOY VT47**

Rockwell hardness (HRC) studies have been accomplished on samples cut from sheets of metastable- β -titanium alloy VT47 after isothermal exposures (ageing) upon a wide range of temperatures and exposure durations. A diagram and C-shaped alloy hardness curves have been plotted, and a comparative assessment of hardness values with a microstructure was carried out. It has been established that VT47 alloy is hardened significantly (≥ 40 HRC) by ageing in the temperature range of 400–500°C. The temperature range of 450–500°C can be considered to be the most rational from the standpoint of achievable hardness values and required ageing times.

Keywords: metastable- β -titanium alloys, VT47, heat treatment, diagram, hardness, microstructure.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет) [Bauman Moscow State Technical University (National Research University of Technology)]; e-mail: bauman@bmstu.ru

Введение

В мировой практике псевдо- β -титановые сплавы нашли свое применение не только в авиакосмической отрасли, но и в нефте- и газодобывающей отраслях, а также в автомобильной промышленности [1–3].

Как известно, технологические параметры термической обработки тесно взаимосвязаны со структурно-фазовым составом, морфологией структурных составляющих и механическими свойствами (в том числе и твердостью) титановых сплавов [4–6].

Для титановых сплавов псевдо- β -класса характерен значительный эффект термического упрочнения, что во многом обуславливает их применение в первую очередь в термически упрочненном состоянии. Таким образом, вопросы повышения уровня прочностных характеристик являются одними из ключевых для успешного расширения области применения псевдо- β -титановых сплавов.

В связи с вышеизложенным проведение исследований процесса протекания распада метастабильной β -фазы при старении и его влияния на механические свойства нового псевдо- β -титанового сплава BT47, легированного иттрием, является актуальным и востребованным.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 9.2. «Материалы на основе титана с регламентированной β -структурой» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [7].

Материалы и методы

Исследования проведены на образцах, вырезанных из холоднокатаных листов, толщиной 2,3 мм из нового высокопрочного высокотехнологичного псевдо- β -титанового сплава марки BT47 системы легирования Ti–Al–Mo–V–Cr–Fe с микродобавками иттрия [8–12].

Термическую обработку заготовок проводили в камерной печи сопротивления с каменной изоляцией типа Nabertherm LH60/40 в среде воздуха.

Образцы для металлографических исследований изготовлены по стандартной методике, травление для выявления тонких элементов структуры проводили в водном растворе смеси плавиковой и азотной кислот (2,5 мл HF+5мл HNO₃+92,5 мл H₂O).

Исследования микроструктуры образцов проводили в соответствии с требованиями производственной инструкции ПИ 1.2.785–2009 на металлографическом микроскопе Olympus GX51 с цифровым приемником изображения.

Измерение твердости по Роквеллу (HRC) проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 9013–59. Среднее значение твердости определяли по 5 отпечаткам.

Результаты и обсуждение

Обобщая результаты многих исследований [13–16] в области фазовых превращений титановых сплавов различных систем легирования, схема превращения метастабильных β - и ω -фаз при старении или изотермической выдержке в сплавах с переходными элементами имеет следующий вид: $\beta \rightarrow \beta + \omega \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \text{TiX}$ [1, 11].

Согласно одной из классификаций диаграмм изотермических превращений, происходящих в титановых сплавах, высоколегированным псевдо- β - и β -сплавам соответствуют диаграммы VI–IX типов (рис. 1) [11].

В титановых сплавах, легированных β -стабилизаторами в количестве, превышающем третью критическую концентрацию ($C > C_{\text{кр}}^{\text{III}}$), изотермическое превращение β -фазы при температурах ниже $t_{\Delta 3}$ протекает по диффузионному механизму. При более низких температурах возможно протекание превращения по промежуточному механизму. На диаграмме вышеуказанные превращения описываются одной парой линий распада β -фазы (для диаграмм VII и IX типов) или двумя парами линий начала и конца

диффузионного и промежуточного превращений (для диаграмм VI и VIII типа). При определенной общей степени легирования сплава и содержания в нем конкретных легирующих элементов возможно протекание изотермического $\beta \rightarrow \omega$ превращения (см. диаграммы VII и VIII типов).

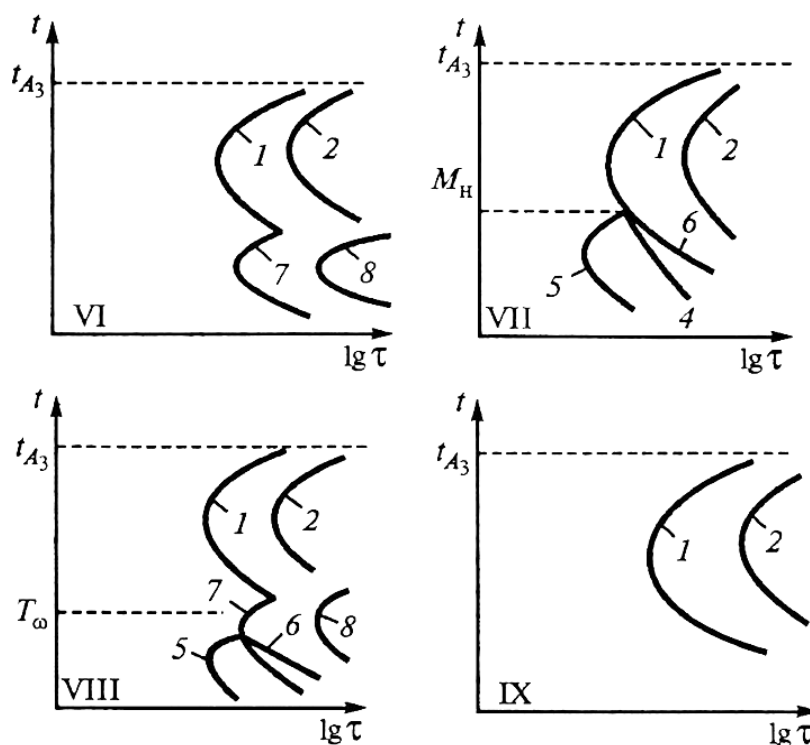


Рис. 1. Схемы диаграмм изотермических превращений в высоколегированных титановых сплавах:

1 и 2 – линии начала и конца распада β -фазы по схеме $\beta \rightarrow \alpha$; 4 – линия конца распада мартенсита; 5 и 6 – линии, ограничивающие область существования ω -фазы; 7 и 8 – линии начала и конца распада β -фазы по схеме $\beta \rightarrow \alpha_n$ [11]

Более подробно и полно происходящие в процессе изотермических выдержек диффузионное и промежуточное превращения можно описать с использованием схемы, приведенной на рис. 2.

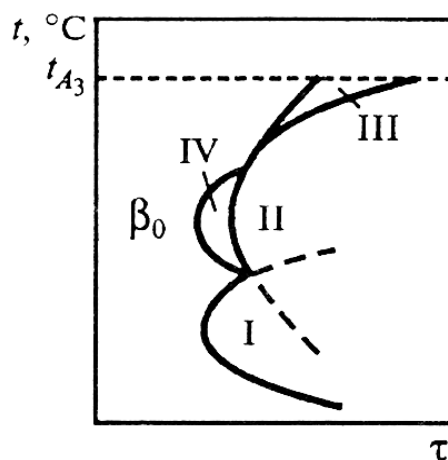


Рис. 2. Схематическая диаграмма распада метастабильной β -фазы в высоколегированных сплавах [11]

Для распада при низких температурах (область I) характерно большое число мест зарождения новой фазы и в условиях заторможенной диффузии частицы выделяются по промежуточному механизму, равномерно и гомогенно по всему объему зерен [17]. Как указано ранее, тип выделяющихся частиц (α или ω) зависит от химического состава и степени легирования сплава, а также от температурно-временных условий изотермической выдержки [18–20].

С повышением температуры выдержки механизм зарождения частиц α -фазы меняется и становится в большей степени гетерогенным. Так, при промежуточных температурах изотермической обработки зарождение новых частиц идет преимущественно по дислокациям и дефектам упаковки (область II) [21], а при температурах вблизи полиморфного превращения – на границах зерен и субзерен (область III) [22, 23]. Иногда расслоение β -твердого раствора ($\beta \rightarrow \beta + \beta'$) предшествует гетерогенному выделению частиц α -фазы (область IV) [13].

В отличие от α -фазы образование частиц ω -фазы происходит преимущественно гомогенно [14]. Как известно, зарождение α -фазы – многостадийный процесс, и осуществляется он сдвиговым путем, а процесс роста частиц – диффузионным. Отмечено, что расслоение β -фазы тормозит гетерогенное зарождение пластин α -фазы и активизирует гомогенный механизм зарождения ω - и α -фаз.

Необходимо также отметить, что на процессы распада метастабильной β -фазы при изотермической обработке оказывает влияние содержание примесей внедрения (кислорода, азота и углерода) в сплаве и проведение на полуфабрикатах предварительной пластической деформации.

Таким образом, исходя из представленных сведений видно, что на процессы распада метастабильного β -твердого раствора, включая особенности механизма зарождения и роста частиц вторичных фаз, оказывает влияние значительный перечень факторов. В том числе известно, что кинетика выделения вторичной α -фазы при старении, объем и морфология ее частиц в значительной степени зависят от химического состава исследуемого сплава.

В настоящее время для ряда отечественных и зарубежных псевдо- β -титановых сплавов построены S -образные кривые [13]. Однако с учетом особенностей легирования сплава ВТ47 (использование в составе иттрия) и практически полного отсутствия данных по структурно-фазовым превращениям высоколегированных иттрийсодержащих титановых сплавов в открытых источниках, существует реальная потребность в проведении исследований, направленных на уточнение особенностей протекания в сплаве ВТ47 структурно-фазовых превращений в процессе изотермических выдержек и степень их влияния на механические свойства.

В данной статье представлены результаты исследования твердости по Роквеллу (HRC) после изотермических выдержек, как характеристики, коррелирующей с уровнем прочностных свойств [24], построены S -образные кривые твердости и дано сопоставление значений твердости с микроструктурой.

Для получения наиболее однородного исходного структурно-фазового состояния все образцы перед старением (изотермическими выдержками) были закалены на β -фазу с температуры выше полиморфного превращения. В дальнейшем проведена изотермическая выдержка в широком диапазоне времени и температур по режимам, представленным в таблице.

Построенные для более наглядного отображения полученных результатов диаграмма и S -образные кривые твердости приведены на рис. 3 и 4.

Температурно-временные параметры старения образцов из высокопрочного сплава ВТ47 и средние округленные значения твердости по Роквеллу (HRC)

Температура выдержки, °С	Значения твердости после старения образцов при выдержке в течение									
	10 мин ($6 \cdot 10^2$ с)	30 мин ($1,8 \cdot 10^3$ с)	1 ч ($3,6 \cdot 10^3$ с)	2 ч ($7,2 \cdot 10^3$ с)	4 ч ($1,4 \cdot 10^4$ с)	8 ч ($2,9 \cdot 10^4$ с)	16 ч ($5,8 \cdot 10^4$ с)	32 ч ($1,2 \cdot 10^5$ с)	64 ч ($2,3 \cdot 10^5$ с)	128 ч ($4,6 \cdot 10^5$ с)
Закаленное состояние	27,0									
650	27,0	—	26,0	—	26,5	—	26,0	—	25,5	—
550	25,0	25,5	25,5	27,5	31,0	34,0	34,5	34,5	—	—
500	24,0	27,0	26,0	27,5	39,0	40,0	40,5	41,5	—	—
450	26,0	27,0	26,0	28,5	29,0	41,5	43,0	43,5	43,5	—
400	—	26,0	26,5	26,5	25,0	25,5	28,0	32,5	46,0	47,5
350	—	—	25,5	26,5	26,0	27,0	26,5	28,0	37,0	37,0

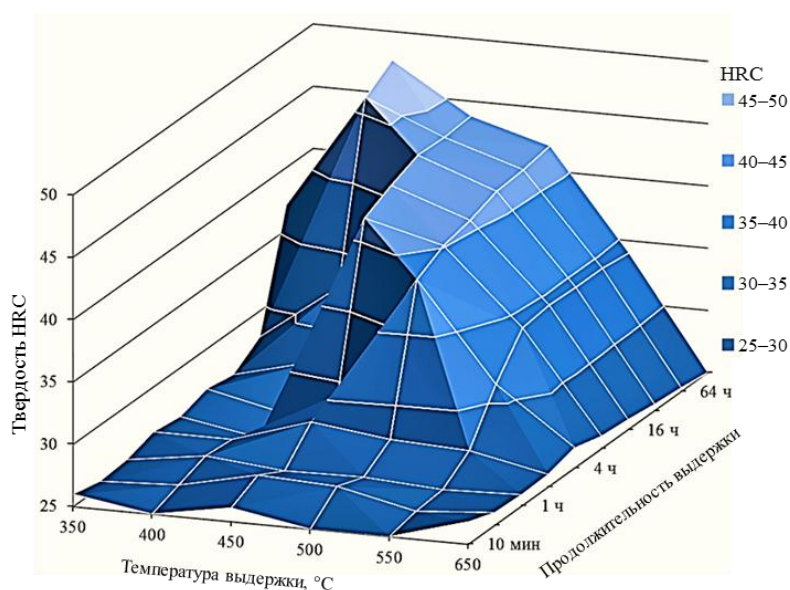


Рис. 3. Диаграмма твердости по Роквеллу сплава ВТ47 в зависимости от параметров старения

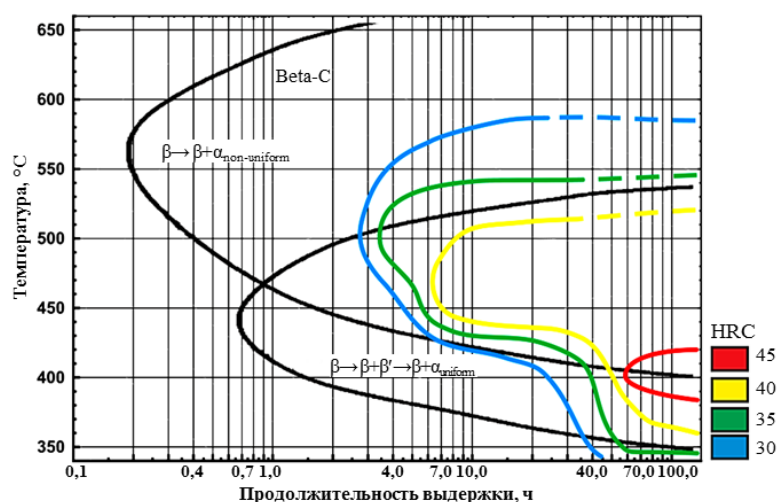


Рис. 4. С-образные кривые твердости по Роквеллу для сплава ВТ47 (цветные линии) с наложением С-образных кривых фазовых превращений сплава-аналога, близкого по химическому составу, марки Ti 38-6-44 (Beta-C) [25] (пунктирными линиями обозначены прогнозные (экстраполируемые) данные)

Анализ С-образных кривых твердости листов из сплава ВТ47 показал, что заметное повышение уровня твердости (по сравнению с закаленным состоянием) в процессе изотермической выдержки происходит практически во всем интервале исследованных температур (от 350 до 550°C), за исключением температуры 650°C.

Условно для процесса изменения механических свойств, в данном случае твердости, можно (по аналогии со структурными изменениями) определить «инкубационный период». В рамках данного исследования это значимое повышение твердости (по сравнению с закаленным состоянием), превышающее разброс значений твердости по образцу, в том числе обусловленный характеристиками исследовательского оборудования. Таким образом, «инкубационный период» повышения твердости до значений $\sim(28\text{--}30)$ HRC для сплава ВТ47 при старении составляет (см. таблицу):

Температура, °C	350	400	450	500	550	650
Продолжительность выдержки, ч	~ 32	~ 16	~ 2	$\sim(2\text{--}4)$	~ 4	Не наблюдается

Старение (изотермическая выдержка) при температуре 650°C не приводит к значимым изменениям твердости, а с увеличением продолжительности выдержки до 64 ч отмечается тенденция к ее незначительному снижению. Микроструктура сплава ВТ47 после старения при данной температуре представлена исходными β -зернами с «оторочкой» из α -фазы, относительная доля которой и толщина «оторочки» увеличиваются с увеличением длительности старения (рис. 5). При этом доля внутризеренной α -фазы очень невелика. Наблюдаемая морфология в значительной степени определяет низкий уровень твердости по Роквеллу.

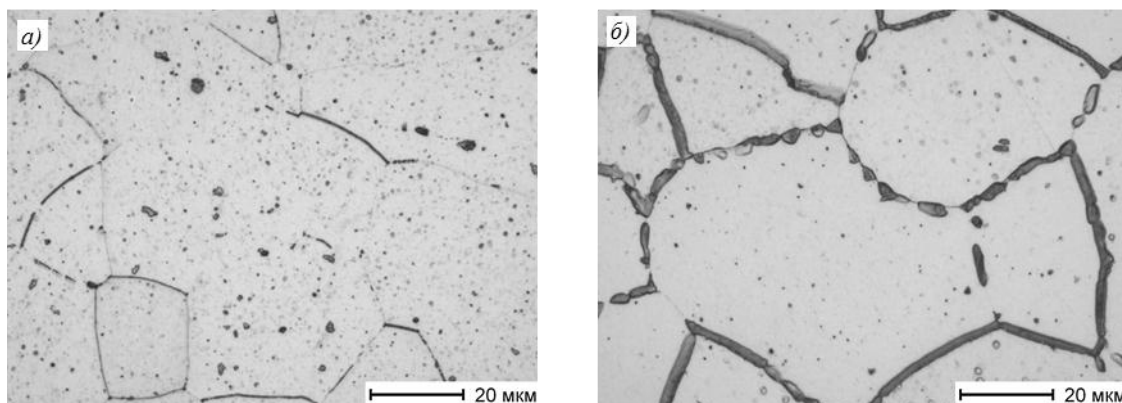


Рис. 5. Микроструктура ($\times 1000$) сплава ВТ47 после старения при температуре 650°C [2] при продолжительности выдержки 0,17 (а) и 64 ч (б)

Снижение температуры выдержки до 550°C приводит к изменению преимущественной морфологии выделений вторичной α -фазы и увеличению их относительной доли в структуре сплава, что оказывает заметное влияние на твердость (рис. 6, а). Увеличение твердости при данной температуре происходит уже после 4 ч выдержки и достигает наиболее высокого уровня значений после 8 ч выдержки.

Кинетика процесса выделения вторичной α -фазы при 500°C характеризуется еще большей интенсивностью, что подтверждается сравнением микроструктуры после старения при 500 и 550°C (рис. 6, а, в). В диапазоне 2–4 ч изотермической выдержки происходит интенсивное выделение частиц α -фазы как по границам, так и в объеме зерен (рис. 6, б, в), при этом твердость достигает практически максимального уровня значений и в дальнейшем при продолжении термической обработки практически не увеличивается.

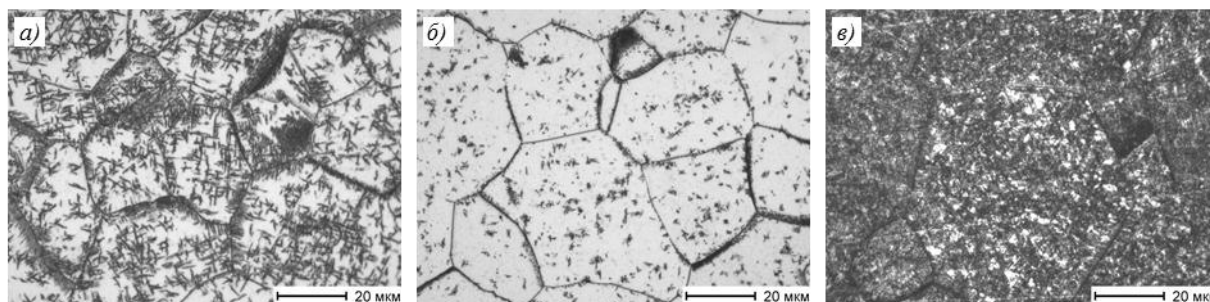


Рис. 6. Микроструктура ($\times 1000$) сплава ВТ47 после старения при температурах 550 (а) и 500°C (б, в) при продолжительности выдержки 2 (б) и 4 ч (а, в) [26]

При температуре термической обработки 450°C диапазон наиболее интенсивного набора уровня твердости смещен в сторону более длительных выдержек (4–8 ч). Следует отметить, что при выдержках более 8 ч значения твердости такие же высокие, как и после старения при 500°C. Таким образом, наиболее высокий уровень твердости за время старения, рациональное с позиции технико-экономических характеристик, можно обеспечить только при температурах в диапазоне 450–500°C. Структура сплава ВТ47 после режимов термической обработки в данном температурном диапазоне, обеспечивающих одинаковый уровень твердости, при анализе методом оптической микроскопии не имеет принципиальных отличий.

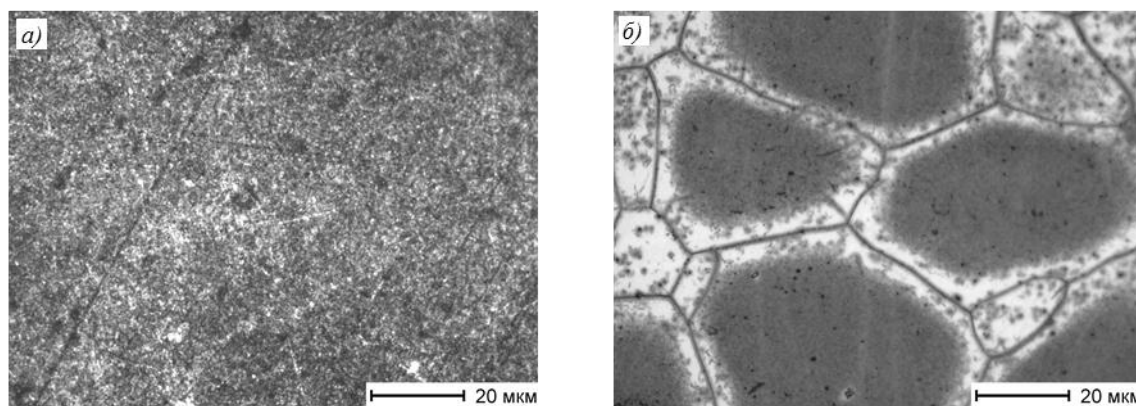


Рис. 7. Микроструктура ($\times 1000$) сплава ВТ47 после старения при температурах 400 (а) и 350°C (б) и выдержке 128 ч [26]

Интенсивность и скорость процессов выделения вторичной α -фазы при дальнейшем снижении температуры выдержки существенно снижается. Так, заметное увеличение твердости при температуре 400°C происходит лишь в диапазоне 16–32 ч и лишь длительное старение в течение 64–128 ч позволяет обеспечить высокий уровень твердости. Следует отметить, что наибольшее значение твердости сплава ВТ47 в рамках данного исследования получено после изотермической выдержки при 400°C в течение 128 ч и составило 47,5 HRC. Такое высокое значение, вероятно, обусловлено большой объемной долей чрезвычайно мелкодисперсных вторичных выделений α -фазы, образовавшихся в процессе длительного низкотемпературного старения (рис. 7, а).

При температуре 350°C процессы выделения α -фазы и, соответственно, увеличение твердости сплава проходят более медленно. Временной интервал наиболее интенсивного роста твердости смещается к диапазону 32–64 ч и при дальнейшем увеличении продолжительности выдержки повышения твердости не происходит. Структура сплава после длительной термической обработки при низких температурах, как показали ранее

проведенные исследования [26], характеризуется значительной неоднородностью, а вторичные выделения преимущественно сконцентрированы в центральной части первичного β -зерна (рис. 7, б).

Заключения

1. Исследованы микроструктура и твердость образцов, вырезанных из листов псевдо- β -титанового сплава ВТ47 после изотермических выдержек (старения) в температурном интервале от 350 до 650°C и продолжительности выдержки от 10 мин до 128 ч.

2. На основании полученных данных построены диаграмма и С-образные кривые изменения твердости сплава ВТ47, а также проведено сопоставление кривых изменения твердости с диаграммой «время–температура–фазовые превращения» для одного из наиболее близких сплавов-аналогов.

3. Установлено, что при изотермической выдержке при температуре 650°C не происходит значимых изменений твердости во всем исследованном временном интервале старения, что обуславливается морфологией и количеством выделений вторичной α -фазы. Выдержка при более низких температурах приводит к существенному росту значений твердости вследствие увеличения количества вторичной α -фазы и изменения морфологии ее выделения.

4. Установлено, что наибольшие (≥ 45) значения твердости по Роквеллу достигаются при длительном (64–128 ч) старении при температуре 400°C. Высокий уровень твердости (≥ 40) может быть также достигнут старением в интервале температур 450–500°C при выдержке более 8 ч.

ЛИТЕРАТУРА

1. Titanium and titanium alloys. Fundamentals and applications / ed. C. Leyens, M. Peters. Wiley–VCH, 2003. 513 p.
2. Nyakana S.L., Fanning J.C., Boyer R.R. Quick Reference Guide for β Titanium Alloys in the 00s // Journal of Materials Engineering and Performance. 2005. Vol. 14 (6). P. 799–811.
3. Boyer R.R., Briggs R.D. The Use of β Titanium Alloys in the Aerospace Industry // Journal of Materials Engineering and Performance. 2005. Vol. 14 (6). P. 681–685.
4. Каблов Е.Н., Ночовная Н.А., Грибков Ю.А., Ширяев А.А. Разработка высокопрочного титанового псевдо- β -сплава и технологий получения полуфабрикатов из него // Вопросы материаловедения. 2016. №3 (87). С. 23–31.
5. Ильин А.А., Скворцова С.В., Дзунович Д.А., Панин П.В., Шалин А.В. Влияние параметров термической и термомеханической обработки на текстурообразование в листовых полуфабрикатах из титановых сплавов // Технология машиностроения. 2012. №8. С. 8–12.
6. Ночовная Н.А., Панин П.В., Алексеев Е.Б., Новак А.В. Закономерности формирования структурно-фазового состояния сплавов на основе орто- и гамма-алюминидов титана в процессе термомеханической обработки // Вестник Российского фонда фундаментальных исследований. 2015. №1 (85). С. 18–26.
7. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
8. Высокопрочный сплав на основе титана и изделие, выполненное из высокопрочного сплава на основе титана: пат. 2569285 Рос. Федерация. №2014153690/02; заявл. 29.12.14; опубл. 20.11.15.
9. Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Дзунович Д.А., Панин П.В. Исследование химического состава крупногабаритного опытно-промышленного слитка из нового высоколегированного псевдо- β -титанового сплава ВТ47 // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. №1 (61).

- Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-1-6-6.
10. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №S2. С. 3–10.
 11. Ширяев А.А., Анташев В.Г. Особенности разработки высокопрочного самозакаливающегося высокотехнологичного псевдо- β -титанового сплава // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №4. С. 23–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-4-23-30.
 12. Скупов А.А., Пантелеев М.Д., Иода Е.Н., Мовенко Д.А. Эффективность применения редкоземельных металлов для легирования присадочных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №3 (48). С. 14–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-14-19.
 13. Лясоцкая В.С. Термическая обработка сварных соединений титановых сплавов. М.: Экомет, 2003. 352 с.
 14. Dehghan-Manshadi A., Dippenaar R.J. Development of α -phase morphologies during low temperature isothermal heat treatment of a Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr alloy // *Material Science and Engineering A*. 2011. Vol. 528. P. 1833–1839.
 15. Тетюхин В.В., Грибков Ю.А., Модер Н.И., Водолазский В.Ф. Исследование структурных и фазовых превращений в сплаве ВТ35 при изготовлении тонких листов // *Титан*. 1996. №1 (9). С. 25–29.
 16. Furuha T., Maki T., Makino T. Microstructure control by thermomechanical processing in β -Ti-15-3 alloy // *Journal of Materials Processing Technology*. 2001. Vol. 117. P. 318–323.
 17. Martin B., Samimi P., Collins P. Engineered, spatially varying isothermal holds: enabling combinatorial studies of temperature effects, as applied to metastable titanium alloy β -21S // *Metallography, Microstructure, and Analysis*. 2017. No. 6. P. 216–220.
 18. Terlinde G., Fischer G. Beta titanium alloys // *Proceedings of 8th World Conference on Titanium «Titanium 95: Science and technology»*. The Institute of Materials, UK. 1996. P. 2177–2194.
 19. Zhanal P., Harcuba P., Hajek J. et al. Evolution of ω phase during heating of metastable β titanium alloy Ti–15Mo // *Journal of Material Science*. 2018. Vol. 53. P. 837–845.
 20. Ivasishin O.M., Markovsky P.E., Matviychuk Yu.V., Semiatin S.L. Precipitation and recrystallization behavior of beta titanium alloys during continuous heat treatment // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2003. Vol. 34A. P. 147–158.
 21. Furuha T. Role of defects on microstructure of beta titanium alloys // *Metals and Materials*. 2000. Vol. 6. No. 3. P. 221–224.
 22. Clement N., Lenain A., Jacques P.J. Mechanical property optimization via microstructural control of new metastable beta titanium alloys // *JOM*. 2007. Vol. 1. P. 50–53.
 23. Zhou Z., Fei Y., Lai M. et al. Microstructure and mechanical properties of new metastable β type titanium alloy // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010. Vol. 20. P. 2253–2258.
 24. Новак А.В., Алексеев Е.Б., Иванов В.И., Дзунович Д.А. Изучение влияния параметров закалки на структуру и твердость интерметаллидного титанового орто-сплава ВТИ-4 // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2018. №2 (62). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-5-5.
 25. Schmidt P., El-Chaikh A., Christ H.-J. Effect of Duplex Aging on the Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in the Solute-rich Metastable β Titanium Alloy Ti 38-6-44 // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2011. Vol. 42A. P. 2652–2667.
 26. Ширяев А.А., Ночовная Н.А. Исследование формирования структуры в процессе старения высокопрочного псевдо- β титанового сплава ВТ47 // *Металлург*. 2019. №9. С. 76–84.

УДК 678.8

С.В. Кондрашов¹, А.А. Пыхтин¹, С.А. Ларионов¹, А.Е. Сорокин¹

**ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ FDM-ПЕЧАТИ
И СОСТАВА ИСПОЛЬЗУЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ
НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
FDM-МОДЕЛЕЙ (обзор)**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-34-49

В работе проведен анализ научно-технической литературы в области влияния технологических режимов на физико-механические свойства образцов, полученных способом FDM-печати. Показано, что прочностные характеристики деталей, изготовленных с использованием оптимальных параметров печати, вплотную приближаются к свойствам изделий, полученных способом литья под давлением.

Выявлены принципиальные подходы для получения образцов с теплостойкостью более 200°C и прочностью более 100 МПа. Определен круг исследовательских задач, которые необходимо решить для перехода от прототипирования к изготовлению реальных деталей, конкретных устройств и конструкций.

Ключевые слова: аддитивные технологии, FDM-печать, физико-механические свойства, технологический режим, материалы для FDM-печати.

S.V. Kondrashov¹, A.A. Pykhtin¹, S.A. Larionov¹, A.E. Sorokin¹

**INFLUENCE OF THE TECHNOLOGICAL FDM-MODES OF THE PRESS
AND STRUCTURE OF USED MATERIALS
ON PHYSIC-MECHANICAL CHARACTERISTICS OF FDM-MODELS (review)**

In work the analysis of scientific and technical literature in the field of influence of technological modes on physic-mechanical properties of the samples received in the way of the FDM press is carried out. It is shown that strength characteristics of the details made with use of optimum parameters of the press, closely come nearer to properties of the products received in the way of pressure casting.

Basic approaches for receiving samples with thermal stability more than 200°C and with the durability more than 100 MPa are revealed. The circle of research tasks which need to be solved for transition from prototyping to manufacturing of real details, specific devices and designs is defined.

Keywords: additive technologies, FDM-printing, physicomechanical properties, the technological mode, materials for FDM-printing.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Полимерные материалы широко применяются в различных отраслях машиностроения, в том числе в авиационной, космической технике, автомобиле- и судостроении, атомной энергетике и медицине, благодаря уникальному сочетанию эксплуатационных и технологических свойств [1–4], возможности придания им различных функциональных свойств [5–7].

В настоящее время при производстве новых изделий в авиастроении, машино- и приборостроении наряду с традиционными методами переработки термопластов, такими как литье под давлением и экструзия, быстрыми темпами развиваются аддитивные технологии (АТ) переработки, обеспечивающие сокращение продолжительности технологической подготовки производства [9–12].

Согласно аналитическим исследованиям, темпы роста полимерного рынка АТ за последние 25 лет составили в среднем 25% в год и ожидается, что к 2020 г. он достигнет объема в 9–10 млрд долл. США. С увеличением объема рынка значительно возросло количество охраняемых документов в полимерной области АТ. За 30 лет количество подаваемых заявок на изобретения увеличилось с 5–10 до 300–350 в год. Такое стремительное развитие АТ в области полимерных материалов свидетельствует об их актуальности и активном внедрении в современные промышленные процессы производства.

В основном полимерные материалы для АТ используются для изготовления прототипов, оснасток и демонстрационных моделей, ненагруженных и мало нагруженных изделий, в меньшей степени – для формования конечных изделий. В 2012 г. доля конечных изделий из пластмасс, произведенных с помощью АТ, составила 28%. Однако по прогнозам этот показатель к 2020 г. должен достигнуть 80%.

Наиболее интенсивно полимерные изделия, изготовленные методами АТ, внедряются в аэрокосмической промышленности, автомобиле- и судостроении. Причем для изделий этих высокотехнологичных отраслей промышленности используют в основном конструкционные, высокопрочные и теплостойкие фотополимеризуемые композиции, полимерные материалы типа полиэфирэфиркетона, полиэфиримида, а также материалы на основе ABS-пластика и полиамида ПА-12 в модифицированном и немодифицированном состояниях. Например, компании Boeing, Douglas Aircraft Company, Lockheed Martin, Airbus S.A.S. (EADS) и Northrop Grumman, Bell Helicopter, NASA, GE Aviation начали внедрять АТ с 1990-х гг. В настоящее время АТ активно применяются для изготовления деталей военных (F/A-18 Hornet) и пассажирских самолетов (Boeing 737 Scalemodel, Boeing 787 Dreamliner, Airbus A350), вертолетов (MV-22 Osprey, Bell Model 412), а также многих беспилотных летательных аппаратов (N+3, SULSA): воздуховодов, печатных плат, антенн, сенсоров, кабель-каналов, обтекателей ИК-камер, конструкций кресел и внутренней отделки пассажирских салонов, топливных баков, деталей турбовинтовых двигателей. Компании Mercedes-Benz, BMW, Audi AG, Lamborghini, Kingston University, Bentley Motors используют АТ для изготовления спойлеров, деталей освещения, приборных панелей, элементов внутренней отделки, манжет омывателей фар, деталей контура охлаждения тормозной системы, бензобаков, элементов двигателей внутреннего сгорания. NASA использовало АТ для создания деталей марсохода Rover и направляющих лопаток компрессора в прототипе полностью неметаллического ГТД. Немецкая компания Hense Yachts AG применяет аддитивные технологии для создания корпусов парусных яхт и лодок. Компании RAMLAB, DAMEN Shipyards Group, Autodesk, Promarin совместно разработали и изготовили из полимерных композиционных материалов (ПКМ) методом 3D-печати гребной винт Waampeller диаметром 1,3 м и массой 180 кг, установленный на портовом буксире в г. Роттердам. Аналогичные работы по созданию винтовых установок ведутся в российской компании «Пульсар».

Одним из наиболее распространенных методов аддитивной переработки термопластичных материалов является послойная укладка расплавленной полимерной нити (fused deposition modeling – FDM) [11–13]. Схема процесса FDM приведена на рис. 1.

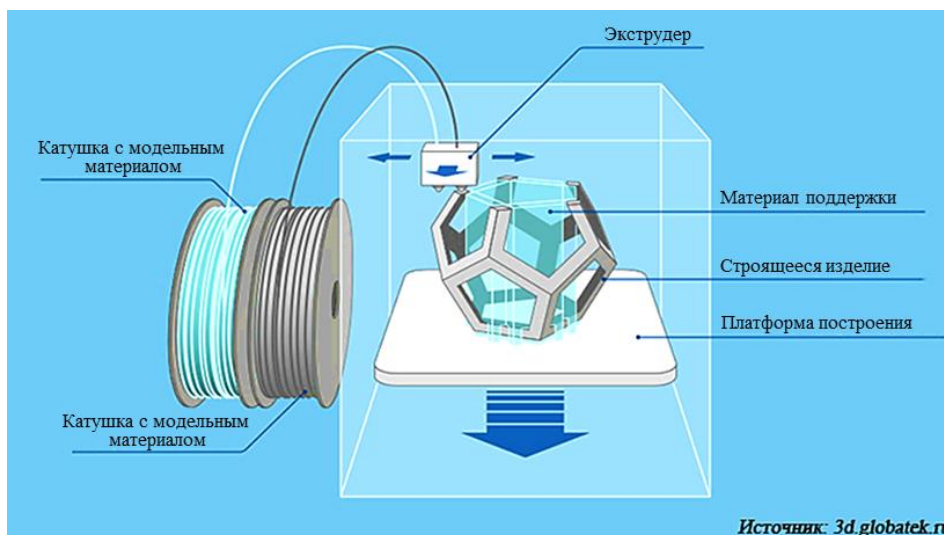


Рис. 1. Схема процесса послойной укладки расплавленной полимерной нити (FDM)

Этот метод основан на том, что термопластичная полимерная нить (филамент (filament)) подается в экструзионную головку 3D-принтера, в которой нагревается до вязкотекучего состояния и выдавливается через сопло диаметром 0,1–0,3 мм по заданной траектории на неподвижное основание. Последующие слои укладываются на предыдущие и затвердевают по мере охлаждения. При этом послойную ориентацию укладки расплавленной полимерной нити (нить расплава (raster)) можно изменять в соответствии с выбранным алгоритмом, регулируя анизотропию свойств в конечном изделии или прототипе.

Благодаря низкой стоимости и высокому уровню функциональных возможностей FDM-принтеры и расходные материалы для них в настоящее время являются наиболее востребованными на рынке аддитивных технологий.

На рис. 2 приведена динамика публикационной активности (учтены работы, индексируемые в базах данных Web of Science и Scopus) в области исследований, связанных с развитием FDM-технологий.

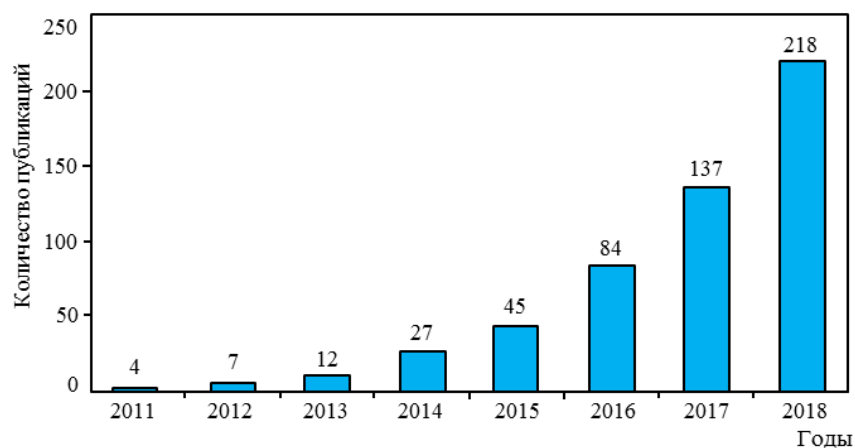


Рис. 2. Публикационная активность в области развития FDM-технологий

Резкое увеличение количества публикаций в 2015–2016 гг., вероятно, связано с осознанием того факта, что уникальные возможности FDM-технологии позволяют решать широкий круг задач – от изготовления реальных деталей с высоким уровнем

физико-механических и термомеханических свойств до получения адаптивных материалов, изменяющих свои характеристики при управляющем воздействии естественного или искусственного происхождения.

Целью данной работы является обзор исследований, посвященных влиянию технологических режимов FDM-печати и состава используемых материалов на физико-механические характеристики напечатанных прототипов.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 10. «Энергоэффективные, ресурсосберегающие и аддитивные технологии получения деталей, полуфабрикатов и конструкций» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Влияние технологических режимов FDM-печати и состава используемых материалов

на физико-механические характеристики напечатанных прототипов

Вероятно, первой работой, в которой был поставлен вопрос о влиянии технологических параметров FDM-печати на физико-механические характеристики образцов, является работа [14], авторы которой исследовали влияние ориентации нитей расплава и расстояния между ними на прочность образцов при растяжении.

В табл. 1 приведены данные ряда авторов о влиянии ориентации нити расплава на прочность образцов при растяжении, полученных способом FDM-печати, из АБС-пластика различных модификаций.

Таблица 1

Влияние ориентации нити расплава на прочность образцов из АБС-пластика

Материал	Настройки принтера	Прочность при растяжении/модуль упругости, МПа, при ориентации				Литературный источник
		[0]	[45]	[90]	[±45]	
АБС-пластик, минеральное масло, воск	Заводские	25,5/987	15,6/741	14,35/738	18,9/768	[15]
АБС-пластик марки Р 400	-«-	24,18/1486	9,4/1042	8,55/1041	15,3/1282	[16]
	-«-	20,6	7,1	9,3	13,7	[17, 18]
	Параметр <i>air gap</i> 0	21,5	–	12,7	16,5	[19]
	Параметр <i>air gap</i> -0,05 мм	19,2	–	2,5	13,4	[19]

Видно, что максимальная прочность достигается при совпадении направлений оси нити расплава и действующего напряжения. В этом случае для образцов, изготовленных из АБС-пластика марки Р400, величина прочности составляет 20–24 МПа, что на 22–32% меньше, чем прочность единичной нити расплава (31,2 МПа) [20]. Использование ориентаций нити расплава [45] и [90] приводит к снижению прочности на 40–60%. Более выгодно использовать ориентации [+45/-45] или [0/90], в этом случае уменьшение прочности составляет 15–25%. Кроме того, такие ориентации более выгодны с точки зрения достижения более высокой ударной вязкости [21].

Обращает также на себя внимание то, что для образцов из АБС-пластика с пластифицирующими добавками [15] ориентационный эффект оказывает на прочность более слабое влияние, чем для АБС-пластика марки Р400 [16], который обладает более высоким модулем упругости.

Описанные результаты легко объяснить тем, что при ориентациях, отличающихся от [0], существенный вклад в прочностные характеристики вносит связь между нитями расплава [22]. В работе [23] показано, что формирование контакта между дорожками происходит в ходе остывания расплава, а сила связи между ними определяется

диффузией макромолекул при остывании «горячей» зоны (рис. 3). Это приводит в частности к тому, что температура в рабочей камере влияет на прочностные характеристики детали существенно больше, чем степень нагрева печатающей головки.

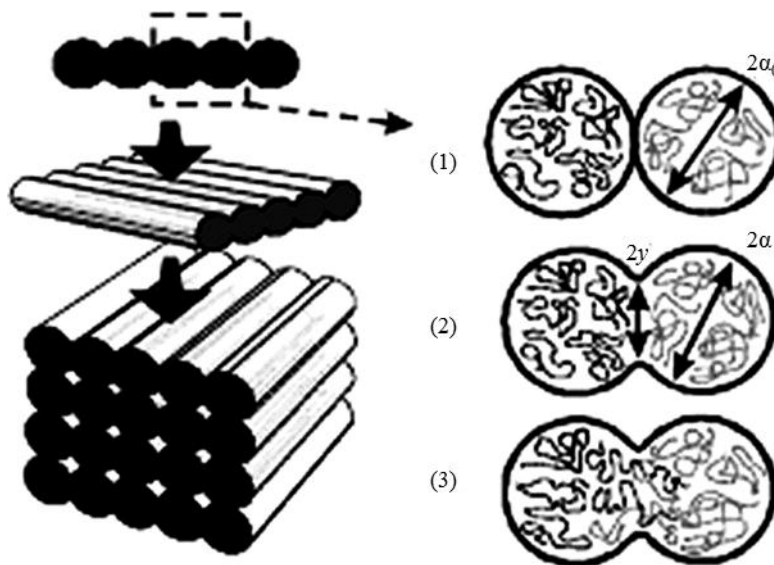


Рис. 3. Формирование контакта между филаментами, по данным авторов работы [19]

На связь между нитями расплава влияет также расстояние между ними. В работе [19] показано, что минимальная площадь контакта между нитями расплава при настройке FDM-принтера с параметром *air gap* 0, которая практически не оказывает влияния на прочностные характеристики при ориентации [0], приводит к уменьшению прочности до 8,55 МПа при ориентации [90]. Данный эффект может быть существенно снижен при настройке параметра *air gap* 0, которая обеспечивает частичное перекрывание нитей расплава (табл. 1).

Существенное влияние данного параметра на прочность образца подчеркивали также авторы работы [24]. Как видно из данных, приведенных в этой работе (табл. 2, рис. 4), частичное перекрывание нитей расплава, которому соответствует знак «-» в настройке параметра *air gap*, приводит почти к пятикратному возрастанию прочности по сравнению со случаем, когда нити расплава разделены в пространстве. При этом увеличение ширины нити приводит к тому, что соотношение между прочностями образцов, полученных при разной ширине щели, уменьшается.

Таблица 2

Влияние настроек принтера на прочность при растяжении АБС-пластика

Ширина нити, мм	Настройка параметра <i>air gap</i> , мм	Прочность при растяжении, МПа
0,2032	-0,00254	32,56
0,2032	0,5588	6,52
0,5588	-0,00254	24,81
0,5588	0,5588	10,44

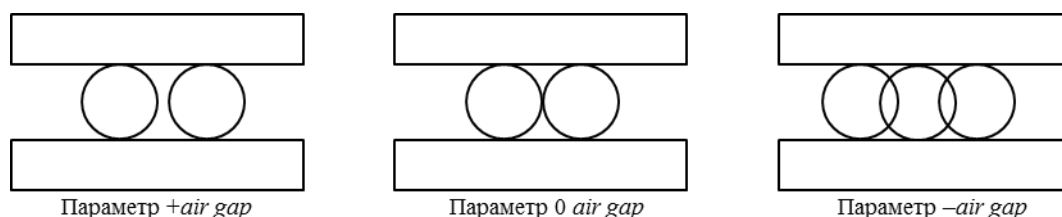


Рис. 4. Расположение нитей расплава при различной настройке параметра *air gap* [24]

На величину расстояния между нитями расплава оказывает влияние толщина слоя печати. В работе [25] установлено, что увеличение толщины слоя печати с 0,2 до 0,4 мм приводит к уменьшению прочности при растяжении на 16–20%. Наблюдаемый эффект авторы работы [25] связали с увеличением объема не заполненного полимерной матрицей пространства с 0,3 до 5,26% (рис. 5).

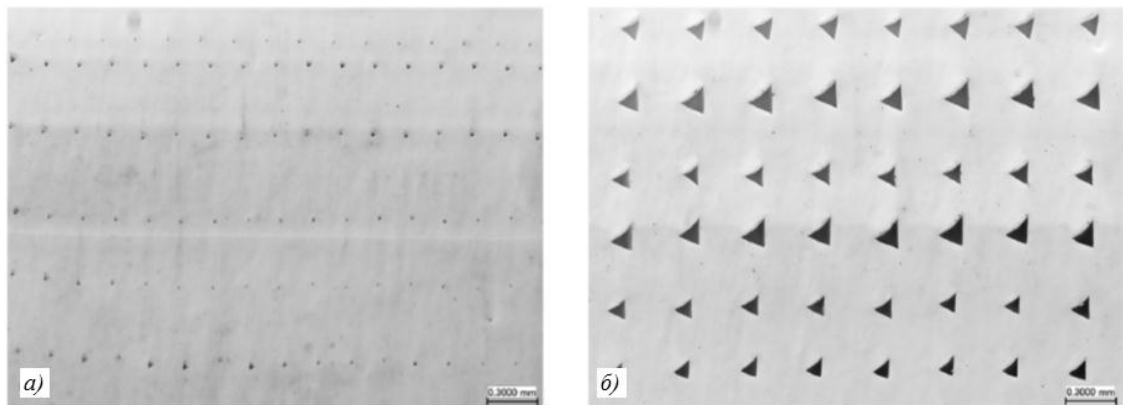


Рис. 5. Поперечное сечение образцов с высотой слоя печати 0,2 (а) и 0,4 мм (б)

Авторы работы [26] предложили для уменьшения расстояния между нитями расплава использовать микросферы, расширяющиеся в ходе последующей тепловой обработки, что приводит к увеличению прочности при сжатии напечатанной детали более чем на 50%.

Одна из возможностей уменьшения эффекта влияния ориентации на физико-механические характеристики детали заключается в изменении схемы печати. В работе [27] показано, что прочность и деформационные характеристики образца, изготовленного способом FDM-печати, зависят от толщины контура, проложенного по периметру детали (рис. 6). Видно, что изменение количества филаментов в контуре с 1 до 10 приводит к увеличению прочности с 23,3 до 29,8 МПа (24,3%), модуля упругости – с 1812 до 2117 МПа (16,8%). Относительное удлинение с ростом толщины вначале увеличивается и достигает 8,7%, а при дальнейшем увеличении уменьшается до 2,3%. Причиной наблюдаемого эффекта, по мнению авторов работы [27], является возникновение сжимающих термоупругих напряжений при остывании частично ориентированного расплава. Отсутствие контура, по данным авторов работы [28], приводит к уменьшению прочности при прочих равных условиях на 20%.

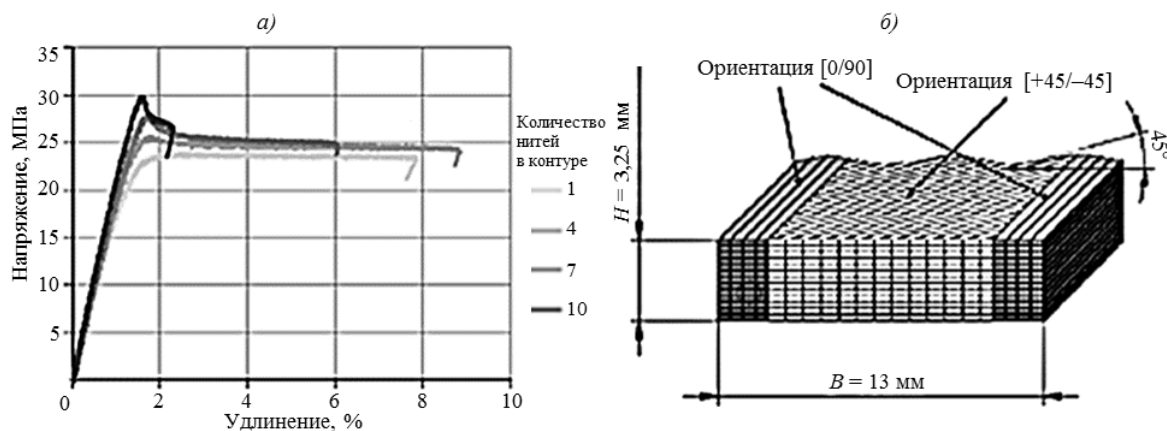


Рис. 6. Влияние толщины контура на физико-механические характеристики образца (а) и сечение образца (б)

Помимо ориентации нити расплава относительно оси приложения нагрузки существенное влияние на физико-механические характеристики деталей, изготовленных способом FDM-печати, оказывает ориентация плоскости построения детали относительно геометрических осей образца (рис. 7).

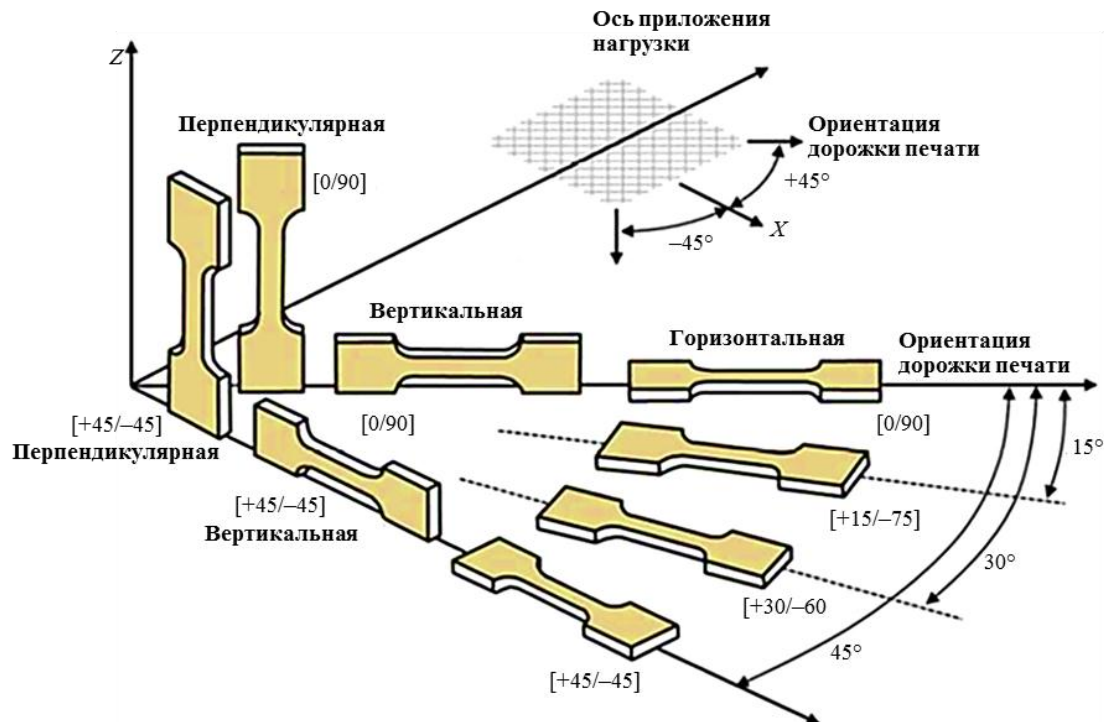


Рис. 7. Ориентация плоскости построения образца и направления укладки нити расплава [29]

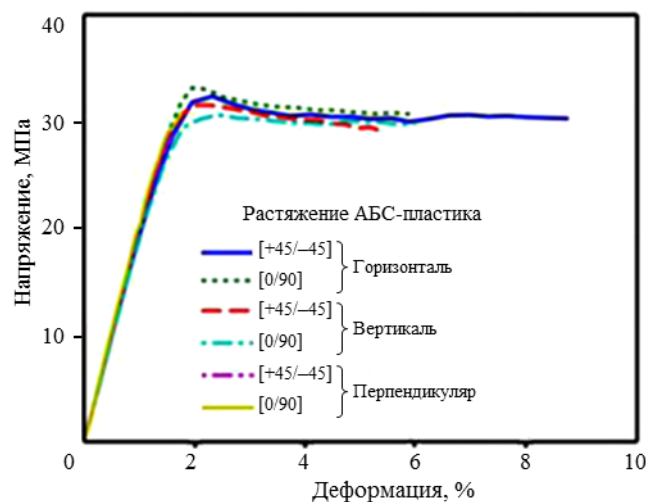


Рис. 8. Влияние ориентации плоскости построения на диаграммы «напряжение–деформация» для образцов АБС-пластика

В работе [29] исследовано влияние на прочность при растяжении ориентации плоскости построения детали относительно геометрических осей образца (рис. 8). Видно, что величины пределов прочности при разрыве для образцов АБС-пластика, указанных ориентаций, практически совпадают, однако разрывная деформация образцов существенно различается. Так, максимальная величина относительной деформации (ϵ)

для АБС-пластика достигается при ориентации [горизонталь, +45/-45] и составляет 8,5%. Изменение ориентации на [перпендикуляр, +45/-45] приводит к уменьшению величины ϵ до 1,7%. Аналогичная зависимость наблюдается и для поликарбоната. По мнению авторов цитируемой работы, уменьшение деформационной способности образцов связано с наличием внутренних напряжений, различающихся по направлению действия и локализации.

Изменение эпюры термоупругих напряжений при изменении ориентации «горизонталь–вертикаль–перпендикуляр», по данным авторов работ [30, 31], приводит к уменьшению ударной вязкости образцов АБС-пластика в ряду 28,8–17,7–0,6 кДж/м² соответственно. При этом при переходе «горизонталь–перпендикуляр» изменяется механизм разрушения – от вязкоупругого к хрупкому. В работе [32] установлено, что изменение ориентации приводит не только к изменению физико-механических характеристик, но и к изменению величины коэффициента линейного теплового расширения (КЛТР). При изменении ориентации «горизонталь–перпендикуляр», величина КЛТР увеличивается с $4,7 \cdot 10^{-5}$ до $7,7 \cdot 10^{-5} \text{ К}^{-1}$.

Как видно из приведенных данных, прочностные характеристики образцов, изготовленных способом FDM-печати, зависят от ориентации нитей расплава и расстояния между ними в объеме образца. В свою очередь, расстояние между нитями расплава определяется соотношением между высотой слоя печати, шириной нити и диаметром сопла. Это обстоятельство определило интерес исследователей к оптимизации технологических параметров печати [24, 33–35]. При этом объектами для этого являлись не только физико-механические характеристики образцов, но и функциональные свойства изделий. Например, авторы работы [35] установили, что величина вклада параметров печати в упругие свойства катапульты (профилированная пластина из АБС-пластика) при прочих равных условиях составляет: ширина щели 34,52%, ориентация 31,7%, ширина дорожки 5,2%, толщина слоя печати 27,14%.

Оптимизировав схему и параметры печати, авторы работ [33, 34], используя материал АБС-пластик марки P430, получили образцы с прочностью 32–35 МПа с модулем упругости 2–2,25 ГПа вне зависимости от ориентации оси дорожки печати относительно направления приложения нагрузки при растяжении. Следует отметить, что полученные характеристики вплотную приближаются к свойствам материала, полученного способом литья под давлением [36].

Принтеры для FDM-печати позволяют изменять не только параметры печати, данные о которых приведены ранее, но и тип заполнения внутриконтурного пространства. Так, авторы работы [37] установили, что использование внутриконтурного заполнения в виде шестиугольных сот позволяет получить 15%-ный выигрыш по прочности (по сравнению с прямоугольными или ромбовидными сотами) при плотности заполнения 50%. Однако при плотности заполнения 100% разница в прочности для различных типов заполнения нивелируется. В работах [37, 38] отмечен нелинейный характер уменьшения прочности при уменьшении степени заполнения внутриконтурного пространства, что позволяет существенно снизить стоимость материалов и продолжительность изготовления образцов.

Не смотря на то что в настоящее время коммерчески доступна широкая линейка материалов для FDM-принтеров (АБС-пластик, поликарбонат, полиамид, полистирол (Hips), полиэтилентерефталат (T-Glass)) [39–42], ассортимент таких материалов постоянно расширяется. С целью увеличения физико-механических характеристик и теплоустойчивости используют: полиэфиримид [43–45], полифениленсульфид [46], полифениленсульфон [47, 48], полиэфирэфиркетон [49, 50], жидкокристаллический ароматический полиэфир [51].

Полиэфиримид обладает высоким уровнем прочностных и термомеханических свойств, не поддерживает горения. В работе [44] показано, что использование FDM-технологий позволяет получить материал с прочностью при растяжении 107 МПа, что лишь на 7% меньше, чем у образцов, которые получены литьевым способом. При этом величина модуля упругости составляет 2492 МПа, а температура стеклования 217°C. Меньшие значения механической прочности получены авторами работы [45], которые использовали в качестве исходного материала ULTEM 9085 (прочность при растяжении 89 МПа, разрывная деформация 1,5%).

В работе [46] установлено, что степень кристалличности полифениленсульфида зависит от технологических параметров процесса FDM-печати и может быть управляемым способом изменена с 20 до 48%.

Выбор оптимальных параметров технологического процесса позволил авторам работ [47, 48] получить образцы полифениленсульфона, характеристики которых (прочность при растяжении 64,5 МПа, модуль упругости 1725 МПа) практически совпадают с характеристиками материала, полученного способом литья под давлением.

Образцы полиэфирэфиркетона (ПЭЭК), полученные в работе [49], имеют разрывное напряжение 98,9 МПа, модуль упругости 3980 МПа, температуру стеклования 144°C, что практически не отличается от характеристик литьевого ПЭЭК [52]. Отмечено также, что структура ПЭЭК, полученная при переработке методом аддитивных технологий, отличается от структуры литьевого полиэфирэфиркетона.

Использование FDM-технологий позволило авторам работы [51] получить уникальный материал на основе полимерных жидких кристаллов. Филамент представляет собой структуру «ядро–оболочка», где наружные слои – это высокоориентированный полимерный жидкий кристалл. Внутри этой оболочки степень ориентации уменьшается. После отжига, который обеспечивает образование сетки поперечных химических связей, предел прочности и модуль упругости составляют соответственно 350 и 18000 МПа.

Естественно, что для переработки терmostойких полимеров необходимо использовать более технологичное оборудование, которое обеспечивает высокую температуру нагрева сопла, рабочего стола и зоны печати. Снижение требований к характеристикам оборудования может быть достигнуто путем использования для FDM-печати материалов, содержащих термореактивные полимерные матрицы – например, эпоксидную смолу [53]. С использованием термообработки при температуре 100°C после печати (температура сопла 50°C) в работе получены образцы с модулем упругости при изгибе 4 ГПа и пределом прочности на изгиб 142 МПа.

Интенсивно ведутся исследования по введению в матрицу микро- и наночастиц для придания изделиям, полученным способом FDM-печати, функциональных свойств. Введение в матрицу сажи [54] или углеродных нанотрубок [55] позволяет придать материалам электропроводность, что может быть использовано для изготовления резистивных датчиков нагрузки и деформации. Введение в матрицу нитрида бора [56] позволяет регулировать теплопроводность АБС-пластика. Добавки наноглины оказывают влияние на качество поверхности и физико-механические свойства напечатанных деталей [57, 58]. Использование двуматричных периодических структур, содержащих углеродные нанотрубки и наночастицы керамики [59], а также образцов с внутренней полостью [60] позволяет управляемым образом регулировать действительную и мнимую части диэлектрической проницаемости. Добавки оксида графена [61] и микрочастиц оксида циркония [62] позволяют в достаточно широких пределах регулировать свойства материала. Перлитовое волокно, введенное в полипропилен, снижает усадку и коробление деталей [63].

Наиболее естественный способ увеличить прочностные характеристики материала – армирование дискретными или непрерывными волокнами. В табл. 3 приведены результаты ряда работ, авторы которых проводили армирование с использованием дискретных углеродных волокон, введенных в матрицу на этапе изготовления филамента.

Таблица 3

**Физико-механические характеристики АБС-пластиков,
армированных дискретными углеродными волокнами**

Состав	Прочность при растяжении, МПа	Модуль упругости, МПа	Удлинение, %	Ориента- ция	Литера- турный источник
АБС-пластик+углеволокно (13% (по мас- се))+ пластификатор (9% (по массе))+ +компатибилизатор (0,9% (по массе))	52,4	–	–	[0]	[64]
	8,81			[90]	
АБС-пластик+пластификатор (9% (по массе))	25,4	–	–	[0]	
	12,25			[90]	
АБС-пластик+УНВ* (10% (по массе))	37,4	790	–	–	[65]
АБС-пластик	26,9	500	–	–	
АБС-пластик +7,5% УВ*	42	2600	4	–	[66]
АБС-пластик Р-430	34,2	2000	3	–	

* УНВ – углеродное нановолокно, УВ – углеродное волокно.

Как видно из данных, полученных автором работы [64], использованный прием позволяет в 2 раза увеличить прочность в продольном направлении, однако при ориентации [90] прочность незначительно уменьшается по сравнению с исходной матрицей, что, вероятно, связано с влиянием армирующих добавок на формирование контакта между дорожками печати. Вероятно, отсутствие компатибилизатора, который обеспечивает равномерное распределение волокон по объему матрицы, приводит к увеличению прочности лишь на 30% [66]. К аналогичному по величине приросту прочности приводит замена дискретных волокон на нановолокна [65].

Необходимо отметить, что рост значений прочности и модуля упругости наполненных углеродным волокном матриц приводит к существенному снижению деформации при разрыве – с 80 до 33%, по данным работ [65, 66]. Показано также, что увеличение длины волокна приводит к еще большему уменьшению удлинения без существенного увеличения прочности. Однако несмотря на это, устойчивость наполненных образцов к распространению трещины возрастает. Так, по данным авторов работы [67], коэффициент трещиностойкости при наполнении полилактида 5% (по массе) углеродных волокон увеличивается на 38–42%, что связано с изменением направления распространения трещины при ее взаимодействии с волокном, ориентированным в процессе FDM-печати [68]. Еще большее увеличение коэффициента трещиностойкости (120%) наблюдали авторы работы [69] для полиамида, наполненного 15% (по массе) рубленного углеродного волокна.

В работах [66, 70, 71] показано, что влияние технологических параметров (ориентация и толщина дорожек печати, температура сопла) режима FDM-печати пластиков, армированных рубленным волокном, на их физико-механические свойства коррелирует с зависимостями, которые наблюдали для ненаполненных матриц. Пористость образца по мере роста концентрации армирующего наполнителя вначале уменьшается (уменьшаются пустоты между дорожками печати), а затем увеличивается за счет образования пор на границе раздела фаз «волокно–матрица» [68].

Одним из наиболее перспективных направлений исследований в области FDM-печати является разработка технологии получения термопластичных материалов, армированных непрерывным волокном [72–74].

Ряд результатов, полученных в настоящее время, приведены в табл. 4.

Таблица 4

**Физико-механические характеристики пластиков,
армированных непрерывными углеродными волокнами**

Состав	Прочность	Модуль упругости	Удлинение	Концентрация	Литературный источник
	МПа		% (объемн.)		
Полилактид+арамидное волокно	203 (растяжение)	9340	3,3	9,5	[75]
Полиамид+арамидное волокно	82 (растяжение)	9001	1	10,1	[76]
Полилактид+углеволокно	335 (изгиб)	30000 (изгиб)	–	27,5	[77]
Полилактид+углеволокно в исходном состоянии	80 (растяжение), 59 (изгиб)	–	–	–	[78]
в обработанном состоянии	91 (растяжение), 156 (изгиб)	–	–	34	

Как видно из приведенных данных, армирование непрерывным жгутом из нитей многократно повышает прочность полимерной матрицы, в сравнении с неармированными образцами и образцами, армированными дискретными волокнами. Крайне полезным оказывается предварительное аппретирование жгута для увеличения его взаимодействия с матрицей. По данным авторов работы [77], обработка волокна в растворе полилактида увеличивает пределы прочности при растяжении и изгибе на 12 и 164% соответственно.

Обращает на себя внимание существенное (более чем в два раза) различие в значениях прочности армированного углеволокном полилактида, полученное авторами работ [77] и [78]. Вероятной причиной этого различия, по мнению авторов работы [79], является разница в выбранной схеме введения волокна в печатающую головку.

Одним из принтеров, которые в настоящее время широко используют для изготовления пластиков, армированных непрерывной нитью, является принтер фирмы MarkOne. В табл. 5 приведены физико-механические характеристики образцов нейлона и полилактида, армированных кевларом и углеродным волокном [80].

Таблица 5

**Сравнительные характеристики исходных и армированных образцов,
полученных способом FDM-печати, и алюминиевых сплавов**

Материал	Прочность при растяжении, МПа	Модуль упругости, ГПа	Доля волокна, % (объемн.)	Плотность, г/см ³
Армированный нейлон+ углеволокно [0]	254±8	21,72	14,1	1,279
Армированный полилактид+кевлар [0]	150±2	8,5	16,4	1,241
Нейлон	22,85±1,1	0,9	–	0,79
Полилактид	48±2,1	2,189	–	1,235
Алюминий марки 6061-T6	276	68,9	–	2,7
Алюминий марки 6063-T6	214	68,9	–	2,7

Как видно из приведенных данных, армированные пластики, полученные с использованием FDM-технологий, по своим прочностным характеристикам вплотную приблизились к алюминиевым сплавам при практически в 2 раза меньшей плотности. Анализ этих данных демонстрирует большой потенциал использования FDM-печати для изготовления конструкций, в том числе для авиакосмической техники.

Заключения

На основании представленных материалов можно сделать следующие выводы.

Подробно исследовано влияние технологических режимов на физико-механические свойства образцов, полученных способом FDM-печати. Прочностные характеристики деталей, изготовленных с использованием оптимальных параметров печати, вплотную приближаются к свойствам изделий, полученных способом литья под давлением.

Показан принципиальный подход для получения образцов на основе частично кристаллических полимеров с теплостойкостью $>200^{\circ}\text{C}$ и прочностью ~ 100 МПа.

Технология FDM-печати дает уникальную возможность получить детали сложной формы из полимерных матриц, армированных непрерывным волокном. Разработанные современные промышленные принтеры для печати изделий по данной технологии позволяют изготавливать образцы с прочностными характеристиками, близкими к характеристикам алюминиевых сплавов, при этом их весовые характеристики оказываются в 2 раза меньше.

Проведенные исследования позволяют перейти от прототипирования, которое являлось основной целью разработки FDM-принтеров, к изготовлению реальных деталей, конкретных устройств и конструкций.

Однако для достижения этой цели необходимо решить ряд исследовательских задач:

- исследование влияния состава полимерной матрицы и технологических режимов FDM-печати на усадку, коробление деталей и качество их поверхности;
- выбор алгоритма построения каждой конкретной детали должен быть основан на экспериментальных и теоретических исследованиях зависимостей внутренних напряжений от технологических параметров процесса;
- разработка и исследование способов уменьшения пористости армированных полимерных матриц и увеличения силы взаимодействия между нитями расплава;
- совершенствование конструкции FDM-принтеров, позволяющих армировать полимерную матрицу непрерывным волокном;
- исследования в области регулирования функциональных свойств (электропроводность, теплопроводность, старение и т. д.) деталей, полученных способом FDM-печати.

Работа поддержана грантом РФФИ №18-29-03253.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» //Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н., Семенова Л.В., Петрова Г.Н. и др. Полимерные композиционные материалы на термопластичной матрице// Известия высших учебных заведений. Сер.: Химия и химическая технология. 2016. Т. 59. №10. С. 61–71.
3. Каблов Е.Н., Яковлев Н.О., Харитонов Г.М., Мекалина И.В. Особенности релаксационного поведения полимерных стекол на основе полиметилметакрилата и их учет при прочностном расчете авиационного остекления // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2016. №9. С. 2–9.

4. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России: сб. науч.-информац. материалов. 3-е изд. М.: ВИАМ, 2015. 720 с.
5. Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Платонов М.М., Перфилова Д.Н. Термопластичные материалы нового поколения для авиации // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 420–436. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-420-436.
6. Кондрашов С.В., Шашкеев К.А., Петрова Г.Н., Мекалина И.В. Полимерные композиционные материалы конструкционного назначения с функциональными свойствами // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 405–419. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-405-419.
7. Павлюк Б.Ф. Основные направления в области разработки полимерных функциональных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.
8. Бузник В.М. Сверхгидрофобные материалы на основе фторполимеров // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №1. С. 29–34.
9. Huang S.H., Liu P., Mokasdar A., Hou L. Additive manufacturing and its societal impact: a literature review // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2013. Vol. 67. P. 1191–1203. DOI: 10.1007/s00170-012-4558-5.
10. Bikas H., Stavropoulos P., Chrysosolouris G. Additive manufacturing methods and modeling approaches: a critical review // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2016. Vol. 83. P. 389–405. DOI: 10.1007/s00170-015-7576-2.
11. Платонов М.М., Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Барботько С.Л. Оптимизация состава полимерной композиции с пониженной пожарной опасностью на основе поликарбоната для технологии 3D-печати расплавленной полимерной нитью // *Известия вузов. Сер.: Химия и химическая технология*. 2017. Т. 60. №1. С. 87–94.
12. Петрова Г.Н., Ларионов С.А., Сорокин А.Е., Сапего Ю.А. Современные способы переработки термопластов // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2017. №11 (59). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.09.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-7-7.
13. Hill N., Haghi M. Deposition direction-dependent failure criteria for fused deposition modeling polycarbonate // *Rapid Prototyping Journal*. 2014. Vol. 20 (3). P. 221–227. DOI: 10.1108/RPJ-04-2013-0039.
14. Fodran E., Koch M., Menon U. Mechanical and dimensional characteristics of fused deposition modeling build styles // *International Solid Freeform Fabrication Symposium*. 1996. P. 419–442.
15. Ziemian C., Sharma M., Ziemian S. Anisotropic mechanical properties of ABS parts fabricated by fused deposition modelling // *Mechanical engineering*. InTechOpen, 2012. P. 159–180.
16. Ziemian S., Okwara M., Ziemian C. Tensile and fatigue behavior of layered acrylonitrile butadiene styrene // *Rapid Prototyping Journal*. 2015. Vol. 21. No. 3. P. 270–278.
17. Es-Said O.S., Foyos J., Noorani R. et al. Effect of layer orientation on mechanical properties of rapid prototyped samples // *Materials and Manufacturing Processes*. 2000. Vol. 15. No. 1. P. 107–122.
18. Hernandez R., Slaughter D., Whaley D. et al. Analyzing the tensile, compressive, and flexural properties of 3D printed ABS P430 plastic based on printing orientation using fused deposition modeling // *27th Annual International Solid Freeform Fabrication Symposium*. 2016. Vol. 10. P. 939–950.
19. Ahn S.H., Montero M., Odell D. et al. Anisotropic material properties of fused deposition modeling ABS // *Rapid prototyping journal*. 2002. Vol. 8. No. 4. P. 248–257.
20. Rodríguez J.F., Thomas J.P., Renaud J.E. Mechanical behavior of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) fused deposition materials. Experimental investigation // *Rapid Prototyping Journal*. 2001. Vol. 7. No. 3. P. 148–158.
21. Fatimatuzahraa A.W., Farahaina B., Yusoff W.A.Y. The effect of employing different raster orientations on the mechanical properties and microstructure of Fused Deposition Modeling parts // *2011 IEEE Symposium on Business, Engineering and Industrial Applications (ISBEIA)*. 2011. P. 22–27.

22. Raney K., Lani E., Kalla D.K. Experimental characterization of the tensile strength of ABS parts manufactured by fused deposition modeling process // *Materials Today: proceedings*. 2017. Vol. 4. No. 8. P. 7956–7961.
23. Sun Q., Rizvi G.M., Bellehumeur C.T., Gu P. Effect of processing conditions on the bonding quality of FDM polymer filaments // *Rapid Prototyping Journal*. 2008. Vol. 14. No. 2. P. 72–80.
24. Onwubolu G.C., Rayegani F. Characterization and optimization of mechanical properties of ABS parts manufactured by the fused deposition modelling process // *International Journal of Manufacturing Engineering*. 2014. Vol. 2014. P. 1–14.
25. Rankouhi B., Javadpour S., Delfanian F. et al. Failure analysis and mechanical characterization of 3D printed ABS with respect to layer thickness and orientation // *Journal of Failure Analysis and Prevention*. 2016. Vol. 16. No. 3. P. 467–481.
26. Wang J., Xie H., Weng Z. et al. A novel approach to improve mechanical properties of parts fabricated by fused deposition modeling // *Materials & Design*. 2016. Vol. 105. P. 152–159.
27. Croccolo D., De Agostinis M., Olmi G. Experimental characterization and analytical modelling of the mechanical behaviour of fused deposition processed parts made of ABS-M30 // *Computational Materials Science*. 2013. Vol. 79. P. 506–518.
28. Torrado A.R., Roberson D.A. Failure analysis and anisotropy evaluation of 3D-printed tensile test specimens of different geometries and print raster patterns // *Journal of Failure Analysis and Prevention*. 2016. Vol. 16. No. 1. P. 154–164.
29. Cantrell J.T., Rohde S., Damiani D. et al. Experimental characterization of the mechanical properties of 3D-printed ABS and polycarbonate parts // *Rapid Prototyping Journal*. 2017. Vol. 23. No. 4. P. 811–824.
30. Górski F., Wichniarek R., Kuczko W. et al. Experimental determination of critical orientation of ABS parts manufactured using fused deposition modelling technology // *Journal of Machine Engineering*. 2015. Vol. 15. No. 4. P. 121–132.
31. Górski F., Kuczko W., Wichniarek R. Impact strength of ABS parts manufactured using Fused Deposition Modeling technology // *Archives of Mechanical Technology and Automation*. 2014. Vol. 31. No. 1. P. 3–12.
32. Bertoldi M., Yardimci M.A., Pistor C.M. et al. Mechanical characterization of parts processed via fused deposition // *International Solid Freeform Fabrication Symposium*. 1998. P. 557–566.
33. Sood A.K., Ohdar R.K., Mahapatra S.S. Parametric appraisal of mechanical property of fused deposition modelling processed parts // *Materials & Design*. 2010. Vol. 31. No. 1. P. 287–295.
34. Sood A.K., Ohdar R.K., Mahapatra S.S. Experimental investigation and empirical modelling of FDM process for compressive strength improvement // *Journal of Advanced Research*. 2012. Vol. 3. No. 1. P. 81–90.
35. Lee B.H., Abdullah J., Khan Z.A. Optimization of rapid prototyping parameters for production of flexible ABS object // *Journal of materials processing technology*. 2005. Vol. 169. No. 1. P. 54–61.
36. Барвинский И.А., Барвинская И.Е. Справочник по литьевым термопластичным материалам [Электронный ресурс]. URL: <http://www.barvinsky.ru> (дата обращения: 16.08.2019).
37. Fernandez-Vicente M., Calle W., Ferrandiz et al. Effect of infill parameters on tensile mechanical behavior in desktop 3D printing // *3D printing and additive manufacturing*. 2016. Vol. 3. No. 3. P. 183–192.
38. Baich L., Manogharan G., Marie H. Study of infill print design on production cost-time of 3D printed ABS parts // *International Journal of Rapid Manufacturing*. 2015. Vol. 5. No. 3–4. P. 308–319.
39. Mahmood S., Qureshi A.J., Goh K.L. et al. Tensile strength of partially filled FFF printed parts: experimental results // *Rapid Prototyping Journal*. 2017. Vol. 23. No. 1. P. 122–128.
40. Tanikella N.G., Wittbrodt B., Pearce J.M. Tensile strength of commercial polymer materials for fused filament fabrication 3D printing // *Additive Manufacturing*. 2017. Vol. 15. P. 40–47.
41. Ligon S.C., Liska R., Stampfl J. et al. Polymers for 3D printing and customized additive manufacturing // *Chemical Reviews*. 2017. Vol. 117. No. 15. P. 10212–10290.
42. Петрова Г.Н., Платонов М.М., Большаков В.А. и др. Исследование комплекса характеристик базовых материалов для FDM-технологии аддитивного синтеза. Физико-механические и теплофизические свойства // *Пластические массы*. 2016. №5–6. С. 53–58.

43. Gebisa A., Lemu H. Investigating effects of Fused-Deposition Modeling (FDM) processing parameters on flexural properties of ULTEM 9085 using designed experiment // *Materials*. 2018. Vol. 11. No. 4. P. 500.
44. Jiang S., Liao G., Xu D. et al. Mechanical properties analysis of polyetherimide parts fabricated by fused deposition modeling // *High Performance Polymers*. 2019. Vol. 31. No. 1. P. 97–106.
45. Gebisa A.W., Lemu H.G. Mechanical properties of ULTEM 9085 material processed by fused deposition modeling // *Polymer Testing*. 2018. Vol. 72. P. 335–347.
46. Fitzharris E.R., Watt I., Rosen D.W. et al. Interlayer bonding improvement of material extrusion parts with polyphenylene sulfide using the Taguchi method // *Additive Manufacturing*. 2018. Vol. 24. P. 287–297.
47. Slonov A.L., Khashirov A.A., Zhansitov A.A. et al. The influence of the 3D-printing technology on the physical and mechanical properties of polyphenylenesulfone // *Rapid Prototyping Journal*. 2018. Vol. 24. No. 7. P. 1124–1130.
48. Slonov A.L., Khashirov A.A., Zhansitov A.A. et al. Mechanical Properties of Samples of PolyphenyleneSulfone Obtained by the 3D-Printing Method // *Materials Science Forum. Trans. Tech. Publications*. 2018. Vol. 935. P. 21–26.
49. Rinaldi M., Ghidini T., Cecchini F. et al. Additive layer manufacturing of poly (ether ether ketone) via FDM // *Composites Part B: Engineering*. 2018. Vol. 145. P. 162–172.
50. Zhao F., Li D., Jin Z. Preliminary investigation of poly-ether-ether-ketone based on fused deposition modeling for medical applications // *Materials*. 2018. Vol. 11. No. 2. P. 288.
51. Gantenbein S., Masania K., Woigk W. et al. Three-dimensional printing of hierarchical liquid-crystal-polymer structures // *Nature*. 2018. Vol. 561. No. 7722. P. 226.
52. Fink J.K. *Handbook of Engineering and Speciality Thermoplastics*. 2010. Vol. 1. DOI: 10.1002/9780470881712.
53. Hmeidat N.S., Kemp J.W., Compton B.G. High-strength epoxy nanocomposites for 3D printing // *Composites Science and Technology*. 2018. Vol. 160. P. 9–20.
54. Dawoud M., Taha I., Ebeid S.J. Strain sensing behaviour of 3D printed carbon black filled ABS // *Journal of Manufacturing Processes*. 2018. Vol. 35. P. 337–342.
55. Hohimer C.J., Petrossian G., Ameli A. et al. Electrical conductivity and piezoresistive response of 3D printed thermoplastic polyurethane/multiwalled carbon nanotube composites // *Behavior and Mechanics of Multifunctional Materials and Composites XII*. 2018. Vol. 10596. P. 105960J.
56. Quill T.J., Smith M.K., Zhou T. et al. Thermal and mechanical properties of 3D printed boron nitride–ABS composites // *Applied Composite Materials*. 2018. Vol. 25. No. 5. P. 1205–1217.
57. Francis V., Jain P.K. Investigation on the effect of surface modification of 3D printed parts by nanoclay and dimethyl ketone // *Materials and Manufacturing Processes*. 2018. Vol. 33. No. 10. P. 1080–1092.
58. Paspali A., Bao Y., Gawne D.T. et al. The influence of nanostructure on the mechanical properties of 3D printed polylactide/nanoclay composites // *Composites Part B: Engineering*. 2018. Vol. 152. P. 160–168.
59. Сорокин А.Е., Ларионов С.А., Краев И.Д. и др. Функционализированные термопластичные филаменты для двуматричных ПКМ, изготовленных методом 3D-печати // V Междунар. конф. «Аддитивные технологии настоящее и будущее» (Москва, 22 марта 2019). М.: ВИАМ, 2019. С. 361–376.
60. Aslanzadeh S., Saghlatoon H., Honari M.M. et al. Investigation on electrical and mechanical properties of 3D printed nylon 6 for RF/microwave electronics // *Additive Manufacturing*. 2018. Vol. 21. P. 69–75.
61. Çanti E., Aydin M. Effects of micro particle reinforcement on mechanical properties of 3D printed parts // *Rapid Prototyping Journal*. 2018. Vol. 24. No. 1. P. 171–176.
62. Yamamoto B.E., Trimble A.Z., Minei B. et al. Development of multifunctional nanocomposites with 3D printing additive manufacturing and low graphene loading // *Journal of Thermoplastic Composite Materials*. 2019. Vol. 32. No. 3. P. 383–408.

63. Spoerk M., Sapkota J., Weingrill G. et al. Shrinkage and Warpage Optimization of Expanded Perlite Filled Polypropylene Composites in Extrusion Based Additive Manufacturing // *Macromolecular Materials and Engineering*. 2017. Vol. 302. P. 1700143.
64. Zhong W., Li F., Zhang Z. et al. Short fiber reinforced composites for fused deposition modeling // *Materials Science and Engineering: A*. 2001. Vol. 301. No. 2. P. 125–130.
65. Shofner M.L., Lozano K., Rodríguez-Macías F.J. et al. Nanofiber reinforced polymers prepared by fused deposition modeling // *Journal of applied polymer science*. 2003. Vol. 89. No. 11. P. 3081–3090.
66. Ning F., Cong W., Qiu J. et al. Additive manufacturing of carbon fiber reinforced thermoplastic composites using fused deposition modeling // *Composites Part B: Engineering*. 2015. Vol. 80. P. 369–378.
67. Papon E.A., Haque A. Fracture toughness of additively manufactured carbon fiber reinforced composites // *Additive Manufacturing*. 2019. Vol. 26. P. 41–52.
68. Tekinalp H.L., Kunc V., Velez-Garcia G.M. et al. Highly oriented carbon fiber–polymer composites via additive manufacturing // *Composites Science and Technology*. 2014. Vol. 105. P. 144–150.
69. Fonseca J., Ferreira I.A., de Moura M.F.S.F. et al. Study of the interlaminar fracture under mode I loading on FFF printed parts // *Composite Structures*. 2019. Vol. 214. P. 316–324.
70. Equbal A., Equbal M.A., Sood A.K. et al. A Review and Reflection on Part Quality Improvement of Fused Deposition Modelled Parts. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2018. Vol. 455. P. 012072.
71. Wang X., Jiang M., Zhou Z. et al. 3D printing of polymer matrix composites: a review and prospective // *Composites Part B*. 2017. Vol. 110. P. 442–458.
72. Matsuzaki R., Ueda M., Namiki M. et al. Three-dimensional printing of continuous-fiber composites by in-nozzle impregnation // *Scientific Reports*. 2016. Vol. 6. P. 23058.
73. Van Der Klift F., Koga Y., Todoroki A. et al. 3D printing of continuous carbon fibre reinforced thermo-plastic (CFRTP) tensile test specimens // *Open Journal of Composite Material*. 2016. Vol. 6. No. 1. P. 18–27.
74. Mori K., Maeno T., Nakagawa Y. Dieless forming of carbon fibre reinforced plastic parts using 3D printer // *Procedia Engineering*. 2014. Vol. 81. P. 1595–1600.
75. Bettini P., Alitta G., Sala G. et al. Fused deposition technique for continuous fiber reinforced thermoplastic // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2017. Vol. 26. No. 2. P. 843–848.
76. Melenka G.W., Cheung B.K., Schofield J.S. et al. Evaluation and prediction of the tensile properties of continuous fiber-reinforced 3D printed structures // *Composite Structures*. 2016. Vol. 153. P. 866–875.
77. Tian X., Liu T., Yang C. et al. Interface and performance of 3D printed continuous carbon fiber reinforced PLA composites // *Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2016. Vol. 88. P. 198–205.
78. Li N., Li Y., Liu S. Rapid prototyping of continuous carbon fiber reinforced polylactic acid composites by 3D printing // *Journal of Materials Processing Technology*. 2016. Vol. 238. P. 218–225.
79. Yang C., Tian X., Liu T. et al. 3D printing for continuous fiber reinforced thermoplastic composites: mechanism and performance // *Rapid Prototyping Journal*. 2017. Vol. 23. No. 1. P. 209–215.
80. Oztan C., Karkkainen R., Fittipaldi M. et al. Microstructure and mechanical properties of three dimensional-printed continuous fiber composites // *Journal of Composite Materials*. 2019. Vol. 53. No. 2. P. 271–280.

УДК 629.7.023.224

Д.А. Мовенко¹, П.Н. Медведев¹

ИЗМЕНЕНИЕ СТРУКТУРЫ ПРИ ОКИСЛЕНИИ СОЕДИНИТЕЛЬНЫХ СЛОЕВ ТЕПЛОЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ MCrAlY (обзор)

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-50-60

Изучено состояние вопроса изменения структуры жаростойких слоев теплозащитных покрытий MCrAlY при изотермическом окислении. Показано влияние методов нанесения покрытий на их структуру во время длительного окисления. Приведены критерии оценки срока службы теплозащитных покрытий с жаростойким слоем MCrAlY. Представлены сведения о влиянии состава и морфологии термостимулированной оксидной зоны на интенсивность окисления жаростойкого слоя и его адгезию с жаростойким слоем теплозащитного покрытия.

Ключевые слова: теплозащитное покрытие, жаростойкий слой, термостимулированная оксидная зона, изотермическое окисление, эволюция микроструктуры, взаимная диффузия.

D.A. Movenko¹, P.N. Medvedev¹

MICROSTRUCTURE CHANGES DURING MCrAlY BOND COATS OXIDATION (review)

The state of the question of structure changing of MCrAlY bond coats during isothermal oxidation is studied. The influence of coating methods on their structure during long-term oxidation is shown. Criteria for assessing the lifetime of thermal barrier coatings with MCrAlY bond coats are shown. The influence of the composition and morphology of thermally grown oxide on the oxidation intensity of the bond coat and its adhesion to the ceramic layer of the thermal barrier coating are presented.

Keywords: TBC, bond coat, TGO, isothermal oxidation, microstructure evolution, interdiffusion.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Для защиты жаропрочных сплавов от неблагоприятных условий эксплуатации на лопатках газотурбинных двигателей широко используются теплозащитные покрытия (ТЗП) [1–4], которые представляют собой многослойную систему и состоят из внешнего термобарьерного керамического слоя, жаростойкого металлического слоя и термостимулированной оксидной зоны (ТСОЗ). Жаростойкий слой обеспечивает защиту от окисления подложки, поскольку представляет собой «алюминиевый резервуар», способствующий образованию защитной ТСОЗ [5, 6].

Покрытия MCrAlY (где М: Ni или/и Co) широко используются в качестве отдельно нанесенных покрытий и в качестве жаростойких соединительных слоев теплозащитных покрытий (ТЗП) для изделий из жаропрочных сплавов, благодаря их превосходной

стойкости к окислению вследствие формирования термодинамически стабильной TCO_3 . Типичные покрытия, такие как NiCoCrAlY и CoNiCrAlY , считаются преимущественно двухфазными и состоят из матрицы на основе $\gamma\text{-Ni}(\text{Co}, \text{Cr})$ и второй фазы $\beta\text{-NiAl}$, которая обогащена алюминием. Кроме того, в структуре покрытия могут присутствовать другие фазы, такие как σ -фаза, обогащенная Co и Cr , выделения $\alpha\text{-Cr}$ и фаза $\gamma'(\text{Ni}_3\text{Al})$ [7]. Фаза γ' имеет среднее содержание Al между γ и β .

Эволюция микроструктуры и окисление в жаростойких слоях ТЗП, происходящие при длительном высокотемпературном воздействии, существенно влияют на термомеханические свойства ТЗП и, следовательно, могут влиять на срок их службы. Для выяснения механизмов деградации и разрушения ТЗП необходимо исследовать взаимосвязь между микроструктурными изменениями и составом жаростойких слоев.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 17. «Комплексная антикоррозионная защита, упрочняющие, износостойкие защитные и теплозащитные покрытия», комплексной научной проблемы 17.3. «Многослойные жаростойкие и теплозащитные покрытия, наноструктурные упрочняющие эрозионно- и коррозионностойкие, износостойкие, антифреттинговые покрытия для защиты деталей горячего тракта и компрессора ГТД и ГТУ» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [8].

Влияние методов нанесения на микроструктуру покрытий MCrAlY

Покрытия MCrAlY обычно наносят с помощью различных технологий напыления, таких как газопламенное напыление (HVOF), атмосферное плазменное напыление (APS), вакуумное плазменное напыление (VPS), плазменное напыление при низком давлении (LPPS), детонационное напыление с использованием соответствующих порошковых сплавов, ионно-плазменное напыление (PA-PVD, Magnetron sputtering) [9–14]. В некоторых исследованиях покрытий MCrAlY применяют экспериментальное нанесение методом холодного газодинамического напыления (CGDS).

Микроструктура газотермических покрытий MCrAlY меняется от состояния в исходном порошке до конечного покрытия. Порошки MCrAlY обычно получают методом газового распыления, при котором в результате быстрого охлаждения формируется дендритная структура [15]. В зависимости от методов нанесения покрытий особенности микроструктуры, механические свойства и механизмы связывания осажденных покрытий могут различаться [16].

Поскольку для нанесения покрытий MCrAlY обычно применяют методы газотермического напыления, микроструктурные дефекты, такие как нерасплавленные порошковые частицы, могут привести к неоднородности механических свойств покрытия [17–19]. В работе [20] исследовано отдельно нанесенное методом VPS покрытие CoNiCrAlY . В поликристаллической структуре покрытия обнаружены нерасплавленные частицы исходного порошка с дендритной структурой, окруженные полунепрерывным слоем β -фазы. Присутствие таких составляющих в структуре покрытия недопустимо в связи с тем, что в условиях сжатия при комнатной температуре по границам частиц, а именно по β -слою, ввиду его низкотемпературной хрупкости, проходят микротрещины (рис. 1).

Основным недостатком методов газотермического напыления является то, что в процессе напыления в микроструктуре покрытий обнаруживается высокое содержание оксидных включений, т. е. высокая газонасыщенность покрытий. В работе [21] исследованы жаростойкие слои ТЗП на основе MCrAlY . Содержание оксидов в покрытии составило 0,16; 0,94 и 1,8% (по массе) для методов LPPS, HVOF и APS соответственно. Показано, что покрытия с более высоким начальным содержанием оксидов демонстрируют повышенные скорости роста TCO_3 во время испытаний на изотермическую жаростойкость, тем самым способствуя началу преждевременного скалывания керамического слоя ТЗП.

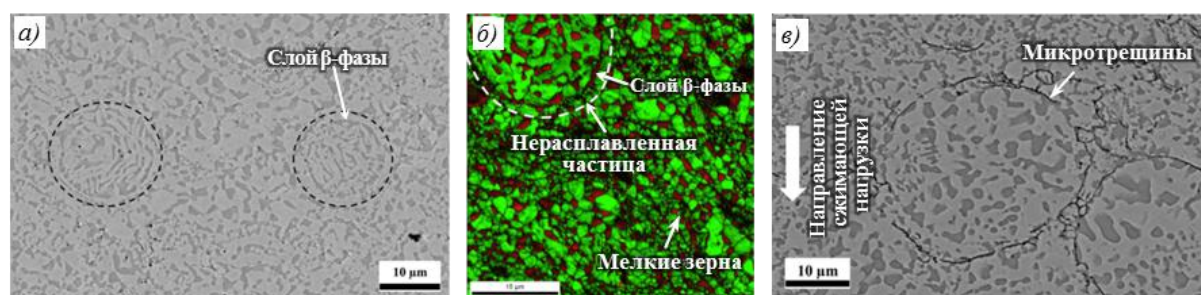


Рис. 1. Микроструктура покрытия CoNiCrAlY после термообработки:

а – нерасплавленные частицы, окруженные полунепрерывным слоем β -фазы; *б* – карта фазового распределения (β -фаза окрашена красным цветом, γ -фаза – зеленым); *в* – растрескивание по границам нерасплавленных частиц при сжимающем напряжении 250 МПа и комнатной температуре [20]

В последние годы покрытия, нанесенные методом HVOF, представляют особый интерес, поскольку они обладают высокой плотностью, высокой адгезией к подложке и способны сохранять наноразмерную структуру после напыления [22]. Кроме того, нанесение покрытий методом HVOF выполняется в окружающей атмосфере, что приводит к значительной экономии средств по сравнению с другими методами. В работе [23] исследовали наноструктурированное покрытие, полученное методом HVOF из криоизмельченного порошка NiCoCrAlY. В результате испытаний при 1000°C в течение 48 ч на поверхности покрытия образуется двухслойная оксидная пленка, внутренний слой которой состоит из Al_2O_3 , а внешний – из быстрорастущих оксидов Cr_2O_3 , NiAl_2O_4 и CoAl_2O_4 . При этом вызванные измельчением сегрегация алюминия и изменение микроструктуры способствуют раннему зарождению Al_2O_3 . В то же время в работе [24] показано, что окисление отдельных частиц порошка MCrAlY в процессе нанесения методом HVOF оказывает негативное воздействие на механизм роста TCO_3 , так как способствует образованию нежелательных быстрорастущих оксидов, отличных от Al_2O_3 . Формирующиеся при этом протрузии ускоряют механизмы разрушения ТЗП.

Метод холодного газодинамического напыления (CGDS) использует кинетическую энергию, а не тепловую [25]. Мелкие частицы порошка ускоряются в сверхзвуковом потоке и подвергаются сильной пластической деформации при взаимодействии с подложкой. Этот метод используется для получения покрытий из различных материалов с разными типами микроструктур, включая обычные, нанокристаллические, аморфные и метастабильные структуры [26–28]. Метод CGDS работает при значительно более низких температурах, чем процессы газотермического напыления, и, следовательно, роста зерна в покрытии не происходит [27]. Кроме того, используются инертные газы, которые препятствуют окислению поверхности частиц в процессе нанесения покрытий [29, 30]. В работе [16] проведено сравнительное исследование характеристик окисления покрытия CoNiCrAlY, нанесенного методами CGDS, HVOF и APS, в процессе испытаний на изотермическую жаростойкость при 1000°C в течение 5–100 ч. Показано, что покрытие APS характеризуется повышенной пористостью и содержанием оксидов, а также максимальной скоростью роста TCO_3 . Минимальная скорость роста TCO_3 обнаружена у HVOF-покрытия (рис. 2). Кроме того, обнаружено, что TCO_3 в покрытиях, нанесенных методами CGDS и HVOF, состоит преимущественно из корунда, в то время как в составе TCO_3 -покрытия, нанесенного методом APS, обнаружены NiO и смешанные оксиды шпинельного типа.

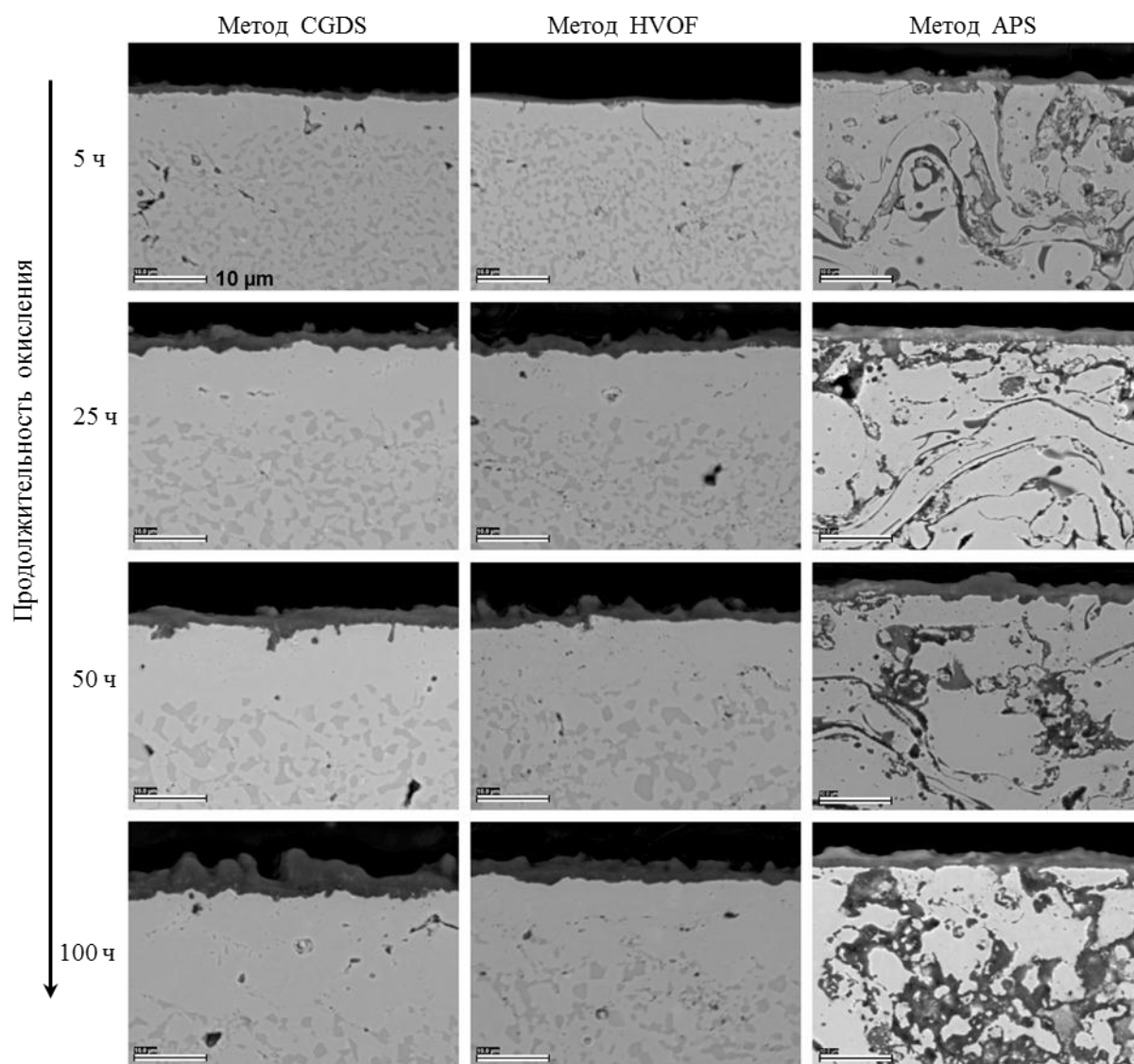


Рис. 2. Эволюция ТСОЗ и зоны обеднения β -фазы в зависимости от продолжительности окисления при 1000°C для покрытия CoNiCrAlY , нанесенного методами CGDS, HVOF и APS [16]

Микроструктурные изменения покрытий MCrAlY при окислении

Одной из причин выхода из строя охлаждаемых лопаток турбины является разрушение керамического слоя ТЗП. При воздействии высокотемпературных газов на границе раздела «керамический слой–жаростойкий слой» образуется ТСОЗ, толщина которой продолжает расти в течение изотермического воздействия [31]. Быстрый и неравномерный рост ТСОЗ приводит к локализованным концентрациям напряжений, в результате чего могут образовываться трещины, инициирующие разрушение. Оптимальной считается плотная и однородная оксидная пленка, состоящая из Al_2O_3 , поскольку она имеет низкую скорость роста и препятствует дальнейшему окислению из-за своей низкой диффузионной проницаемости [32]. Другие оксиды, которые могут образовываться в ТСОЗ, включая Cr_2O_3 , NiO или различные шпинели, такие как CoAl_2O_4 , NiAl_2O_4 и CoCr_2O_4 , имеют высокие скорости роста и, следовательно, считаются недопустимыми, поскольку образуют протрузии в ТСОЗ, которые инициируют механизмы разрушения керамического слоя [31, 33, 34]. Для жаростойкого слоя MCrAlY основным

источником Al для образования Al_2O_3 является фаза $\beta\text{-NiAl}$ ($\beta'\text{-CoAl}$). Другие оксиды, включая NiO или смешанные оксиды шпинельного типа, будут образовываться по мере снижения концентрации Al.

Скорость роста стабильного $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (корунда) меньше, чем оксида Cr_2O_3 , что сводит к минимуму термические напряжения. Однако глинозем может изначально расти в виде различных метастабильных структур, таких как $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$, $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ и $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$, которые в конечном итоге преобразуются в стабильную фазу корунда $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ [35]. Плотность $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ на 12% меньше, чем плотность $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, поэтому при фазовом превращении могут возникать остаточные напряжения [35]. Кроме того, рост каждой фазы сопровождается различными механизмами диффузионного переноса вещества из одной фазы в другую, которые оказывают влияние на рост TCO_3 [36]. Метастабильные фазы оксида алюминия ответственны за начальную стадию окисления, в то время как конечная структура корунда определяет общую кинетику процесса окисления [37]. В результате оксид $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ является предпочтительным, поскольку медленная диффузия катионов через его решетку ограничивает диффузию кислорода и приводит к медленному росту плотного оксида [38].

Для исследования эволюции микроструктуры вблизи границы раздела «покрытие–жаропрочный сплав» и взаимной диффузии в покрытиях типа MCrAlY использованы экспериментальные наблюдения и математические модели [39–41]. Например, в работе [40] исследованы микроструктурные изменения в различных системах жаростойких покрытий с использованием окислительно-диффузионной модели в интервале температур 800–1100°C. Результаты моделирования и последующего эксперимента показали, что эволюция микроструктуры зависит от состава материалов и температуры. На основании вышеизложенных исследований оценены три критерия долговечности ТЗП: снижение концентрации алюминия в жаростойком слое, обеднение β -фазы и критическая толщина TCO_3 , которые могут быть использованы для различных составов жаростойких слоев ТЗП.

Скорость обеднения β -фазы в покрытии MCrAlY используется многими исследователями в качестве главного критерия для оценки окончания срока службы покрытия [42–44]. Две реакции способствуют обеднению фазы $\beta\text{-NiAl}$ в покрытии во время окисления: рост Al_2O_3 на границе раздела «жаростойкий слой–керамический слой» и внутренняя диффузия Al из покрытия MCrAlY в подложку вследствие разницы содержания Al в покрытии и подложке из жаропрочного сплава. Однако полное обеднение β -фазы не обязательно означает окончание срока службы покрытия. Замечено, что некоторые сплавы систем Ni–Al и Ni–Cr–Al без присутствия β -фазы сохраняют способность обеспечивать защиту от окисления [45]. Некоторые исследователи экспериментально обнаружили, что содержания алюминия на уровне 4–6% (по массе) зачастую достаточно для поддержания TCO_3 из $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ и, таким образом, для обеспечения стойкости покрытия к окислению [46]. В таких случаях полное обеднение β -фазы, очевидно, не является адекватным критерием срока службы покрытия.

Эмпирический критерий концентрации Al (обеднение Al) также имеет свои ограничения. Минимальная концентрация Al, необходимая для создания непрерывного слоя Al_2O_3 , варьируется в зависимости от состава покрытия. Поэтому требуется более сложная модель. В работе [47] разработана и опробована модель для прогнозирования способности никелевых монокристаллических жаропрочных сплавов образовывать непрерывный слой Al_2O_3 во время термического воздействия. Модель, использующая свободную энергию Гиббса образования оксида в качестве критерия, может быть адаптирована к различным системам жаропрочных сплавов на основе Ni. С учетом того, что

покрытия МСrAlY также представляют собой систему сплавов на основе Ni и/или Co, аналогичный критерий может быть применен и для них.

Новый подход, использующий критическую активность Al, рассчитанную из свободной энергии Гиббса образования оксида алюминия, может быть применен для прогнозирования образования непрерывного слоя Al_2O_3 на покрытии МСrAlY. Авторы работы [48] установили критерий долговечности покрытий МСrAlY на основе данных об активности алюминия. С его помощью оценивали образование непрерывной TiO_2 на основе Al_2O_3 . Показано также, что в результате длительного окисления диффузия кобальта и хрома из покрытия в подложку дестабилизирует γ' -фазу в подложке, а встречная диффузия титана и тантала из подложки в покрытие, наоборот, стабилизирует γ' -фазу как в подложке, так и в покрытии.

В то же время некоторыми исследователями отмечается, что рост TiO_2 является предельным критерием выхода из строя серийных ТЗП [49–51]. Результаты исследования показали, что характер роста оксидного слоя зависит не только от химического состава сплава, но также от размера зерен нанесенного покрытия [52]. В работе показано, что при окислении на воздухе при $1000^\circ C$ на поверхности литого жаропрочного сплава марки К38G (в % (по массе): Ni–8,5Co–16Cr–4Al–3,8Ti–1,75Ta–0,8Nb–2,7W–1,8Mo–0,16C) образуется слой Cr_2O_3 , в то время как его наноструктурированный аналог, полученный напылением, образует оксид Al_2O_3 . Селективное окисление алюминия и образование однородной оксидной пленки Al_2O_3 , наблюдаемые на наноструктурированных покрытиях, можно объяснить более высокой плотностью центров зародышеобразования и более быстрой диффузией растворенного вещества, что обеспечивается увеличением объемной доли границ зерен [53].

Исследовано также влияние на рост и адгезию TiO_2 незначительных количеств Y либо комбинированных добавок Y+Hf или Y+Zr [54]. Несколько исследований на модельных сплавах и покрытиях [55] показали, что совместное легирование Y+Hf или Y+Zr может привести к превосходным показателям при циклическом окислении по сравнению с легированием только Y. В то же время в работе [56] показано, что дополнительное легирование сплава NiCoCrAlY цирконием (0,6% (по массе)) приводит к повышенной скорости роста TiO_2 . Как следствие, в самой TiO_2 , а также на границе « TiO_2 –керамический слой» в результате жаростойких испытаний образуются трещины.

В последнее время появилось много работ о влиянии эволюции микроструктуры на свойства материалов покрытий МСrAlY [57–59]. Например, в работе [57] разработана методика исследования высокотемпературных напряжений в покрытии NiCoCrAlY, вызванных объемной усадкой жаростойкого слоя в результате фазового превращения $\beta \rightarrow \gamma$, в основном за счет взаимной диффузии с материалом подложки. Аналогичным образом в работе [58] исследовано поведение β -фазы в процессе изотермической термообработки покрытий CoNiCrAlY. Установлено, что укрупнение β -фазы происходит в соответствии с теорией Лифшица–Слезова–Вагнера об остwaldовском созревании. При этом экспериментально определенный коэффициент скорости укрупнения частиц β -фазы хорошо согласуется с расчетным значением.

В работе [60] проводили сравнительное исследование покрытий NiCoCrAlY и CoNiCrAlY (рис. 3). Показано, что при изотермической выдержке при $1050^\circ C$ в течение 300 ч покрытие NiCoCrAlY по сравнению с покрытием CoNiCrAlY демонстрирует более низкую скорость обеднения β -фазы и меньший коэффициент взаимной диффузии алюминия. Кроме того, TiO_2 в покрытии NiCoCrAlY состоит в основном из Al_2O_3 , в то время как между тонким слоем Al_2O_3 и керамическим слоем покрытия CoNiCrAlY образуются кластеры $(Cr, Al)_2O_3$, $(Co, Ni)(Cr, Al)_2O_4$ и NiO, диффузия кислорода через которые осуществляется легче, чем через корунд. В результате этого на границе раздела

жаростойкого слоя с керамическим растут растягивающие напряжения и, как следствие, количество микротрещин увеличивается.

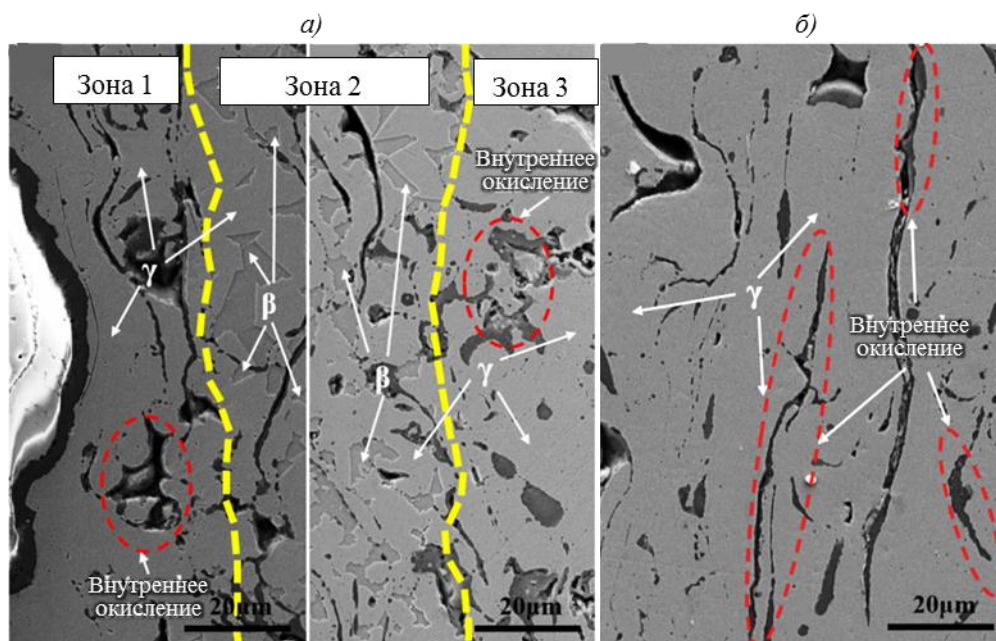


Рис. 3. Микроструктура жаростойких слоев NiCoCrAlY (а) и CoNiCrAlY (б) после изотермического окисления при 1050°C в течение 300 ч. Зона 1 – внешняя обедненная β -зона (на границе с ТСОЗ); зона 2 – зона обеднения β -фазы; зона 3 – внутренняя обедненная β -зона (на границе с подложкой). Области внутреннего окисления являются следствием локального обеднения алюминия [60]

В последние годы актуальность приобретает нанокристаллизация покрытий, которая улучшает стойкость к окислению покрытий NiCrAlY [26, 27] и CoNiCrAlY [16, 24]. Улучшение окислительных свойств в основном объясняется двумя факторами. Во-первых, нанокристаллизация ускоряет образование однородного слоя Al_2O_3 вследствие распределения Al в нанесенном покрытии. Для покрытий с меньшим размером зерна объемная доля границ зерен увеличивается, и Al, по мнению авторов работы [16], переносится по границам зерен к поверхности.

Второе преимущество уменьшения размера зерна заключается в улучшенной адгезии ТСОЗ с жаростойким слоем [53]. В работе [61] исследовали наноструктурированное покрытие, полученное методом HVOF из криоизмельченного порошка CoNiCrAlY.

На поверхности покрытия после окисления при 1000°C в течение 48 ч обнаружили оксидный слой, состоящий из Al_2O_3 (внутренний подслой) и $CoAl_2O_4$ (внешний подслой). При этом авторы работы [61] делают вывод о более высокой адгезии ТСОЗ к жаростойкому слою, основываясь на отсутствии трещин в ТСОЗ.

Заключения

На основании данных, приведенных в обзоре, можно сделать следующие выводы.

1. Для оценки срока службы ТЗП с различным составом жаростойких слоев удобно использовать следующие критерии: скорость обеднения β -фазы и алюминия (критическая активность алюминия), критическая толщина и скорость роста термостимулированной оксидной зоны.

2. Применение газотермических методов нанесения жаростойких слоев ТЗП приводит к повышенному исходному содержанию оксидов и, как следствие, к более интенсивному темпу роста термостимулированной оксидной зоны.

3. Корунд (Al_2O_3) характеризуется низкой скоростью роста и малой диффузионной проницаемостью, поэтому термостимулированная оксидная зона, состоящая из корунда, считается предпочтительной.

4. Уменьшение размера зерна жаростойкого слоя ТЗП способствует селективному окислению алюминия и, как следствие, образованию термостимулированной оксидной зоны из Al_2O_3 . Кроме того, адгезия термостимулированной оксидной зоны с жаростойким слоем увеличивается.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Теплозащитные покрытия с керамическим слоем пониженной теплопроводности на основе оксида циркония для лопаток турбины высокого давления перспективных ГТД // Сб. докл. конф. «Современные достижения в области создания перспективных неметаллических композиционных материалов и покрытий для авиационной и космической техники» М.: ВИАМ, 2015. Ст. 3.
2. Будиновский С.А., Чубаров Д.А., Матвеев П.В. Современные способы нанесения теплозащитных покрытий на лопатки газотурбинных двигателей (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2014. №S5. С. 38–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s5-38-44.
3. Мубояджян С.А., Будиновский С.А., Гаямов А.М., Смирнов А.А. Получение керамических теплозащитных покрытий для рабочих лопаток турбин авиационных ГТД магнетронным методом // Авиационные материалы и технологии. 2012. №4. С. 3–8.
4. Каблов Е.Н., Солнцев С.С., Розененкова В.А., Миронова Н.А. Современные полифункциональные высокотемпературные покрытия для никелевых сплавов, уплотнительных металлических волокнистых материалов и бериллиевых сплавов // Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн. 2013. №1. Ст. 05. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 10.07.2019).
5. Мубояджян С.А., Будиновский С.А., Гаямов А.М., Матвеев П.В. Высокотемпературные жаростойкие покрытия и жаростойкие слои для теплозащитных покрытий // Авиационные материалы и технологии. 2013. №1. С. 17–20.
6. Матвеев П.В., Будиновский С.А., Чубаров Д.А. Технология получения ионно-плазменных жаростойких подслоев с повышенным содержанием алюминия для перспективных ТЗП // Авиационные материалы и технологии. 2014. №S5. С. 56–60. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s5-56-60.
7. Naumenko D., Shemet V., Singheiser L., Quadackers W.J. Failure mechanisms of thermal barrier coatings on MCrAlY-type bondcoats associated with the formation of the thermally grown oxide // Journal of Materials Science. 2009. Vol. 44. P. 1687–1703.
8. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
9. Mauer G., Sebold D., Vaßen R. et al. Impact of processing conditions and feedstock characteristics on thermally sprayed MCrAlY bondcoat properties // Surface and Coatings and Technology. 2017. Vol. 318. P. 114–121.
10. Ichikawa Y., Ogawa K. Critical deposition condition of CoNiCrAlY cold spray based on particle deformation behavior // Journal of Thermal Spray Technology. 2017. Vol. 26. P. 340–349.
11. Gavendová P., Čížek J., Čupera J. et al. Microstructure modification of CGDS and HVOF sprayed CoNiCrAlY bond coat Remelted by electron beam // Procedia Material Science. 2016. Vol. 12. P. 89–94.

12. Doleker K.M., Karaoglanli A.C. Comparison of oxidation behavior of shot-peened plasma spray coatings with cold gas dynamic spray coatings // *Oxidation of Metals*. 2017. Vol. 88. P. 121–132.
13. Tolpygo V.K., Clarke D.R. Surface rumpling of a (Ni, Pt)Al bond coat induced by cyclic oxidation // *Acta Materialia*. 2000. Vol. 48. Issue 13. P. 3283–3293.
14. Belzunce F.J., Higuera V., Poveda S. High temperature oxidation of HFPD thermal-sprayed MCrAlY coatings // *Materials Science and Engineering: A*. 2001. Vol. 297, Issues 1–2. P. 162–167.
15. Prieto-García E., Baldenebro-Lopez F.J., Estrada-Guel I. et al. Microstructural evolution of mechanically alloyed Ni-based alloys under high temperature oxidation // *Powder Technology*. 2015. Vol. 281. P. 57–64.
16. Richer P., Yandouzi M., Beauvais L., Jodoin B. Oxidation behaviour of CoNiCrAlY bond coats produced by plasma, HVOF and cold gas dynamic spraying // *Surface and Coatings Technology*. 2010. Vol. 204. P. 3962–3974.
17. Wei P., Wei Z., Zhao G. et al. The analysis of melting and refining process for in-flight particles in supersonic plasma spraying // *Computer Material Science*. 2015. Vol. 103. P. 8–19.
18. Poza P., Grant P.S. Microstructure evolution of vacuum plasma sprayed CoNiCrAlY coatings after heat treatment and isothermal oxidation // *Surface and Coatings Technology*. 2006. Vol. 201. P. 2887–2896.
19. Li Y., Li C.-J., Yang G.-J., Xing L.-K. Thermal fatigue behavior of thermal barrier coatings with the MCrAlY bond coats by cold spraying and low-pressure plasma spraying // *Surface Coatings and Technology*. 2010. Vol. 205. P. 2225–2233.
20. Chen H. Microstructure characterization of un-melted particles in a plasma sprayed CoNiCrAlY coating // *Materials Characterization*. 2017. P. 1–8.
21. Shibata M., Kuroda S., Murakami H. et al. Comparison of Microstructure and Oxidation Behavior of CoNiCrAlY Bond Coatings Prepared by Different Thermal Spray Processes // *Material Transactions*. 2006. Vol. 47 (7). P. 1638–1642.
22. Yilbas B.S., Al-Zaharah I., Sahin A. HVOF Coating and Characterization // *Flexural Testing of Weld Site and HVOF Coating Characteristics*. Materials Forming, Machining and Tribology. Springer, Berlin, Heidelberg, 2014. 176 p.
23. Mercier D., Gauntt B.D., Brochu M. Thermal stability and oxidation behavior of nanostructured NiCoCrAlY coatings // *Surface & Coatings Technology*. 2011. Vol. 205. P. 4162–4168.
24. Tang F., Ajdelsztajn L., Schoenung J.M. Influence of Cryomilling on the Morphology and Composition of the Oxide Scales Formed on HVOF CoNiCrAlY Coatings // *Oxidation of Metals*. 2004. Vol. 61. Issue 3–4. P. 219–238.
25. Алхимов А.П., Клинков С.В., Косарев В.Ф., Фомин В.М. Холодное газодинамическое напыление. Теория и практика. М.: Физ.-мат. лит., 2010. 536 с.
26. Zhang Q., Li C.-J., Li C.X. et al. Study of Oxidation Behavior of Nanostructured NiCrAlY Bond Coatings Deposited by Cold Spraying // *Surface and Coatings Technology*. 2008. Vol. 202. Issue 14. P. 3378–3384.
27. Ajdelsztajn L., Zuniga A., Jodoin B., Lavernia E. Cold gas dynamic spraying of a high temperature Al alloy // *Surface and Coatings Technology*. 2006. Vol. 201. Issue 6. P. 2109–2116.
28. Borchers C., Gärtner F., Stoltenhoff T. Microstructural and macroscopic properties of cold sprayed copper coatings // *Journal of Applied Physics*. 2003. Vol. 93. Issue 12. P. 1063–1069.
29. Dykhuizen R.C., Smith M.F. Gas dynamic principles of cold spray // *Journal of Thermal Spray Technology*. 1998. Vol. 7. Issue 2. P. 205–212.
30. Stoltenhoff T., Kreye H., Richter H.J. An analysis of the cold spray process and its coatings // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2002. Vol. 11. Issue 4. P. 542–550.
31. Wright P.K., Evans A.G. Mechanisms governing the performance of thermal barrier coatings // *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. 1999. Vol. 4. Issue 3. P. 255–265.
32. Messaoudi K., Huntz A.M. Diffusion and growth mechanism of Al₂O₃ scales on ferritic Fe-Cr-Al alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 1998. Vol. 247. Issues 1–2. P. 248–262.

33. Hesnawi A., Li H., Zhou Z. et al. Isothermal oxidation behaviour of EB-PVD MCrAlY bond coat // *Vacuum*. 2007. Vol. 81. Issue 8. P. 947–952.
34. Leyens C., Wright I.G., Pint B.A. Effect of Experimental Procedures on the Cyclic, Hot-Corrosion Behavior of NiCoCrAlY-Type Bondcoat Alloys // *Oxidation of Metals*. 2000. Vol. 54. Issue 3–4. P. 255–276.
35. Wefer K., Misra C. *Oxides and Hydroxides of Aluminum*. New York: Wiley, 1987. 92 p.
36. Pint B., Treska M., Hobbs L. The effect of various oxide dispersions on the phase composition and morphology of Al₂O₃ scales grown on β -NiAl // *Oxidation of Metals*. 1997. Vol. 47. Issue 1–2. P. 1–20.
37. Pieraggi B., Rapp R.A. Stress generation and vacancy annihilation during scale growth limited by cation-vacancy diffusion // *Acta Metallurgica*. 1988. Vol. 36. Issue 5. P. 1281–1289.
38. Brumm M.W., Grabke H.J., Wagemann B. The oxidation of NiAl-III. Internal and intergranular oxidation // *Corrosion Science*. 1994. Vol. 36. Issue 1. P. 37–53.
39. Hejrani E., Sebold D., Nowak W.J. et al. Isothermal and cyclic oxidation behavior of free standing MCrAlY coatings manufactured by high-velocity atmospheric plasma spraying // *Surface and Coatings Technology*. 2017. Vol. 313. P. 191–201.
40. Yuan K., Peng R.L., Li X.H. et al. Some aspects of elemental behaviour in HVOF MCrAlY coatings in high-temperature oxidation // *Surface and Coatings Technology*. 2015. Vol. 261. P. 86–101.
41. Мовенко Д.А., Медведев П.Н., Смирнов А.А. Исследование изменения структуры теплозащитного покрытия после испытаний на жаростойкость // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2018. №11. Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.07.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-11-64-73.
42. Rinaldi C., Mandelli M. The role of diffusion and oxidation kinetics in a coating life prediction code: application to components // *ASME Turbo Expo 2009: Power for Land, Sea, and Air: Proceedings Series*. 2009. Vol. 4: Cycle Innovations; Industrial and Cogeneration; Manufacturing Materials and Metallurgy; Marine. P. 893–902.
43. Yuan K., Eriksson R., Lin Peng R. et al. Modeling of microstructural evolution and lifetime prediction of MCrAlY coatings on nickel based superalloys during high temperature oxidation // *Surface and Coatings Technology*. 2013. Vol. 232. P. 204–215.
44. Thoma M., Scrivani A. Prolonged MCrAlY coating lifetime by means of the LPPS process // *Proceedings of Conference ASME Turbo Expo*. 2013. P. 535–543.
45. Yi H.C., Guan S.W., Smeltzer W.W., Petric A. Internal oxidation of NiAl and NiAlSi alloys at the dissociation pressure of NiO // *Acta Metallurgica Materials*. 1994. Vol. 42. P. 981–990.
46. Reed R.C. *The superalloys: fundamentals and applications*. Cambridge University Press, 2006. 372 p.
47. Sato A., Harada H., Yokokawa T. et al. The effects of ruthenium on the phase stability of fourth generation Ni-base single crystal superalloys // *Scripta Materialis*. 2006. Vol. 54. P. 1679–1684.
48. Zhang P., Yuan K., Peng R.L. et al. Long-term oxidation of MCrAlY coatings at 1000°C and an Al-activity based coating life criterion // *Surface & Coatings Technology*. 2017. Vol. 36. P. 1–10.
49. Liu Y.Z., Zheng S.J., Zhu Y.L. et al. Microstructural evolution at interfaces of thermal barrier coatings during isothermal oxidation // *Journal of European Ceramic Society*. 2016. Vol. 36. P. 1765–1774.
50. Ahmadian S., Jordan E.H. Explanation of the effect of rapid cycling on oxidation, rumpling, microcracking and lifetime of air plasma sprayed thermal barrier coatings // *Surface & Coatings Technology*. 2014. Vol. 244. P. 109–116.
51. Cai J., Guan Q.F., Hou X.L. et al. Isothermal oxidation behaviour of thermal barrier coatings with CoCrAlY bond coat irradiated by highcurrent pulsed electron beam // *Applied Surface Science*. 2014. Vol. 317. P. 360–369.
52. Wang F., Lou H., Zhu S., Wu W. The mechanism of scale adhesion on sputtered microcrystallized CoCrAl films // *Oxidation of Metals*. 1994. Vol. 45. Issue 1–2. P. 39–50.

53. Wang F. The effect of nanocrystallization on the selective oxidation and adhesion of Al_2O_3 scales // *Oxidation of Metals*. 1997. Vol. 48. Issue 3–4. P. 215–224.
54. Pint B.A., Alexander K.B. Grain boundary segregation of cation dopants in $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ scales // *Fundamental Aspects of High Temperature Corrosion*. Electrochemical Society, Pennington, 1996. Vol. VI. 97 p.
55. Pint B.A., More K.L., Wright I.G. Characterization of thermally cycled alumina scales. *Materials of High Temperature*. 2000. Vol. 17. Issue 1. P. 165–171.
56. Subanovic M., Song P., Wessel E. et al. Effect of exposure conditions on the oxidation of MCrAlY-bondcoats and lifetime of thermal barrier coatings // *Surface & Coatings Technology*. 2009. Vol. 204. P. 820–823.
57. Yang L.X., Zou Z.H., Kou Z.D. et al. High temperature stress and its influence on surface rumpling in NiCoCrAlY bond coat // *Acta Materialia*. 2017. Vol. 139. P. 122–137.
58. Chen H., Si Y.Q., McCartney D.G. An analytical approach to the β -phase coarsening behaviour in a thermally sprayed CoNiCrAlY bond coat alloy // *Journal of Alloys Compounds*. 2017. Vol. 704. P. 359–365.
59. Jiang J.S., Zou Z.H., Wang W.Z. et al. Effect of internal oxidation on the inter-facial morphology and residual stress in air plasma sprayed thermal barrier coatings // *Surface & Coatings Technology*. 2018. Vol. 334. P. 215–226.
60. Weng W.-X., Wang Y.-M., Liao Y.-M. et al. Comparison of microstructural evolution and oxidation behaviour of NiCoCrAlY and CoNiCrAlY as bond coats used for thermal barrier coatings // *Surface & Coatings Technology*. 2018. Vol. 352. P. 285–294.
61. Mercier D., Kaplin C., Goodall G. et al. Parameters influencing the oxidation behavior of cryomilled CoNiCrAlY // *Surface & Coatings Technology*. 2010. Vol. 205. P. 2546–2553.

УДК 620.193

М.Г. Курс¹, А.Е. Кутырев¹, П.Ф. Киричок¹, М.А. Фомина¹**УСКОРЕННЫЕ И ЦИКЛИЧЕСКИЕ КОРРОЗИОННЫЕ ИСПЫТАНИЯ
АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-61-75

Приведены результаты исследования динамики развития процессов коррозионного разрушения алюминиевого сплава и углеродистой стали при проведении ускоренных испытаний в камере солевого тумана и циклических коррозионных испытаний в сравнении с данными, полученными при натурной экспозиции образцов в условиях умеренного теплого климата. Проведено сопоставление полученных результатов по показателям потерь массы, глубины межкристаллитной и питтинговой коррозии, изменения толщины образца, а также ширины распространения коррозии от надреза для образцов стали с лакокрасочным покрытием.

Ключевые слова: коррозия, алюминиевые сплавы, натурные коррозионные испытания, ускоренные испытания, циклические испытания.

M.G. Kurs¹, A.E. Kutyrev¹, P.F. Kirichok¹, M.A. Fomina¹**ACCELERATED AND CYCLIC CORROSION TESTS
OF AVIATION MATERIALS**

The paper presents the results of a study of the dynamics of the development of corrosion damage to aluminum alloy and carbon steel during accelerated tests in a salt fog chamber and cyclic corrosion tests in comparison with data obtained during full-scale exposure of samples in a moderately warm climate. Comparison of the results obtained in terms of mass loss, depth of intergranular and pitting corrosion, changes in the sample thickness, as well as the width of propagation of corrosion from the notch for steel samples with a paint and varnish coating was carried out.

Keywords: corrosion, aluminum alloys, full-scale corrosion testing, accelerated testing, cyclic testing.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

К наиболее широко применяемым методам оценки коррозионной стойкости металлических материалов относится проведение ускоренных испытаний в климатических камерах, которые позволяют за короткий срок получить сравнительную оценку коррозионной стойкости материалов и защитной способности покрытий. Тем не менее данный вид испытаний не позволяет с высокой степенью вероятности получить достоверную прогнозную оценку поведения материала в реальных атмосферных условиях. Перспективной является разработка режимов ускоренных коррозионных испытаний, обладающих высокой степенью корреляции с результатами экспозиции в натурных условиях, что соответствует одному из основных Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки [1–4].

Лабораторные (ускоренные) коррозионные испытания в климатических камерах используют для быстрого получения сравнительных результатов по коррозионной стойкости различных материалов и защитных покрытий [5–7]. К стандартно применяемым

лабораторным методам коррозионных испытаний металлических материалов относятся испытания в камере солевого тумана (КСТ) по ГОСТ 9.913–90 [8]. Согласно данному ГОСТ, испытания при воздействии нейтрального солевого тумана имитируют воздействие тропического климата, включая морской туман. Режим испытаний включает распыление 5%-ного раствора NaCl при температуре $35 \pm 2^\circ\text{C}$, относительной влажности 95–98% в течение 3 мин через каждые 20 мин испытаний. Зарубежными аналогами нормативной документации на методы испытаний при постоянной или циклической выдержке в камере солевого тумана являются ISO 9227, ISO 14993, ISO 16539 [9–11].

Стандарт ГОСТ 9.308–85 [12] устанавливает требования к проведению ускоренных коррозионных испытаний металлических и неметаллических неорганических покрытий при воздействии нейтрального солевого тумана, кислого солевого тумана, кислого солевого тумана и хлорной меди, а также методом «корродкот» (испытания при повышенной температуре и влажности образцов с нанесенной коррозионно-агрессивной пастой) и другими видами испытаний. Метод оценки коррозионных поражений для таких покрытий установлен ГОСТ 9.311–87 [13] и включает градацию видов и площади коррозионных поражений покрытий, оценку защитных и декоративных свойств. Стандартом установлены коэффициенты значимости видов коррозионных поражений при оценке декоративных свойств покрытий.

В большинстве стандартов, устанавливающих требования к проведению ускоренных испытаний, оговаривается, что данные методы не предназначены для назначения сроков службы материала или покрытия и не позволяют прогнозировать их поведение в реальных климатических условиях. В частности, в работе [14] проведены испытания в камере солевого тумана сплава Д16 с определением коррозионных потерь. Авторами сделан вывод, что количественные результаты при ускоренных испытаниях слабо коррелируют с результатами натурных испытаний, поскольку коррозионный процесс в камере на сплаве Д16 идет без замедления.

Многообразие методов проведения ускоренных испытаний и отсутствие корреляции данных методик с результатами натурных испытаний не позволяют устанавливать квоты коррозионного разрушения металлических материалов, так как различные материалы могут показать удовлетворительную коррозионную стойкость при испытаниях по одной методике и совершенно неприемлемую – по другой. Таким образом, в настоящее время единственным способом получения достоверных сведений о поведении материала в условиях реальной эксплуатации (в частности, воздействия климатических факторов) является только натурная экспозиция в течение определенного срока испытаний, необходимого для реализации всех коррозионных процессов [15, 16].

При этом, в виду больших сроков натурных испытаний, необходимость разработки методик ускоренных испытаний на стойкость к атмосферной коррозии привела к модификации методики испытаний в КСТ, а затем к появлению целого класса испытаний – циклических испытаний, в ходе которых на испытываемые образцы оказывают попеременное воздействие с использованием как КСТ, так и камеры влажности, а также целого ряда других воздействий – к например, ультрафиолетового излучения.

На территории РФ получил развитие метод ускоренных циклических испытаний лакокрасочных покрытий (ЛКП), отображенный в ГОСТ 9.401–91 [17], в который входят методы испытаний на стойкость к воздействию низких температур, солевого тумана, солнечного излучения, а также различного сочетания этих факторов. В данном ГОСТ приведены конкретные режимы испытаний ЛКП в зависимости от условий эксплуатации по ГОСТ 9.104–79 [18], при этом критериями оценки свойств приняты адгезионная прочность, ширина распространения коррозии от надреза и декоративные свойства по ГОСТ 9.407–84 [19].

Особое распространение циклические испытания получили в автомобилестроительной промышленности. Целый ряд автостроительных концернов, таких как Renault, Volvo, Volkswagen и многие другие, разработали свои методики циклических испытаний (табл. 1). Анализ целого ряда методик циклических испытаний и их сопоставление с данными натурных испытаний приведены в работах [20–23]. В работе [20] авторами сделан вывод о том, что испытания при непрерывном распылении нейтрального 5%-ного раствора NaCl не должны использоваться для прогнозирования коррозионной стойкости стальных материалов. Кроме того, в этой работе целый набор методик циклических испытаний разделен на две группы в зависимости от солевой нагрузки хлорид-ионов. Показано, что следующие методики испытаний: Salt spray ISO 9227, VDA621-415, Volkswagen PV1210, в которых используются высокие концентрации NaCl (5%), приводят к обратному ранжированию материалов, по сравнению с результатами испытаний по методикам Renault ECC1 D172028; Volvo VICT VCS1027,149; General Motors GM9540P (method B) и Daimler Chrysler KWT-DC.

Данный вывод свидетельствует скорее не о недостатке методик циклических испытаний как таковых, а о сложности процессов атмосферной коррозии, где в зависимости от метеорологических и/или аэрохимических условий сравнительная коррозионная стойкость материалов может меняться. Например, в работе [24] изучена склонность сплава марки 6056 к питтинговой коррозии по сравнению со сплавом марки 2024. Авторами сделан вывод, что при высокой концентрации хлорид-ионов сплав 6056 более стоек к питтинговой коррозии, чем сплав 2024. Однако при низкой концентрации хлорид-ионов, наоборот, сплав 2024 обладает большей стойкостью по сравнению со сплавом 6056.

Таблица 1

Режимы ускоренных коррозионных испытаний по различным методикам [20]

Методика циклических испытаний	Режим испытаний			Температура, °C	Относительная влажность, %; продолжительность	Продолжительность испытания, дней
	концентрация солевого раствора; pH; скорость осаждения в 80 см ²	частота распыления солевого раствора, ч/неделя	количество осажденных хлоридов, мг/см ²			
Renault ECC1 D172028	1%-ный NaCl; pH=4; 5 мл/ч	3,5	8	35 35 35	20; 1 ч 35 мин 55; 2 ч 40 мин 90; 1 ч 20 мин	42
Volvo VICT VCS1027,149	1%-ный NaCl; pH=4; 120 мл/ч	1,5	27	45 35	50; 4 ч 95; 4 ч	42
VDA621-415	5%-ный NaCl; pH=6,5–7,2; 1,5 мл/ч	24	136	40 18–28 23	100; 8 ч 50; 16 ч 50; 48 ч	70
Volkswagen PV1210	5%-ный NaCl; pH=6,5–7,2; 1,5 мл/ч	20	68	23 40	50; 4 ч 100; 16 ч	42
General Motors GM9540P (method B)	0,9%-ный NaCl; 0,1%-ный CaCl ₂ ; 0,255%-ный NaHCO ₃ pH=6–9	14	Не определено	50 60	100; 8 ч 30; 8 ч	40
Daimler Chrysler KWT-DC	1%-ный NaCl; pH=6,5–7,2; 2 мл/ч	8	7,3	От -15 до +50	50–100	42
Salt spray ISO 9227	5%-ный NaCl; pH=6,5–7,2; 1,5 мл/ч	Постоянно распыляется	383	35	Не контролировалась	28

Поскольку результаты циклических испытаний сильно зависят от типов материалов, которые подвергаются испытаниям, то для использования таких испытаний в авиационной отрасли, необходимо разработать свой комплекс методик циклических

испытаний, позволяющий в той или иной степени прогнозировать коррозионное поведение авиационных материалов. Особенно актуален данный вопрос для алюминиевых сплавов, которые являются основным авиационным материалом, и разработка методики их циклических испытаний, которая должна входить в состав комплексных коррозионных испытаний [25], является одной из важных задач.

В данной работе поставлена задача: провести апробацию существующих методик циклических испытаний для алюминиевого сплава марки 1163 как одного из наиболее широко применяемых авиационных материалов, а также для стали 30ХГСА, в том числе и с защитным покрытием. Использование стали 30ХГСА оправдано не только тем, что она широко применяется в авиационной промышленности, но и тем, что показатели коррозионной стойкости сталей в атмосферных условиях достаточно близки (за исключением нержавеющей). Поэтому можно сравнить результаты, полученные в данной работе, с результатами других исследователей, полученных на сталях, применяемых в автомобилестроении. В качестве методик использовали методики с высокой солевой нагрузкой по хлорид-ионам, а именно – VDA621-415 и Salt spray ISO 9227 [20], поскольку скорость коррозии алюминия определяется в основном хлорид-ионами.

Материалы и методы

Материалы для испытаний

В качестве исследуемых материалов применялись:

- образцы из листа сплава 1163-Т без покрытия и плакировки толщиной 1,5 мм размером 50×100 мм;
- образцы из стали 30ХГСА без покрытия толщиной 2 мм размером 50×100 мм;
- образцы из стали 30ХГСА с фосфатным оксидированием и лакокрасочным покрытием, размером 100×150 мм с двумя нанесенными вертикальными надрезами до металла.

Для образцов из сплава 1163-Т без покрытий проводили оценку потери массы, глубины и характера коррозионных поражений (межкристаллитная (МКК) и питтинговая коррозия) – по ГОСТ 9.908–85.

Для образцов из стали 30ХГСА без покрытия проводили оценку потери массы и изменения толщины образца – по ГОСТ 9.908–85.

Для образцов из сплава 1163-Т и стали 30ХГСА с защитным покрытием проводили оценку ширины распространения коррозии от надреза по ГОСТ 9.407–84, а также оценку изменения внешнего вида образцов.

Методы исследований

Испытания в натуральных условиях проводили при экспозиции образцов на атмосферном стенде под углом 45 градусов к горизонту, расположенном на открытой площадке, в течение 3, 6, 12, 18 и 24 мес в Геленджикском центре климатических испытаний (ГЦКИ) ВИАМ, который находится в умеренном теплом климате с мягкой зимой приморской атмосферы.

Испытания в камере солевого тумана (КСТ) проводили при непрерывной выдержке образцов в камере в течение 100, 200, 300, 600, 900, 1000, 1200, 1500, 1800 и 2000 ч при температуре 35°C и влажности 98% при постоянном распылении 5%-ного раствора NaCl.

Испытания по методике VDA 621-415 проводили в течение 3, 5, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18 и 20 циклов по следующему режиму:

- выдержка в камере солевого тумана при температуре 35±2°C и 5±0,5%-ной концентрации NaCl в течение 1 сут;

– выдержка в атмосфере влажного климата с конденсацией влаги в течение 4 сут, при этом в течение каждых суток:

- при температуре $40 \pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности $\sim 100\%$ в течение 8 ч;
- при температуре $18\text{--}28^\circ\text{C}$ и относительной влажности 75% в течение 16 ч (отключение испытательного оборудования с естественным снижением влажности);
- выдержка при температуре $18\text{--}28^\circ\text{C}$ в условиях окружающей среды в течение 2 сут (оборудование отключено, рабочая зона камеры открыта).

Продолжительность одного цикла составляет 7 сут.

Результаты и обсуждение

Результаты натурной экспозиции

Результаты оценки изменения свойств материалов после двух лет натурной экспозиции представлены в табл. 2 и на рис. 1.

Таблица 2

**Результаты натуральных испытаний после двух лет экспозиции
в условиях умеренного теплого климата**

в условиях умеренного теплого климата						
Срок экспозиции, мес	Материал	Потери массы, г/м ²	Глубина МКК	Глубина питтинговой коррозии	Изменение толщины образца	Ширина распространения коррозии от надреза
			мм			
3	1163-Т	0,639	0,196	0,080	—	—
	30ХГСА	100,197	—	—	0,0133	2,0570
6	1163-Т	1,17	0,220	0,082	—	—
	30ХГСА	169,58	—	—	0,0215	2,5113
12	1163-Т	2,847	0,225	0,130	—	—
	30ХГСА	253,9	—	—	0,0325	4,3334
18	1163-Т	3,27	0,240	0,162	—	—
	30ХГСА	321,01	—	—	0,0410	6,127
24	1163-Т	5,402	0,245	0,182	—	—
	30ХГСА	397,34	—	—	0,0520	9,294

Как видно из рис. 1, данные по потерям массы образцов из стали 30ХГСА аппроксимируются линейной зависимостью с высокой степенью достоверности – $R^2=0,989$; для сплава 1163-Т – линейной зависимостью $R^2=0,907$.

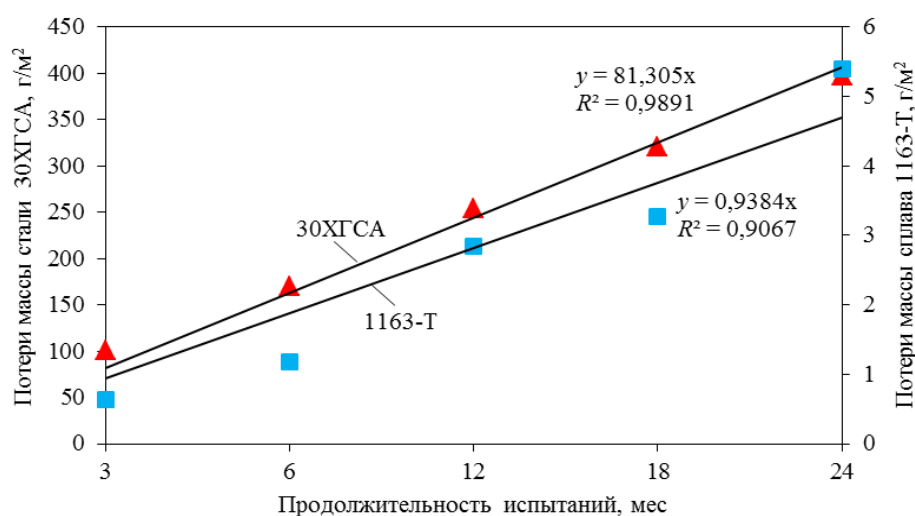


Рис. 1. Удельные потери массы образцов из сплава 1163-Т и стали 30ХГСА без покрытия после двух лет натурных испытаний

При анализе глубины и характера коррозионных поражений сплава 1163-Т отмечается преобладающая склонность сплава к межкристаллитной коррозии, рост которой после 18 мес испытаний прекращается.

Результаты ускоренных испытаний

Результаты оценки потерь массы образцов из сплава 1163-Т и стали 30ХГСА после испытаний в КСТ представлены на рис. 2, а. Полученные результаты хорошо аппроксимируются линейной зависимостью – $R^2 > 0,96$ для обоих материалов. При сравнении результатов определения массопотерь образцов с данными после двух лет натурной экспозиции следует отметить, что наиболее близкие значения данного показателя для сплава 1163-Т получены после 200 ч испытаний в КСТ, для стали 30ХГСА – после 600 ч испытаний.

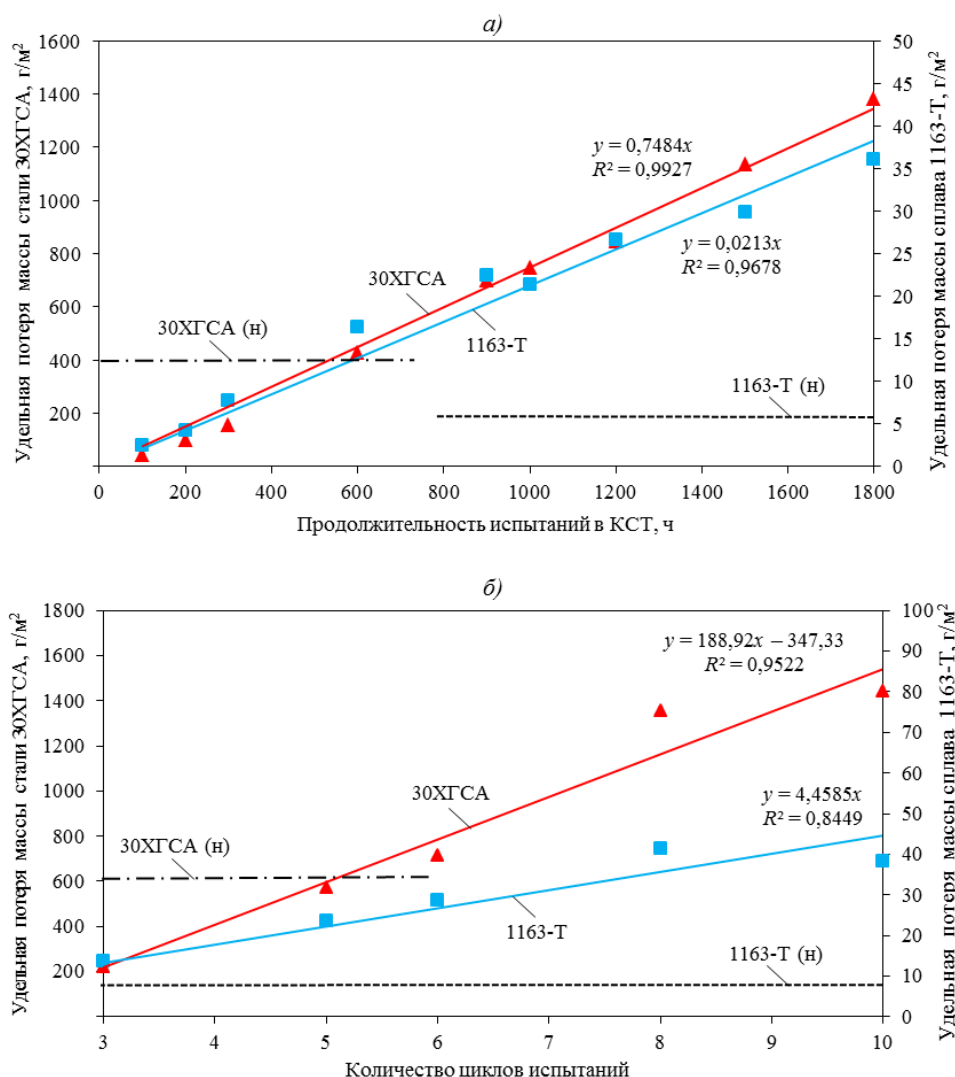


Рис. 2. Удельные потери массы образцов из сплава 1163-Т и стали 30ХГСА без покрытия после ускоренных испытаний в КСТ (а) и циклических испытаний (б) в сравнении с результатами после двух лет натурной экспозиции

Результаты оценки потерь массы образцов из сплава 1163-Т и стали 30ХГСА после испытаний по методике VDA 621-415 приведены на рис. 2, б. В данном случае достоверность аппроксимации линейной зависимостью ниже по сравнению с ускоренными

испытаниями в КСТ: $R^2=0,84$ – для сплава 1163-Т и $R^2=0,95$ – для стали 30ХГСА. В сравнении с результатами натурной экспозиции в течение двух лет соответствующие значения массопотерь для обоих материалов получены уже после трех циклов испытаний.

При достижении срока испытаний 1800 ч характер коррозии становится сквозным, в связи с чем испытания останавливали. Следует отметить, что в ГОСТ 9.913–90 [8] для алюминия и его сплавов установлены сроки проведения испытаний на воздействие нейтрального солевого тумана, имитирующего воздействие тропического климата, включая морской туман, – в 90–360 сут. Выдержка в течение 1800 ч, при которой характер коррозионного поражения переходит в сквозной, соответствует 75 сут испытаний. Таким образом, при испытании листовых полуфабрикатов сроки испытания в КСТ необходимо корректировать в зависимости от толщины образцов.

Однако решение вопроса о применимости ускоренных испытаний для прогнозирования коррозионного поведения алюминиевых сплавов на основании сравнения кинетических зависимостей массовых потерь при натуральных и ускоренных испытаниях, как это было сделано в работе [14], ошибочно. Зависимость коррозии алюминиевых сплавов от продолжительности испытаний достаточно сложна и неочевидна. Для металлических материалов, подверженных общей коррозии, таких как железо, медь, цинк, данный вопрос хорошо изучен и описан [25, 26]. Обычно применяют степенную зависимость $K=A \cdot t^n$, где K – интегральный коррозионный показатель (обычно удельная величина массопотерь); t – продолжительность испытания; A и n – константы. При этом показатель степени $n < 1$ вследствие образования защитных продуктов коррозии. Для алюминиевых сплавов также возможно использование данного уравнения, однако погрешность при его применении достаточно высока.

В работе [27] предложена более сложная кинетическая зависимость атмосферной коррозии алюминиевых сплавов. Однако вследствие больших статистических погрешностей установить конкретный закон для атмосферной коррозии алюминиевых сплавов и определить константы в уравнении закона – задача очень трудоемкая.

Решение вопроса о применимости циклических испытаний для алюминиевых сплавов должно заключаться не в процессе сравнения аппроксимированных уравнений зависимостей, которые могут в той или иной степени быть приведены математически, а в рассмотрении характера коррозионного процесса алюминиевого сплава, который, как известно, в атмосферных условиях может быть представлен тремя видами коррозии – питтинговой (ПК), межкристаллитной (МКК) и расслаивающей (РСК). Каждый из этих видов коррозии имеет не только свои кинетические закономерности [28, 29], но и разное влияние на прочностные характеристики. Вследствие этого основной критерий, по которому необходимо устанавливать применимость ускоренных испытаний в рамках прогнозирования поведения алюминиевых сплавов, – это соотношения между ПК, МКК и РСК.

На рис. 3 приведены результаты оценки глубины межкристаллитной и питтинговой коррозии образцов из сплава 1163-Т после 1800 ч испытаний в КСТ в сопоставлении с результатами оценки глубины МКК и питтинговой коррозии после натуральных испытаний (соответственно МКК (н) и питтинг (н)).

Согласно представленным на рис. 3 данным, при испытаниях в КСТ сплав в наибольшей степени подвержен развитию питтинговой коррозии, которая превышает глубину МКК в 1,5–2 раза. При достижении срока испытаний 1800 ч характер коррозии становится сквозным. При натурной же экспозиции для сплава характерно развитие в большей степени МКК, чем питтинговой коррозии.

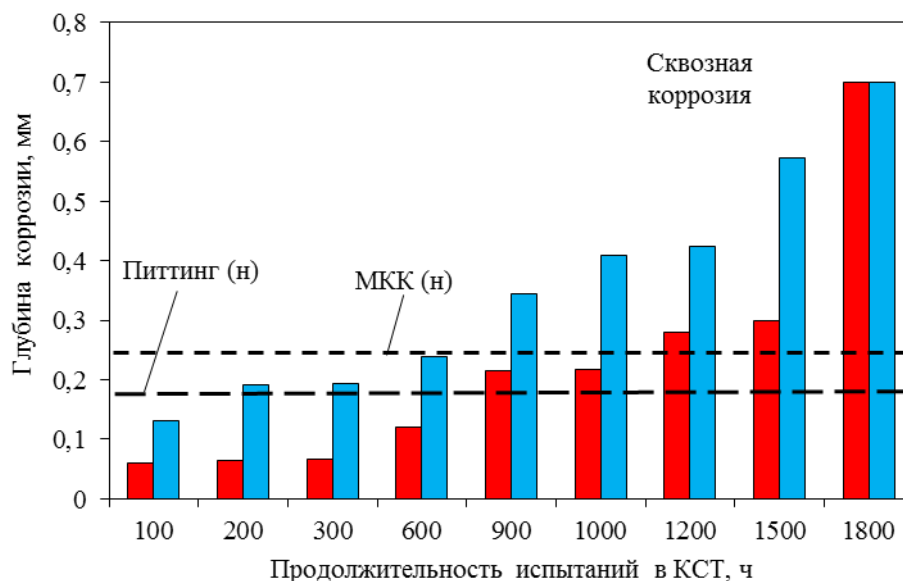


Рис. 3. Глубина межкристаллитной (■) и питтинговой (■) коррозии образцов из сплава 1163-Т после ускоренных испытаний в КСТ в сравнении с результатами после двух лет натурной экспозиции (--- и ---- соответственно)

Известно [15, 21], что для алюминиевых сплавов характерно торможение роста глубины локальной коррозии с увеличением срока испытаний. Однако при испытаниях в КСТ скорость роста глубины питтинговой коррозии не снижается, а растет вплоть до сквозной коррозии. В наибольшей степени результатам натурной экспозиции соответствует глубина питтинга, полученная после 200–300 ч испытаний в КСТ, а глубина МКК – после 1200 ч испытаний в КСТ.

На рис. 4 приведены результаты оценки изменения толщины образца и ширины распространения коррозии от надреза образцов стали 30ХГСА после 1800 ч испытаний в КСТ. Как видно из данных рис. 4, наиболее резкий рост ширины распространения коррозии происходит в диапазоне продолжительности испытаний 300–900 ч – от 0 до 1,11 мм. В период времени 900–1800 ч увеличение показателя составляет 63%.

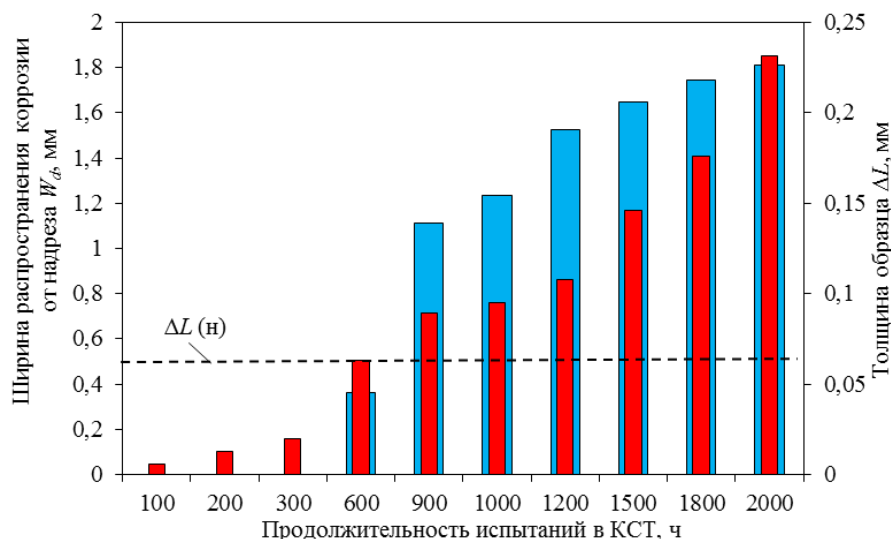


Рис. 4. Изменение толщины образца (■) и ширины распространения коррозии от надреза (■) образцов из стали 30ХГСА после ускоренных испытаний в КСТ в сравнении с результатами после двух лет натурной экспозиции

Полученные значения изменения толщины образца после двух лет натуральных испытаний соответствуют 600 ч испытаний в КСТ. Результаты по ширине распространения коррозии от надреза, полученные при натуральных испытаниях, значительно превышают данные ускоренных испытаний.

На рис. 5 приведены результаты оценки глубины коррозии при проведении циклических испытаний. В ходе первых четырех замеров, так же как и при испытаниях в КСТ, преобладает питтинговый характер разрушения. По глубине МКК результатам натурной экспозиции в течение двух лет в наибольшей степени соответствуют данные после 5–6 циклов испытаний. При питтинговой коррозии уже после трех циклов испытаний полученные значения превышают данные натурной экспозиции в течение двух лет, что связано с постоянным наличием пленки электролита в устье коррозионного очага.

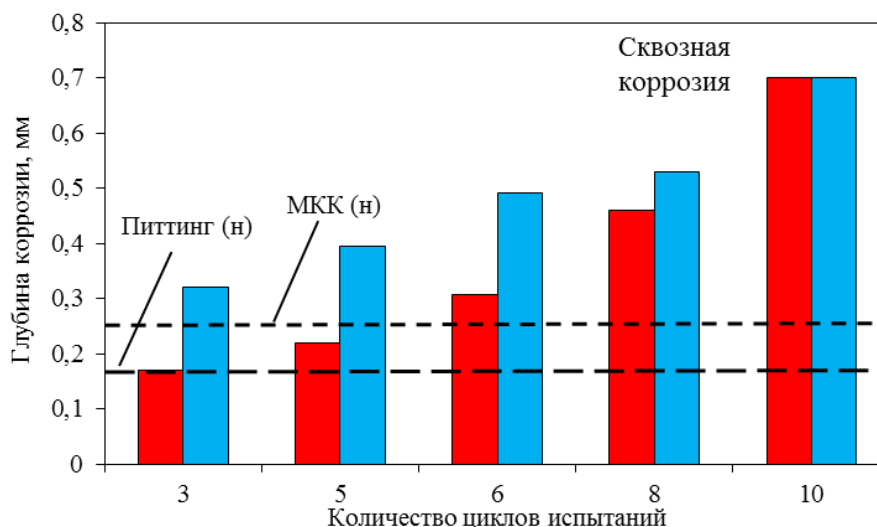


Рис. 5. Глубина межкристаллитной (■) и питтинговой (■) коррозии образцов из сплава 1163-Т после ускоренных циклических испытаний в сравнении с результатами после двух лет натурной экспозиции (--- и ---- соответственно)

При экспозиции в ГЦКИ в натуральных условиях среднегодовые значения величины продолжительности увлажнения поверхности составляют 5289 ч/год при температуре $t \geq -1^\circ\text{C}$ и влажности $\phi \geq 70\%$ и 3312 ч/год при $t > 0^\circ\text{C}$ и $\phi > 80\%$, что составляет соответственно 60 и 38% времени от общей продолжительности испытаний, при этом смена цикла «увлажнение–высыхание» в течение 1 сут может происходить до 6 раз в зависимости от времени года и режима осадков. Частая смена данных периодов определяет процесс образования продуктов коррозии в очаге коррозионного разрушения, препятствующего дальнейшему взаимодействию поверхности с окружающей средой. При испытаниях же в КСТ высыхания поверхности не происходит в течение всего периода испытаний, а при циклических испытаниях, согласно приведенному ранее режиму (методика VDA 621-415), высыхание поверхности происходит всего 1 раз в неделю (при выдержке образцов в комнатных условиях), в остальное время в течение цикла материал подвергается непрерывному воздействию пленки влаги.

На рис. 6 приведены результаты оценки изменения толщины образца и ширины распространения коррозии от надреза образцов из стали 30ХГСА: аналогично глубине МКК (по приведенным показателям изменения толщины образца) значения, полученные после двух лет натуральных испытаний, в большей степени соответствуют результатам после 5 циклов. Значения ширины распространения коррозии от надреза после натуральных испытаний значительно превышают данные, полученные после циклических испытаний.

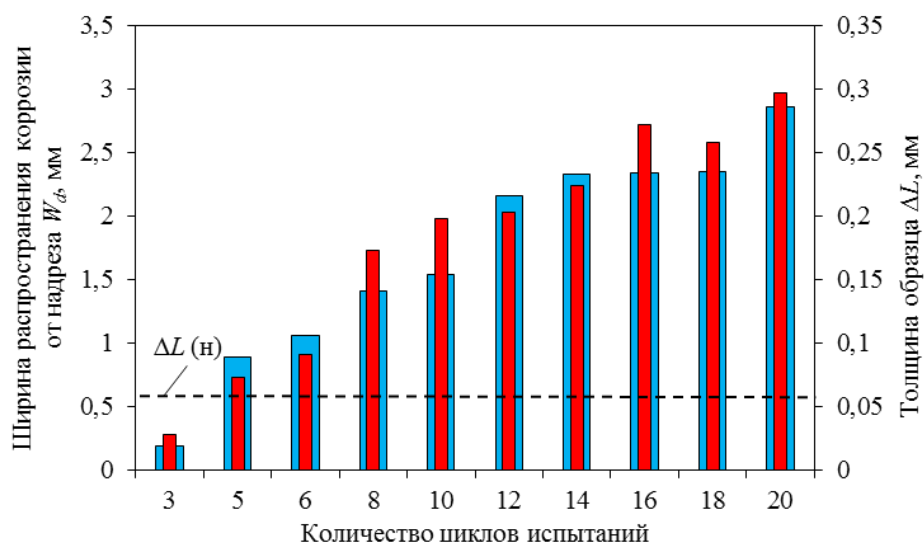


Рис. 6. Изменение толщины образца (■) и ширины распространения коррозии от надреза (■) образцов из стали 30ХГСА после ускоренных циклических испытаний в сравнении с результатами после двух лет натурной экспозиции

В табл. 3 приведены итоговые данные по сравнению результатов натурных и ускоренных испытаний для образцов из алюминиевого сплава 1163 и стали 30ХГСА (в том числе с покрытием). Для сравнения использовали следующие величины: продолжительность ускоренных испытаний $t_{\text{уск}}$, при которой совпадает какой-либо из параметров коррозионного разрушения за определенный период натурных испытаний (один или два года), и коэффициент ускорения испытаний, рассчитанный также при условии равенства какого-либо параметра коррозионного разрушения при определенной продолжительности натурных испытаний $t_{\text{нат}}$ согласно уравнению $K_{\text{уск}} = t_{\text{нат}} / t_{\text{уск}}$.

Таблица 3

**Соответствие параметров коррозионного разрушения
при ускоренных и натурных испытаниях**

Вид ускоренных испытаний	Материал	Сопоставляемые параметры	Соответствие параметров при продолжительности натурной экспозиции, год			
			1		2	
			$t_{\text{уск}}$, ч (циклы)	$K_{\text{уск}}$ *	$t_{\text{уск}}$, ч (циклы)	$K_{\text{уск}}$ *
КСТ	1163	Потеря массы	100	88	200	88
		Глубина МКК	1000	9	1000	9
		Глубина питтинга	100	88	200	88
	30ХГСА	Потеря массы	300	29	600	29
		Ширина распространения коррозии от надреза	>2000	<4	>2000	<9
		Изменение толщины образца	300	29	600	29
VDA**	1163	Потеря массы	<3	87	<3	87
		Глубина МКК	5	12	5	10
		Глубина питтинга	<3	91	<3	98
	30ХГСА	Потеря массы	3	17	5	21
		Ширина распространения коррозии от надреза	>20	<3	>20	<5
		Изменение толщины образца	3	17	5	21

* Для расчета $K_{\text{уск}}$ использовали продолжительность испытаний исходя из того, что длительность одного цикла равна 7 сут.

** Для испытаний по методике VDA в качестве продолжительности ускоренных испытаний представлено количество циклов.

Как видно из данных табл. 3, для алюминиевого сплава 1163 при испытаниях в КСТ наблюдаются достаточно высокие коэффициенты ускорения $K_{\text{уск}}$ по параметрам изменения массы и глубины питтингов, равные 88. Однако для параметра глубины МКК значения коэффициентов ускорения снижаются на порядок – до девяти. Подобный результат получен для алюминиевого сплава 1163 при циклических испытаниях по методике VDA: $K_{\text{уск}}$ по параметрам изменения массы равен 87, по глубине питтингов: 91–98. Замечено, что при испытаниях по методике VDA коррозионные характеристики определяли только после третьего цикла, когда степень коррозии алюминиевого сплава превысила аналогичную величину после двухлетних испытаний в натуральных условиях (за исключением МКК), вследствие этого коэффициент ускорения определяли по данным, полученным путем экстраполяции полученной зависимости, что дало дополнительную погрешность при определении величины $K_{\text{уск}}$. Однако для сравнения с величиной $K_{\text{уск}}$, полученной для параметра глубины МКК, такой точности вполне достаточно, поскольку и для испытаний по методике VDA различие в значениях $K_{\text{уск}}$ по питтинговому и межкристаллитному типам коррозии составляет целый порядок.

Такое различие не позволяет применять указанные виды ускоренных испытаний для прогнозирования коррозионного поведения алюминиевых сплавов, подверженных МКК. Однако равенство величин $K_{\text{уск}}$, полученных для параметров изменения массы и глубины питтингов, показывает равенство величин фактора питтинговой коррозии $k_{\text{п.к}}$ [29] при ускоренных и натуральных испытаниях, что указывает на некоторую общность механизмов развития питтинговой коррозии. Например, для разработки методики нанесения коррозионных поражений с помощью анодного растворения, обеспечение одинаковых значений $k_{\text{п.к}}$ представляет достаточно сложную задачу [30]. С учетом данного факта, для сплавов, стойких к МКК (например, сплавы 1933-T3 [31] и B95п.ч.-T2 [32]) и обладающих высоким сопротивлением к МКК и РСК, возможно применение как ускоренных испытаний по методике VDA, так и менее трудоемких испытаний в КСТ.

Для большинства алюминиевых сплавов, в которых развитие МКК все же происходит, необходимо разработать новую методику ускоренных испытаний, которая обеспечила бы большее соответствие натурным испытаниям. В связи с этим необходимо определить различие в механизме коррозии при ускоренных и натуральных испытаниях. В качестве причины несоответствия испытаний в КСТ и натуральных испытаний исследователи обычно называют непрерывность воздействия, без изменения условий воздействия, которое происходит в естественных условиях [33], – в частности, различные защитные свойства вторичных продуктов коррозии [34]. Однако, видимо, влиянием вторичных продуктов коррозии, значительным образом проявляющих себя при атмосферной коррозии металлических материалов, корродирующих по типу общей коррозии, на алюминиевых сплавах можем пренебречь, поскольку торможение коррозии для них не так выражено, как для углеродистых сталей, цинка или меди. Вследствие этого факт постоянного нахождения поверхности алюминиевых сплавов в условиях высокой влажности, в отличие от натуральных условий, где обеспечивается процесс высыхания поверхности образцов, в том числе и продуктов коррозии, не столь существенен, а подход, аналогичный тому, который был предложен еще при разработке циклических испытаний [35], и впоследствии внесенный в стандарт ASTM G85, не даст ожидаемого эффекта. Заметим, что при циклических испытаниях по методике VDA в сравнении с испытаниями в КСТ непрерывность воздействия отсутствует, а соотношение между величинами $K_{\text{уск}}$ по питтинговому и межкристаллитному типам коррозии остается таким же.

Наиболее вероятно, что различие коррозионных процессов при ускоренных и натуральных испытаниях на алюминиевых сплавах обусловлено большей толщиной пленки влаги, адсорбирующейся на поверхности образцов при ускоренных испытаниях.

В этом случае при разработке новой методики ускоренных циклических испытаний основными будут являться следующие положения: уменьшение продолжительности выдержки в КСТ, величина относительной влажности в которой достигает 98%; проведение испытаний в камере тепла и влаги при небольших значениях влажности (при 80%) на границе образования фазовых пленок влаги [36]; периодизация процесса испытаний, подразумевающая высыхание пленок влаги и их повторное образование. С учетом результатов работы [25], где показана различная сравнительная коррозионная стойкость алюминиевых сплавов в зависимости от коррозионной агрессивности среды, при разработке новой методики для испытаний алюминиевых сплавов необходимо учитывать метеорологические и аэрохимические параметры атмосферы той местности, где преимущественно будет использоваться испытываемый материал.

Применение методик ускоренных испытаний для сталей показывает значительное различие в значениях коэффициентов ускорения для образцов с покрытием и без покрытия. Это позволяет сделать вывод, что данные методики для испытаний образцов из углеродистой стали с покрытиями не могут быть использованы. Видимо, дело в различии ускоряющих факторов, воздействующих на коррозию стали и на диффузию влаги вдоль лакокрасочного покрытия. Данное различие требует специального рассмотрения, но можно предположить, что необходимо проводить воздействие при повышенной температуре, возможно, в условиях относительно невысокой влажности. Приведенный в методике VDA период воздействия – выдержка в камере влажности при температуре $40\pm 2^\circ\text{C}$ и относительной влажности $\sim 100\%$ – видимо, явно недостаточен.

Заключения

1. При испытаниях в КСТ для стали 30ХГСА уровень коррозионных потерь после 600 ч испытаний приблизительно соответствует двум годам натурной экспозиции в условиях умеренного теплого климата по показателям скорости коррозии, изменения толщины образца и ширине распространения коррозии от надреза. Для сплава 1163-Т динамика развития локальной коррозии отлична от механизма разрушения при натурной экспозиции, что не позволяет использовать данный метод для прогнозирования коррозионных потерь неравномерно корродирующих материалов: при испытаниях в КСТ сплав в большей степени подвержен питтингообразованию в связи с постоянным воздействием пленки электролита в устье коррозионного очага.

2. При циклических испытаниях по методике VDA 621-415 в сравнении с результатами двух лет натурной экспозиции коррозионные потери стали 30ХГСА по показателю потери массы соответствуют трем циклам испытаний, по показателям изменения толщины образца и ширине распространения коррозии от надреза – 5 циклам испытаний. Для сплава 1163-Т (так же как при испытаниях в КСТ) – ввиду превалирующего воздействия пленки влаги в течение периода испытаний – в наибольшей степени происходит рост питтинга, глубина которого уже после трех циклов испытаний в 2 раза превышает значения, полученные после двухлетней натурной экспозиции. Различие механизмов процессов коррозионного разрушения для алюминиевого сплава не позволяет рекомендовать данный метод испытаний для прогнозирования поведения материала в атмосферных условиях.

3. При проведении сравнительных коррозионных испытаний алюминиевых сплавов при непрерывной выдержке в КСТ следует применять меньшие сроки выдержки в камере – не более 1500 ч вместо 90–360 сут, установленных в ГОСТ 9.913–90, ввиду достижения сквозных коррозионных поражений для листа толщиной 1,5 мм уже через 1800 ч испытаний.

4. Проведенные исследования по стандартно применяемым методикам позволили определить направления дальнейшего развития методов ускоренных испытаний, которые будут выполнены на следующих этапах при продолжении данной работы. Для получения данных по коррозионной стойкости металлических материалов, сравнимых с результатами натурной экспозиции при сохранении механизма коррозионного разрушения, необходима разработка режимов испытаний, в основе которых должны лежать следующие положения: уменьшение продолжительности выдержки в КСТ, проведение испытаний в камере тепла и влаги при небольших значениях влажности (при 80%), периодизация процесса испытаний, а также учет метеорологических и аэрохимических параметров атмосферы той местности, где преимущественно будет использоваться испытываемый материал.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н., Старцев О.В., Медведев И.М. Обзор зарубежного опыта исследований коррозии и средств защиты от коррозии // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №2 (35). С. 76–87. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-76-87.
3. Каблов Е.Н. Ключевая проблема – материалы // *Тенденции и ориентиры инновационного развития России*. М.: ВИАМ, 2015. С. 458–464.
4. Антипов В.В. Стратегия развития титановых, магниевых, бериллиевых и алюминиевых сплавов // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № S. С. 157–167.
5. Чесноков Д.В., Антипов В.В., Кулюшина Н.В. Метод ускоренных лабораторных испытаний алюминиевых сплавов с целью прогнозирования их коррозионной стойкости в условиях морской атмосферы // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2016. №5 (41). Ст. 10. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 18.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-5-10-10.
6. Кутырев А.Е., Фомина М.А., Чесноков Д.В. Моделирование воздействия испытательных факторов на коррозию металлических материалов при испытании на агрессивное воздействие компонентов промышленной атмосферы в камере солевого тумана // *Материаловедение*. 2015. №3. С. 7–15.
7. Ерасов В.С., Нужный Г.А., Гриневич А.В., Терехин А.Л. Трещиностойкость авиационных материалов в процессе испытания на усталость // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2013. №10. Ст. 6. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 18.06.2019).
8. ГОСТ 9.913–90. Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Алюминий, магниевый и их сплавы. Методы ускоренных коррозионных испытаний. М.: Изд-во стандартов, 1990. 9 с.
9. ISO 9227:2012. Corrosion tests in artificial atmospheres – Salt spray tests Standards Policy and Strategy Committee. Switzerland, 2012. 26 p.
10. ISO 14993:2001. Corrosion of metals and alloys – Accelerated testing involving cyclic exposure to salt mist, «dry» and «wet» conditions. Netherlands Standards, 2001. 20 p.
11. ISO 16539:2013. Corrosion of metals and alloys – Accelerated cyclic corrosion tests with exposure to synthetic ocean water salt-deposition process – «Dry» and «wet» conditions at constant absolute humidity British Standards Institution, 2013. 30 p.
12. ГОСТ 9.308–85. Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы ускоренных коррозионных испытаний. М.: Изд-во стандартов, 1985. 21 с.

13. ГОСТ 9.311–87. Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Метод оценки коррозионных поражений М.: Изд-во стандартов, 1987. 13 с.
14. Стрекалов П.В., Панченко Ю.М., Жиликов В.П., Каримова С.А., Тарараева Т.И., Никулина Т.В. Ускоренные испытания сплава Д16 в соляном тумане. Масса удержанных хлоридов, коррозия, механические свойства // Коррозия: материалы, защита. 2007. №10. С. 1–8.
15. Курс М.Г., Кутырев А.Е., Фомина М.А. Исследование коррозионного разрушения деформируемых алюминиевых сплавов при лабораторных и натурных испытаниях // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №8 (44). Ст. 10. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 18.08.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-10-10.
16. Курс М.Г. Прогнозирование прочностных свойств обшивки ЛА из деформируемого алюминиевого сплава В95о.ч.-Т2 с применением интегрального коэффициента коррозионного разрушения // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. №5 (65). Ст. 11. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 03.08.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-5-101-109.
17. ГОСТ 9.401–91. Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия лакокрасочные. Общие требования и методы ускоренных испытаний на стойкость к воздействию климатических факторов. М.: Изд-во стандартов, 1991. 29 с.
18. ГОСТ 9.104–79. Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия лакокрасочные. Группы условий эксплуатации. М.: Стандартиформ, 1979. 16 с.
19. ГОСТ 9.407–84. Единая система защиты от коррозии и старения (ЕСЗКС). Покрытия лакокрасочные. Метод оценки внешнего вида. М.: Стандартиформ, 1984. 40 с.
20. LeBozec N., Blandin N., Thierry D. Accelerated corrosion tests in the automotive industry: A comparison of the performance towards cosmetic corrosion // Materials and Corrosion. 2008. Vol. 59. No. 11. P. 889–894.
21. Курс М.Г., Лаптев А.Б., Кутырев А.Е., Морозова Л.В. Исследование коррозионного разрушения деформируемых алюминиевых сплавов при натурно-ускоренных испытаниях. Часть 1 // Вопросы материаловедения. 2016. №1 (85). С. 116–126.
22. Курс М.Г. Метод расчета интегрального коэффициента коррозионного разрушения листов из деформируемых алюминиевых сплавов при натурно-ускоренных испытаниях: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 2016. 22 с.
23. De Azevedo Alvarenga E., de Freitas Cunha Lins V. Atmospheric corrosion evaluation of electro-galvanized, hot-dip galvanized and galvanized interstitial free steels using accelerated field and cyclic tests. // Surface & Coatings Technology. 2016. No. 306. P. 428–438.
24. Blanc C., Mankowsky G. Susceptibility to pitting corrosion of 6056 aluminium alloy // Corrosion science. 1997. Vol. 39. No. 5. P. 949–959.
25. Игонин Т.Н. Атмосферная коррозия углеродистой стали и цинка (моделирование и картографирование территории Российской Федерации): автореф. дис. ... канд. хим. наук. М., 2012. 26 с.
26. Panchenko Y.M., Marshakov A.I. Long-term prediction of metal corrosion losses in atmosphere using a power-linear function // Corrosion Science. 2016. Vol. 109. P. 217–229.
27. Кутырев А.Е., Чесноков Д.В. Анализ данных по натурным испытаниям алюминиевых сплавов и разработка концепции их комплексных коррозионных испытаний // III Междунар. науч.-технич. конф. «Коррозия, старение и биостойкость материалов в морском климате» (Геленджик, 07 сент. 2018 г.). М., 2018. С. 80–96. 1 электрон. опт. диск.
28. Кутырев А.Е., Чесноков Д.В., Антипов В.В., Лешко С.С. Исследование кинетики межкристаллитной коррозии алюминиевого сплава Д16 при его анодном растворении // Фундаментальные исследования и последние достижения в области защиты от коррозии, старения и биоповреждений материалов и сложных технических систем в различных климатических условиях: сб. докл. науч.-технич. конф. (Геленджик, 14–15 июл. 2016 г.). М., 2016. С. 17. 1 электрон. опт. диск.

29. Evaluation of pitting corrosion // ASM Metals Handbook. Vol. 13A: Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection. 2003. P. 545–548.
30. Кутырев А.Е., Чесноков Д.В., Антипов В.В., Вдовин А.И. Разработка раствора для нанесения коррозионных поражений на алюминиевых сплавах в гальваностатическом режиме // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. №9 (69). Ст. 11. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 01.08.2018). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-105-118.
31. Tkachenko E.A., Fridlyander J.N., Valkov V.J., Baratov V.I. The properties and structure of high-strength aluminium 1933 alloy forgings // Materials Science Forum. 1996. Vol. 217–222. Part 3. P. 1819–1822.
32. Семенычев В.В. Коррозионная стойкость и свойства алюминиевых сплавов авиационного назначения в условиях морского субтропического климата: автореф. дис. ... канд. тех. наук. М., 2006. 26 с.
33. Douglas M. Grossman. More realistic tests for atmospheric corrosion // ASTM Standardization news. 1996. No. 4. P. 32–39.
34. Жук Н.П. Курс теории коррозии и защиты металлов. М.: Metallurgy, 1976. 472 с.
35. Simpson C.H., Ray C.J., Skerry B.S. Accelerated Corrosion Testing of Industrial Maintenance Paints Using a Cyclic Corrosion Weathering Method // Journal of Protective Coatings and Linings. 1991. Vol. 8. No. 5. P. 28–36.
36. Михайловский Ю.Н. Атмосферная коррозия металлов и методы их защиты. М: Metallurgy, 1989. 102 с.

УДК 620.1:669.14

*И.В. Гулина¹, О.В. Седов¹, Н.О. Яковлев¹, А.В. Гриневиц¹***ОСОБЕННОСТИ ИСПЫТАНИЯ ПОДШИПНИКОВОЙ СТАЛИ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-76-83

В статье затронута проблема оценки прочностных характеристик подшипниковой стали для определения ее работоспособности в элементах подшипника. Поскольку большинство характеристик работоспособности материала в подшипнике коррелируют с пределом прочности материала, то испытания на растяжение были приняты как базовые. Однако стандартные образцы оказались неприемлемыми для оценки прочности подшипниковой стали. Разрушение образцов происходило в галтелях, являющихся концентраторами напряжений. Доработка изготовленных образцов с формированием корсетной рабочей части позволила определить предел прочности подшипниковой стали. При испытаниях на квазистатическое растяжение подшипниковой стали установлен двухстадийный характер разрушения образца, когда при статическом разрушении формируется волна растяжения, приводящая к отколу.

Ключевые слова: подшипниковая сталь, прочность при растяжении, волновое разрушение, откол, отрыв, концентратор напряжения, хрупкость.

*I.V. Gulina¹, O.V. Sedov¹, N.O. Yakovlev¹, A.V. Grinevich¹***FEATURES OF THE TESTED BEARING STEEL**

The work deals with the problem of assessing the strength characteristics of bearing steel to determine its performance in the bearing elements. Since most of the performance characteristics of the material in the bearing correlate with the ultimate strength of the material, tensile tests were taken as basic. However, the standard samples was not acceptable to assess the strength of the bearing steel. Specimen failures occurred in the fillets, which are stress concentrators. Completion of the manufactured samples with the formation of the corset working part allowed to determine the ultimate strength of the bearing steel. When testing for quasi-static tension of bearing steel, a two-stage character of the sample failure is established, when a static fracture forms a tensile wave leading to a breakaway.

Keywords: bearing steel, tensile strength, wave failure, spallation, separation, stress concentrator, brittleness.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Разработка материала для подшипников, эксплуатирующихся при предельных уровнях нагрузки, является одной из актуальных задач авиационного материаловедения [1, 2]. Повышение нагрузок на агрегаты газотурбинных двигателей нового поколения диктует ужесточение требований к прочностным характеристикам материалов, используемых в наиболее ответственных деталях двигателя – подшипниках [3].

Материал в составных элементах подшипника (кольцах, шариках и роликах) работает в крайне сложных условиях нагружения [4]. Минимальная зона соприкосновения

кольца и шарика, необходимая для обеспечения эффективной работы подшипника качения, приводит к высоким контактным напряжениям. Локальность контактных напряжений может привести к смятию рабочих поверхностей кольца и тел качения с последующим разрушением элементов подшипника. Контактные нагрузки наряду со статическим нагружением носят в основном переменный характер, на который в ряде случаев накладываются динамические и вибрационные воздействия. Реализация качения, тем не менее, сопровождается проскальзыванием катящихся шариков и роликов по кольцам, что приводит к трению между элементами подшипника и, как следствие, к их истиранию. Специфика работы материала в подшипнике диктует необходимость создания материала с особыми свойствами и структурой, включая и требования эксплуатации при повышенных температурах [5–7].

Для обеспечения высокой работоспособности элементов подшипника, к применяемому в нем материалу предъявляются базовые требования, которым он должен соответствовать – высокие прочность, упругость, сопротивление истиранию и контактной усталости. Реализация предельных показателей работоспособности материалов возможна только на основе современных достижений в области металлургии и металловедения [8–10]. Несмотря на то что определяющим критерием оценки материала является его эксплуатационная надежность при работе непосредственно в подшипнике, разработка композиции и режимов термической обработки опирается на стандартные механические испытания.

Отдельные характеристики работоспособности элементов подшипника определяются при общепринятых испытаниях на растяжение. Предел прочности при растяжении характеризует как статическую прочность шарика при сжатии, так и его контактную прочность. Высокая упругость элементов подшипника обеспечивается при приближении предела текучести материала к пределу прочности. Очевидно, что при этом пластичность материала становится крайне незначительной и материал будет склонен к хрупкому разрушению. Высокое сопротивление истиранию хорошо коррелируется с высокой твердостью, которая также обеспечивает и высокое сопротивление смятию. Высокая твердость в свою очередь коррелирует с высокой прочностью при растяжении. Следовательно, разработка стали для подшипников ориентирована на достижение максимальных твердости и прочности, критериальной характеристикой которых может явиться предел прочности при растяжении. Предел прочности является основной расчетной характеристикой для конструкционных материалов [11]. Именно данная характеристика прочности явилась базовой при разработке стали для подшипников.

Материалы и методы

Методика и объект испытаний

В качестве объекта испытаний выбрана одна из опытных плавок подшипниковых сталей, работы по которым отражены в статье [12]. Данные стали предназначены для применения в элементах высоконагруженного подшипника. Корректная оценка прочностных характеристик подшипниковых сталей представляется достаточно сложной задачей в связи с их исключительной хрупкостью. На хрупкость подшипниковых сталей указывают практически нулевые показатели характеристик пластичности – относительного удлинения и относительного сужения после разрыва.

Изначально предполагалась оценка прочностных показателей на стандартных образцах, используемых при испытаниях высокопрочной стали с уровнем прочности порядка 2000 МПа [13]. Эскизы образцов представлены на рис. 1.

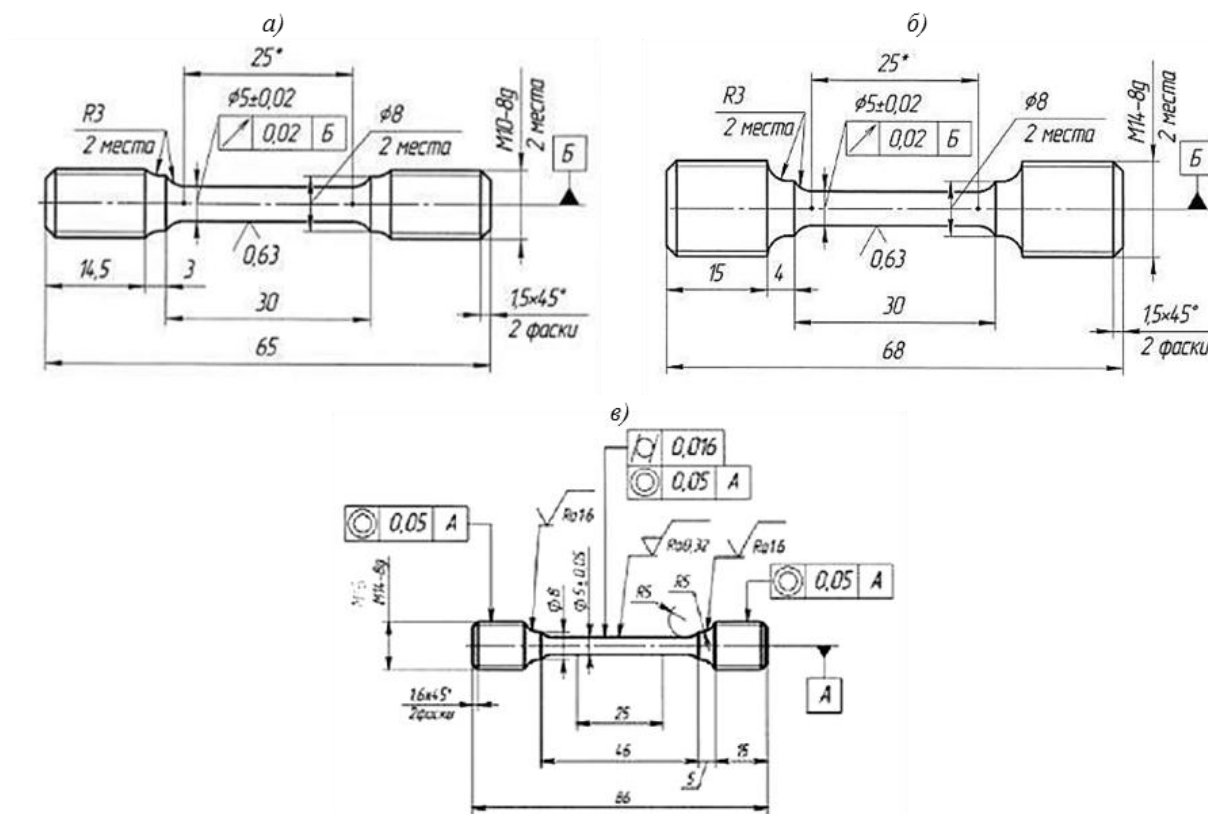


Рис. 1. Исходные эскизы образцов для испытаний на растяжение при длине рабочей части 25 мм с диаметром резьбы M10 (а) и M14 (б), а также с длиной рабочей части 40 мм (M14) (в)

Геометрическая форма образцов отличается длиной рабочей части, а также диаметром резьбы в зоне захвата. В связи с высокой чувствительностью подшипниковых сталей к концентраторам напряжений необходимо использовать захватную часть образца с резьбой M14. Наряду с использованием резьбы M14 опробована и захватная часть с резьбой M10. Длина рабочей части для нескольких образцов увеличена с 25 до 40 мм, что позволило использовать датчик продольной деформации *makroXtens* для определения модуля упругости и записи диаграммы деформации.

Определение прочностных характеристик проводили на электромеханической испытательной машине при растяжении со скоростью перемещения траверсы 5 мм/мин (в дальнейшем используем термин «квазистатическое растяжение», который более объективно отражает суть испытаний). Погрешность определения нагрузки на испытательном комплексе составляет 0,5%. Для оценки предела текучести ($\sigma_{0,2}$) использовали датчик продольной деформации *makroXtens*, который отходил от образца при заданном уровне деформации образца. Предел деформации ограничен величиной 0,25%, поскольку хрупкое разрушение образца могло повредить датчик деформации.

Результаты испытаний

Испытывали образцы трех партий, которые отличаются различными режимами термической обработки. Первоначально в рамках первой выборки испытаны единичные образцы от каждой партии. Диаграммы деформации образцов первой выборки представлены на рис. 2.

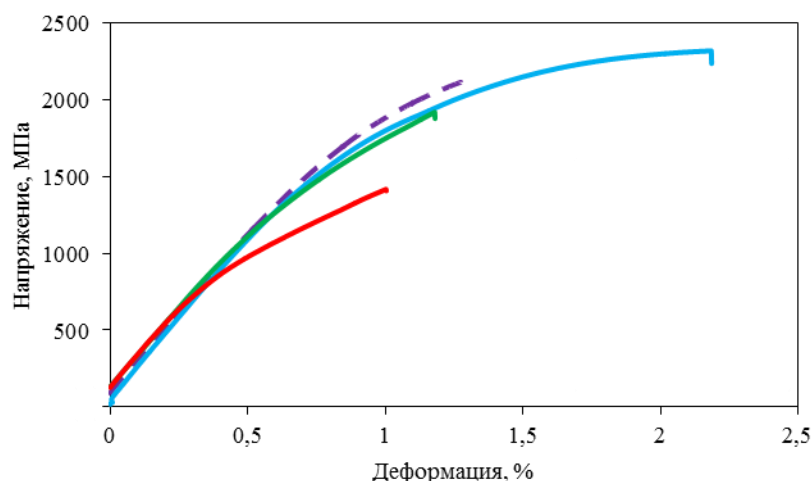


Рис. 2. Диаграммы деформации образцов из подшипниковой стали первой выборки с условным номером 1-1 (—), 1-2 (—), 2-1 (—) и 3-1 (—) (см. табл. 1)

Результаты определения прочностных характеристик образцов подшипниковой стали первой выборки представлены в табл. 1.

Таблица 1

Прочностные характеристики образцов подшипниковой стали первой выборки

Условный номер партии	Условный номер образца	Эскиз образца (см. рис. 1)	Диаметр образца, мм	Разрушающая нагрузка, Н	Напряжение разрушения, МПа	Модуль упругости, ГПа
1	1-1	<i>a</i>	5,00	41570	2120	212
1	1-2	<i>б</i>	5,00	45580	2320	212
2	2-1	<i>в</i>	5,00	37730	1920	206
3	3-1	<i>г</i>	4,99	27750	1420	210

Характер разрушения образцов представлен на рис. 3.

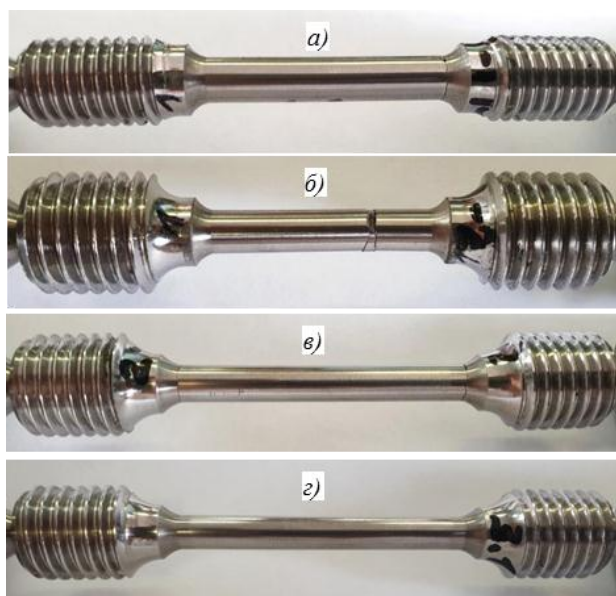


Рис. 3. Характер разрушения образцов из подшипниковой стали:

a – образец 1-1 разрушен на две части по галтели; *б* – образец 1-2 разрушен на три части в рабочей зоне; *в* – образец 2-1 разрушен на три части по галтелям; *г* – образец 3-1 разрушен на две части по галтели

Разрушение образца 1-1 произошло по галтели: излом – макрорхрупкий; поверхность излома неоднородна, с очагом разрушения в центре образца и развивающимися из него разноплоскостными поверхностями разрушения; имеет место незначительная вогнутость излома в сторону захватной части.

Разрушение образца 1-2 произошло в его рабочей части, но с образованием двух плоскостей разрушения и образованием промежуточного осколка с разнотолщиной от 0,80 до 1,89 мм. Разнотолщинность образца обусловлена различным характером разрушения его плоскостей. Первая плоскость разрушения, находящаяся в ~18 мм от галтели, имеет излом с двумя очагами разрушения, направленными навстречу друг другу. Очаги разрушения находятся в двух плоскостях, отстоящих одна от другой на 1,02 мм. Излом имеет исключительно гладкую поверхность, за исключением небольшой зоны очагов разрушения. Вторая поверхность разрушения, отстоящая от галтели на ~7 мм, практически перпендикулярна оси образца и характеризуется однородностью излома. При общей однородности излома в нем выделяется большой плоский участок, охватывающий почти половину образца и являющийся инициатором развивающегося разрушения.

Образец 2-1 разрушился по двум галтелям. В зоне одной галтели поверхность разрушения рельефная с выступами и перепадами по высоте, обусловленными разноплоскостностью развития разрушения. При этом поверхность разрушения вогнута в зону галтели. На факт разрушения самой галтели указывает локальное увеличение диаметра рабочей части образца в зоне разрушения на 0,12 мм. Характер разрушения образца 2-1 в противоположной галтели имеет кардинальные отличия. Поверхность разрушения более плоская и располагается в рабочей части образца на границе с галтелью, на что указывает диаметр, замеренный в плоскости второго разрушения. Разрушение во второй галтели – многоочаговое, по-видимому, началось одновременно в нескольких точках, что привело к полному разделению поверхностей.

Образец 3-1 разрушился по галтели, на что указывает замер диаметра в плоскости разрушения с его увеличением на 0,11 мм. Отмечается небольшая вогнутость поверхности разрушения в сторону галтели. На поверхности излома наблюдается плоская «ногтеобразная» зона исходного разрушения, которая, распространяясь веерообразно, привела к разрушению образца.

Исходные испытания показали, что разрушение образцов в основном происходило у галтели – за пределами рабочей зоны, что исключало возможность определения относительного удлинения. Предел прочности, полученный для данного вида разрушения, не отражает реальной прочности материала, поскольку зона галтели является концентратором напряжений. Для хрупких материалов, разрушающихся без значимых пластических деформаций, к которым относятся и подшипниковые стали, наличие концентратора напряжений является критичным. Для геометрической формы образцов, представленных на рис. 1, теоретический коэффициент концентрации напряжений составляет $K_t \approx 1,2$ (рис. 1, а и б) и $K_t \approx 1,3$ (рис. 1, в) в случае идеального (без надреза) исполнения [14].

Первая серия испытаний показала невозможность определения прочностных характеристик на стандартных образцах, используемых при оценке прочности высокопрочных конструкционных материалов. Хрупкость подшипниковой стали приводит в большинстве случаев к разрушению от концентратора напряжений, поскольку пластичность этой стали не снимает пиковых значений напряжений в локальной зоне концентратора.

Интересен и характер разрушения образцов. Вместо традиционного разрушения образцов из высокопрочной стали на две части и единичной плоскости разрушения, образцы из подшипниковой стали имели две зоны разрушения. Образец 2-1 разрушился на три части, причем зона разрушения приходилась на галтели.

Поскольку принятая геометрическая форма образцов, разработанная для конструкционных сталей ($\sigma_b < 2000$ МПа), не обеспечивала корректное определение предела

прочности для сверхпрочной и хрупкой подшипниковой стали, изготовленные образцы доработали. Доработка сводилась к созданию корсетной формы рабочей части образца с уменьшением ее диаметра до 4 мм. Эскиз рабочей части образца представлен на рис. 4. Теоретический коэффициент концентрации напряжений для данной конфигурации рабочей части образца равен $K_t \approx 1,03$ [14].

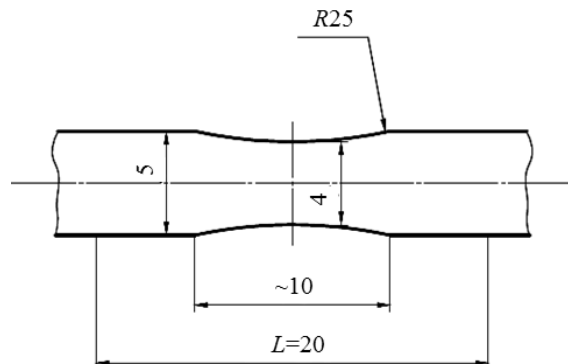


Рис. 4. Форма корсетной части доработанных образцов из подшипниковой стали

Диаграммы «нагрузка–перемещение траверсы» представлены на рис. 5. Результаты испытаний доработанных образцов с корсетной рабочей частью представлены в табл. 2.

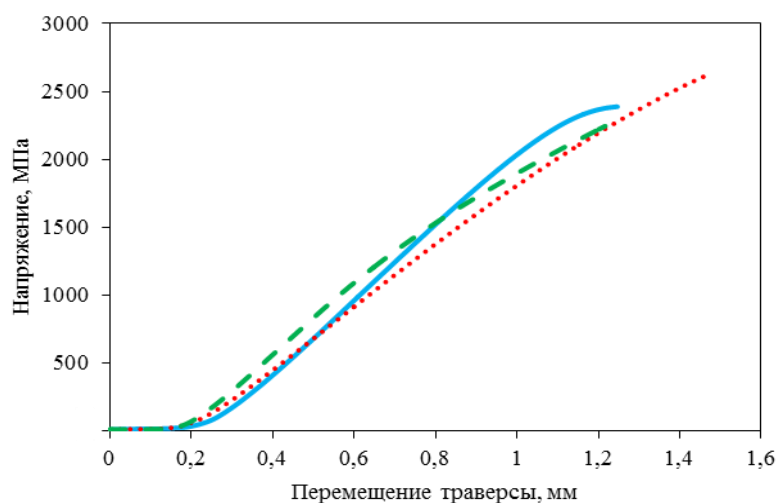


Рис. 5. Диаграммы «нагрузка–перемещение траверсы» для доработанных образцов из подшипниковой стали 1-6 (—), 2-2 (····) и 3-3 (---) (см. табл. 2)

Таблица 2

Напряжение разрушения доработанных образцов с корсетной рабочей частью

Условный номер партии	Условный номер образца	Эскиз образца (см. рис. 1)	Диаметр образца, мм	Разрушающая нагрузка, Н	Напряжение разрушения, МПа
1	1-3	<i>a</i>	4,04	29285	2590
1	1-4	<i>a</i>	4,02	32305	2550
1	1-5	<i>a</i>	4,01	32680	2590
1	1-6	<i>б</i>	4,05	30720	2390
1	1-7	<i>б</i>	3,96	31790	2580
2	2-2	<i>в</i>	4,03	33600	2610
2	2-3	<i>в</i>	3,97	33575	2710
3	3-2	<i>в</i>	4,05	29285	2290
3	3-3	<i>в</i>	4,01	28355	2270
3	3-4	<i>в</i>	3,99	29215	2340

Анализ результатов второй серии испытаний показал правомерность использования корсетной формы образца, поскольку она позволяет корректно определить предел прочности исследуемого материала. Получены достоверные показатели прочности, а именно – предел прочности, что позволяет выбрать оптимальный режим термообработки стали. При использовании образца с корсетной частью приходится отказаться от традиционных прочностных характеристик: условного предела текучести и относительного удлинения после разрыва.

Несмотря на локализацию максимальных напряжений в корсетной зоне образца, его разрушение носит сложный характер, характеризуемый двумя плоскостями разрушения. Если в традиционных образцах двойное разрушение, как правило, имело место в концентраторах напряжений – у галтелей, то в корсетных образцах двойное разрушение приходится на корсетную зону. Плоскости разрушения находятся на расстоянии 0,5–1,5 мм друг от друга. Двойное разрушение в корсетной зоне образца представлено на рис. 6.



Рис. 6. Характер разрушения образца с корсетной рабочей частью

Исследование поверхностей излома образцов с корсетной частью выявило различный характер поверхностей разрушения при разрушении корсетного образца на три части. При этом одна поверхность излома имеет рельефный разноуровневый характер разрушения, различный для большинства образцов, а другая поверхность разрушения имеет плоский характер. Различный характер разрушения образцов, распадающихся на три части, указывает на различный механизм разрушения и его двухстадийный вариант.

Результаты и обсуждение

Двухстадийное разрушение образцов из подшипниковой стали не укладывается в предположение об абсолютном равенстве зон разрушения, идентичность которых приводит к одновременному разрушению этих двух зон. Наиболее правомерным является предположение о волновом характере разрушения.

Общеизвестны случаи явлений «откола» при испытании броневых плит, когда на тыльной стороне плиты образуется «откол» в результате ударного воздействия по внешней стороне плиты [15]. Внешний импульс создает волну сжатия, которая проходит через плиту, не разрушая ее. Однако достигнув тыльной стороны, волна сжатия отражается как волна растяжения. Если напряжение, создаваемое волной растяжения, превосходит сопротивление отрыва для данного материала, то возникает разрушение (расслоение) материала по толщине и, как следствие, «откол» тыльной поверхности плиты. Аналогичную картину можно представить и для случая разрушающегося образца из подшипниковой стали. Статическое разрушение образца приводит к возникновению волны разгрузки. Растянутый образец возвращается в ненагруженное состояние. Волну разгрузки следует рассматривать как волну сжатия. Волна сжатия, отражаясь от свободной поверхности, превращается в волну растяжения, которая приводит к формированию поверхности отрыва. Исследования в области волнового разрушения материалов установили сложный характер волны для материала, обладающего пластичностью. Пластичность конструкционных материалов снижает напряжение раньше, чем произойдет разрушение. Испытания образцов из конструкционных сталей, обладающих даже незначительными пластическими характеристиками, никогда не приводили к двухстадийному разрушению. В хрупких подшипниковых сталях сопротивление отрыву практически совпадает с пределом прочности, что является одной из предпосылок хрупкого «откола».

Заключения

Показана необходимость разработки новой геометрической формы образцов для испытания подшипниковой стали при квазистатическом растяжении, поскольку стандартные образцы, используемые для определения прочностных характеристик высокопрочной стали, неприемлемы.

Для определения предела прочности при квазистатическом растяжении хрупких подшипниковых сталей целесообразно использовать образцы с рабочей частью корсетного типа.

Установлен двухстадийный характер разрушения хрупкой подшипниковой стали на образцах, испытываемых квазистатическим растяжением, при котором после статического разрушения имеет место разрушение волнового характера, характеризующееся отрывом.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Из чего сделать будущее? Материалы нового поколения, технологии их создания и переработки – основа инноваций // Крылья Родины. 2016. №5. С. 8–18.
3. Уткин В.М., Никонов А.Г., Прокша Ф.Н. Сравнение норм отечественных и зарубежных нормативных документов на качество шарико- и роликоподшипниковой стали. М.: Черметинформация, 1975. 56 с.
4. Зайцев А.М., Коросташевский Р.В. Эксплуатация авиационных подшипников качения. М.: Транспорт, 1968. 224 с.
5. Спектор А.Г., Зельбет Б.М., Киселева С.А. Структура и свойства подшипниковых сталей. М.: Металлургия, 1980. 264 с.
6. Коросташевский Р.В., Зайцев А.М. Авиационные подшипники качения. М.: Оборонгиз, 1963. 340 с.
7. Контер Л.Я. Стали для теплостойких подшипников (обзор). М.: НИИНАвтопром, 1978. Сер.: XII. 78 с.
8. Каблов Е.Н. России нужны материалы нового поколения // Редкие земли. 2014. №3. С. 8–13.
9. Крылов С.А., Маркова Е.С., Щербakov А.И., Якушева Н.А. Металлургические особенности выплавки высокопрочной мартенситостареющей стали ВКС-180-ИД // Авиационные материалы и технологии. 2015. №4 (37). С. 14–20. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-4-14-20.
10. Каблов Е.Н. Ключевая проблема – материалы // Тенденции и ориентиры инновационного развития России: сб. науч.-информ. материалов. 3-е изд. М.: ВИАМ, 2015. С. 458–464.
11. Гриневиц А.В., Лаптев А.Б., Скрипачев С.Ю., Нужный Г.А. Матрица прочностных характеристик для оценки предельных состояний конструкционных металлических материалов // Авиационные материалы и технологии. 2018. №2 (51). С. 67–74. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-67-74.
12. Громов В.И., Курпякова Н.А., Коробова Е.Н., Седов О.В. Новая теплостойкая сталь для авиационных подшипников // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №2 (74). Ст. 02. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 16.08.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-2-17-23.
13. Громов В.И., Вознесенская Н.М., Покровская Н.Г., Тонышева О.А. Высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали ФГУП «ВИАМ» для изделий авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 159–174. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-159-174.
14. Петерсон Р. Коэффициенты концентрации напряжений. М.: Мир, 1977. 302 с.
15. Зукас Дж.А., Николас Т., Свифт Х.Ф., Гришук Л.Б. Динамика удара. Пер. с англ. М.: Мир, 1985. 296 с.

УДК 669.017

Л.В. Морозова¹, В.Б. Григоренко², Д.В. Коньшев³, А.И. Власов³

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИЧИН РАЗРУШЕНИЯ СЕПАРАТОРОВ ОДНОРЯДНЫХ РАДИАЛЬНЫХ ПОДШИПНИКОВ КАЧЕНИЯ

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-84-94

Данная работа посвящена актуальным вопросам установления причин выхода из строя однорядных радиальных подшипников качения. Рассмотрены случаи разрушения сепараторов различных конструкций, приведших к потере работоспособности подшипников. Методами металлографии и фрактографии высокого разрешения исследованы структура и характер разрушения материалов деталей подшипников. Установлены основные причины разрушения сепараторов: некачественные сборка и монтаж детали в узел изделия и абразивный износ в процессе эксплуатации, обусловленный недостатком смазочного материала.

Ключевые слова: подшипник, разрушение, сталь, растровая электронная микроскопия, фрактография, усталостное разрушение, микроструктура, сепаратор.

L.V. Morozova¹, V.B. Grigorenko², D.V. Konyshov³, A.I. Vlasov³

REASONS FOR THE DESTRUCTION OF SEPARATORS SINGLE-ROW RADIAL ROLLING BEARING STUDY

This study focuses on topical issues of identifying the causes of failure of single row radial rolling bearings. Considered the cases of destruction of separators of various designs, which led to loss of bearings performance. Methods of metallography and high resolution fractography investigated the structure and nature of destruction of materials of bearing parts. The main causes of the destruction separators are established: poor-quality assembly and installation of the part in the product assembly and abrasive wear during operation, caused by a lack of lubricant.

Keywords: bearing, destruction, steel, scanning electron microscopy, fractography, fatigue failure, microstructure, separator.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Производственный Комплекс «Салют» Акционерное общество «Объединенная двигателестроительная корпорация» [Industrial Complex «Salut» Joint-Stock Company «United Engine Corporation»]; e-mail: info@uecrus.com

³Акционерное общество «Электропривод» [Joint-Stock Company «Electroprivod»]; e-mail: mail@epv.ru

Введение

В конструкцию подавляющего числа сложных технических систем (СТС) входят подшипники качения. Для их изготовления применяются наиболее качественные материалы как отечественного, так и зарубежного производства [1–3]. Стабильная работа подшипников на протяжении всего срока службы изделия по большей части зависит как от качества самого материала, уровня технологии производства деталей, качества сборки, установки, так и от соответствия эксплуатационных параметров типоразмеру выбранного конструктором подшипника. Множество факторов, влияющих на рабочий ресурс, обуславливает сложность реализации потенциальных возможностей деталей.

Лишь малая часть отказов подшипников происходит из-за низкого металлургического качества материалов, около трети отказов – вследствие образования усталостных повреждений дорожек качения, а большая часть – результат повреждений при монтаже, отсутствие смазывания, наличие посторонних загрязнений или несоответствие имеющихся в конструкции нагрузок выбранному типоразмеру подшипников [4, 5]. Наиболее часто нарушение режимов эксплуатации подшипников приводит к перегрузке отдельных деталей и, как следствие, к нештатной работе отдельных узлов в составе СТС. Необходимо учитывать, что эксплуатационные разрушения СТС, к которым относятся и газотурбинные двигатели, могут привести к масштабным разрушениям или катастрофам.

Исследованию основных материалов для изготовления подшипников (таких как стали ШХ15, ЭИ347(8Х4В9Ф), 95Х18 и других) посвящено множество работ [6–8], однако, очень мало внимания уделяется разрушению сепараторов, хотя и при их разрушении подшипник в целом выходит из строя.

Сепаратор – вспомогательный элемент конструкции, который при нормальных условиях эксплуатации и наличии достаточного количества смазки является самой ненагруженной деталью подшипника. Сепараторы подшипников могут быть массивными и разборными (составными) с различными способами фиксации частей сепаратора.

Сепараторы подшипников должны обеспечивать длительную равномерную работу тел качения, удерживая их на заданном расстоянии с целью минимизации сил трения и тепловыделения, равномерного распределения нагрузки, снижения шума, предотвращения проскальзывания, а также удержания тел качения в разборных конструкциях подшипников при монтаже [9, 10].

Сепараторы могут быть изготовлены из латуни, бронзы, текстолита и других материалов. Для ответственных изделий в конструкциях подшипников часто применяют массивные сепараторы, изготовленные из латуни или бронзы (БрАЖМц10-3-1,5). В высокоскоростных приборных подшипниках применяются сепараторы с высокой износостойкостью, упругостью и малой массой. Таким характеристикам соответствуют сепараторы из текстолита, изготавливаемого по специальным техническим условиям.

Одной из основных причин выхода из строя высокоскоростных подшипников качения является разрушение сепаратора. Из-за ошибок при монтаже происходит изнашивание гнезд (окон) сепаратора, перекося при установке колец может вызвать образование трещин как в сепараторе, так и в самих кольцах. Работа подшипника с трещиной в сепараторе приводит к разрыву перемычки, образованию трещины на второй перемычке этого же гнезда и разрушению сепаратора. При недостатке смазки сепаратор изнашивается в местах контакта с кольцами и элементами качения. Абразивный износ также вызывают попавшие в подшипник сторонние частицы, которые вклиниваются между сепаратором и элементами качения [11–13].

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.2. «Квалификация и исследования материалов» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [14].

Целью данной работы являются установление причин и характера разрушения сепараторов однорядных радиальных подшипников качения и оценка качества материала деталей для снижения факторов риска, влияющих на инициацию процесса разрушения подшипника [15, 16].

Материалы и методы

Химический состав деталей подшипников определяли на рентгенофлуоресцентном спектрометре S4 EXPLORER по ГОСТ 28033–89. Определение содержания углерода и серы выполнили на анализаторе LECO CS 600.

Исследования поверхности и микроструктуры деталей подшипников выполнили методами растровой электронной микроскопии на электронном микроскопе с приставкой для рентгеноспектрального микроанализа и оптической микроскопии с применением комплекса Leica. Материал подшипников проверяли на соответствие ГОСТ 1778–70 «Сталь. Методы определения неметаллических включений», ГОСТ 801–78 «Сталь подшипниковая. Технические условия» и ГОСТ 56299–2014 «Прокат из подшипниковой стали». Подготовку металлографических образцов осуществляли с использованием оригинальных материалов для полирования DP-Suspension M с размером частиц 3 и 1 мкм, а также OP-U Suspension на основе коллоидного кремния.

Измерения твердости проводили на приборе DuraVision 300 в соответствии с ГОСТ 9013–59 «Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу» и ГОСТ 2999–75 «Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу».

Измерения микротвердости проводили на твердомере DuroScan 20 при нагрузке 100 г в соответствии с ГОСТ 9450–76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников».

Инфракрасную спектроскопию образцов, вырезанных из текстолита сепаратора, проводили на ИК-Фурье спектрометре Tensor 27 фирмы Bruker (Германия) в режиме нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО). Анализ проводили в диапазоне волновых чисел от 650 до 4000 см^{-1} с разрешением 4 см^{-1} .

Результаты

Исследование эксплуатационного разрушения шарикоподшипников из стали ШХ15 с текстолитовым сепаратором

Проведено комплексное исследование деталей трех подшипников марки 34-100E1: один новый (условный номер 1), не подвергавшийся эксплуатации, и два разрушенных в процессе эксплуатации подшипника (условные номера 2 и 3). При выходе из строя подшипников 2 и 3 наружное и внутреннее кольца, а также шарики не имели видимых повреждений, в то время как сепараторы были разрушены на мелкие фрагменты. Общий вид разрушенных подшипников показан на рис. 1.



Рис. 1. Детали подшипника марки 34-100E1:

а – вид нового подшипника в сборе; *б* – составной сепаратор нового подшипника (стрелками показаны заклепки); *в*, *г* – фрагменты разрушенных сепараторов подшипников 2 и 3

Визуальный осмотр стальных деталей подшипников 2 и 3 показал, что на торцах и поверхностях качения колец наблюдаются незначительные механические повреждения поверхности, цвета побежалости и загрязнения, которые могли быть получены после разрушения сепаратора. Следов эксплуатационного неравномерного абразивного износа и притертостей на поверхностях дорожек качения обоих подшипников не обнаружено.

Определение химического состава металлических деталей трех подшипников подтвердило, что они соответствуют стали марки ШХ15, согласно ГОСТ 801–78.

Исследования материала подшипника 1 показали, что твердость шариков, наружного и внутреннего колец соответствует требованиям ГОСТ 801–78 «Сталь подшипниковая. Технические условия» и составляет 62–63 HRC, микроструктура – мартенсит отпуска и карбиды, металлургических дефектов, структурной неоднородности и неметаллических включений не выявлено, т. е. материал соответствует требованиям указанного стандарта.

Металлографическое исследование подшипников 2 и 3 с разрушенными сепараторами показало, что исходное качество стальных деталей соответствовало требованиям ГОСТ 801–78, однако в приповерхностных слоях наблюдались признаки перегрева. Установлено, что твердость поверхности колец разрушенных подшипников находится на уровне 58–59 HRC, что ниже требуемого значения (не менее 61 HRC) по ГОСТ 801–78. Микроструктура колец и шариков подшипников – троостомартенсит и карбиды (рис. 2).

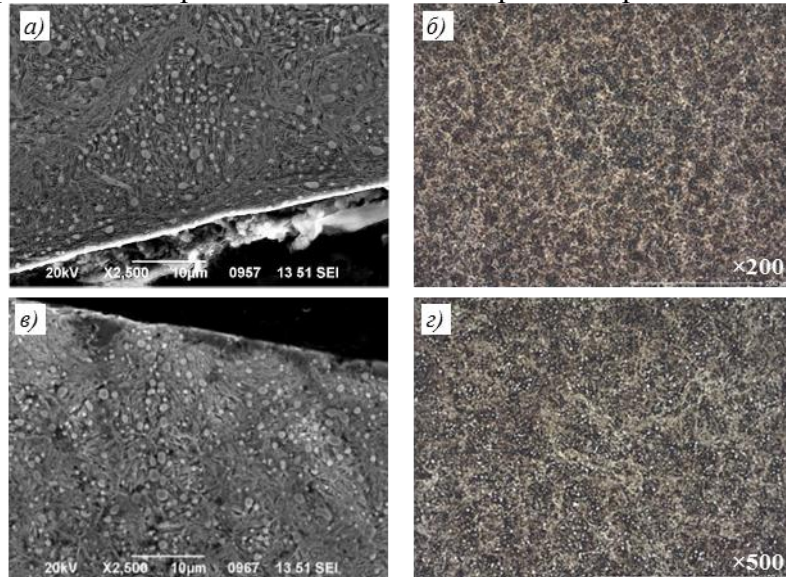


Рис. 2. Характерная микроструктура стальных фрагментов деталей подшипников 2 (а, б) и 3 (в, г) с разрушенными сепараторами: электронная (а, в) и оптическая микроскопия (б, г)

Металлургических дефектов (по ГОСТ 10243–75) в материале деталей подшипников не обнаружено, содержание неметаллических включений – менее 1 балла (по ГОСТ 1778–70), дефектов в микроструктуре в виде полосчатости, карбидной сетки и карбидной ликвации (по ГОСТ 801–78) не наблюдается.

Снижение твердости поверхностных слоев подшипников 2 и 3 вызвано разогревом, который наблюдался в процессе работы подшипников с разрушающимися сепараторами – собранные после остановки узла и разборки подшипников фрагменты сепаратора имели своеобразный запах гари и были частично обуглены.

Поскольку материалом для изготовления сепараторов подшипников данной марки служит текстолитовая трубка (ТУ6-19-317–86), то был проведен ИК-анализ исходного сепаратора с подшипника 1 и фрагментов сепараторов подшипников 2 и 3 после повреждения.

Исследованы твердые образцы коричневого (исходный образец) и черного (образец после повреждения) цветов. На ИК-спектрах зафиксировано гало с максимумом при 3337 см^{-1} , характерное для ОН-групп, что может указывать на присутствие в качестве наполнителя органических волокон на основе полисахаридов – например, хлопковых волокон. По литературным научно-техническим данным, колебания при волновых числах 1054 и 1031 см^{-1} могут указывать на использование в качестве наполнителя хлопка. После повреждения материала сепаратора в ИК-спектрах сохраняются основные колебания армирующего наполнителя (хлопка), однако при этом появляются колебания в области волновых чисел от 1610 до 1500 см^{-1} , что может быть связано с уменьшением содержания наполнителя за счет его выгорания и появлением колебаний матрицы. Следует отметить, что на исходном спектре в данной области колебаний не наблюдается, что также может указывать на образование продуктов окисления или разложения.

Исследования микрошлифов, изготовленных из фрагментов разрушенных сепараторов, показали, что в материале фрагментов сепараторов наблюдается значительное количество пор и трещин (рис. 3, а, б). В сепараторе подшипника 2 обнаружены включения из сплава на основе меди (рис. 3, в).

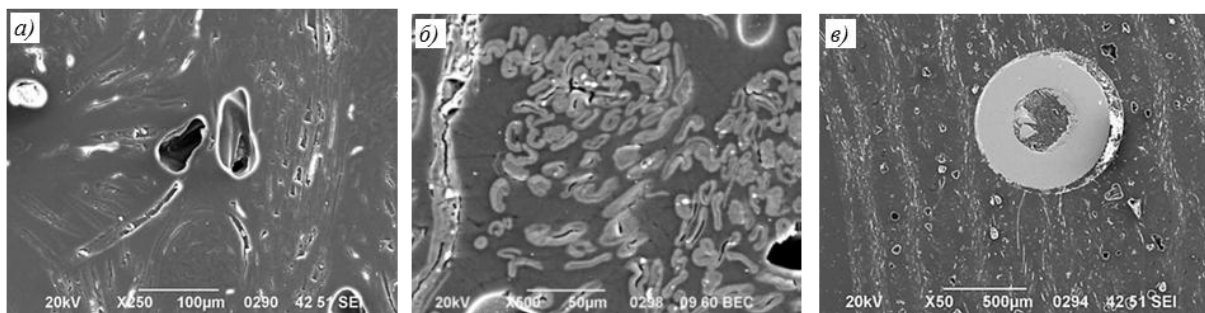


Рис. 3. Микроструктура фрагментов разрушенных сепараторов:

а, б – поры и трещины в материале сепараторов; в – включение из сплава на основе меди

При рентгеноспектральном микроанализе (РСМА) установлено, что основными элементами материала сепаратора являются углерод, кислород и кремний, а металлические заклепки, соединяющие части сепаратора, изготовлены из сплава на основе меди и цинка. Содержание цинка в сплаве составляет $\sim 3\%$ (по массе). Заклепки, снятые с нового сепаратора, представляют собой тонкостенные трубки из сплава на основе меди, содержащего цинк в количестве 4% (по массе), что соответствует сплаву латуни марки Л96 (ГОСТ 15527–70).

Строение изломов фрагментов разрушенных сепараторов с подшипников 2 и 3 показано на рис. 4. Исследование материала нового текстолитового сепаратора показало, что в изломе присутствуют волокна, аналогичные волокнам разрушенных сепараторов. Установлено, что структура разрушенных и нового сепараторов идентична.

При осмотре фрагментов заклепок с разрушенных сепараторов подшипников 2 и 3 установлено, что во всех случаях разрушение произошло на расстоянии ~ 2 мм от развальцованного торца. Общий вид разрушенных заклепок показан на рис. 5.

Видно изменение диаметра заклепки от места развальцовки до излома. Установлено, что относительное сужение при разрушении заклепок составляет приблизительно от 5 до 30% , что свидетельствует о наличии растягивающих напряжений, действующих вдоль оси заклепки в процессе эксплуатации подшипника.

При исследовании изломов фрагментов разрушенных заклепок с сепаратора подшипника 2 обнаружены области с усталостным рельефом (рис. 6).

На изломе фрагмента заклепки, показанного на рис. 6, б, з, усталостное разрушение отмечено с наружной и внутренней поверхности. На изломах других фрагментов усталостное разрушение зафиксировано только со стороны отверстия, а с наружной стороны наблюдается рельеф, характерный для растяжения пластичного материала.

Комплексное исследование подшипников после эксплуатации позволило предположить следующую последовательность развития их разрушения. В результате воздействия циклических нагрузок в процессе эксплуатации элемента конструкции, содержащего подшипниковый узел, образовались усталостные трещины в заклепках сепаратора, развивающиеся от повреждений поверхности. Окончательное разрушение заклепок проходило с формированием вязкого среза, характерного для разрушения пластичных материалов и латуни в частности.

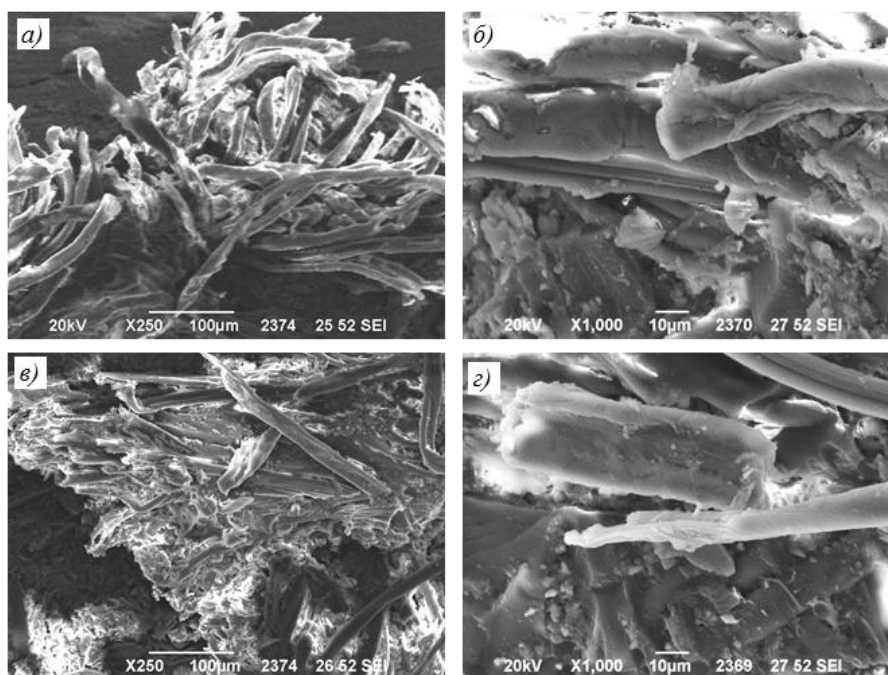


Рис. 4. Строение изломов фрагментов разрушенных сепараторов подшипников 2 (а, б) и 3 (в, г)

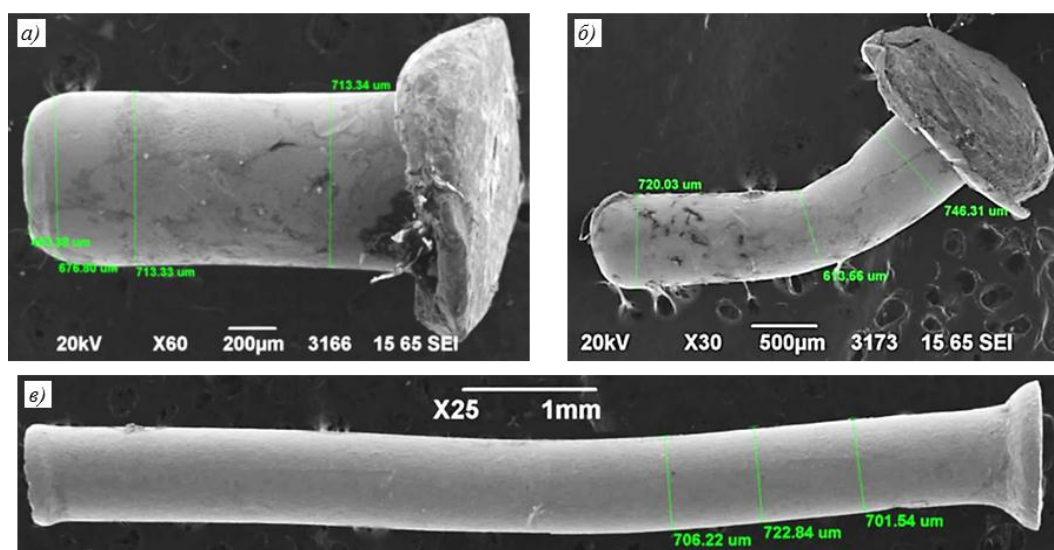


Рис. 5. Общий вид фрагментов заклепок разрушенных сепараторов подшипников 2 (а) и 3 (б) и заклепка с сепаратора подшипника 1 (в)

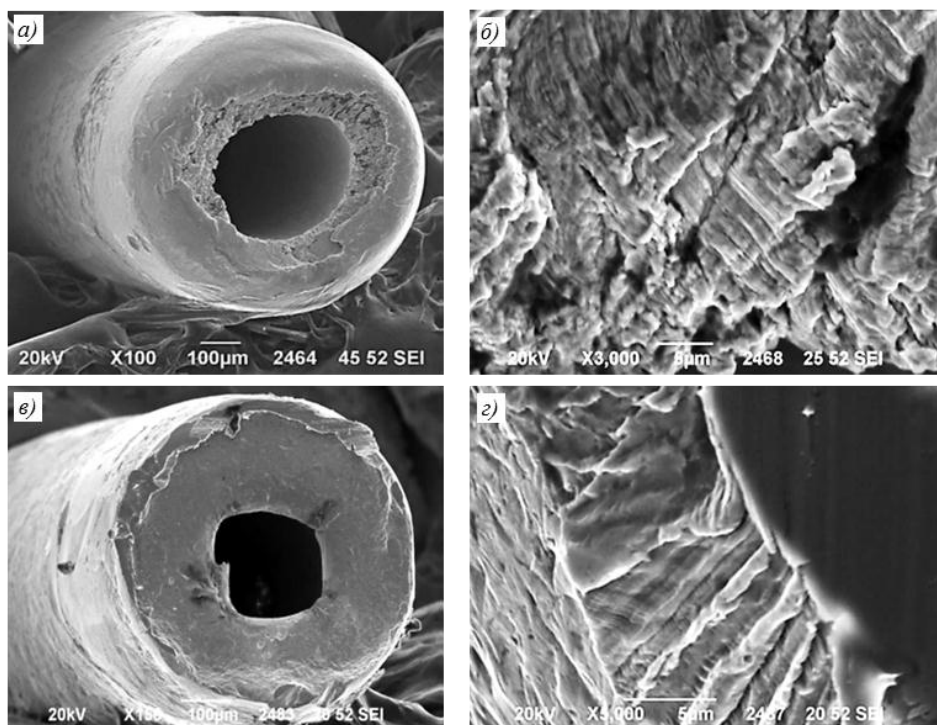


Рис. 6. Общий вид изломов фрагментов заклепок разрушенных сепараторов (а, в) и вид изломов со следами усталостного разрушения (б, г)

Утонение сечения заклепок в области излома свидетельствует о действии растягивающих напряжений и удлинении заклепки в процессе эксплуатации.

Уменьшение сечения и увеличение длины заклепок привело к увеличению зазоров между частями сепаратора и выпадению шариков из ячеек сепаратора. Смещение шариков относительно посадочных мест в сепараторе могло вызвать заклинивание подшипника, нагрев деталей и окончательное разрушение как заклепок, так и текстолитовых деталей составного сепаратора.

В ходе проведенного комплексного исследования фрагментов подшипников установлено, что:

- материал стальных деталей подшипников марки 34-100E1 (1–3) соответствует стали ШХ15 по ГОСТ 801–78. Металлургических дефектов (по ГОСТ 10243–75), а также дефектов в микроструктуре в виде полосчатости, карбидной сетки и карбидной ликвации (по ГОСТ 801–78) в материале деталей подшипников не обнаружено. Содержание неметаллических включений во всех исследованных деталях подшипников – менее 1 балла по ГОСТ 1778–70;

- следов неравномерного износа на поверхностях качения обоих разрушенных подшипников (2 и 3) не обнаружено;

- вследствие перегрева подшипников при эксплуатации (до разрушения) твердость деталей (колец) обоих подшипников (2 и 3) по всему объему составляет 57–58 HRC, что не соответствует требуемой по нормативной документации твердости (не менее 61 HRC по ГОСТ 801–78). Микроструктура материала подшипников (колец и шариков из стали ШХ15) представляет собой троостомартенсит;

- разрушение сепараторов в подшипниках 2 и 3 связано с образованием и развитием усталостных трещин в заклепках из сплава латуни марки Л96 и их последующим разрушением, что привело к выходу подшипников из строя;

- выход подшипников 2 и 3 из строя связан с недостатками монтажа детали в узел изделия и конструктивными особенностями сепаратора.

*Исследование эксплуатационного разрушения шарикоподшипника
из стали ЭИ347 с бронзовым сепаратором*

Разрушение сепаратора подшипника 6-46205Р обнаружено после наработки менее 400 ч. Подшипник изготовлен из стали марки ЭИ347, сепаратор – из бронзы БрАЖМц10-3-1,5.

На наружной поверхности фрагментов сепаратора обнаружен участок абразивного износа материала глубиной ~1 мм и шириной ~3 мм (рис. 7, а, стрелки). Наблюдается также незначительный по глубине неравномерный абразивный износ поверхности, достигающий максимальной ширины под окнами сепаратора. В некоторых фрагментах именно в этих областях имеются сквозные трещины (стрелки на рис. 7, б, в).

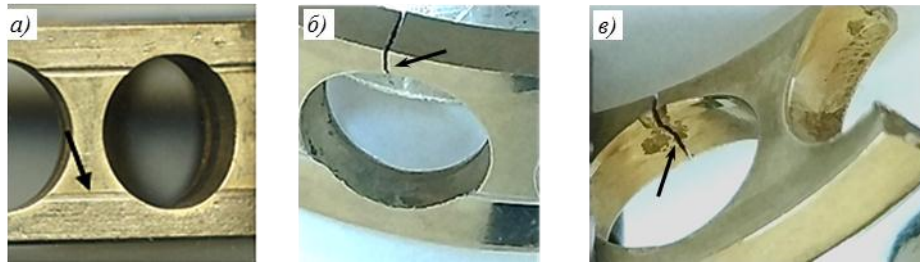


Рис. 7. Общий вид фрагментов бронзового сепаратора:

а – наружная поверхность, абразивный износ; б – трещина от наружной поверхности; в – трещина от внутренней поверхности окна

Исследование фрагментов сепаратора при увеличении показало, что с внутренней стороны вокруг окон наблюдается неравномерное истирание поверхности. Во всех сохранившихся фрагментах со стороны менее выраженного истирания обнаружены сквозные и развивающиеся к торцу сепаратора трещины. В месте разрушения с внутренней поверхности окон сепаратора имеются выкрашивания. Наблюдаются также притертости и забоины в окнах со стороны внутренней поверхности сепаратора.

Изломы фрагментов сепаратора, образовавшиеся при разрушении подшипника, затерты до металлического блеска. На некоторых изломах в сохранившихся участках виден характерный для усталостного разрушения рельеф (рис. 8, а–в). Для проведения фрактографического анализа вскрыта трещина в одном из фрагментов.

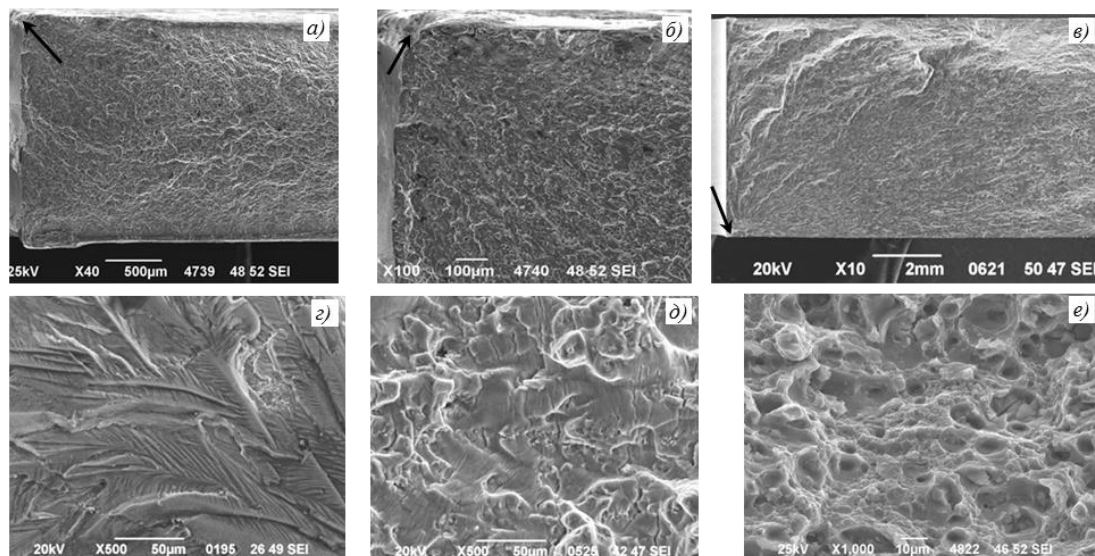


Рис. 8. Вид изломов фрагментов сепаратора:

а–в – усталостное разрушение, развивающееся от повреждений поверхности сепаратора; г, д – строение усталостной зоны вскрытой трещины; е – строение в зоне однократного разрушения

Анализ строения излома показал, что он имеет усталостный характер, очаг трещины расположен на внутренней поверхности сепаратора. Разрушение развивалось от абразивного повреждения поверхности вблизи окна сепаратора. Усталостная трещина развивалась на глубину порядка 0,6 мм. В доломе разрушение вязкое, ямочное, характерное для статического разрушения бронзы БрАЖМц10-3-1,5.

При исследовании поверхности окон сепаратора методом РСМА посторонних включений, не характерных для материала, не обнаружено.

Исследованы кольца и шарики данного подшипника. На поверхности деталей из стали ЭИ347 при визуальном осмотре обнаружены незначительные повреждения. Так, на наружном кольце с внешней и внутренней стороны имеются незначительные риски от наработки. Дорожка качения преимущественно гладкая, блестящая, с единичными рисками, расположенными перпендикулярно оси кольца. Со стороны, прилегающей к бортику с меньшим диаметром, отмечено большее количество рисок, расположенных в направлении вращения подшипника.

На внутреннем кольце оба бортика блестящие, гладкие. На дорожке качения отмечены риски, расположенные перпендикулярно оси кольца (рис. 9), а со стороны маркированного буквой Р торца обнаружено наволакивание материала сепаратора на поверхность дорожки (рис. 10).

При визуальном осмотре шариков установлено, что поверхность большинства шариков гладкая, блестящая, без забоин. Поверхность одного из шариков (с условным номером 1) матовая, темно-серого цвета.

При рентгеноспектральном микроанализе шариков установлено, что на поверхности шарика 1 присутствует наволакивание материала сепаратора. На поверхности остальных шариков следы наволакивания материала сепаратора отсутствуют.

Исследование структуры фрагментов подшипника из стали ЭИ347 (8Х4В9Ф2Ш) показало, что карбидная неоднородность не превышает допустимую; микроструктура шариков, наружного и внутреннего кольца представляет собой мартенсит отпуска с распределенными карбидами, что соответствует требованиям нормативной документации. Количество неметаллических включений не превышает 1 балла по ГОСТ 1778–70. Твердость шариков и наружного кольца подшипника 63 HRC, внутреннего кольца 61 HRC, что также соответствует нормативной документации.

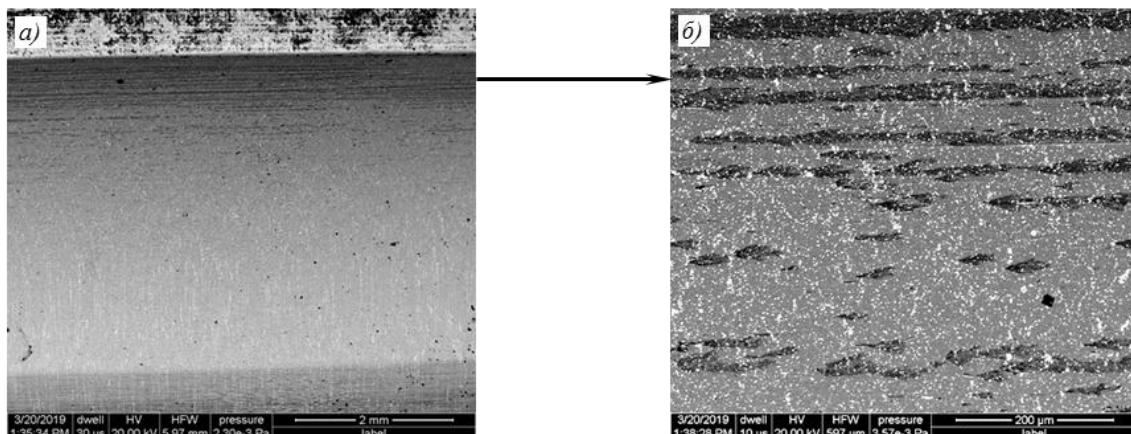


Рис. 9. Вид поверхности колец подшипника:
а – дорожка качения; б – риски на дорожке качения

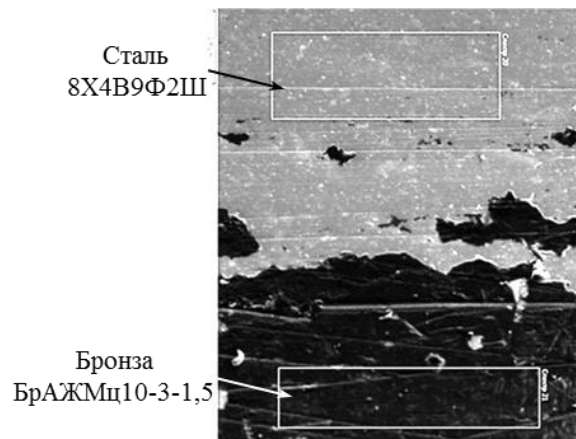


Рис. 10. Наволакивание материала сепаратора на дорожке качения внутреннего кольца

В ходе проведенного комплексного исследования фрагментов разрушенного подшипника марки 6-46205Р установлено, что:

– материал шариков, наружного и внутреннего колец соответствует стали марки ЭИ347 (согласно ТУ14-1-1968–77), сепаратор – бронзе БрАЖМц10-3-1,5 (согласно ГОСТ 18175–78);

– микроструктура шариков, наружного и внутреннего колец является типичной для стали ЭИ347 после упрочняющей термообработки и представляет собой мартенсит отпуска с распределенными карбидами, что соответствует требованиям нормативной документации;

– количество неметаллических включений не превышает 1 балла по ГОСТ 1778–70;

– твердость шариков и наружного кольца подшипника составляет 63 HRC, внутреннего кольца 61 HRC, что соответствует требованиям чертежа и нормативной документации (60–65 HRC);

– на поверхностях качения одного из шариков и внутреннего кольца обнаружено наволакивание материала сепаратора;

– на наружной поверхности сепаратора обнаружены следы неравномерного абразивного истирания, что указывает на воздействие осевой нагрузки, возникшей вследствие незначительного перекоса при монтаже;

– на поверхностях окон сепаратора имеются притертости и выкрашивания; в окнах сепаратора обнаружены трещины, имеющие усталостный характер;

– на поверхности окон сепаратора посторонних материалов не обнаружено.

Разрушение сепаратора произошло в результате неравномерного абразивного изнашивания в процессе эксплуатации.

Обсуждение и заключения

В результате комплексного исследования установлено, что по химическому составу, механическим свойствам и микроструктуре детали соответствуют требованиям нормативной документации и разрушение в процессе эксплуатации не связано с качеством материала подшипников.

Разрушение текстолитовых сепараторов в подшипниках марки 34-100Е1 связано с образованием и развитием усталостных трещин в заклепках из сплава латуни марки Л96 и их последующим разрушением, что привело к выходу подшипников из строя. Образованию усталостного разрушения способствовало наличие вибрации, обусловленной недостатками монтажа детали в узел изделия.

Разрушение бронзового сепаратора подшипника марки 6-46205Р произошло в результате неравномерного абразивного изнашивания в процессе эксплуатации.

Неравномерное истирание поверхности сепаратора указывает на недостаток смазочного материала и воздействие осевой нагрузки, возникшей вследствие незначительного перекоса при монтаже.

Таким образом, решающим фактором, обеспечивающим длительность эксплуатации, является качество сборки и установки подшипников. Усиление контроля качества сборки и монтажа детали в узел изделия, а также контроль и проверка качества смазочного материала позволят предотвратить досрочный выход из строя авиационных подшипников.

ЛИТЕРАТУРА

1. Черменский О.Н., Федотов Н.Н. Подшипники качения: справочник-каталог. М.: Машиностроение, 2003. 576 с.
2. Каблов Е.Н. Из чего сделать будущее? Материалы нового поколения, технологии их создания и переработки – основа инноваций // Крылья Родины. 2016. №5. С. 8–18.
3. Каблов Е.Н. Ключевая проблема – материалы // Тенденции и ориентиры инновационного развития России. М.: ВИАМ, 2015. С. 458–464.
4. Спришевский А.М. Подшипники качения. М.: Машиностроение, 1968. 632 с.
5. Каблов Е.Н. Материалы и химические технологии для авиационной техники // Вестник Российской академии наук. 2012. Т. 82. №6. С. 520–530.
6. Спектор А.Г., Зельберт Б.М., Киселева С.А. Структура и свойства подшипниковых сталей. М.: Металлургия, 1980. 264 с.
7. Зайцев А.М., Коросташевский Р.В. Эксплуатация авиационных подшипников качения. М.: Транспорт, 1968. 224 с.
8. Орлов М.Р., Григоренко В.Б., Морозова Л.В., Наприенко С.А. Исследование эксплуатационных разрушений подшипников методами оптической, растровой электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №1 (37). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 12.08.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-1-62-79.
9. Беркович М.С. Долговечность подшипников качения в условиях несоосности их колец // Вестник машиностроения. 1983. №10. С. 9–12.
10. Кунина П.С., Величко Е.И., Нижник А.Е., Музыкантова А.В., Абессоло М. Анализ дефектов опорных элементов газоперекачивающих агрегатов компрессорных станций магистральных газопроводов // Территория Нефтегаз. 2016. №4. С. 68–75.
11. Чичинадзе А.В., Браун Э.Д., Буше И.А. и др. Основы трибологии (трение, износ, смазка). М.: Наука и техника, 1995. 778 с.
12. Громов В.И., Курпякова Н.А., Коробова Е.Н., Седов О.В. Новая теплостойкая сталь для авиационных подшипников // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №2 (74). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.08.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-2-17-23.
13. Громов В.И., Вознесенская Н.М., Покровская Н.Г., Тонышева О.А. Высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали ФГУП «ВИАМ» для изделий авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 159–174. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-159-174.
14. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
15. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2013. №5. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.08.2019).
16. Бронфин М.Б., Алексеев А.А., Чабина Е.Б. Металлофизические исследования. Возможности и перспективы // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды 1932–2007. М.: ВИАМ, 2007. С. 353–365.

УДК 669.017.165

*А.В. Алексеев¹, Г.Ю. Растегаева¹, Т.Н. Пахомкина¹***ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕРЫ, УГЛЕРОДА, АЗОТА И КИСЛОРОДА
В СПЛАВАХ СИСТЕМ Pr–Dy–Fe–Co–B и Nd–Dy–Fe–Co–B**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-95-102

Проведено определение серы, углерода, кислорода и азота в сплавах систем Pr–Dy–Fe–Co–B и Nd–Dy–Fe–Co–B. Сера и углерод определяли методом сжигания пробы в индукционной печи с последующим детектированием в инфракрасной ячейке газоанализатора CS-444 фирмы Лесо, а для определения кислорода и азота использовали метод восстановительного плавления в токе инертного газа-носителя с последующим детектированием кислорода в инфракрасной ячейке и азота в кондуктометрической ячейке газоанализатора TC-600 фирмы Лесо. Осуществлен подбор катализатора, способствующего полному сгоранию материала пробы и максимальному выходу определяемых элементов.

Ключевые слова: магнитные материалы, определение кислорода, определение азота, определение серы, определение углерода, метод инфракрасно-абсорбционной спектроскопии.

*A.V. Alekseev¹, G.Yu. Rastegaeva¹, T.N. Pakhomkina¹***DETERMINATION SULFUR, CARBON, NITROGEN AND OXYGEN
IN ALLOYS OF SYSTEM Pr–Dy–Fe–Co–B AND Nd–Dy–Fe–Co–B**

In this paper, the alloys of Pr–Dy–Fe–Co–B and Nd–Dy–Fe–Co–B systems were analyzed for the content of gas-forming impurities. The sulfur and carbon content was determined by combustion in the induction furnace of the Leco CS-444 gas analyzer with subsequent detection in the infrared cell of the spectrometer, and for the determination of oxygen and nitrogen, the method of reducing melting in the inert carrier gas current was used, followed by detection of oxygen in the infrared cell and nitrogen in the conductometric cell of the Leco TC-600 gas analyzer. For the complete extraction of the elements to be determined, various catalysts were used – tungsten with tin, vanadium oxide, copper chips and the most suitable one was chosen.

Keywords: magnetic material, sulfur determination, carbon determination, nitrogen determination, oxygen determination, infrared absorption spectroscopy method.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Повышение требований к эксплуатационным характеристикам используемых в конструкции функциональных материалов является важной задачей при разработке современных навигационных приборов. Постоянные магниты типа Sm₂Co₁₇ применяются в динамически настраиваемых гироскопах, однако за последнее время в научно-технической литературе исследований по повышению свойств этих материалов не публиковалось. Сплавы системы РЗМ–Fe–Co–B являются перспективными материалами для навигационной техники – температурный коэффициент индукции (ТКИ) магнитов этой системы сплавов составляет [1–4]:

Магнит	ТКИ, %/°C
Системы РЗМ–Fe–Co–В (в интервале температур $-60 \div +80^{\circ}\text{C}$)	-0,0005
Марки КСДГ-25 ($-60 \div +120^{\circ}\text{C}$)	-0,01
Марки КСЭГД-27	-0,005

Примеси серы, углерода, кислорода и азота оказывают негативное воздействие как на магнитные свойства, так и на их температурную стабильность. Повышенное содержание этих элементов может свидетельствовать о нарушении технологического процесса изготовления магнитов либо о некачественных шихтовых материалах. Точный контроль содержания примесей в магнитах является актуальной и важной задачей [5–7].

При разработке и производстве сплавов систем РЗМ–Fe–Co–В необходимо производить точный контроль содержания азота, кислорода, углерода и серы, так как даже незначительные количества данных примесей могут привести к ухудшению магнитных свойств данных материалов и выпуску некачественной продукции. Применение некачественных шихтовых материалов, а также нарушение технологии производства может служить причиной повышенного содержания вредных примесей в магнитных материалах [8, 9].

Содержание углерода в металлах и сплавах возможно определять волнометрическим методом. Пробу сжигают в токе кислорода с образованием оксида углерода, который далее поглощается раствором гидроксида калия. При этом при помощи газоизмерительной бюретки (эвдиометра) устанавливается объем оксида углерода до поглощения едким калием и после химической реакции с ним. По разности данных объемов, а также с учетом количества щелочи и рассчитывается содержание углерода в пробе [10].

Йодометрическое титрование в прошлом служило основным методом определения серы в различных материалах. Навеску пробы сжигают в токе кислорода, при этом вся сера, содержащаяся в анализируемом материале, окисляется до диоксида серы. Далее диоксид серы поглощается водой с образованием сернистой кислоты. К сернистой кислоте приливают избыток йодистого калия, а после реакции остаток йода титруют тиосульфатом натрия [11].

Титриметрическим методом можно также установить содержание азота. Анализируемый образец растворяют в серной или соляной кислотах, при этом весь азот, содержащийся в пробе, переходит в форму аммонийных солей, которые далее разлагают избытком едкого натрия с образованием аммиака. Аммиак поглощается водяным паром и полученный раствор титруется реактивом Несслера [12].

Содержание кислорода в различных материалах возможно определять методом восстановления водородом. Анализ проводят при нагревании пробы в токе водорода, при этом весь кислород, содержащийся в образце, восстанавливается до воды. Далее пары воды поглощаются метанолом, а их количество устанавливается путем титрования реактивом Карла Фишера [13].

Методы определения газообразующих примесей с использованием «мокрой химии» (описаны ранее) обладают достаточной точностью, однако анализ с их использованием занимает много времени, чрезвычайно трудоемкий, требует большого количества различных реактивов. Инструментальные методы анализа с использованием различного оборудования лишены этих недостатков. В приборах определения серы и углерода навеска анализируемого образца полностью сгорает в индукционной печи и выделившиеся газы детектируются в инфракрасной ячейке спектрометра, а при определении азота и кислорода сжигание происходит в вакууме или в потоке инертного газа-носителя в присутствии восстановителя. Использование специального оборудования для проведения анализа позволило сократить продолжительность одного эксперимента, а также снизить пределы обнаружения и повысить точность конечного результата определения. Основной проблемой при

использовании данных методов анализа остается правильный выбор катализатора – вещества, способствующего полному сгоранию пробы [14, 15].

Целью данной работы являлась оценка возможности определения серы, кислорода, азота и углерода в сплавах систем Pr–Dy–Fe–Co–B и Nd–Dy–Fe–Co–B с использованием современных газоанализаторов.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 11.1. «Термостабильные магнитотвердые материалы и математические модели расчета их температурных характеристик для навигационных приборов нового поколения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [2].

Материалы и методы

Аппаратура

Газоанализатор CS-444 использовали для определения серы и углерода в сплавах систем Pr–Dy–Fe–Co–B и Nd–Dy–Fe–Co–B. При сжигании образцов в токе кислорода сера и углерод, содержащиеся в них, полностью окислялись до оксидов и уже в виде газов попадали в измерительную ячейку. В данной ячейке в инфракрасной области спектра происходило частичное поглощение излучения, из чего рассчитывали оптическую плотность, которая являлась аналитическим сигналом. На работу газоанализатора влияние оказывали следующие параметры: уровень компаратора, время задержки сигнала, время продувки прибора перед анализом, мощность печи. Значение данных параметров подбирались с тем расчетом, чтобы аналитический сигнал был максимален и стабилен продолжительное время (не менее 2 ч).

Газоанализатор ТС-600 использовали для определения азота и кислорода в сплавах систем Pr–Dy–Fe–Co–B и Nd–Dy–Fe–Co–B. При нагреве образца в токе инертного газа (гелия) происходило взаимодействие кислорода с углеродом графитового тигля, далее уже оксид углерода попадал в инфракрасную ячейку, где и происходило измерение оптической плотности. Азот определяли с помощью кондуктометрического детектирования. Для достижения стабилизации и максимума аналитического сигнала выбраны следующие параметры: мощность печи, время задержки сигнала, уровень компаратора, цикл дегазирования, ток дегазирования, задержка интегрирования, время продувки прибора перед анализом.

Перед выполнением анализа все керамические тигли подвергали нагреву (не менее 1000°C) в муфельной печи, что способствовало уменьшению фонового сигнала.

Катализаторы

Для уменьшения фонового сигнала также выбраны катализаторы с наименьшим содержанием определяемых элементов, что вместе с применением холостой пробы (пробы с катализатором, но без образца) позволяет полностью исключить вклад постоянных компонентов в конечные результаты анализа [15].

Для проведения анализа выбраны следующие стандартные образцы катализаторов (в скобках указаны торговые наименования образцов):

- медная стружка (Cu);
- оксид ванадия (V₂O₅);
- никель (NiBASKETS 502-344);
- вольфрам с оловом (LECOCELIHP 502-173).

Анализ проводили, используя по два экспериментальных образца (маркировки проб 1 и 2) сплава систем Pr–Dy–Fe–Co–B и Nd–Dy–Fe–Co–B.

Результаты и обсуждение

Определение серы и углерода в сплаве системы Pr–Dy–Fe–Co–B

В соответствии с вышеприведенной методикой проведен анализ двух образцов сплава системы Pr–Dy–Fe–Co–B по определению серы и углерода, результаты которого представлены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты определения массовой доли серы и углерода в сплаве системы Pr–Dy–Fe–Co–B с использованием различных типов катализаторов

Катализатор	Масса навески, г		Содержание серы		Содержание углерода	
			% (по массе)			
	в экспериментальных пробах					
	1	2	1	2	1	2
Без катализатора	0,131	0,107	Нет сигнала*	Нет сигнала	Нет сигнала	Нет сигнала
	0,215	0,205	То же	То же	То же	То же
	0,327	0,323	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,402	0,418	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,527	0,518	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,630	0,621	-«-	-«-	-«-	-«-
Cu	0,131	0,145	0,0014	0,0032	-«-	-«-
	0,215	0,223	0,0018	0,0038	-«-	-«-
	0,315	0,314	0,0021	0,0045	-«-	-«-
	0,427	0,401	0,0029	0,0052	-«-	-«-
	0,537	0,523	0,0030	0,0055	-«-	-«-
	0,620	0,620	0,0030	0,0054	-«-	-«-
Среднее значение			0,0024	0,0046	-«-	-«-
V ₂ O ₅	0,112	0,112	0,0018	0,0043	-«-	-«-
	0,211	0,208	0,0025	0,0049	-«-	-«-
	0,315	0,304	0,0027	0,0052	-«-	-«-
	0,408	0,415	0,0032	0,0057	-«-	-«-
	0,517	0,506	0,0036	0,0060	-«-	-«-
	0,608	0,611	0,0035	0,0062	-«-	-«-
Среднее значение			0,0029	0,0054	—	—
LECOCELIHP	0,112	0,101	0,0035	0,0047	0,035	0,031
	0,207	0,218	0,0042	0,0056	0,038	0,035
	0,304	0,307	0,0045	0,0061	0,041	0,037
	0,413	0,413	0,0046	0,0064	0,041	0,036
	0,508	0,514	0,0051	0,0063	0,045	0,043
	0,604	0,611	0,0052	0,0068	0,043	0,041
Среднее значение			0,0045	0,0060	0,041	0,037
NiBASKETS	0,116	0,102	0,0072	0,0082	0,034	0,038
	0,203	0,208	0,0073	0,0084	0,035	0,039
	0,311	0,315	0,0073	0,0083	0,035	0,038
	0,407	0,408	0,0074	0,0083	0,033	0,038
	0,503	0,504	0,0072	0,0084	0,035	0,040
	0,612	0,612	0,0073	0,0083	0,034	0,038
Среднее значение			0,0073	0,0083	0,034	0,039

* Здесь и далее – «Нет сигнала» обозначает отсутствие аналитического сигнала прибора вследствие неполного сгорания пробы в тигле.

Анализируемые образцы сгорают не полностью, если проводить эксперимент без применения катализатора, при этом сера и углерод не выделяются. Использование меди (Cu) как катализатора также приводит к неполному сгоранию образца и детектором прибора определяется только сера. Аналогичный эффект наблюдается и с оксидом ванадия (V₂O₅). При использовании вольфрама с оловом (LECOCELIHP) фиксируется

детектирование углерода, однако значения полученного содержания сильно зависят от массы навесок, что свидетельствует о неполном извлечении определяемых элементов из образца. Наилучшие результаты достигаются при использовании катализатора NiBASKETS – полученные значения постоянны и не зависят от массы навесок, а также их значения максимальны по сравнению с другими катализаторами.

Таким образом, при определении серы и углерода в сплаве системы Pr–Dy–Fe–Co–B необходимо использовать катализатор NiBASKETS.

Определение углерода и серы в сплаве системы Nd–Dy–Fe–Co–B

Проведен анализ двух образцов сплава системы Nd–Dy–Fe–Co–B по определению серы и углерода, результаты которого представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты определения массовой доли углерода и серы в сплаве системы Nd–Dy–Fe–Co–B с использованием различных типов катализаторов

Катализатор	Масса навески, г		Содержание серы		Содержание углерода	
			% (по массе)			
	в экспериментальных пробах					
	1	2	1	2	1	2
Без катализатора	0,107	0,113	Нет сигнала	Нет сигнала	Нет сигнала	Нет сигнала
	0,206	0,203	То же	То же	То же	То же
	0,308	0,303	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,414	0,408	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,511	0,510	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,605	0,616	-«-	-«-	-«-	-«-
Cu	0,102	0,108	0,0048	0,0036	-«-	-«-
	0,204	0,201	0,0055	0,0045	-«-	-«-
	0,313	0,318	0,0062	0,0051	-«-	-«-
	0,411	0,410	0,0065	0,0056	-«-	-«-
	0,502	0,509	0,0071	0,0060	-«-	-«-
	0,615	0,613	0,0078	0,0063	-«-	-«-
Среднее значение			0,0063	0,0052	-«-	-«-
V ₂ O ₅	0,107	0,112	0,0059	0,0042	-«-	-«-
	0,217	0,211	0,0062	0,0048	-«-	-«-
	0,308	0,302	0,0068	0,0050	-«-	-«-
	0,404	0,416	0,0071	0,0051	-«-	-«-
	0,502	0,513	0,0070	0,0055	-«-	-«-
	0,614	0,608	0,0072	0,0058	-«-	-«-
Среднее значение			0,0067	0,0051	—	—
LECOCELLHP	0,114	0,107	0,0058	0,0054	0,028	0,031
	0,211	0,212	0,0055	0,0053	0,031	0,032
	0,307	0,318	0,0063	0,0053	0,031	0,034
	0,402	0,401	0,0064	0,0055	0,035	0,032
	0,513	0,509	0,0065	0,0065	0,033	0,042
	0,617	0,600	0,0065	0,0064	0,040	0,043
Среднее значение			0,0062	0,0057	0,033	0,036
NiBASKETS	0,102	0,113	0,0069	0,0075	0,048	0,049
	0,208	0,206	0,0071	0,0075	0,051	0,047
	0,318	0,303	0,0072	0,0074	0,050	0,048
	0,413	0,408	0,0070	0,0076	0,051	0,049
	0,514	0,505	0,0071	0,0075	0,050	0,049
	0,609	0,611	0,0070	0,0074	0,049	0,050
Среднее значение			0,0071	0,0075	0,050	0,049

В соответствии с полученными результатами, наиболее подходящим катализатором для определения серы и углерода в сплаве системы Nd–Dy–Fe–Co–B является использование катализатора NiBASKETS.

Определение азота и кислорода в сплаве системы Pr–Dy–Fe–Co–B

Проведен анализ двух образцов сплава системы Pr–Dy–Fe–Co–B по определению азота и кислорода, результаты которого представлены в табл. 3.

Таблица 3

Результаты определения массовой доли азота и кислорода в сплаве системы Pr–Dy–Fe–Co–B с использованием различных типов катализаторов

Катализатор	Масса навески, г		Содержание серы		Содержание углерода	
			% (по массе)			
	в экспериментальных пробах					
	1	2	1	2	1	2
Без катализатора	0,106	0,105	Нет сигнала	Нет сигнала	Нет сигнала	Нет сигнала
	0,212	0,217	То же	То же	То же	То же
	0,321	0,306	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,413	0,404	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,501	0,523	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,613	0,609	-«-	-«-	-«-	-«-
NiBASKETS	0,103	0,115	0,0021	0,0056	0,010	0,0099
	0,205	0,243	0,0025	0,0053	0,011	0,010
	0,303	0,321	0,0033	0,0053	0,012	0,010
	0,423	0,408	0,0034	0,0060	0,010	0,0098
	0,507	0,501	0,0051	0,0059	0,015	0,013
	0,623	0,607	0,0047	0,0061	0,021	0,014
Среднее значение			0,0035	0,0057	0,013	0,011
LECOCELIHP	0,111	0,104	0,0055	0,0067	0,016	0,021
	0,203	0,208	0,0057	0,0068	0,015	0,022
	0,301	0,314	0,0056	0,0067	0,017	0,022
	0,412	0,403	0,0056	0,0068	0,016	0,020
	0,501	0,508	0,0057	0,0068	0,016	0,021
	0,613	0,616	0,0055	0,0067	0,015	0,021
Среднее значение			0,0056	0,0068	0,016	0,021

Так же как и при определении серы и углерода, без применения катализатора пробы сгорают не полностью, а наибольшие значения содержания достигаются при использовании катализатора LECOCELIHP, при этом параллельные результаты для навесок различной массы совпадают. Соединение LECOCELIHP является наиболее подходящим катализатором при определении азота и кислорода в сплаве системы Pr–Dy–Fe–Co–B.

Определение азота и кислорода в сплаве системы Nd–Dy–Fe–Co–B

Проведен анализ двух образцов сплава системы Nd–Dy–Fe–Co–B по определению азота и кислорода, результаты которого представлены в табл. 4.

В соответствии с полученными результатами, наиболее подходящим катализатором для определения азота и кислорода в сплаве системы Nd–Dy–Fe–Co–B является использование LECOCELIHP.

Пределы обнаружения элементов составили (в скобках даны значения для прибора):

Элемент	Предел обнаружения, % (по массе)
Сера	0,0009 (0,00006)
Углерод	0,0015 (0,00006)
Азот	0,0012 (0,00005)
Кислород	0,0018 (0,00005)

Таблица 4

Результаты определения массовой доли азота и кислорода в сплаве системы Nd-Dy-Fe-Co-B с использованием различных типов катализаторов

Катализатор	Масса навески, г		Содержание серы		Содержание углерода	
			% (по массе)			
	в экспериментальных пробах					
	1	2	1	2	1	2
Без катализатора	0,117	0,107	Нет сигнала	Нет сигнала	Нет сигнала	Нет сигнала
	0,213	0,208	То же	То же	То же	То же
	0,306	0,317	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,412	0,409	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,502	0,507	-«-	-«-	-«-	-«-
	0,613	0,604	-«-	-«-	-«-	-«-
NiBASKETS	0,102	0,106	0,0052	0,0063	0,011	0,0098
	0,205	0,207	0,0055	0,0070	0,010	0,011
	0,316	0,311	0,0063	0,0065	0,015	0,012
	0,418	0,413	0,0064	0,0066	0,013	0,0089
	0,508	0,506	0,0065	0,0071	0,014	0,010
	0,603	0,618	0,0072	0,0074	0,012	0,0084
Среднее значение			0,0062	0,0068	0,013	0,010
LECOCELIHP	0,117	0,108	0,0085	0,0091	0,017	0,019
	0,206	0,207	0,0083	0,0090	0,016	0,020
	0,301	0,319	0,0084	0,0090	0,017	0,020
	0,403	0,402	0,0085	0,0089	0,017	0,020
	0,508	0,500	0,0083	0,0091	0,015	0,021
	0,618	0,607	0,0085	0,0090	0,017	0,019
Среднее значение			0,0084	0,0090	0,017	0,020

Заключения

На основе проделанной работы можно сделать следующие выводы.

1. Разработаны подходы к определению серы, углерода, азота и кислорода в сплавах систем Pr-Dy-Fe-Co-B и Nd-Dy-Fe-Co-B.

2. Для определения серы и углерода в сплавах систем Pr-Dy-Fe-Co-B и Nd-Dy-Fe-Co-B наилучшим катализатором является никель (NiBASKETS).

3. Для определения азота и кислорода в сплавах систем Pr-Dy-Fe-Co-B и Nd-Dy-Fe-Co-B наилучшим катализатором является вольфрам с оловом (LECOCELIHP).

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Давыдова Е.А., Бузенков А.В. и др. Влияние отжига сплава Pr-Dy-Fe-Co-B на его фазовый состав и свойства спеченных магнитов, изготовленных из него // *Металлы*. 2018. №2. С. 28–32.
2. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

3. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Резчикова И.И., Валеев Р.А. и др. Низкотемпературная аномалия намагниченности в сплавах $(Pr, Dy, M)_2(Fe, Co)_{14}B$ ($M=Gd, Sm, Nd$) // Физика твердого тела. 2016. Т. 58. №3. С. 502–505.
4. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Резчикова И.И., Валеев Р.А., Давыдова Е.А. Фазовый состав спеченных материалов системы $Pr-Dy-Fe-Co-B$ // Авиационные материалы и технологии. 2015. №S2 (39). С. 5–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-5-10.
5. Чередниченко И.В., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бузенков А.В. Экономические аспекты производства постоянных магнитов (обзор) // Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №4 (22). Ст. 06. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 06.06.2019).
6. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Чередниченко И.В., Резчикова И.И., Валеев Р.А., Пискорский В.П. Влияние содержания меди на фазовый состав и магнитные свойства термостабильных спеченных магнитов систем $Nd-Dy-Fe-Co-B$ и $Pr-Dy-Fe-Co-B$ // Авиационные материалы и технологии. 2015. №S2 (39). С. 11–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-11-19.
7. Давыдова Е.А., Чабина Е.Б., Моисеева Н.С. Влияние гадолиния, а также способа его введения на структуру и фазовый состав магнитотвердого спеченного материала системы $Pr-Dy-Fe-Co-B$ // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 56–59. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-56-59.
8. Чередниченко И.В., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бузенков А.В. Материалы для постоянных магнитов (обзор) // Новости материаловедения. Наука и техника: электрон. науч.-технич. журн. 2016. №4 (22). Ст. 05. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 08.06.2019).
9. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Резчикова И.И., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Королев Д.В. Зависимость свойств спеченных материалов системы $Nd-Dy-Fe-Co-B$ от технологических параметров // Авиационные материалы и технологии. 2015. №S2 (39). С. 24–29. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-24-29.
10. ГОСТ 6689.10–92. Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения углерода. М.: Изд-во стандартов, 1992. С. 4.
11. ГОСТ 6689.18–92. Никель, сплавы никелевые и медно-никелевые. Методы определения серы. М.: Изд-во стандартов, 1992. С. 4.
12. ГОСТ 12359–99. Стали углеродистые, легированные и высоколегированные. Методы определения азота. М.: Изд-во стандартов, 1999. С. 3.
13. ГОСТ 29006–91. Порошки металлические. Метод определения кислорода, восстановимого водородом. М.: Изд-во стандартов, 1991. С. 3.
14. Алексеев А.В., Растегаева Г.Ю., Пахомкина Т.Н., Размахов М.Г. Определение серы, углерода, азота и кислорода в сплавах систем $Ce-Fe-Co-B$ и $Gd-Fe-Co-B$ // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №8 (80). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 08.06.2019). DOI: 10.18557/2307-6046-2019-0-8-90-97.
15. Алексеев А.В., Растегаева Г.Ю., Пахомкина Т.Н. Определение кислорода и азота в порошках никелевых сплавов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. №8 (68). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 08.06.2019). DOI: 10.18557/2307-6046-2018-0-8-112-119.

УДК 699.81:678.747.2

С.Л. Барботько¹, О.С. Вольный¹, П.С. Мараховский¹**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СХЕМЫ АРМИРОВАНИЯ
НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ГОРЮЧЕСТИ УГЛЕПЛАСТИКА**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-103-110

Исследовано влияние структуры армирования углепластика ВКУ-25/SYT49S на основе связующего ВСЭ-1212 и высокопрочного углеродного жгута SYT49S на характеристики горючести, определяемые в соответствии с требованиями авиационных норм. Показано существенное влияние схемы армирования на величину продолжительности остаточного горения и длину прогорания. Установлено, что во всем диапазоне исследованных толщин материала (от 1 до 4 мм) образцы однонаправленного материала с ориентацией углеродного наполнителя [0] имеют существенно худшие значения пожаробезопасности по сравнению с образцами с ориентацией [90] или с равнопрочным материалом (квазиизотропная укладка).

Ключевые слова: полимерный композиционный материал, углепластик, пожаробезопасность, горючесть, укладка, структура армирования.

S.L. Barbotko¹, O.S. Volnyj¹, P.S. Marakhovskii¹**INVESTIGATION OF THE INFLUENCE
OF THE REINFORCEMENT SCHEME
ON THE COMBUSTIBILITY CHARACTERISTICS
OF CARBON FIBER REINFORCED POLYMER MATERIAL**

The influence of the structure of carbon fiber reinforced plastic VKU-25/SYT49S based on the binder VSE-1212 and high-strength carbon harness SYT49S on the flammability characteristics determined in accordance with the requirements of aviation regulations. The significant effect of the scheme of reinforcement on the value of the residual duration of combustion and the length of the burn-out. It is established that in the entire range of the studied material thicknesses (from 1 to 4 mm) the samples of unidirectional material with the orientation of the carbon filler [0] have significantly worse fire safety values compared to the samples with the orientation [90] or with an equally strong material (quasi-isotropic laying).

Keywords: polymeric composite material, carbon reinforced polymeric material, fire safety, flammability, scheme of laying, reinforcement structure.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В авиационной отрасли, как в одной из наиболее высокотехнологичных отраслей промышленности, в первую очередь происходит внедрение передовых промышленных технологий. Одним из направлений совершенствования авиационной техники является широкое внедрение полимерных композиционных материалов (ПКМ) взамен сталей и алюминиевых сплавов, обычно используемых для изготовления конструктивных элементов. Углепластики за счет меньшей плотности обеспечивают

существенное снижение конечной массы изделия. Так, доля полимерных материалов, использованных в конструкции самолета B-787 фирмы Boeing, по массе составляет 50%, а по объему 80%. Планируется, что в ближайшее десятилетие массовая доля полимеров в конструкциях пассажирских самолетов достигнет 80% [1]. Уже имеются примеры образцов авиационной техники, выполненных практически полностью из полимерных материалов [2]. Для военной техники применение ПКМ наряду с уменьшением массы обеспечивает также и снижение радиозаметности, поэтому в конструкциях военных самолетов и вертолетов также увеличивается применение полимерных материалов [3, 4]. Во ФГУП «ВИАМ» постоянно проводятся исследования и разработан комплекс новых перспективных полимерных материалов, обеспечивающих возможность создания современной отечественной конкурентоспособной авиационной техники [5–7].

Ряд ученых-материаловедов и конструкторов считают, что замена металлов и сплавов на полимерные материалы, наряду с повышением экономичности, может повысить надежность и безопасность воздушного судна [8, 9], но эти предположения не являются бесспорными [9].

Одной из важных составляющих обеспечения безопасности авиационной техники, экипажа и перевозимых пассажиров является пожарная безопасность применяемых материалов, узлов, конструктивных элементов и всего изделия в целом, обеспечивающая выживаемость пассажиров и экипажа, а также минимизацию возможного ущерба, получаемого воздушным судном при авиационном происшествии или наносимого окружающей среде. На решение этих проблем в течение многих десятилетий направлены силы как зарубежных, так и отечественных ученых [5–7, 10–12].

В настоящее время одним из наиболее распространенных и одновременно наиболее опасных вариантов пожара авиационной техники является пожар, возникающий при авиационных происшествиях во время рулежки, взлета или посадки воздушного судна – так называемый «наземный пожар». Наземные авиационные происшествия зачастую сопровождаются разрушением конструкций, вследствие чего и происходит утечка авиационного топлива. В случае воспламенения топлива развивается высокоинтенсивный углеводородный пожар, при котором на внешнюю поверхность фюзеляжа и крыла воздействует мощный тепловой поток [13, 14]. Под действием высоких температур и лучистого теплового потока от пламени обшивки фюзеляжа и крыла воздушного судна, выполненные из алюминиевых сплавов, быстро (в течение 30–60 с) прогорают, после чего происходят деформация и разрушение силового набора и проникновение пламени во внутренние отсеки [15]. Катастрофа, произошедшая в мае 2019 г. в аэропорту Шереметьево с самолетом Суперджет-100 (RRJ-95), наглядно продемонстрировала опасность и тяжелые последствия именно такого пожара [16, 17].

Применение ПКМ (углепластиков или стеклопластиков) или слоистых металл-полимерных гибридных материалов (типа СИАЛ или GLARE) взамен алюминиевых сплавов обеспечивает многократное повышение огнестойкости и способно предотвратить проникновение открытого пламени во внутренние отсеки авиационной техники [18, 19]. Эти выводы подтверждены и российскими учеными – как выполненными расчетами, так и лабораторными огневыми испытаниями перспективных конструктивных элементов капота вертолетного двигателя [20, 21].

Однако стойкость материала к сквозному прогоранию (огнестойкость и огнестойкость) является только одной из нескольких характеристик пожарной опасности. Другими, не менее важными характеристиками являются: горючесть – способность материала воспламениться, распространять пламя и самостоятельно

затухать при удалении источника воспламенения; тепловыделение при горении; дымообразующая способность и токсичность продуктов горения. Для того чтобы в результате воздействия источника воспламенения вся поверхность воздушного судна, выполненная из полимерных материалов, не оказалась обхваченной пламенем, важно выполнение требований по ограничению горючести, так как эвакуация пассажиров в таких условиях становится практически невозможной. Выполнение требований по ограничению интенсивности и общего количества выделяющегося при горении тепла необходимо для обеспечения условия по медленному развитию очага пожара во внутренних отсеках, что вместе с низкими значениями дымообразующей способности и токсичности продуктов горения обеспечивает достаточное время для эвакуации пассажиров из потерпевшего аварию воздушного судна.

Характеристики пожарной опасности полимерных материалов зависят не только от химического состава полимерной матрицы, но также от толщины, состава и структуры примененного ПКМ, а также от варианта методики проведения испытаний [22].

В работе [22] рассмотрено влияние поверхностной плотности наполнителя на величины регистрируемых характеристик горючести, дымообразования и тепловыделения. Показано, что использование тканых наполнителей с меньшей поверхностной плотностью (выполненных из тонких или полых волокон) способно существенно снизить пожарную опасность ПКМ по всем нормируемым характеристикам.

Обычно влияние структуры материала на величину регистрируемой характеристики пожарной опасности не учитывается, одно из исключений – это текстильные материалы (ткани и ковры), для которых в обязательном порядке требуется проведение испытаний с целью определения значений характеристик в продольном (основа) и поперечном (уток) направлениях. Имеются данные, что скорость распространения пламени по поверхности ориентированных органических стекол зависит от степени и направления ориентирования (вытяжки). Влияние структуры полимерного материала на регистрируемые величины характеристик пожарной опасности выявлено для получаемых по аддитивным технологиям полимерных материалов [23], которые по своей сути из-за применяемой технологии производства являются анизотропными. Установлено существенное различие в величине регистрируемых характеристик горючести (продолжительность остаточного горения, длина прогорания, продолжительность горения падающих капель) в зависимости от варианта изготовления образца при помощи 3D-принтера.

Наиболее распространенными вариантами повышения пожарной безопасности полимерных материалов являются способы антипирирования (введение огнегасящих добавок или химическая модификация полимера за счет прививки атомов или функциональных групп, тем или иным способом способствующих прекращению процессов горения) и повышения термостойкости полимерной матрицы. Однако первый способ, как правило, приводит к ухудшению служебных характеристик (прежде всего механической прочности), а второй – к значительному удорожанию материала [24–26].

В качестве альтернативного варианта изменения пожарной опасности ПКМ может являться изменение их структуры за счет изменения схемы армирования и/или выбора армирующего наполнителя. Поэтому проведение исследований по изучению влияния анизотропии материалов на величины нормируемых характеристик пожарной опасности является крайне актуальным.

Как было ранее показано в работе [27], изменение структуры армирования (схемы укладки) даже с использованием равнопрочной ткани может несколько изменять все величины характеристик пожарной опасности стеклопластика. Данная работа посвящена исследованию влияния структуры армирования и схемы укладки углеродного жгута в углепластике на характеристики горючести.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2. «Фундаментально-ориентированные исследования, квалификация материалов, неразрушающий контроль», комплексной научной проблемы 2.2. «Квалификация и исследования материалов» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [28–30].

Материалы и методы

В качестве объекта исследований выбран углепластик ВКУ-25/SYT49S на основе связующего ВСЭ-1212 и высокопрочного углеродного жгута SYT49S [31].

При изготовлении образцов изменяли следующие параметры:

- количество слоев углеродного жгута, а соответственно, толщину и поверхностную плотность материала;
- укладку жгута.

Для проведения исследований изготовлены образцы углепластика с однонаправленной структурой армирования (толщиной около 1, 2 и 4 мм), а также с квазиизотропной структурой армирования ([0/-45/90/+45]) толщиной 3,2 мм. Из плит с однонаправленной структурой армирования, в соответствии с нормативной документацией на проведение испытаний, вырезаны образцы размером 305×90 мм в продольном ([0]) и поперечном ([90]) направлениях армирования. Образцы, вырезанные из плиты с квазиизотропной укладкой, имели аналогичные геометрические размеры.

Огневые испытания образцов материалов для определения характеристик горючести проводили в соответствии с требованиями, описанными в Авиационных правилах (АП-25 п. 25.853(а)), Приложение F, Часть I [32], по методике, изложенной в ГОСТ Р 57924–2017 (метод 2 – испытания в вертикальном положении) и Aircraft Materials Fire Test Handbook [33]. Испытания проводили на оборудовании марки AA07 производства фирмы Noselab. В соответствии с требованиями Авиационных норм АП-25 при испытаниях композиционных материалов, продолжительность экспозиции пламенем горелки составляла 60 с. В процессе испытания регистрировали продолжительность остаточного (самостоятельного) горения и длину прогорания образца. В соответствии с требованиями проведения сертификационных испытаний материалов авиационного назначения на пожаробезопасность [32, 34, 35], испытаниям принято подвергать не менее чем по три параллельных образца. В целях повышения достоверности полученных результатов, для однонаправленных образцов с ориентацией [0] количество испытанных образцов увеличено до пяти.

Для определения влияния структуры армирования на теплопроводность изготовлены образцы однонаправленного углепластика ВКУ-25 на основе связующего ВСЭ-1212 и углеродного жгута Т-800. Образцы представляли собой диски диаметром 25,4 мм с толщиной от 1 до 4 мм. Все испытания проводили с использованием оборудования фирмы Netzsch Gerätebau GmbH.

Испытания выполняли по следующим методикам.

Теплопроводность углепластиков рассчитывали по формуле

$$\lambda(T) = a(T) \cdot C(T) \cdot \rho(T), \quad (1)$$

где T – температура, °С; $a(T)$ – температуропроводность, м²/с; $C(T)$ – теплоемкость, кДж/(кг·К); $\rho(T)$ – плотность материала, кг/м³.

Температуропроводность определяли импульсным методом на установке LFA457 по ГОСТ Р 57943–2017. Теплоемкость измеряли на дифференциальном сканирующем калориметре DSC204 по ГОСТ Р 56754–2015. Плотность при комнатной температуре определяли гидростатическим взвешиванием по ГОСТ 20018–74.

Плотность при температуре T рассчитывали по результатам измерения коэффициента линейного теплового расширения (КЛТР), определяемого на dilatометре DIL402 по ГОСТ 32618.2–2014:

$$\rho(T)=G/V(T); \quad (2)$$

$$V(T)=\Pi_{i=1}^3(l_i); \quad (3)$$

$$l_i=l_{0i}[1+\alpha_i(T)\cdot\Delta T], \quad (4)$$

где G – масса образца, кг; $V(T)$ – объем образца, м³; l_{0i} , l_i – размер образца при комнатной и повышенной температуре соответственно, м; $\alpha(T)$ – коэффициент линейного теплового расширения, К⁻¹.

Результаты и обсуждение

Полученные данные по характеристикам горючести образцов углепластика ВКУ-25/SYT49S приведены в табл. 1. Видно, что результаты испытаний однонаправленного материала как по продолжительности остаточного горения, так и по длине прогорания существенно различаются в зависимости от направления вырезки ([0] или [90]) и, соответственно, экспонирования и распространения пламени по поверхности образцов для всех трех вариантов толщины.

Таблица 1

**Характеристики горючести углепластика ВКУ-25/SYT49S
с различными схемами армирования и направлениями вырезки образцов**

Структура армирования	Толщина, мм	Характеристики горючести	
		Продолжительность остаточного горения, с	Длина прогорания, мм
Однонаправленная [0]	0,9–1,1	33	202
		49	210
		10	169
		87	290
		32	164
	Среднее значение:		207
	2,0–2,1	18	141
		19	145
		21	85
		23	115
		20	89
	Среднее значение:		115
	3,9–4,0	60	55
		55	69
		64	66
		63	59
		62	49
	Среднее значение:		60
Однонаправленная [90]	0,9–1,1	0	28
		0	32
		2	30
	Среднее значение:		30
	2,0–2,1	2	24
		4	19
		3	19
	Среднее значение:		21
	3,9–4,0	8	2
		4	2
		7	2
	Среднее значение:		2
Квазиизотропная [0/-45/90/+45]	3,2	14	12
		13	12
		19	14
	Среднее значение:		13

Характеристики горючести для материала с квазиизотропной схемой армирования являются промежуточными между характеристиками для однонаправленного материала с направлениями вырезки [0] и [90].

Видно, что для данного типа ПКМ в исследованном диапазоне толщин образцов наихудшими с точки зрения пожарной безопасности являются условия, когда армирующий элемент (углеродный жгут) расположен вертикально и при поджигании образца пламя распространяется снизу вверх вдоль направления армирования. В этих условиях наблюдаются как наибольшие значения продолжительности остаточного (самостоятельного) горения, так и длины прогорания.

Поскольку химический состав образцов во всех случаях был одинаковым, то было сделано предположение, что на получаемые результаты испытаний оказывает влияние различие в теплопроводности материала вдоль направления распространения пламени.

Результаты измерения теплопроводности образцов однонаправленного материала, выполненного на основе того же связующего ВСЭ-1212 и углеродного жгута Т-800 в различных направлениях при различных температурах, приведены в табл. 2. Видно, что в зависимости от направления измерения теплопроводность материала различается в 2,7–3,8 раза. Наибольшая теплопроводность у материала наблюдается вдоль армирующих компонентов – углеродного жгута, имеющего существенно более высокую теплопроводность, чем полимерная матрица.

Таблица 2

Значения коэффициента теплопроводности однонаправленного углепластика на основе связующего ВСЭ-1212 и углеродного жгута Т-800

Направление измерения теплопроводности	Коэффициент теплопроводности, Вт/(м·К), при температуре, °С	
	25	125
Вдоль нитей основы	1,40	1,85
Вдоль утка	0,51	0,66
В перпендикулярном (трансверсальном) направлении	0,40	0,49

При проведении испытаний однонаправленного материала с ориентацией [0] именно вследствие высокой теплопроводности материала вдоль армирующего углеродного наполнителя при воздействии иницирующего воспламенение пламени в течение предварительной экспозиции образца происходит прогрев образца в направлении распространения пламени (снизу вверх). Вследствие этого изменяются тепловые условия образца при испытании (подогретый материал), способствующие более длительному самостоятельному горению и распространению пламени на большую высоту.

При испытании однонаправленного материала с ориентацией [90] высокая теплопроводность материала в поперечном (относительно распространения пламени) направлении способствует увеличению теплопотерь от источника воспламенения в боковые зоны, не подвергающиеся горению. Вследствие этого предварительный прогрев полимерной матрицы в зоне, расположенной над источником пламени, существенно снижен, что и приводит к малой продолжительности самостоятельного горения и незначительной длине прогорания.

При испытании материала, имеющего квазиизотропную структуру армирования, прогрев от источника воспламенения происходит практически равномерно по всем направлениям вдоль поверхности образца. Вследствие этого величина прогрева материала над источником воспламенения несколько превосходит величину прогрева однонаправленного материала в случае ориентации [90], но значительно уступает прогреву образца с ориентацией [0].

Заключения

Установлено, что структура армирования ПКМ может существенным образом влиять на величину регистрируемых характеристик горючести.

Пожарная опасность однонаправленных углепластиков с ориентацией [0] относительно предполагаемого направления распространения пламени существенно выше по сравнению с пожарной опасностью того же материала, но имеющего квазиизотропную укладку или однонаправленную структуру армирования в перпендикулярном направлении.

Таким образом, для обеспечения пожарной безопасности при проектировании конструктивных элементов и изделий в обязательном порядке необходимо учитывать влияние структуры армирования и расположения армирующих волокон на характеристики горючести. В целях обеспечения пожарной безопасности конструктивных элементов и изделий целесообразно по возможности избегать однонаправленной структуры армирования с вертикальной ориентацией, как наиболее способствующей длительному горению и распространению пламени.

Благодарности

Авторы выражают благодарность специалистам ФГУП «ВИАМ» И.Н. Гуляеву, П.Н. Тимошкову, А.А. Платонову за изготовленные и предоставленные образцы для проведения исследований.

ЛИТЕРАТУРА

1. Destefany J. Hole in Four ... or More // Cutting Tool Engineering. January 2011. P. 34–40.
2. Gründer M. Immer mehr Kunststoffe // Flug Revue. 2009. Juni. P. 93–95.
3. Lyon R.E. Nongalogen Fire-Resistant Plastics for Aircraft Interiors // Technical Report DOT/FAA/AR-TN08/5. 2008. 33 p.
4. Gründer M. Kunststoff oder Metall? // Flug Revue. 2011. September. P. 74–77.
5. Раскутин А.Е. Российские полимерные композиционные материалы нового поколения, их освоение и внедрение в перспективных разрабатываемых конструкциях // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 349–367. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-349-367.
6. Куцевич К.Е., Дементьева Л.А., Лукина Н.Ф., Тюменева Т.Ю. Клеевые препреги – перспективные материалы для деталей и агрегатов из ПКМ // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 379–387. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-379-387.
7. Кондрашов С.В., Шашкеев К.А., Петрова Г.Н., Мекалина И.В. Полимерные композиционные материалы конструкционного назначения с функциональными свойствами // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 405–419. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-405-419.
8. Giordano G. Plastics in Defense & Safety // Plastics Engineering. 2011. October. P. 28–31.
9. Decadal Survey of Civil Aeronautics: Foundation for the Future / Steering Committee for the Decadal Survey of Civil Aeronautics, National Research Council of the National Academies. Washington, D.C.: The National Academies Press, 2006. 212 p.
10. Sarkos G. Evolution of FAA Fire Safety R&D Over the Years: report of the Fifth Triennial Fire & Cabin Safety Research Conference (Atlantic City, Oct. 29 – Nov. 01, 2007). 2007. 56 p. URL: <http://www.fire.tc.faa.gov> (дата обращения: 30.09.2019).
11. Sarkos G. Aircraft fire Safety R&D: Past, Present & Future: report of the 6th Triennial Fire & Cabin Safety Research Conference. (Atlantic City, Oct. 25–28, 2010). 2010. 26 p. URL: <http://www.fire.tc.faa.gov> (дата обращения: 30.09.2019).
12. Барботько С.Л. Пожаробезопасность полимерных материалов авиационного назначения и конструктивных элементов на их основе: автореф. дис. ... д-ра техн. наук. М.: ВИАМ, 2019. 47 с.
13. Терещев В.В., Артемьев Н.С., Грачев В.А. Транспорт: наземный, морской, речной, воздушный, метро. Противопожарная защита и тушение пожаров. М.: Пожнаука, 2007. Кн. 6. 383 с.
14. Джафаров М.А., Лозовой Н.Ф., Луценко В.И., Федоров В.К. Обеспечение пожарной безопасности на аэродромах гражданской авиации. М.: Транспорт, 1987. 263 с.

15. Webster H. Fuselage Burnthrough from Large Exterior Fuel Fires // Technical Report DOT/FAA/CT-90-10. 1994. 114 p.
16. Предварительный отчет по результатам расследования авиационного происшествия самолета RRJ-95B RA-89098 / Межгосударственный авиационный комитет. Комиссия по расследованию авиационных происшествий. URL: <http://www.mak-iac.org> (дата обращения: 20.06.2019).
17. Marker T.R. Shot Takes and Current Projects // International Aircraft Materials Fire Test Forum Meeting (Cologne, Germany. June 18, 2019). URL: <http://www.fire.tc.faa.gov> (дата обращения: 13.09.2019).
18. Marker T.R. Full-Scale Test Evaluation of Aircraft Fuel Fire Burnthrough Resistance Improvements // Technical Report DOT/FAA/AR-98/52. US. 1999. 41 p.
19. Marker T.R., Speitel L.C. Evaluating the Decomposition Products Generated Inside an Intact Fuselage During a Simulated Postcrash Fuel Fire: Report DOT/FAA/AR-09/58. U.S. Department of Transportation FAA, 2011. 86 p.
20. Барботько С.Л., Вольный О.С., Кириенко О.А., Шуркова Е.Н. Построение математической модели и расчет температур образцов при испытаниях на огнестойкость // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №7 (55). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.05.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-7-12-12.
21. Барботько С.Л., Вольный О.С., Вешкин Е.А., Гончаров В.А. Оценка огнестойкости материалов и конструктивных элементов для авиационной техники // Авиационная промышленность. 2018. №2. С. 63–67.
22. Барботько С.Л., Вольный О.С., Кириенко О.А., Шуркова Е.Н. Оценка пожаробезопасности полимерных материалов авиационного назначения: анализ состояния, методы испытаний, перспективы развития, методические особенности / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2018. 424 с.
23. Rehn S. Vertical Bunsen Burner Testing of 3D-Printed Material // International Aircraft Materials Fire Test Forum Meeting (Cologne, Germany. June 18, 2019). URL: <http://www.fire.tc.faa.gov> (дата обращения: 13.09.2019).
24. Green M. CHM014M – Flame Retardant Chemicals: Technologies and Global Markets. BCC Research, 2015. 164 p.
25. Polymer Green Flame Retardants / ed. C.D. Papaspyrides, P. Kiliaris. Elsevier, 2014. 943 p.
26. Lyon R.E., Gandhi S., Crowley S. Fire Properties of Heat-Resistant Polymers: Report DOT/FAA/TC-TN18/32. U.S. Department of Transportation FAA, 2019. 33 p.
27. Барботько С.Л., Вольный О.С., Постнов В.И., Шуркова Е.Н. Исследование влияния структуры армирования на характеристики пожарной опасности стеклопластика // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2019. №4 (76). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-4-108-120.
28. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
29. Каблов Е.Н. На перекрестке науки, образования и промышленности // Эксперт. 2015. №15 (941). С. 49–53.
30. Каблов Е.Н. Из чего сделать будущее? Материалы нового поколения, технологии их создания и переработки – основа инноваций // Крылья Родины. 2016. №5. С. 8–18.
31. Платонов А.А., Душин М.И. Конструкционный углепластик ВКУ-25 на основе однонаправленного препрега // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №11. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.08.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-6-6.
32. Нормы летной годности самолетов транспортной категории: АП-25: утв. Постановлением 35-й сессии Совета по авиации и использованию воздушного пространства 23.10.2015. 5-е изд. с поправками 1–8. М.: Авиаиздат, 2015. 290 с.
33. Horner A. Aircraft Materials Fire Test Handbook: Report DOT/FAA/AR-00/12. U.S. Department of Transportation, Federal Aviation Administration, 2012. 235 p.
34. Certification Specifications and Acceptable Means of Compliance for Large Aeroplanes. CS-25. Amendment 15. July 21, 2014. 921 p.
35. Federal Regulations. Part 25 – Airworthiness Standards: Transport Category Airplanes. URL: <http://www.ecfr.gov> (дата обращения: 21.06.2019).

УДК 620.1

Н.Ю. Подживотов¹**ЭКСПРЕСС-МЕТОД СРАВНИТЕЛЬНОЙ ОЦЕНКИ
УРОВНЕЙ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-111-124

Рассмотрен экспресс-метод сравнительной оценки уровней свойств материалов по экспериментальным данным в условиях эмпирической неопределенности. Выбор преимущественного материала проводится посредством сравнения вероятностных оценок уровней значений характеристик ряда материалов с относительно близкими уровнями свойств. Метод позволяет проводить комплексное ранжирование сравниваемых материалов по уровню их свойств и выявлять преимущественный материал, обладающий наибольшим уровнем свойств. При этом характеристики материала, по которым проводится сравнение, считаются равнозначными.

Ключевые слова: вероятностные оценки, экспериментальные данные, уровни свойств, характеристики материалов, анализ данных, сравнение, преимущественный выбор.

N.Yu. Podzhivotov¹**EXPRESS METHOD OF A COMPARATIVE ASSESSMENT
PROPERTIES LEVELS OF MATERIALS**

The article is about the express method of a comparative assessment of levels properties of materials on experimental data in the conditions of the empirical uncertainty. The choice of a preferential material is carried out by means of comparisons of probabilistic estimates levels of values of materials characteristics with close levels of properties. The method allows to carry out the complex ranging of compared materials on level properties and to reveal the preferential material possessing with the greatest levels of properties. The characteristics of materials on which comparison is carried out, are considered the equivalent for the choice.

Keywords: probabilistic estimates, experimental data, levels of properties, characteristics of materials, analysis of data, comparison, preferential choice.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Для достоверной оценки уровней свойств конструкционных материалов требуется накопление и последующий статистический анализ необходимого и достаточного количества экспериментальных данных. Объем представительных выборок для получения статистически обоснованных значений характеристик материала определяется требованиями общей и специальной квалификации материала и исчисляется, как правило, сотнями значений. Кроме того, что оценки уровней значений характеристик конструкционных материалов должны быть получены и/или подтверждены на основе анализа представительных выборок, они должны исключить разрушение серии однотипных конструкций из-за нестабильности или низкого уровня свойств материала, т. е.

существуют такие оптимальные оценки уровней свойств материалов, значения которых, с одной стороны, статистически обоснованы, но при этом получены на минимально допустимом количестве образцов, а с другой – данные оценки гарантируют с заданной вероятностью неразрушение серии однотипных конструкций при их максимальной весовой эффективности.

Численные оценки значений характеристик конструкционных материалов, имеющих существенный разброс экспериментальных данных, будут иметь либо достаточный (по условиям прочности) уровень свойств при неприемлемо низкой вероятности обеспечения безопасной и безотказной работы конструкции, либо, наоборот, слишком низкий уровень свойств – при обеспечении требуемой вероятности. Например, гарантированные уровни значений характеристик прочности металлических конструкционных материалов должны обеспечивать (гарантировать с заданной вероятностью) работоспособность (неразрушение) однотипного парка конструкций по условиям прочности не ниже 90% с доверительным интервалом 95%. При этом гарантированные уровни значений характеристик материала должны быть не ниже уровней значений, заданных (например, техническим заданием) для данной конструкции, ниже которых использование такого конструкционного материала для данной конструкции будет нецелесообразно.

Но представительность выборок экспериментальных значений характеристик конструкционных материалов (полуфабрикатов) определяется не только, и даже не столько, объемом выборок, т. е. суммарным количеством образцов для испытаний или количеством выборочных значений, а в первую очередь корректностью процесса формирования самих выборок. Для металлических материалов важно, в каком объеме представлены плавки и партии полуфабрикатов, отбираемых для изготовления образцов для испытаний, получения экспериментальных данных и формирования выборок.

Например, если из одного полуфабриката (не по типу, а по количеству) будут изготовлены сотни или даже тысячи однотипных образцов и на этих образцах будут проведены испытания и сформированы выборки экспериментальных значений, то такие выборки, вне зависимости от количества испытанных образцов и полученных экспериментальных данных, не будут считаться представительными, а уровни значений – статистически обоснованными для парка однотипных конструкций, поскольку были получены лишь на единственном полуфабрикате и достоверно отражают свойства только этого конкретного полуфабриката.

В этой связи для получения достоверных оценок уровней значений характеристик статической прочности металлических конструкционных материалов в соответствии с требованиями п. 613 АП-23 (25, 27, 29) необходимо формирование выборок по результатам испытаний не менее 100 образцов, изготовленных не менее чем из 10 плавов и 10 партий полуфабриката одного типа, отобранных случайным образом за достаточно длительный период времени [1–3]. При этом длительность отбора полуфабрикатов рекомендательным циркуляром (РЦ) не регламентируется, но косвенно определяется сроком изготовления необходимого количества плавов, стоимостью работ, возможностями металлургического производства и т. д.

Кроме того, уровень и стабильность свойств конструкционных материалов, особенно при продолжительном и/или крупносерийном производстве деталей, должны быть гарантированы на протяжении всего периода изготовления таких деталей вплоть до окончания их производства, а также на всем протяжении эксплуатации воздушного судна [4, 5], т. е. выборки экспериментальных значений, сформированные для оценки,

подтверждения, а в случае необходимости – последующей коррекции полученных ранее уровней свойств конструкционных материалов, должны пополняться на протяжении всего жизненного цикла материала (полуфабриката) [6–8]. Поэтому процесс формирования представительных выборок экспериментальных значений является длительным, как правило, многолетним процессом, не ограничивающимся рамками общей и специальной квалификации [9, 10]. Гарантированные уровни значений характеристик материалов (полуфабрикатов), получаемые в результате общей и специальной квалификации, могут и должны подтверждаться или последовательно корректироваться при постепенном накоплении статистических данных и формировании представительных выборок экспериментальных значений. При накоплении данных и постепенном увеличении объема представительных выборок, в случае отсутствия существенного разброса экспериментальных значений, корректировка полученных ранее гарантированных значений будет происходить преимущественно в сторону их увеличения путем увеличения числа степеней свободы и уменьшения значения соответствующей квантили, уточнения законов распределения, уменьшения или исключения редуцированных коэффициентов.

Под преимущественным увеличением уровня значений той или иной характеристики будем понимать такое изменение уровня свойств, которое приводит к более эффективному, рациональному использованию материала в детали или изделии [11, 12]. Так, в отличие от характеристик прочности, для которых преимущественным увеличением будет, например, повышение предела прочности, для характеристик трещиностойкости или теплофизических характеристик преимущественным увеличением, например, будет считаться численное уменьшение скорости роста трещины усталости или снижение теплопроводности материала, т. е. численное уменьшение гарантированного уровня свойств.

Благодаря последовательному накоплению экспериментальных данных, проведению на их основе статистического анализа и обоснованной корректировке полученных ранее уровней значений характеристик, конструкционная эффективность материала и, как следствие, функциональная и эксплуатационная эффективность деталей и всей конструкции в целом будут повышаться.

В случае если при увеличении объема выборок экспериментальных значений характеристик материала (полуфабриката) по некоторым характеристикам будет наблюдаться снижение уровня свойств (например, это может быть вызвано увеличением разброса экспериментальных значений характеристик вследствие смены поставщика сырья, отклонения от технологии производства и т. д.), то такое снижение будет являться основанием для модернизации материала, рассмотрения вариантов для его замены, а при значительном падении – основанием для снижения уровня эксплуатационной нагруженности деталей или изделий с целью недопущения или сокращения их возможных отказов.

Формирование представительных выборок для определения гарантированных уровней значений характеристик материалов не только весьма длительный, но и отчасти парадоксальный процесс. Парадокс формирования представительных выборок заключается в том, что, с одной стороны, выборки должны формироваться на основе результатов испытаний достаточно большого числа образцов, партий и плавов, изготавливаемых в течение длительного времени, а с другой – целесообразность изготовления материала продолжительное время в больших объемах (10 и более плавов) должна быть гарантированно обоснована востребованным уровнем его свойств,

эффективностью использования, что, в свою очередь, должно быть подтверждено в результате статистического анализа представительных выборок (см. рисунок).



Парадокс формирования представительных выборок и определения гарантированных уровней значений характеристик конструкционных материалов (полуфабрикатов)

Одним из решений задачи по оценке уровней значений характеристик материала в условиях приведенной ранее парадоксальной неопределенности служит постепенное накопление и оценка экспериментальных данных на непредставительных, малых по объему выборках с последующей поэтапной корректировкой ранее полученных значений.

Материалы и методы

Усеченными или малыми выборками, как правило, считаются выборки объемом до 30 значений [13, 14]. Необходимо отметить, что формализованное разграничение по объему выборок на «малые» и «большие» отсутствует. Но, как отмечалось ранее, достоверность получаемых оценок характеристик материалов зависит не только от объема выборки, но главным образом от корректности формирования и представительности данных [15–17].

Следует различать выборки равного объема, но сформированные на различных по своей представительности исходных данных. Оценка уровней значений характеристики материала для двух малых выборок равного объема (например, 10 значений) должна отличаться, если первая выборка получена по результатам испытаний 10 образцов, изготовленных из одного полуфабриката, а вторая выборка сформирована по результатам испытаний также 10 образцов, но изготовленных из 10 полуфабрикатов (по одному образцу от каждого полуфабриката) [18, 19]. Дифференциация малых выборок равного объема, но различной представительности исходных данных относится также не только к количеству образцов и полуфабрикатов, но и к количеству плавов и партий, из которых они изготовлены.

Рассмотрим метод сравнительной оценки уровней свойств на примере двух условных конструкционных материалов (или полуфабрикатов, термообработок или состояний для одного материала и т. д.) M_1 и M_2 при малых выборках. Рассматриваемый экспресс-метод сравнительной оценки уровней свойств двух и более материалов предлагается впервые.

Пусть каждый из рассматриваемых материалов характеризуется двумя основными равноценными при выборе характеристиками X_1 и X_2 . Далее первый индекс характеристики X будет соответствовать ее порядковому номеру, а второй индекс –

порядковому номеру материала, для которого она определена. Каждая характеристика для каждого материала представлена соответствующей выборкой экспериментальных значений. Выборка экспериментальных значений первой характеристики X_{11} первого материала M_1 содержит n значений, выборка экспериментальных значений второй характеристики X_{21} материала M_1 , содержит m значений. Выборки экспериментальных значений тех же характеристик, но для материала M_2 (X_{12} и X_{22}) содержат соответственно k и l значений при условии, что $n, m, k, l \leq 30$, т. е. имеем:

$$M_1 \begin{cases} X_{11} (x_{111}, x_{112}, \dots, x_{11n}) \\ X_{21} (x_{211}, x_{212}, \dots, x_{21m}) \end{cases};$$

$$M_2 \begin{cases} X_{12} (x_{121}, x_{122}, \dots, x_{12k}) \\ X_{22} (x_{221}, x_{222}, \dots, x_{22l}) \end{cases},$$

где $x_{11i}, x_{21j}, x_{12s}, x_{22h}$ ($i=1 \dots n; j=1 \dots m; s=1 \dots k; h=1 \dots l$) – экспериментальные выборочные значения характеристик $X_{11}; X_{21}; X_{12}; X_{22}$, образующие выборки объемами $n; m; k$ и l соответственно.

В общем случае для нескольких материалов M_q ($q=1 \dots a$), сравниваемых одновременно по нескольким характеристикам X_d ($d=1 \dots b$) имеем:

$$M_1 \begin{cases} X_{11} (x_{111}, x_{112}, \dots, x_{11n}) \\ X_{21} (x_{211}, x_{212}, \dots, x_{21m}) \\ \dots \\ X_{b1} (x_{b11}, x_{b12}, \dots, x_{b1f}) \end{cases};$$

$$\dots$$

$$M_q \begin{cases} X_{1q} (x_{1q1}, x_{1q2}, \dots, x_{1qe}) \\ X_{2q} (x_{2q1}, x_{2q2}, \dots, x_{2qp}) \\ \dots \\ X_{bq} (x_{bq1}, x_{bq2}, \dots, x_{bqt}) \end{cases};$$

$$\dots$$

$$M_a \begin{cases} X_{1a} (x_{1a1}, x_{1a2}, \dots, x_{1aw}) \\ X_{2a} (x_{2a1}, x_{2a2}, \dots, x_{2ao}) \\ \dots \\ X_{ba} (x_{ba1}, x_{ba2}, \dots, x_{bar}) \end{cases},$$

где a – общее количество сравниваемых материалов; b – общее количество сравниваемых характеристик; $n, m, f, e, p, t, w, o, r$ – объемы выборок (≤ 30) соответствующих характеристик.

Соответственно, для каждого рассматриваемого материала могут быть определены основные статистические данные его характеристик – выборочное среднее, среднеквадратическое отклонение и коэффициент вариации:

$$M_1 \begin{cases} \bar{X}_{11}, S_n, \gamma_{11} \\ \bar{X}_{21}, S_m, \gamma_{21} \\ \dots \\ \bar{X}_{b1}, S_{ff}, \gamma_{b1} \end{cases};$$

$$\dots$$

$$M_q \left\{ \begin{array}{l} \bar{X}_{1q}, S_{ee}, \gamma_{1q} \\ \bar{X}_{2q}, S_{pp}, \gamma_{2q} ; \\ \dots \\ \bar{X}_{bq}, S_{tt}, \gamma_{bq} \end{array} \right.$$

$$M_a \left\{ \begin{array}{l} \dots \\ \bar{X}_{1a}, S_{ww}, \gamma_{1a} \\ \bar{X}_{2a}, S_{oo}, \gamma_{2a} , \\ \dots \\ \bar{X}_{ba}, S_{rr}, \gamma_{ba} \end{array} \right.$$

где $\bar{X}$ – средние значения характеристик материалов; S – среднеквадратические отклонения (стандартные отклонения) характеристик материалов; γ – коэффициенты вариации характеристик материалов,

и оценки характеристик, соответствующие заданному уровню вероятности и объему рассматриваемых выборок:

$$M_q(\tilde{X}_{dq}), \quad (1)$$

где $q=1\dots a$; $d=1\dots b$, при этом индекс d последовательно пробегает от 1 до b для каждого индекса q ; $\tilde{X}$ – вероятностные оценки уровней свойств материалов (для характеристик прочности в качестве вероятностных оценок принимаются значения, соответствующие нижним границам доверительных интервалов, построенным на квантилях уровня вероятности $P_{a,n}$ и числа степеней свободы $k=n-1$; P_a – вероятность, гарантирующая для рассматриваемых характеристик данного материала (полуфабриката) превышение величины $\tilde{X}_p$).

Получение значений вероятностных оценок $\tilde{X}_{dq}$ для малых выборок представляет собой отдельную теоретическую задачу, в настоящее время до конца не формализованную [20, 21]. В ряде работ на примере экспериментальных данных различного происхождения рассматриваются методы получения таких оценок в условиях малых выборок [22, 23].

В данной статье будем считать, что вероятностные оценки $\tilde{X}_{dq}$ предварительно определены с помощью одного из рассматриваемых в научно-технической литературе непараметрических методов (например – бутстрэп (bootstrap) [24–26]) с приемлемой точностью для задачи сравнения уровней свойств материалов, т. е. уже известны.

Если определены оценки характеристик сравниваемых материалов по выражению (1), то при сравнении двух и более материалов может возникнуть дополнительная неопределенность (основная неопределенность связана с усечением и непредставительностью выборок), при которой нельзя однозначно утверждать – какой из рассматриваемых материалов является предпочтительным. Данная неопределенность связана с тем, что при сравнении нескольких материалов по нескольким равнозначным характеристикам ни одному из материалов нельзя отдать предпочтение, поскольку один из материалов оказывается более предпочтительным по одним характеристикам, а другой материал – по другим характеристикам (характеристики при этом считаются равноценными, а количество сравниваемых характеристик одинаково). При этом следует различать два возможных случая осуществления выбора. В первом случае, при котором проводится сравнение двух материалов или попарное сравнение нескольких материалов по

равному количеству равнозначных характеристик (количество сравниваемых характеристик нечетно), преимущественный материал всегда можно определить как материал, обладающий простым большинством характеристик с более высокими оценками уровней свойств.

Во втором случае, когда проводится одновременное сравнение произвольного количества материалов по количеству оценок уровней свойств, кратных количеству рассматриваемых характеристик, возможна ситуация, при которой каждый из материалов обладает равным количеством характеристик с повышенными уровнями значений, но комбинация таких характеристик у разных материалов будет отличаться друг от друга или уровни значений для некоторых характеристик будут равны между собой. В данном случае при выборе преимущественного материала, при прочих равных условиях, следует руководствоваться тем, какие именно характеристики и какая именно комбинация характеристик являются наиболее важными для целевого использования конструкционного материала. Если при выборе преимущественного материала все характеристики, по которым проводится сравнение, не являются равноценными для данного полуфабриката, режимов нагружения, конструкции и т. д., то для реализации рассматриваемого метода предлагается вводить соответствующие весовые коэффициенты характеристик, отражающие значимость для данного исследования той или иной характеристики по сравнению с другими.

Таким образом, в общем случае, согласно выражению (1), для сравниваемых материалов может быть определена матрица размерности $a \times b$:

$$M = \begin{pmatrix} \tilde{X}_{11} & \dots & \tilde{X}_{1b} \\ \dots & \dots & \dots \\ \tilde{X}_{a1} & \dots & \tilde{X}_{ab} \end{pmatrix}. \quad (2)$$

Строки матрицы M характеризуют уровни свойств для рассматриваемых характеристик одного материала, в то время как столбцы характеризуют изменения уровня свойств одной характеристики для всех сравниваемых материалов.

Очевидно, что, при прочих равных условиях, один из сравниваемых материалов является более предпочтительным по отношению к другим материалам, если значения вероятностных оценок для всех или большинства уровней основных характеристик данного материала численно превосходят уровни аналогичных свойств других $(a-1)$ -материалов. Однако задача существенно усложняется, если сравниваемые материалы обладают равным количеством различных оценок основных характеристик с высоким уровнем свойств. Под основными характеристиками в данном случае понимаются характеристики материала, определяющие его преимущественный выбор.

Нормируем матрицу (2) по максимальным значениям характеристик сравниваемых материалов. Для этого в каждом столбце матрицы M найдем максимальное значение оценки $\tilde{X}_{\max}$ и разделим на него остальные значения в этом столбце (очевидно, что $\tilde{X}_{\max} \neq 0$). В результате получим матрицу M_n , в каждом столбце которой случайным образом будут располагаться единицы и константы меньше единицы.

В общем виде:

$$\begin{pmatrix} \tilde{X}_{11} \\ \dots \\ \tilde{X}_{a1} \end{pmatrix} \rightarrow \tilde{X}_{\max 1}; \quad \begin{pmatrix} \tilde{X}_{12} \\ \dots \\ \tilde{X}_{a2} \end{pmatrix} \rightarrow \tilde{X}_{\max 2}; \quad \dots; \quad \begin{pmatrix} \tilde{X}_{1b} \\ \dots \\ \tilde{X}_{ab} \end{pmatrix} \rightarrow \tilde{X}_{\max b}$$

или

$$M_n = \begin{pmatrix} \frac{\tilde{X}_{11}}{\tilde{X}_{\max 1}} & \dots & \frac{\tilde{X}_{1b}}{\tilde{X}_{\max b}} \\ \dots & \dots & \dots \\ \frac{\tilde{X}_{a1}}{\tilde{X}_{\max 1}} & \dots & \frac{\tilde{X}_{ab}}{\tilde{X}_{\max b}} \end{pmatrix}, \quad 0 \leq \frac{\tilde{X}_{qd}}{\tilde{X}_{\max d}} \leq 1. \quad (3)$$

В качестве примера – нормированная матрица при сравнении трех материалов по трем характеристикам имеет вид:

$$\begin{pmatrix} 1 & 0,78 & 0,67 \\ 0,94 & 0,82 & 1 \\ 0,85 & 1 & 0,58 \end{pmatrix}. \quad (4)$$

Как видно из выражения (4), материал №1 (верхняя строка) по первой характеристике имеет преимущество перед двумя другими материалами, материал №2 (вторая строка) – по третьей и материал №3 (третья строка) – по второй. Если все три характеристики являются равноценными при выборе материала, то выбрать один из этих трех материалов в качестве преимущественного в данном примере без дополнительных преобразований затруднительно или невозможно, поскольку каждый материал обладает одной из преимущественных характеристик.

Если из сравниваемых материалов требуется выбрать только один материал с наилучшим уровнем характеристик или их комбинаций, то материалы, участвующие в сравнении, для которых строки матрицы (3) после вычислений не содержат элементы, численное значение которых равно 1, могут быть исключены из дальнейшего анализа. Если в результате сравнительного анализа необходимо составить «рейтинг» материалов по уровням их свойств, то при формировании матрицы (3) и в дальнейших вычислениях учитываются все строки (материалы).

Для выбора преимущественного материала в условиях данной неопределенности проведем нормирование матрицы еще раз, разделив нормированные значения характеристик на максимальное для данной характеристики нормированное значение, не равное 1. В результате получим матрицу M_{2n} или нормирование второго уровня:

$$\begin{pmatrix} \frac{\tilde{X}_{11}}{\tilde{X}_{\max 1}} \\ \dots \\ \frac{\tilde{X}_{a1}}{\tilde{X}_{\max 1}} \end{pmatrix} \rightarrow \tilde{X}_{2\max 1}; \quad \begin{pmatrix} \frac{\tilde{X}_{12}}{\tilde{X}_{\max 2}} \\ \dots \\ \frac{\tilde{X}_{a2}}{\tilde{X}_{\max 2}} \end{pmatrix} \rightarrow \tilde{X}_{2\max 2}; \quad \dots; \quad \begin{pmatrix} \frac{\tilde{X}_{1b}}{\tilde{X}_{\max b}} \\ \dots \\ \frac{\tilde{X}_{ab}}{\tilde{X}_{\max b}} \end{pmatrix} \rightarrow \tilde{X}_{2\max b}; \quad 0 < \tilde{X}_{2\max b} < 1$$

или

$$M_{2n} = \begin{pmatrix} \left[\frac{\tilde{X}_{11}}{\tilde{X}_{\max 1}} \right] / \tilde{X}_{2\max 1} & \dots & \left[\frac{\tilde{X}_{1b}}{\tilde{X}_{\max b}} \right] / \tilde{X}_{2\max b} \\ \dots & \dots & \dots \\ \left[\frac{\tilde{X}_{a1}}{\tilde{X}_{\max 1}} \right] / \tilde{X}_{2\max 1} & \dots & \left[\frac{\tilde{X}_{ab}}{\tilde{X}_{\max b}} \right] / \tilde{X}_{2\max b} \end{pmatrix}. \quad (5)$$

Для рассматриваемого примера (сравнение трех материалов по трем характеристикам) в результате повторного нормирования имеем:

$$\begin{pmatrix} 1,06 & 0,95 & 1 \\ 1 & 1 & 1,49 \\ 0,90 & 1,22 & 0,86 \end{pmatrix}. \quad (6)$$

Из выражения (6) следует, что второй материал (строка №2) имеет преимущество по рассматриваемым характеристикам по сравнению с двумя другими материалами.

Данный способ выбора материала применим, если сравниваются два и более материала по трем и более характеристикам. В случае если между собой сравниваются два материала по двум характеристикам, то следует использовать сравнение сумм нормированных оценок материалов. Материал, у которого сумма нормированных оценок первого или второго уровня максимальна, будет считаться предпочтительным относительно другого материала при прочих равных условиях. Из выражения (3) имеем:

$$\begin{pmatrix} \sum_{d=1}^b \frac{\tilde{X}_{1d}}{\tilde{X}_{\max d}} \\ \vdots \\ \sum_{d=1}^b \frac{\tilde{X}_{ad}}{\tilde{X}_{\max d}} \end{pmatrix} = (M_q)_{\Sigma},$$

где элементы столбца матрицы $(M_q)_{\Sigma}$ ($q=1 \dots a$) – суммы нормированных значений оценок по всем характеристикам, по каждому сравниваемому материалу.

В данном случае материал считается предпочтительным, если сумма нормированных значений оценок его характеристик максимальна. Сравнение по суммам нормированных оценок также можно использовать и для дополнительной проверки корректности выбора одного из двух и более материалов, по трем и более характеристикам.

Определим суммы $(M_q)_{\Sigma}$ ($q=1, 2, 3$) нормированных значений оценок материалов для рассматриваемого примера выражения (4):

$$\begin{pmatrix} 1,45 \\ 1,76 \\ 1,43 \end{pmatrix}. \quad (7)$$

Из нормированной матрицы (7), также как и из матрицы (6), следует, что второй материал (строка №2) обладает максимальной суммой нормированных значений оценок характеристик рассматриваемых материалов, т. е. имеет преимущество по данным характеристикам по сравнению с двумя другими материалами, участвующими в сравнении. Как можно заметить, для матрицы (6) при суммировании нормированных значений оценок характеристик рассматриваемых материалов второго уровня данное утверждение также справедливо.

Результаты

Рассмотрим предлагаемый подход на еще одном практическом примере сравнения трех условных материалов (полуфабрикатов) при малых выборках по четырем основным механическим характеристикам – например: предел прочности при растяжении

σ_b , условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, предел пропорциональности $\sigma_{пц}$ и модуль упругости E [11–13]. В табл. 1 приведены малые выборки условных экспериментальных значений характеристик однотипных полуфабрикатов трех сравниваемых материалов M_1 , M_2 и M_3 .

Таблица 1

**Условные экспериментальные значения характеристик образцов
из типового полуфабриката трех материалов**

Условный номер образца	Материал	$\sigma_{пц}$	$\sigma_{0,2}$	σ_B	E , ГПа
		МПа			
1	M_1	430	455	510	72
2		440	450	505	72
3		435	450	520	71
4		430	445	515	72
5		425	455	510	71
6	M_2	360	500	530	69
7		365	510	525	70
8		375	490	520	71
9		365	495	515	69
10		370	500	520	72
11	M_3	400	485	530	72
12		420	495	530	71
13		410	490	525	72
14		400	490	510	71
15		390	500	515	72

Будем считать, что для данного примера все четыре характеристики при выборе преимущественного материала равнозначны. Объем выборок экспериментальных значений в рассматриваемом примере ($n=5$) крайне мал для получения достоверных оценок сравниваемых характеристик. Тем не менее по данным выборкам определим для всех характеристик их вероятностные оценки, опустив проверки о принадлежности данных выборок одному из известных законов распределения, считая, что данные выборки принадлежат одной генеральной совокупности, имеющей нормальный закон распределения. Для проверки соотношений между полученными уровнями оценок сравниваемых характеристик по малым выборкам, дополнительно определим оценки характеристик на основе выборок, искусственно сгенерированных бутстрэп-методом (100 значений/100 повторений). Основные статистические данные выборок экспериментальных значений, а именно средние значения, среднеквадратические отклонения (СКО) и коэффициенты вариации (γ) по каждой из четырех характеристик для трех сравниваемых материалов (полуфабрикатов), приведены в табл. 2.

Как видно из данных табл. 2, для экспериментальных значений рассматриваемого примера ($n=5$) и для данных, полученных бутстрэп-методом ($n=100$), соотношения между оценками уровней характеристик сравниваемых материалов сохраняются. В обоих случаях присутствует неопределенность задачи второго типа. Материала M_1 превосходит другие материалы по значениям $\sigma_{пц}$ и имеет равные значения оценок для модуля упругости с материалом M_3 . Материал M_3 в свою очередь имеет равные максимальные значения оценок для $\sigma_{0,2}$, E с материалами M_2 и M_1 соответственно. Материал M_2 при этом имеет максимальное значение оценки для σ_b для данных материалов, т. е. существует неоднозначность преимущественного выбора одного из трех рассматриваемых материалов, поскольку каждый из трех материалов обладает характеристикой,

оценка уровня значений которой (напомним, что все характеристики в данном примере являются равноценными при выборе материала) принимает по отношению к двум другим материалам максимальные (или равные – как для $\sigma_{0,2}$ и E) значения.

Таблица 2

Основные статистические данные выборок экспериментальных значений механических характеристик однотипных полуфабрикатов трех металлических материалов

Условный номер образца	Материал	Характеристика материала	Объем выборки n	Среднее значение	СКО	Коэффициент вариации	Оценка уровня $P_{90/95}$
				$\bar{X}$	S	γ	$\tilde{X}_p(\bar{X})$
1	M_1	$\sigma_{\text{пл}}$, МПа	5	432	5,70	1,32	408
2			100*	432	7,05	1,63	422
4		$\sigma_{0,2}$, МПа	5	451	4,18	0,93	434
5			100*	452	5,81	1,29	443
7		$\sigma_{\text{в}}$, МПа	5	512	5,70	1,11	488
8			100*	511	7,43	1,45	499
10		E , ГПа	5	72	0,55	0,76	69
11			100*	72	0,71	0,99	71
13	M_2	$\sigma_{\text{пл}}$, МПа	5	367	5,70	1,55	343
14			100*	367	7,73	2,11	355
16		$\sigma_{0,2}$, МПа	5	499	7,42	1,49	468
17			100*	501	10,3	2,06	485
19		$\sigma_{\text{в}}$, МПа	5	522	5,70	1,09	498
20			100*	522	8,29	1,59	509
22		E , ГПа	5	70	1,30	1,86	65
23			100*	70	1,74	2,48	68
25	M_3	$\sigma_{\text{пл}}$, МПа	5	404	11,4	2,82	357
26			100*	404	15,1	3,73	381
28		$\sigma_{0,2}$, МПа	5	492	5,70	1,16	468
29			100*	492	8,58	1,74	479
31		$\sigma_{\text{в}}$, МПа	5	522	9,08	1,74	484
32			100*	524	12,5	2,38	505
34		E , ГПа	5	72	0,55	0,76	69
35			100*	72	0,73	1,01	71

* Выборки сгенерированы из исходной выборки бутстрэп-методом (100 значений/100 повторений).

Необходимо отметить, что проводить сравнение материалов предлагаемым способом только по средним значениям уровней свойств некорректно. При существенном разбросе экспериментальных данных или различном объеме выборок отдельных характеристик преимущественный выбор одного материала по средним значениям может не совпадать, а в большинстве случаев будет отличаться от выбора другого материала по уровню гарантированных оценок.

В соответствии с выражением (2) получим две матрицы:

$$M_{n=5} = \begin{pmatrix} 408 & 434 & 488 & 69 \\ 343 & 468 & 498 & 65 \\ 357 & 468 & 484 & 69 \end{pmatrix};$$

$$M_{n=100} = \begin{pmatrix} 422 & 443 & 499 & 71 \\ 355 & 485 & 509 & 68 \\ 381 & 479 & 505 & 71 \end{pmatrix}.$$

Согласно выражению (3), имеем:

$$M_{n=5} = \begin{pmatrix} 1 & 0,93 & 0,98 & 1 \\ 0,84 & 1 & 1 & 0,94 \\ 0,88 & 1 & 0,97 & 1 \end{pmatrix};$$

$$M_{n=100} = \begin{pmatrix} 1 & 0,91 & 0,98 & 1 \\ 0,84 & 1 & 1 & 0,95 \\ 0,90 & 0,99 & 0,99 & 1 \end{pmatrix}.$$

Для рассматриваемого примера матрица $M_{n=5}$ содержит равное количество единиц в каждой строке. Для матрицы $M_{n=100}$ (как и для матрицы $M_{n=5}$) по две единицы в первой и во второй строках и одна единица в третьей строке. Это означает, что, принимая во внимание, что все характеристики равнозначны между собой при выборе материала, нельзя отдать предпочтение ни одному из трех сравниваемых материалов без дополнительных вычислений или введения весовых коэффициентов характеристик.

Согласно предлагаемому методу, в качестве дополнительных вычислений просуммируем строки полученных значений оценок характеристик материалов по каждому материалу. В результате получим:

$$M_{\Sigma n=5} = \begin{pmatrix} 3,91 \\ 3,78 \\ 3,85 \end{pmatrix}; \quad M_{\Sigma n=100} = \begin{pmatrix} 3,89 \\ 3,79 \\ 3,88 \end{pmatrix}. \quad (8)$$

Сравнивая между собой построчно значения сумм для выражений (8) оценок характеристик материалов M_1 , M_2 и M_3 , полученные с учетом рассеяния экспериментальных данных и на основе значений вероятностных оценок характеристик, видно, что и для исходной выборки ($M_{\Sigma n=5}$), и для сгенерированной бутстрэп-методом ($M_{\Sigma n=100}$) – материал M_1 (по сравнению с материалами M_2 и M_3) обладает большими значениями оценок уровней характеристик материалов. Таким образом, в рассматриваемом примере (на основе оценок экспериментальных данных) материал M_1 может считаться более предпочтительным по сравнению с материалами M_2 и M_3 .

В случае если все рассматриваемые характеристики равнозначны по своей значимости и статистической обоснованности для выбора одного из материалов, то в случае нечетного количества сравниваемых характеристик преимущественным будет считаться материал, который обладает простым большинством характеристик с наибольшим гарантированным уровнем свойств. В случае равенства двух материалов по всем оценкам рассматриваемых характеристик, материалы являются полными аналогами, при этом под термином «равенство» понимается в данном случае не только совпадение полученных с заданной точностью оценок, но и попадание полученных значений в заданный интервал.

Обсуждение и заключения

В условиях малых выборок существующая на первый взгляд однозначность выбора одного из сравниваемых материалов по оценкам характеристик остается условной и требует

дальнейшего статистического обоснования, поскольку при последующем накоплении экспериментальных данных уровни значений характеристик могут корректироваться вплоть до изменения принятого ранее решения по выбору того или другого материала.

Статистическое обоснование и коррекция полученных ранее уровней свойств могут быть вызваны изменением или совершенствованием технологии производства, сменой поставщика, проведением дополнительных испытаний и т. д.

Метод сравнительной оценки уровней свойств двух и более материалов может использоваться для получения предварительной оценки характеристик материалов по экспериментальным данным. При этом с помощью данного метода могут сравниваться значения оценок уровней свойств характеристик, полученные как на малых, так и на больших выборках, вне зависимости от объема экспериментальных данных. Основным условием корректного сравнения характеристик материалов является равное количество экспериментальных данных по каждой характеристике каждого материала.

Предлагаемый метод сравнительной оценки сводится к решению задач по исключению неопределенностей двух типов. Для задач первого типа решение состоит в исключении неопределенности, вызванной непредставительностью малых выборок, и вероятностном обосновании уровней значений характеристик (т. е. необходимо только исключение неопределенности при определении уровней значений, связанной с отсутствием достаточного объема выборки и т. д.). Решением задач первого типа является постепенное увеличение объема и представительности выборок экспериментальных данных, асимптотически приближающих их к генеральной совокупности, распределенной по одному из известных законов распределения.

Как отмечалось ранее, для получения оценок и гарантированных значений характеристик материалов для решения задач первого типа широко используются существующие непараметрические методы для малых выборок.

Для задач второго типа неопределенность выбора материала (полуфабриката) может сохраняться и при увеличении объема и представительности выборок экспериментальных данных, поскольку кроме исключения неопределенности, связанной с непредставительностью малых выборок, необходимо исключить и неопределенность, связанную с неоднозначностью уровней свойств отдельных характеристик сравниваемых материалов. В данной статье рассмотрен метод решения задачи второго типа, в результате которого выбирается материал с наилучшими (наибольшими) уровнями основных свойств. При этом, чем больше характеристик, а соответственно, и их нормализованных оценок используется в выборе материала, тем объективнее будет его выбор. Одновременное использование для анализа нескольких основных характеристик материала или их нормализованных оценок позволяет рассматривать и оценивать материал комплексно, а следовательно, и более обоснованно делать выбор между сравниваемыми материалами-аналогами.

ЛИТЕРАТУРА

1. Нормы летной годности самолетов транспортной категории: АП-23: утв. Постановлением 34-й сессии Совета по авиации и использованию воздушного пространства 06.12.2013. 4-е изд. с поправками 1–5. М.: Авиаиздат, 2014. 195 с.
2. Применение конструкционных металлических материалов и определение из расчетных характеристик: РЦ-АП23(25, 27, 29)-613 / Межгосударственный авиационный комитет. М.: Авиаиздат, 2002. 24 с.
3. Расчетные значения характеристик авиационных металлических конструкционных материалов: справочник. М.: ОАК, 2012. Вып. 4. 302 с.
4. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 7–17.
5. Каблов Е.Н., Гриневич А.В., Ерасов В.С. Характеристики прочности металлических авиационных материалов и их расчетные значения // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007. М.: ВИАМ, 2007. С. 370–379.

6. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
7. Каблов Е.Н. Маркетинг материаловедения, авиастроения и промышленности: настоящее и будущее // *Директор по маркетингу и сбыту*. 2017. №5–6. С. 40–44.
8. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // *Интеллект и технологии*. 2016. №2 (14). С. 16–21.
9. Ерасов В.С., Яковлев Н.О., Нужный Г.А. Квалификационные испытания и исследования прочности авиационных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №S. С. 440–448.
10. Коновалов В.В., Дубинский С.В., Макаров А.Д., Доценко А.М. Исследование корреляционных зависимостей между механическими свойствами авиационных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. №2 (51). С. 40–46. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-40-46.
11. Подживотов Н.Ю., Каблов Е.Н., Антипов В.В., Ерасов В.С., Серебренникова Н.Ю., Абдуллин М.Р., Лимонин М.В. Слоистые металлополимерные материалы в элементах конструкции воздушных судов // *Перспективные материалы*. 2016. №10. С. 5–19.
12. Кириллов В.Н., Ефимов В.А., Шведкова А.К., Николаев Е.В. Исследование влияния климатических факторов и механического нагружения на структуру и механические свойства ПКМ // *Авиационные материалы и технологии*. 2011. №4. С. 41–45.
13. Гаскаров Д.В., Шаповалов В.И. Малая выборка. М.: Статистика, 1978. 248 с.
14. Горбунова Е.Б. Метод непараметрической оценки закона распределения случайного параметра по малому числу наблюдений // *Инженерный вестник Дона*. 2014. №3. URL: <http://ivdon.ru/ru/magazine/archive/n3y2014/2516> (дата обращения: 24.09.2019).
15. Гриневиц А.В., Луценко А.Н., Каримова С.А. Расчетные характеристики металлических материалов с учетом влажности // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн*. 2014. №7. Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 23.09.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-10-10.
16. Луценко А.Н., Славин А.В., Ерасов В.С., Хвацкий К.К. Прочностные испытания и исследования авиационных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №S. С. 527–546. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-527-546.
17. Ерасов В.С., Подживотов Н.Ю. Методы оценки расчетных значений характеристик прочности авиационных материалов в России и за рубежом // *Комментарии к стандартам, ТУ, сертификатам: приложение к журналу «Все материалы. Энциклопедический справочник»*. 2013. №12. С. 2–8.
18. Подживотов Н.Ю., Ерасов В.С., Орешко Е.И. О методах оценки статической прочности материалов, полученных с помощью аддитивных технологических процессов // *Комментарии к стандартам, ТУ, сертификатам: приложение к журналу «Все материалы. Энциклопедический справочник»*. 2017. №10. С. 54–60.
19. Ерасов В.С., Яковлев Н.О., Автаев В.В. Современное состояние лаборатории имени профессора С.И. Кишкиной // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №S4. С. 136–139. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-S4-136-139.
20. Бобырь М.В., Титов Д.В., Кулабухов С.А. Оценка прогнозирования принятия решений в условиях неопределенности // *Телекоммуникации*. 2015. №11. С. 39–44.
21. Золоторев В.М. Современная теория суммирования независимых случайных величин. М.: Наука, 1986. 416 с.
22. Крянев А.В., Лукин Г.В. Математические методы обработки неопределенных данных. М.: Физматлит, 2003. 216 с.
23. Лапко А.В., Шарков Н.А. Непараметрические методы обнаружения закономерностей в условиях малых выборок // *Приборостроение*, 2008. Т. 51. №8. С. 62–67.
24. Глухов В.В., Ануфриев Д.В. Бутстрэп-процедуры определения точностных характеристик // *Научный вестник МГТУ ГА*. 2005. №89 (7). С. 30–35.
25. Самойленко А.П., Горбунова Е.Б. Метод восстановления плотности вероятностей прогнозируемой случайной величины по укороченной выборке данных // *Нелинейный мир*. 2015. №6. С. 10–17.
26. Шитиков В.К., Розенберг Г.С. Рандомизация и бутстрэп: статистический анализ в биологии и экологии с использованием R. Тольятти: Кассандра, 2013. 314 с.

УДК 620.1

М.А. Горбовец¹, А.В. Славин¹**КОДИРОВАННАЯ МАРКИРОВКА ОБРАЗЦОВ
ДЛЯ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-125-132

Проведен анализ существующих способов штрихового кодирования и оценена возможность и целесообразность их использования применительно к образцам для испытаний. В качестве объектов рассмотрены образцы для наиболее востребованных испытаний по определению физико-механических свойств металлических материалов. Для идентификации металлических образцов для высокотемпературных испытаний оптимальным решением является нанесение полной (расширенной) маркировки на упаковку и сокращенной маркировки – на торец образца. Для автоматизации идентификации образца целесообразно наносить штриховое кодирование на упаковку образца.

Ключевые слова: нормативная документация, система менеджмента качества (СМК), авиадвигателестроение, конструкционные материалы, испытания.

М.А. Gorbovets¹, A.V. Slavin¹**THE CODED MARKING OF SPECIMENS
FOR HIGH-TEMPERATURE TESTS**

The analysis of existing ways of bar code is carried out and opportunity and expediency of their use with reference to test pieces is evaluated. As objects samples for the most demanded tests by determination of physicomechanical properties of metal materials are considered. For identification of metal samples for high-temperature tests by the optimum decision drawing complete (expanded) marking on packaging and the reduced marking on sample end face is. For automation of identification of sample it is reasonable to put shaped coding on sample packaging.

Keywords: normative documentation, quality management system (QMS), aviaengine building, constructional materials, tests.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В современном авиадвигателестроении большое внимание уделяется показателям долговечности, надежности и безотказности узлов и элементов конструкции, что, в свою очередь, предъявляет высокие требования к материалам, применяемым в конструкции [1–4].

Оценку физико-механических свойств материалов для определения достоверных значений проводят в аккредитованных испытательных лабораториях. Требования к испытательным лабораториям содержатся в ГОСТ ИСО/МЭК 17025–2009. В частности, одним из требований является обеспечение идентификации объекта испытания (п. 5.8.2): «В лаборатории должна быть система идентификации объектов испытаний и/или калибровки. Идентификация должна сохраняться на протяжении всего пребывания объекта в лаборатории. Система должна быть спроектирована и действовать таким

образом, чтобы не допустить путаницы объектов физически или при ссылках на них в протоколах или других документах...» [5]. Самым надежным способом для идентификации образца является нанесение маркировки (и другой идентификационной информации) непосредственно на него, даже если он будет отделен от упаковки и перемешан с другими образцами. Однако нанесение буквенно-цифровой маркировки (частично или полностью) на образец (и на упаковку) не всегда возможно, ввиду его габаритов и конструктивных особенностей. Одним из возможных способов решения вопроса нанесения большого объема идентификационной информации на небольшой площади является использование штрихового кодирования, которое нашло широкое применение в промышленном производстве.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.2. «Квалификация и исследования материалов» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

Проведен анализ существующих способов штрихового кодирования для автоматической идентификации образцов и оценена возможность и целесообразность их использования применительно к образцам из жаропрочных сплавов для высокотемпературных испытаний. В качестве объектов рассмотрены образцы для наиболее востребованных испытаний по определению физико-механических свойств металлических материалов – статических (ГОСТ 1497–84, ГОСТ 9651–84, ГОСТ 10145–81) и усталостных (ГОСТ 25.502–79, ASTM E606). В качестве способов идентификации образцов рассмотрены визуальный (нанесение буквенно-цифровой маркировки на образец или упаковку образца) и автоматизированные (нанесение штрихового кодирования, содержащего информацию для идентификации образца, по существующим технологиям на образец или упаковку образца).

Результаты и обсуждение

Жаропрочные сплавы, применяемые в авиационных двигателях, используются для изготовления таких видов деталей, как диск, вал, лопатка, корпус. Образцы для оценки уровня физико-механических свойств жаропрочных материалов получают из заготовок, вырезанных либо из готового изделия, либо из полуфабриката. Для полуфабрикатов из жаропрочных материалов характерными формами являются прутки, отливка, штамповка, поковка, раскатное кольцо, плита и т. п. Изготовление больших размеров образцов из таких заготовок нецелесообразно ввиду ограниченных размеров и с целью экономии дорогостоящего металла. Применяемые на предприятиях отрасли образцы для испытаний, с целью оценки физико-механических свойств жаропрочных материалов, имеют длину 70–80 мм, цилиндрическую форму с рабочей частью постоянного сечения диаметром около 3–5 мм с плавным переходом к захватной части (резьбовой или безрезьбовой) диаметром 10–14 мм с плоскими торцами с центровочными отверстиями (рис. 1) [6–9].

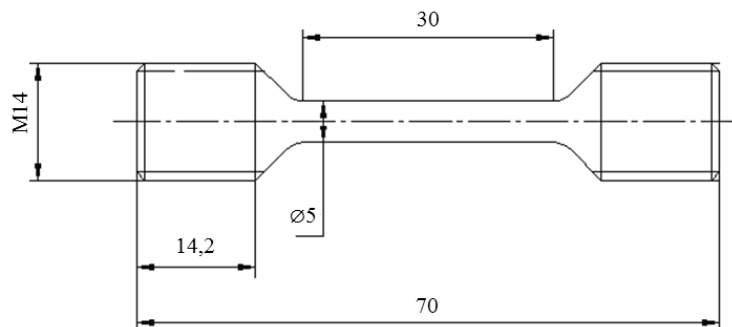


Рис. 1. Типичная форма образца для испытаний жаропрочных сплавов

Такие образцы применяются для проведения испытаний для определения физико-механических характеристик жаропрочных материалов при температурах от комнатной до 1200°C с длительностями температурно-силового воздействия до 1000 ч.

Одно из основных требований к маркировке образцов – это уникальность, что должно исключить вероятность получения различных результатов для одного номера образца. Для этого, как правило, в маркировку включаются кодовые (буквенно-цифровые) обозначения номера договора, по которому проводится работа, номера и шифра полуфабриката, из которого вырезан образец, направления и места вырезки из полуфабриката, особенности технологии и структуры, номера партии, кристаллографической ориентации, вида или кода испытания/исследования, условий испытания, кода исполнителя и т. п. В результате уникальная маркировка может содержать 10–20 символов. Кроме того, желательно наличие в непосредственной близости от образца (например, на упаковке) подобной информации в незашифрованном виде для удобства работы испытателя.

Наносимая маркировка не должна оказывать влияние на результаты испытания и при этом сохраняться после испытания для обеспечения идентификации образца вплоть до его утилизации. При этом при разрушении образца (разделение на две части) необходимо идентифицировать каждую половину. Таким местом (для рассматриваемых образцов) может быть торец образца, так как это плоская поверхность круглой формы площадью около 60–75 мм² (диаметром 9–10 мм) с двух сторон образца.

При нанесении маркировки минимальный отступ от края поверхности должен быть не менее 1 мм. Расположение маркировки на торцах образца возможно двумя способами – по концентрической окружности (рис. 2, а) и прямоугольными блоками (рис. 2, б).

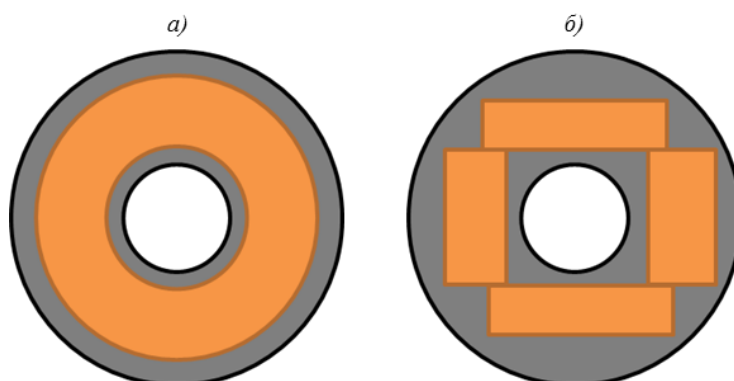


Рис. 2. Варианты нанесения маркировки на торец образца для испытаний:

а – по концентрической окружности; б – прямоугольными блоками

Маркировка также может быть нанесена на упаковку образца. Минимальная площадь поверхности образца для размещения маркировки составляет 1300 мм². В отличие от торца образца, на упаковке возможно размещение гораздо большего объема информации.

Маркировка образца может быть предназначена для визуальной идентификации (буквенно-цифровая) человеком и для автоматической (штриховое кодирование, RFID) идентификации с помощью специальных устройств, а также возможно совмещение обоих вариантов маркировки.

Маркировка для визуальной идентификации образца (буквенно-цифровая)

Такой вид маркировки предназначен, в первую очередь, для идентификации образца человеком с помощью зрения – без использования дополнительных приборов. Оптимальный размер символа для чтения невооруженным глазом 2×2 мм, минимальный 1×1 мм.

При нанесении буквенно-цифровой маркировки по концентрической окружности максимальное количество символов составляет 16 шт. при размере 2×2 мм и 32 шт. – при размере 1×1 мм.

При нанесении буквенно-цифровой маркировки прямоугольными блоками максимально возможно нанести 4 символа при размере 2×2 мм и 18 символов – при размере 1×1 мм.

При нанесении маркировки на упаковку образца возможно размещение гораздо большего числа символов, что ограничивается только ее размерами. Минимальное количество буквенно-цифровых символов для упаковки, незначительно превышающей габариты образца, составит 100–300 шт. На упаковке большего размера возможно размещение еще большего количества информации.

Нанесение буквенно-цифровой маркировки на образец позволяет визуально однозначно его идентифицировать без использования дополнительных устройств. При этом есть вероятность, что после проведения испытания маркировка будет повреждена или хуже восприниматься визуально из-за окисления поверхности после воздействия температур. Достоверно прочесть поврежденную маркировку (даже при повреждении одного символа) невозможно.

*Маркировка для автоматической идентификации образца
(с помощью дополнительного оборудования)*

Любой способ автоматической идентификации требует дополнительных приборов считывания и программного обеспечения для расшифровки. В настоящее время существует три основных вида автоматической идентификации: RFID-метка, линейный штрих-код, двумерный штрих-код.

Для обозначенных целей не подходит RFID-метка (ГОСТ Р 54621–2011) (рис. 3, а), поскольку является радиометкой и может быть либо наклеена, либо прикреплена другим способом, что невозможно в случае образца для испытаний, так как в ходе испытаний метка будет повреждена.

Линейные штрих-коды (ГОСТ Р ИСО/МЭК 15417–2013, ГОСТ Р ИСО/МЭК 16388–2017 и др.) (рис. 3, б) также не могут быть использованы, так как минимальный размер для считывания лазерным сканером должен быть 5×20 мм. В качестве носителя информации выступают вертикальные темные линии и светлые промежутки между ними фиксированной ширины. Каждая полоса или промежуток – это 1 бит информации. Чтение информации сканером происходит только в горизонтальном направлении при определенной ориентации штрих-кода.

Двумерные (матричные) штрих-коды позволяют зашифровать больший объем информации на меньшей площади по сравнению с линейными штрих-кодами, поскольку более эффективно используют площадь нанесения. Двумерные штрих-коды состоят из набора темных и светлых точек (модулей), распределенных по всей площади рисунка, каждая из которых – это 1 бит информации, и специальных шаблонов ориентации, которые позволяют сканировать штрих-коды под любым углом. Основными типами двумерных штрих-кодов являются: Aztec code (ГОСТ Р ИСО/МЭК 24778–2010) (рис. 3, в), QR-code (ГОСТ Р ИСО/МЭК 18004–2015) (рис. 3, г), Data matrix code (ГОСТ Р ИСО/МЭК 16022–2008) (рис. 3, д), PDF417 code (ГОСТ Р ИСО/МЭК 15438–2018) (рис. 3, е). Все типы штрих-кодов содержат коды коррекции ошибок, что позволяет считать информацию даже при частичном повреждении изображения штрих-кода.

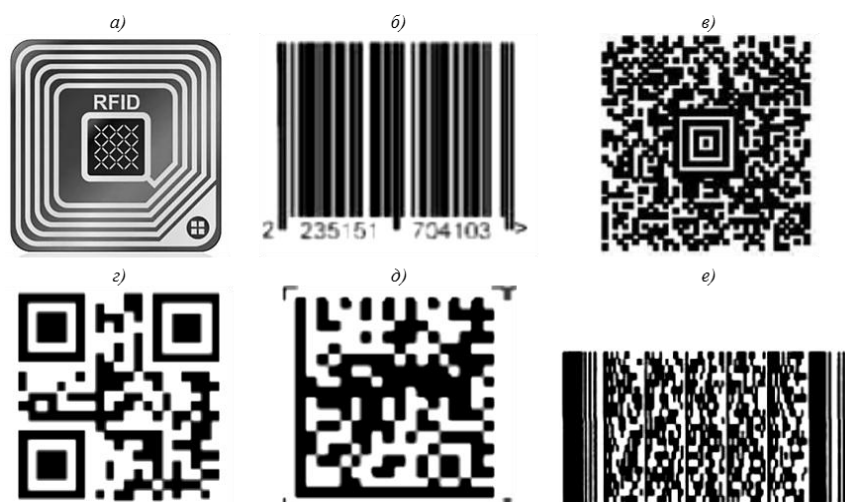


Рис. 3. Типичный вид кодов автоматической идентификации:

a – RFID-метка; *б* – линейный штрих-код; *в* – Aztec code; *г* – QR-code; *д* – Data matrix code; *е* – PDF417 code

Каждый из двумерных штрих-кодов использует различные алгоритмы считывания информации и площадь символа используется по-разному. Aztec code использует в качестве шаблона поиска и ориентации набор концентрических квадратов в центре символа, QR-code использует для этой цели квадратные символы по углам штрих-кода, Data matrix code (DMC) использует границы символа толщиной в 1 модуль, PDF417 использует набор вертикальных полос по краям символа. Исходя из этих особенностей, представляется, что Data matrix code позволяет на одинаковой площади разметить больше модулей информации. Для проверки предположения сгенерированы штрих-коды с одинаковой информацией – ссылкой на сайт Испытательного центра ФГУП «ВИАМ» (рис. 4).

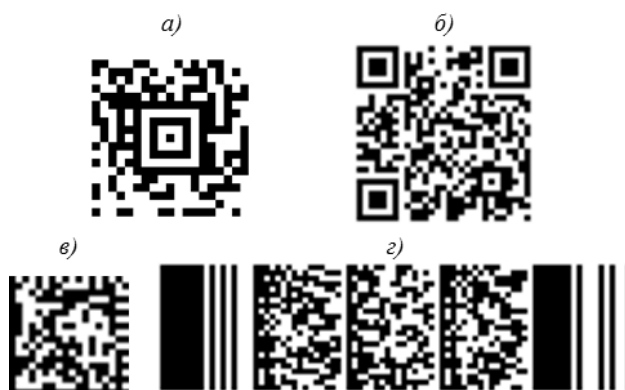


Рис. 4. Зашифрованная ссылка на сайт Испытательного центра ФГУП «ВИАМ»

<http://isp.viam.ru>:

a – Aztec code; *б* – QR-code; *в* – Data matrix code; *г* – PDF417 code

Наиболее эффективно площадь нанесения позволяет использовать Data matrix code, кроме того, для такого типа штрих-кодов возможны самые маленькие размеры: 10×10 модулей.

Максимальный размер штрих-кода, который можно разместить на торце рассматриваемого образца, составляет 2×2 мм, что позволяет нанести штрих-код 14×14 модулей.

В таком штрих-коде можно зашифровать не более 10 латинских букв и цифр (по предлагаемой схеме кодировки) либо 16-разрядное число или 6 байтов информации.

Использование буквенно-цифрового набора символов (прямое указание маркировки) позволит прочесть маркировку на экране дешифрующего устройства, однако такой подход ограничивает количество символов 10 латинскими буквами и цифрами. Маркировка образцов для однозначной идентификации должна быть уникальной и неповторяющейся, поэтому зачастую содержит большой объем информации: номер плавки, шифр заготовки, место и направление вырезки, порядковый номер и т. п. В 10 символах разместить это затруднительно. Поэтому штрих-код целесообразно использовать не сам по себе, а вместе с базой данных предприятия, где каждому образцу будет присвоен сквозной цифровой идентификационный номер (от 10-значного до 16-разрядного), по которому в базе данных можно найти всю информацию об образце (по сути, это ссылка в базу данных), включая маркировку. Именно этот номер и следует зашифровать в штрих-коде. Такой подход требует наличия на предприятии базы данных, фиксирующей прохождение этапов производства образца начиная с этапа получения полуфабриката из исследуемого материала.

Визуально прочесть такой код невозможно, для расшифровки потребуется сканирующее устройство и программное обеспечение по дешифровке. Поэтому целесообразно дополнительно к штрих-коду наносить буквенно-цифровую маркировку, хотя бы в усеченном виде, по которой можно будет идентифицировать образец в рамках одной партии образцов (рис. 5).

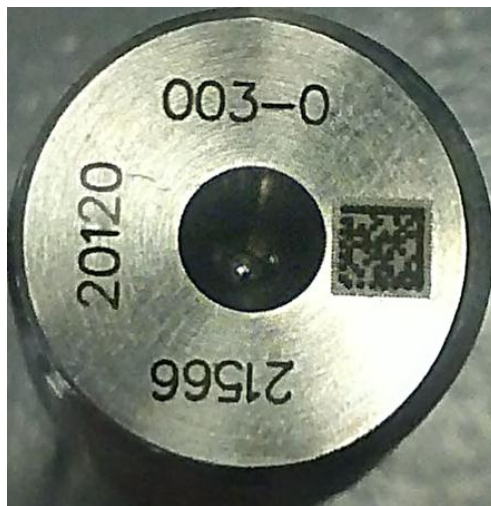


Рис. 5. Пример комплексной маркировки

Следует учитывать, что при проведении испытаний, особенно высокотемпературных, штрих-код может быть частично поврежден как в результате окисления, так и в результате механического воздействия (например, при испытаниях на МЦУ) [10–12]. Несмотря на то что ДМС имеет функцию коррекции ошибок и для размера 14×14 модулей возможно корректное считывание при повреждении до 30% кода, этого может оказаться недостаточно и код не будет распознан.

Если же штрих-код наносить на упаковку образца, то возможно размещение кода большего размера, что обеспечит более надежное считывание информации.

Для нанесения маркировки на металлический образец необходимо иметь ЧПУ-гравер для нанесения штрих-кода, комплект сканеров высокого разрешения для считывания кодов, программное обеспечение для шифровки и дешифровки кода, базу

данных по образцам. Для нанесения маркировки на упаковку можно использовать принтер, но желательно иметь принтер для печати наклеек, чтобы закреплять информацию на упаковке сразу при производстве.

Необходимо также иметь в виду, что при нанесении штрих-кода на образец возможно образование «выплесков» металла по границам штрих-кода, что может нарушить требования к плоскости и параллельности торцов для усталостных испытаний [13–15].

Наиболее оптимальным решением является нанесение маркировки и DMC (содержащего информацию об образце или ссылку в базу данных) на упаковку образца с нанесением части буквенно-цифровой маркировки на торец образца. Нанесение DMC на торец образца для высокотемпературных и усталостных испытаний не является достаточно оправданным решением ввиду достаточно вероятного сильного повреждения кода в ходе испытания. Таким образом, достоверно использовать маркировку можно только до испытания, хотя не менее важно сохранение ее после испытания, особенно для образцов, предназначенных для хранения на период эксплуатации изделия. Кроме того, нанесение DMC на образец требует приобретения дополнительного оборудования, такого как ЧПУ-гравер и сканер высокого разрешения.

Заключения

1. Для идентификации рассмотренных цилиндрических образцов металлических материалов для высокотемпературных испытаний оптимальным решением является нанесение полной (расширенной) маркировки на упаковку и сокращенной маркировки – на торец образца, по которой можно однозначно идентифицировать образец в пределах партии образцов. При этом необходимо принять меры по исключению возможности перемешивания образцов из разных партий.

2. Для нанесения расширенной информации об образце целесообразно использовать Data matrix code и наносить его на упаковку образца. При этом желательно иметь на предприятии базу данных с полной информацией об истории образца.

3. Нанесение Data matrix code на торец образца является неоднозначным решением. Несмотря на то что это обеспечивает однозначную идентификацию образца, весьма вероятно повреждение кода в ходе испытания, при этом требуются дополнительные траты на приобретение оборудования для нанесения кода на образец.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С., Сидоров В.В. Приоритетные направления развития технологий производства жаропрочных материалов для авиационного двигателестроения // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2013. №3. С. 47–54.
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. №2 (14). С. 16–21.
4. Каблов Е.Н. Материалы и технологии ВИАМ для «Авиадвигателя» // Пермские авиационные двигатели. 2014. №31. С. 43–47.
5. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2009. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий. М.: Стандартинформ, 2018. 31 с.
6. Горбовец М.А., Беляев М.С., Рыжков П.В. Сопротивление усталости жаропрочных никелевых сплавов, полученных методом СЛС // Авиационные материалы и технологии. 2018. №3. С. 50–55. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-50-55.

7. Горбовец М.А., Кочетков Д.А., Ходинев И.А. Анализ и сравнение российского и зарубежного стандартов, устанавливающих методы испытаний на термомеханическую усталость // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2017. №4. Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.04.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-4-11-11.
8. Соловьев А.Е., Голынец С.А., Хвацкий К.К., Асланян И.Р. Проведение статических испытаний при растяжении на машинах фирмы Zwick/Roell // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №8. Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.04.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-12-12.
9. Летников М.Н., Ломберг Б.С., Оспенникова О.Г., Бакрадзе М.М. Влияние скорости охлаждения при закалке на микроструктуру и свойства жаропрочного деформируемого никелевого сплава ВЖ175-ИД // Авиационные материалы и технологии. 2019. №2. С. 21–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-21-30.
10. Дзунович Д.А., Лукина Е.А., Яковлев А.Л. Влияние режимов термической обработки на технологичность и механические свойства листов из высокопрочного титанового сплава BT23 // Авиационные материалы и технологии. 2018. №3. С. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-3-10.
11. Солонина О.П., Глазунов С.Г. Жаропрочные титановые сплавы. М.: Металлургия, 1976. 448 с.
12. Базылева О.А., Бондаренко Ю.А., Тимофеева О.Б., Хвацкий К.К. Влияние кристаллографической ориентации на структуру и свойства сплава ВКНА-1В // Металлургия машиностроения. 2012. №4. С. 3–7.
13. Поварова К.Б., Базылева О.А., Казанская Н.К., Дроздов А.А. и др. Конструкционные жаропрочные сплавы на основе Ni_3Al : получение, структура и свойства // Материаловедение. 2011. №4. С. 39–48.
14. Nagesha A., Goyal Sunil, Nandagopal M. et al. Dynamic strain ageing in Inconel Alloy 783 under tension and low cycle fatigue // Materials Science and Engineering: A. 2012. Vol. 546. P. 34–39.
15. Dong C., Yu H., Li Y. et al. Life modeling of anisotropic fatigue behaviour for a single crystal nickel-base superalloy // International Journal of Fatigue. 2014. Vol. 61. P. 21–27. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2013.11.026.

РЕШЕНИЕ

**ВСЕРОССИЙСКОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ
«ФУНДАМЕНТАЛЬНЫЕ И ПРИКЛАДНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ
В ОБЛАСТИ УПЛОТНИТЕЛЬНЫХ, ГЕРМЕТИЗИРУЮЩИХ
И ОГНЕТЕПЛОЗАЩИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ»**

27 сентября 2019 г.

ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, г. Москва

В работе Всероссийской научно-технической конференции «Фундаментальные и прикладные исследования в области уплотнительных, герметизирующих и огнетеплозащитных материалов» (далее – конференция), проведенной ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ, приняли участие ученые и специалисты российских научно-исследовательских институтов, представители высших образовательных учреждений, ведущих предприятий и организаций, занимающиеся проблемами материаловедения и развитием методов исследований и испытаний.

На конференции были заслушаны доклады по следующим тематическим направлениям:

- основы создания уплотнительных и герметизирующих материалов;
- ингибирующие материалы для защиты от коррозионных повреждений;
- применение низкомолекулярных кремнийорганических и полисульфидных каучуков;
- принципы создания и направления развития рецептур резин;
- основы разработки рецептур эластомерных композиций с применением эластомерных компонентов и наполнителей;
- применение клеевых материалов;
- разработка рецептур термоэластопластов;
- современные направления в области создания кремнийорганических блоксополимеров.

После обмена мнениями по тематике конференции участники решили:

1. Отметить важное научное и практическое значение конференции для специалистов промышленных предприятий и научно-исследовательских институтов, а также актуальность направлений исследований и разработок, создаваемых технологий и материалов, их соответствие приоритетным задачам, которые обозначены в актуализированных стратегических направлениях 15.2 «Эластомерные и уплотнительные материалы» и 17.5 «Теплозащитные материалы и покрытия» «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года», разработанных во ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ.

2. Участникам конференции проработать и направить в Организационный комитет предложения по тематике совместных научно-исследовательских работ в рамках действующих государственных программ по следующим направлениям:

- разработка технологий получения уплотнительных и герметизирующих материалов нового поколения с требуемым уровнем свойств;
- разработка технологий получения клеевых материалов нового поколения;
- разработка рецептур и технологий создания термоэластопластов, отвечающих современным требованиям;
- поиск рецептур резин и эластомеров, обеспечивающих оптимальные функциональные свойства и стойкость к воздействию внешних факторов;

– создание современных технологий изготовления уплотнительных, герметизирующих и огнетеплозащитных материалов на основе нового сырья и материалов.

Организационному комитету конференции проанализировать, систематизировать предложения и направить их в соответствующие организации.

3. Отметить в качестве основной проблемы, сдерживающей решение задач по разработке перспективных уплотнительных, герметизирующих и огнетеплозащитных материалов нового поколения, слабую технологическую базу отечественной химической промышленности и недостаточные темпы развития малотоннажной химии.

Технологические процессы, связанные с получением компонент уплотнительных, герметизирующих и огнетеплозащитных материалов, обладают низкой стабильностью, что влечет за собой значительные отклонения по характеристикам полуфабрикатов.

Участникам конференции направить в Организационный комитет предложения по наиболее проблемным компонентам. Организационному комитету подготовить обобщенные предложения и направить в Минпромторг России для включения в дорожную карту развития средне- и малотоннажной химии.

4. Одобрить инициативу ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по проведению данной конференции и выразить признательность руководству института за ее организацию. Считать целесообразным проведение семинаров и конференций по данной тематике на регулярной основе.

Настоящее решение обсуждено и согласовано с участниками конференции.