

№5

(111)

2022

ISSN 2307-6046



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

Всероссийский научно-исследовательский институт
авиационных материалов



ТРУДЫ ВИАМ



ТРУДЫ ВИАМ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ ЖУРНАЛ

ИЗДАЕТСЯ С 2013 ГОДА

№ 5 (111) май 2022

Учредитель периодического издания:

НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Редакционный совет

Председатель совета – главный редактор:

Каблов Е.Н. академик РАН, профессор

Заместитель председателя совета – заместитель главного редактора:

Антипов В.В. докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)

Члены совета:

Гейкин В.А.	докт. техн. наук, профессор (АО «ОДК»)
Демонис И.М.	канд. техн. наук
Кокорин В.Н.	докт. техн. наук, профессор (Ульяновский государственный технический университет)
Лаптев А.Б.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Леонтьев Л.И.	академик РАН, профессор (РАН)
Ночовная Н.А.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Пенязьков О.Г.	академик НАН Беларуси, профессор (Институт тепло- и массообмена им. А.В. Лыкова, Беларусь)
Петрова А.П.	докт. техн. наук, профессор (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Райтер Г.	докт. наук (ALD Vacuum Technologies GmbH, Германия)
Старцев В.О.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Стороженко П.А.	чл.-корр. РАН, профессор (АО «ГНИИХТЭОС»)
Тимофеев А.Н.	докт. техн. наук (ОАО «Композит»)
Аграфенина Е.А.	ответственный секретарь (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)

Издатель: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Редакция:

редакторы – Е.А. Аграфенина, Ю.В. Коломиец;
корректор – И.С. Туманова; верстка – М.С. Закржевская

Адрес редакции:

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Тел.: +7 (499) 263-89-50, +7 (499) 263-87-37; факс: +7 (499) 267-86-09;
e-mail: admin@viam.ru; сайт: <http://viam-works.ru>

Свидетельство о регистрации средства массовой информации Эл № ФС77-82678 от 27.01.2022 г.

Распространяется бесплатно посредством информационно-телекоммуникационной сети Интернет.

Журнал включен в перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата и доктора наук.

Журнал входит в Российский индекс научного цитирования (РИНЦ).

Журнал входит в Международную ассоциацию издателей

(PILA – Publishers International Linking Association) и участвует в проекте CrossRef.

Всем статьям, публикуемым в журнале, присваиваются индексы DOI (Digital Object Identifier).

В сведениях об авторах указываются данные, актуальные на момент предоставления рукописи в редакцию.

ТРУДЫ ВИАМ

TRUDY VIAM

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

SCIENTIFIC AND TECHNICAL JOURNAL

СОДЕРЖАНИЕ

Жаропрочные сплавы и стали

Мосолов А.Н., Севальнев Г.С., Крылов С.А., Скугорев А.В., Чирков И.А. Исследование структуры и свойств бериллийсодержащей стали ВНС32-ВИ 3

Композиционные материалы

Вешкин Е.А., Истягин С.Е., Кирилин С.Г., Семенычев В.В. Характеристики акустической эмиссии в деформируемых образцах из стеклопластика с различными режимами отверждения 15

Баранников А.А., Судьин Ю.И., Вешкин Е.А., Сатдинов Р.А. Определение допустимого времени хранения полимерных композиционных материалов после обработки поверхности плазмой атмосферного давления перед склеиванием 26

Старков А.И., Куцевич К.Е., Тюменева Т.Ю., Петрова А.П. Клеевые препреги пониженной горючести, предназначенные для изготовления интегральных и трехслойных сотовых конструкций авиационной техники 41

Славин А.В., Демидов А.А., Косарина Е.И., Суворов П.В. Определение коэффициентов ослабления рентгеновского излучения в широком диапазоне энергий полимерным композиционным материалом 53

Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Королев Д.В., Валеев Р.А., Сидоров В.Л., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. Влияние режима локального лазерного отжига на доменную структуру микропроводов PrDyFeCoB 64

CONTENTS

Heat-resistant alloys and steels

Mosolov A.N., Sevalnev G.S., Krylov S.A., Skugorev A.V., Chirkov I.A. Study of the structure and properties of beryllium-containing steel VNS32-VI 3

Composite materials

Veshkin E.A., Istyagin S.E., Kirilin S.G., Semenychev V.V. Acoustic emission characteristics in deformable fiberglass samples with different curing modes 15

Barannikov A.A., Sudyin Yu.I., Veshkin E.A., Satdinov R.A. Determination of the permissible storage time of polymeric composite materials after surface treatment with atmospheric pressure plasma before bonding 26

Starkov A.I., Kutsevich K.E., Tyumeneva T.Yu., Petrova A.P. Low-combustibility adhesive prepregs designed for the manufacture of integral and three-layer honeycomb structures aircraft technology 41

Slavin A.V., Demidov A.A., Kosarina E.I., Suvorov P.V. Definition of factors of weakening of x-ray emission with the broad range of energy polymeric composite material 53

Dvoretzskaya E.V., Koplak O.V., Korolev D.V., Valeev R.A., Sidorov V.L., Piskorsky V.P., Morgunov R.B. Influence of mode of local laser annealing on the domain structure in microwires PrDyFeCoB 64

Житнюк С.В., Медведев П.Н., Сорокин О.Ю., Качаев А.А. Формирование кристаллографической текстуры в поликристаллической керамике как способ повышения свойств (обзор)

Мишкин С.И. Применение углепластиков в конструкциях беспилотных аппаратов (обзор)

Защитные и функциональные покрытия

Кузнецова В.А., Силаева А.А., Железняк В.Г., Марченко С.А. Модификация эпоксидных пленкообразующих и отвердителей, применяемых для лакокрасочных покрытий (обзор)

Испытания материалов

Зайцев Д.В., Медведев П.Н., Лукина Е.А. Исследование структуры SiGe-материала с применением рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии

Горбовец М.А., Ходинев И.А., Карашаев М.М., Рыжков П.В. Испытания на малоцикловую усталость с выдержкой в цикле жаропрочных металлических материалов (обзор)

Лаптев А.Б., Закирова Л.И., Загорских О.А., Павлов М.Р., Горбовец М.А. Методы исследования процессов коррозионно-механического разрушения и наводороживания металлов (обзор). Часть 2. Образование пассивных пленок и сероводородное растрескивание сталей

Конференции
НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Решение III Всероссийской научно-технической конференции «Современные достижения в области создания перспективных легких сплавов и покрытий для авиационной и космической техники», посвященной Дню космонавтики

74 Zhitnyuk S.V., Medvedev P.N., Sorokin O.Yu., Kachaev A.A. Formation of crystallographic texture in polycrystalline ceramics as a way to enhance properties (review)

87 Mishkin S.I. Application of carbon fiber plastics in constructions of pilotless devices (review)

Protective and functional coatings

96 Kuznetsova V.A., Silaeva A.A., Zheleznyak V.G., Marchenko S.A. Modification of epoxy film-forming and the hardeners for coatings (review)

Material tests

112 Zaitsev D.V., Medvedev P.N., Lukina E.A. SiGe structure investigation using methods of x-ray diffraction and transmission electron microscopy

123 Gorbovets M.A., Hodinev I.A., Karashaev M.M., Ryzhkov P.V. Low cycle dwell fatigue testing of heat resistant metallic materials (review)

138 Laptev A.B., Zakirova L.I., Zagorskikh O.A., Pavlov M.R., Gorbovets M.A. Methods of investigation of the processes of corrosion-mechanical destruction and hydrogenation of metals (review). Part 2. Formation of passive films and hydrogen sulfide cracking of steels

Conferences of
NRC «Kurchatov Institute» – VIAM

147 The solution of the III All-Russian Scientific and Technical Conference «Modern achievements in the field of development of advanced light alloys and coatings for aviation and space engineering», devoted to the Day of the astronautics

Научная статья

УДК 669.725

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-3-14

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ БЕРИЛЛИЙСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ ВНС32-ВИ

А.Н. Мосолов¹, Г.С. Севальнев¹, С.А. Крылов¹, А.В. Скугорев¹, И.А. Чирков²

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)», Москва, Россия; bauman@bmstu.ru

Аннотация. Проведено исследование структуры, твердости и триботехнических характеристик бериллийсодержащей стали ВНС32-ВИ после упрочняющей термической обработки. Металлографический анализ позволил установить, что структура данной стали состоит из мартенсита, δ -феррита и упрочняющих фаз: NiBe, Cr₂₃C₆ и (Nb, Ti)C₂. Результаты исследований триботехнических характеристик свидетельствуют, что скорость изнашивания у стали ВНС32-ВИ, по сравнению с подшипниковой сталью 95Х18-Ш, на 15–20 % меньше при испытаниях в условиях сухого трения скольжения в паре трения со сталью мартенситного класса ШХ15-ШД.

Ключевые слова: бериллий, бериллийсодержащая сталь, твердость, износостойкость, коэффициент трения, δ -феррит

Для цитирования: Мосолов А.Н., Севальнев Г.С., Крылов С.А., Скугорев А.В., Чирков И.А. Исследование структуры и свойств бериллийсодержащей стали ВНС32-ВИ // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-3-14.

Scientific article

STUDY OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF BERYLLIUM-CONTAINING STEEL VNS32-VI

A.N. Mosolov¹, G.S. Sevalnev¹, S.A. Krylov¹, A.V. Skugorev¹, I.A. Chirkov²

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

²Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education «Bauman Moscow State Technical University», Moscow, Russia; e-mail: bauman@bmstu.ru

Abstract. The structure, hardness, and tribotechnical characteristics of beryllium-containing steel VNS32-VI after hardening heat treatment have been studied. Metallographic analysis made it possible to establish that the structure of VNS32-VI consists of martensite, δ -ferrite and strengthening phases: NiBe, Cr₂₃C₆ and (Nb, Ti)C₂. Based on the results of studies of tribotechnical characteristics, it was found that, compared with bearing steel 95Kh18-Sh, the wear rate of VNS32-VI steel by 15–20 % less when tested under conditions of dry sliding friction in a pair of friction with steel of the martensitic class ShKh15-SHD.

Keywords: beryllium, beryllium-containing steel, hardness, wear resistance, friction coefficient, δ -ferrite

For citation: Mosolov A.N., Sevalnev G.S., Krylov S.A., Skugorev A.V., Chirkov I.A. Study of the structure and properties of beryllium-containing steel VNS32-VI. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-3-14.

Введение

В современных технических системах автоматического управления с использованием гидроавтоматики в золотниковых деталях авиационного двигателя реализуется процесс фрикционного взаимодействия, способный приводить к износу узла. От бесперебойной и надежной работы формируемой пары трения зависит ресурс узлов системы автоматического управления газотурбинным двигателем. Для обеспечения высокой надежности работы данные детали изготавливают из материалов с комплексом специальных свойств: высокими прочностными характеристиками и износостойкостью при фрикционном взаимодействии, а также с достаточной коррозионной стойкостью.

В рамках «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» перспективными материалами, обеспечивающими требуемый комплекс механических характеристик и способными работать в условиях экстремальных нагрузок, являются комплексно-легированные стали [1–12]. При реализации механизма упрочнения за счет мартенситного превращения и дисперсионного твердения при температурах в интервале 400–600 °С комплексно-легированные стали способны работать в условиях интенсивного изнашивания и контактной усталости, что наиболее важно при фрикционном и кавитационном взаимодействии пары трения в среде жидкости.

Выпускаемые в настоящее время отечественные стали типа 95Х18-Ш, 110Х18М-ШД и их зарубежные аналоги 440В, 440С не в полной мере отвечают требованиям, предъявляемым к деталям и узлам перспективных изделий авиационной техники по ресурсным показателям в агрессивной среде, точности и надежности работы систем топливотрегулирующей аппаратуры и др. Применение перспективных высокопрочных коррозионностойких сталей типа ВНС72-Ш с развитой системой легирования не обеспечивает достаточного уровня износостойкости, что в значительной степени может снизить точность показаний и надежность автоматических систем управления.

Необходимого уровня требуемых характеристик достигают благодаря применению сталей системы Fe–Cr–Ni и дополнительному легированию элементами, обеспечивающими упрочнение твердого раствора и дисперсионное твердение. На базе исследований, проведенных в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, были разработаны бериллийсодержащие стали ЭИ928, ЭП354 и ВНС13, выпускавшиеся до 1990-х гг. Применение бериллия в качестве легирующего элемента благоприятно сказывается на уровне механических характеристик и существенно улучшает износостойкость, стойкость к коррозии и модуль упругости [13–28]. Совокупность исследований и полученных результатов позволила разработать бериллийсодержащую сталь ВНС32-ВИ (32Х13Н6К3М2БДЛТ-ВИ), обладающую высокой износостойкостью и способную работать в условиях агрессивных сред топливотрегулирующей аппаратуры, гидросистем авиационной и ракетной техники [29, 30].

Помимо положительного влияния на уровень характеристик сплавов на основе железа, бериллий также может оказывать отрицательное воздействие на формирование структуры и уровень механических свойств. Развитая система легирования стали ВНС32-ВИ, включающая высокое содержание сильных α -стабилизирующих элементов хрома, молибдена, ниобия и титана, в совокупности с бериллием приводит к возникновению в структуре δ -феррита, который оказывает негативное влияние на уровень прочностных и пластических характеристик. С точки зрения триботехнического назначения δ -феррит обладает высокой стабильностью, так как является высокотемпературной модификацией железа, что практически не сказывается на работе пары трения.

Цель данной работы – исследование структуры и свойств бериллийсодержащей стали ВНС32-ВИ, а также оценка фрикционного взаимодействия со стальным и керамическим контртелом.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 8.2. «Высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие свариваемые стали с высокой вязкостью разрушения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Материалы и методы

В качестве объектов исследования использовали образцы, вырезанные из прутков стали ВНС32-ВИ (32Х13Н6К3М2БДЛТ-ВИ) [30]. Химический состав образцов соответствовал требованиям ТУ 14-1-3695–84 «Прутки горячекатаные и кованые из коррозионностойкой стали марки 32Х13Н6К3М2БДЛТ (СЭС1-ВИ, ВНС32-ВИ). Опытно-промышленная партия».

Выплавку стали ВНС32-ВИ проводили в Воскресенском экспериментальном технологическом центре (ВЭТЦ) НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002 с емкостью тигля 35 кг. Заливку слитков стали выполняли в конусную чугунную изложницу с надставкой. Горячую деформацию слитков для получения прутков осуществляли методом поперечно-винтовой прокатки.

Металлографический анализ структур стали после упрочняющей термической обработки и исследования дорожек износа проводили на оптическом микроскопе Olympus GX-51 при увеличениях $\times 50$, $\times 500$, $\times 1000$. Для выявления структуры изготовленные микрошлифы травили электролитически в 10 %-ном растворе щавелевой кислоты. Определение структурных составляющих проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Hitachi SU8010 в режиме вторичных и обратноотраженных электронов при рабочих увеличениях $\times 2500$ и ускоряющем напряжении 15 кВ с приставкой для проведения микрорентгена спектрального анализа с применением программного обеспечения AZtec. Для анализа распределения легирующих элементов в структуре матрицы выполняли поэлементное картирование энергодисперсионных спектров.

ДюрOMETрические исследования образцов из стали ВНС32-ВИ после полного цикла упрочняющей термической обработки проводили на твердомере Durascan 20 при нагрузках 0,5; 1 и 10 Н (50, 100 и 1000 г) по ГОСТ 2999–75.

Для оценки механизма фрикционного взаимодействия пары трения из стали ВНС32-ВИ со сталью мартенситного класса ШХ15-ШД и оксидной керамикой ZrO_2 проведены испытания на изнашивание в условиях сухого трения скольжения по схеме «стержень–диск». В качестве прибора использовали трибометр Nanovea T-50, позволяющий проводить испытания в условиях сухого и граничного трения, а также в условиях погружения пары трения полностью в смазочный материал. Для оценки износостойкости выбраны следующие параметры испытания: скорость движения при испытании на изнашивание $\sim 0,1$ м/с; нагрузка на стержень с контртелом в виде шарика 1000 г (10 Н). В качестве контртела использовали сталь марки ШХ15-ШД диаметром 6 мм с твердостью поверхности 990 HV и оксидную керамику ZrO_2 диаметром 10 мм с твердостью поверхности 1400 HV. Оценку характера фрикционного взаимодействия проводили по взаимному износу образца и контртела относительно начальной площади контакта, который регистрировали с помощью датчика линейного перемещения LVDT. Количественную оценку износостойкости при испытаниях на изнашивание в условиях сухого трения скольжения осуществляли по скорости износа образца W и контртела $W_{\text{контр}}$ ($\text{мм}^3/(\text{Н}\cdot\text{м})$). Данные величины рассчитывали по следующим формулам [7]:

$$W = s \cdot (l/P \cdot L),$$

где l – длина окружности дорожки износа, мм; s – площадь сечения канавки износа, мм²; P – нагрузка, Н; L – путь трения, м;

$$W_{\text{контр}} = \Delta V_{\text{шар}}/PL,$$

где $\Delta V_{\text{шар}}$ – износ объема поверхности контртела, мм³.

Результаты и обсуждение

Коррозионностойкая бериллийсодержащая сталь ВНС32-ВИ (32Х13Н6К3М2БДЛТ-ВИ) включает углерод в количестве 0,32 % (по массе) и имеет высокое содержание активных карбидообразующих элементов, таких как хром, молибден, ниобий и титан, в результате чего после термической обработки одним из ведущих механизмов упрочнения является образование мелкодисперсных карбидов. Для повышения активности дисперсионного твердения сталь также содержит бронзу и кобальт, способствующие ускорению диффузионных процессов в стали.

Исследования, проведенные в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в области упрочнения дисперсионно-твердеющих сплавов системы Ni–Be [13], а также обзор научно-технической литературы по упрочнению сплавов на основе алюминия, меди, никеля и железа [14–28] позволили установить, что добавление бериллия в мартенситно-старяющиеся и высоконикелевые стали приводит к формированию упрочняющих фаз NiBe при отпуске в интервале температур 400–500 °С. Это дает возможность разрабатывать бериллийсодержащие стали, работающие при температурах до 450 °С.

После термической обработки, включающей закалку, обработку холодом и дисперсионное твердение, в структуре стали присутствуют мартенсит, δ -феррит, мелкодисперсные избыточные фазы, а также включения NiBe размером от 1 до 10 мкм (рис. 1). В структуре стали также присутствуют избыточные фазы остроугольной формы размером от 5 до 25 мкм. Анализ микроструктуры по серии изображений позволил рассчитать количество δ -феррита в структуре стали, содержание которого изменяется в пределах от 20 до 30 %. Для более точного определения содержания δ -феррита необходимо проводить исследования с помощью дополнительных методов.

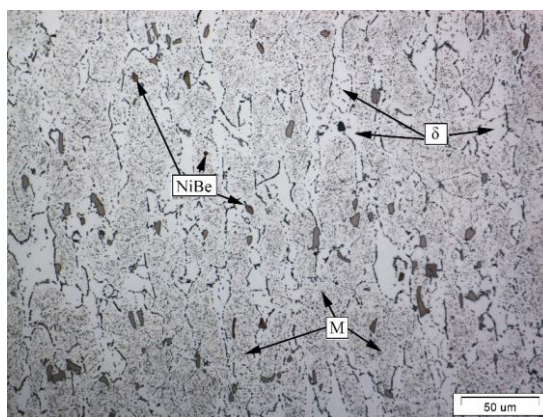


Рис. 1. Микроструктура ($\times 500$) стали ВНС32-ВИ после полного цикла упрочняющей термической обработки

Для определения состава крупных избыточных фаз выполнен рентгеноспектральный микроанализ с применением энергодисперсионного картирования химических элементов в исследуемой области. По результатам анализа микроструктуры (рис. 2, а) и определения стехиометрического состава избыточных фаз установлено, что фазами являются карбиды (Nb, Ti)C₂ (рис. 2, б).

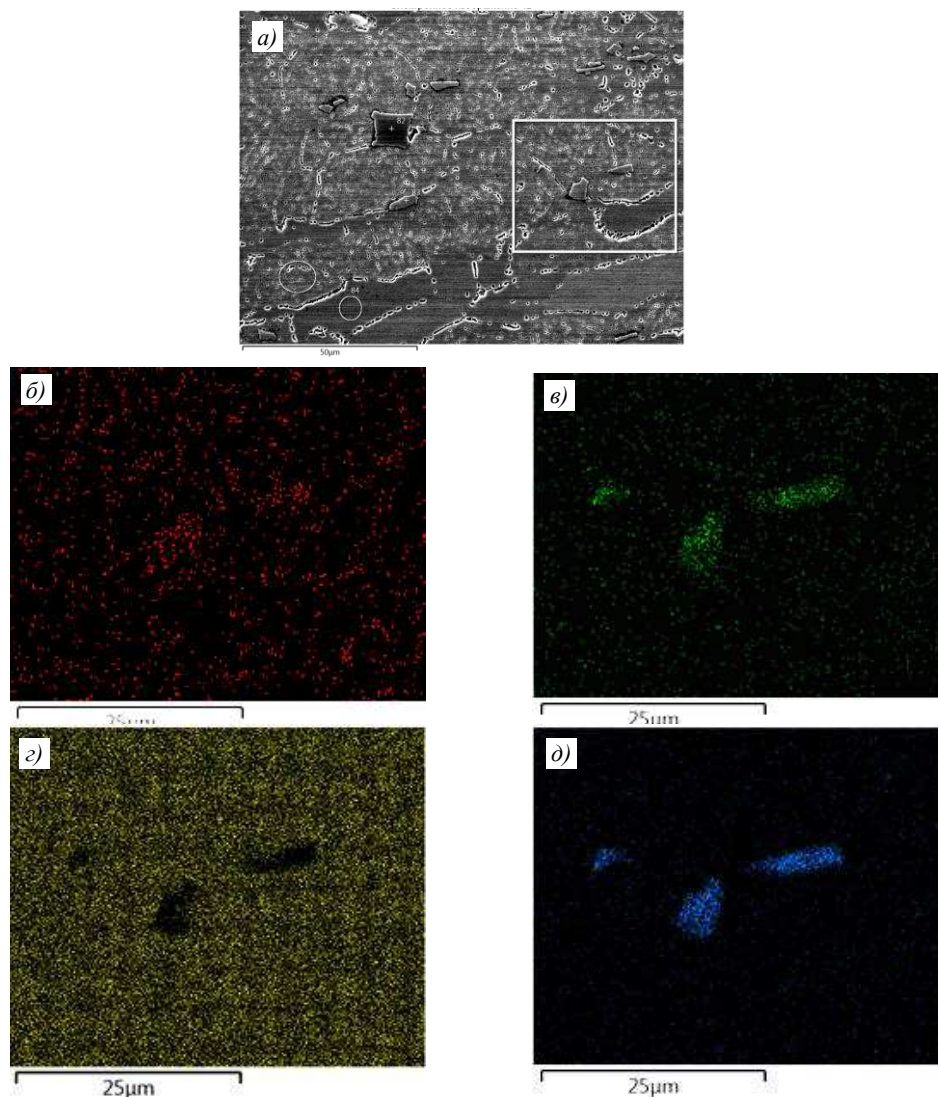


Рис. 2. Электронное изображение структуры (а) и карты энергодисперсионных спектров по химическим элементам С (б), Ti (е), Fe (з) и Nb (д) стали ВНС32-ВИ

В структуре, помимо крупных, присутствуют и мелкодисперсные фазы преимущественно глобулярной формы, которые располагаются как в теле, так и по границе зерна. Определение химического состава фазы с помощью локального анализа, а также расчет стехиометрического состава позволили выявить, что мелкодисперсными избыточными фазами являются карбиды хрома Cr_{23}C_6 (рис. 3). Вследствие формирования мелкодисперсных частиц >1 мкм характеристическое рентгеновское излучение в спектре 92 захватывает не только частицу, но и матрицу.

После упрочняющей термической обработки твердость образцов составила 830 HV. Исследование распределения твердости по структурным составляющим позволило установить, что δ -феррит обладает твердостью 930 HV, в то время как мартенсит с наличием мелкодисперсных избыточных фаз в теле зерна имеет твердость 810 HV. Высокая твердость фазы δ -феррита обусловлена повышенной растворимостью в нем легирующих элементов Cr и Mo, способствующих упрочнению объемноцентрированной кристаллической решетки железа.

Основная область применения стали ВНС32-ВИ – в парах трения, способных работать в условиях интенсивного изнашивания при экстремальных температурах до

450 °С и воздействию коррозионно-активной среды. Аналогичной сталью, которая способна работать в подобных условиях, является сталь мартенситного класса 95X18-Ш, однако термическая обработка в интервале температур 400–500 °С приводит к ее разупрочнению и снижению твердости с 58 до 54–55 HRC.

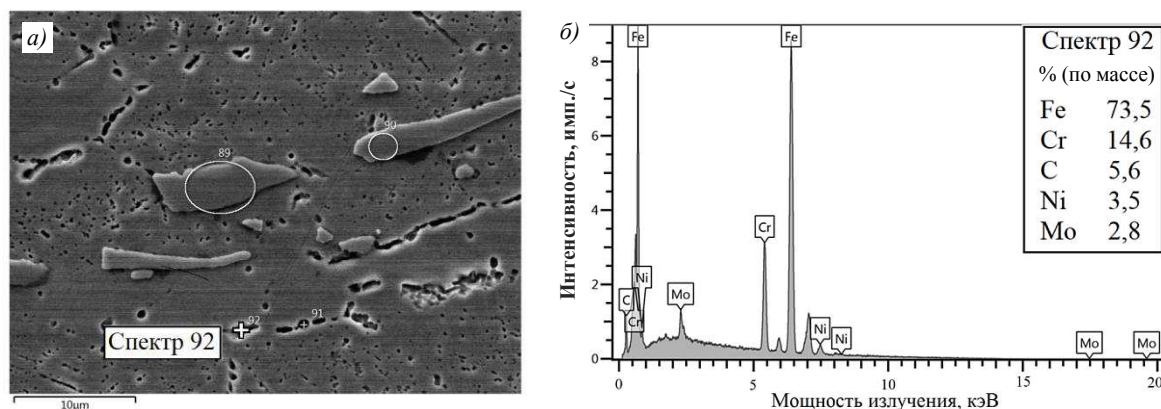


Рис. 3. Электронное изображение структуры (а) и энергодисперсионный спектр характеристического рентгеновского излучения фазы Cr_{23}C_6 и матрицы (б)

Анализ механизма фрикционного взаимодействия стали ВНС32-ВИ проводили при испытаниях в условиях сухого трения скольжения в паре трения со сталью мартенситного класса ШХ15-ШД, а также с оксидной керамикой ZrO_2 . Результаты испытаний пары трения стали ВНС32-ВИ с шариком диаметром 6 мм из стали ШХ15-ШД (рис. 4) свидетельствуют, что фрикционное взаимодействие сталей в условиях сухого трения скольжения сопровождается достаточно быстрой приработкой (3–4 мин), а также относительно низким средним коэффициентом трения ($\mu \approx 0,4$) при данной схеме нагружения. Формирование высокотвердых структур высокоотпущенного мартенсита и стабильного δ -феррита может оказывать положительное влияние на фрикционное взаимодействие со сталями мартенситного класса высокой твердости. Изменение положения датчика взаимного износа относительно начальной площади контакта свидетельствует о постоянном упругом выдавливании продуктов износа из зоны контакта. Это также подтверждается исследованиями дорожки скольжения после испытаний на изнашивание, на которой отсутствуют значительные следы наволакивания продуктов износа (рис. 5).

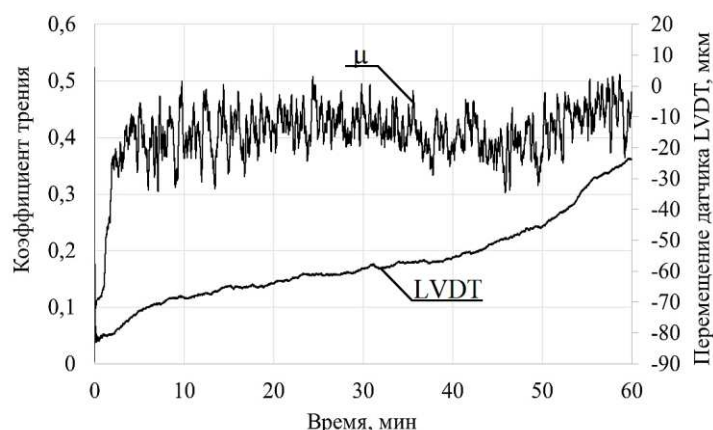


Рис. 4. Изменение коэффициента трения μ во времени и положения датчика взаимного износа LVDT при испытании на изнашивание в условиях сухого трения скольжения стали ВНС32-ВИ в паре трения со сталью ШХ15-ШД

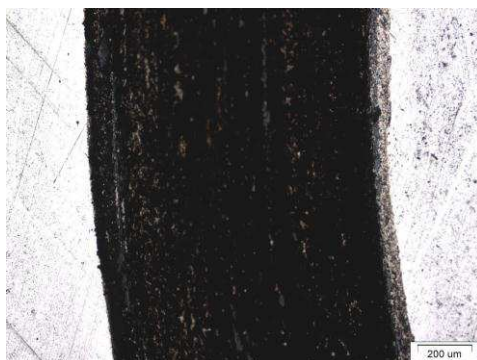


Рис. 5. Вид дорожки износа ($\times 100$) после испытания на изнашивание в условиях сухого трения скольжения стали ВНС32-ВИ в паре трения со сталью ШХ15-ШД

При испытании на изнашивание в условиях сухого трения скольжения бериллийсодержащей стали ВНС32-ВИ в паре трения с шариком из оксидной керамики ZrO_2 получен совершенно противоположный результат. Приработка пары трения происходит в два этапа с входом на площадку стационарного режима трения с высоким коэффициентом трения ($\mu \approx 0,8$) в течение 7 мин и последующим его ускоренным ростом (до 1,17) в течение 3 мин (рис. 6). Такие высокие значения коэффициента трения могут быть связаны с довольно высокой хрупкостью δ -феррита, а также с расположением мелкодисперсных карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зерен, в результате чего могут происходить хрупкое скалывание поверхности и образование абразива, попадающего в зону трибоконтакта. В то же время изменение положения датчика LVDT свидетельствует о постоянном наволакивании материала в зоне трибоконтакта. Металлографическое исследование дорожки скольжения показывает отсутствие налипших продуктов износа на дорожку скольжения (рис. 7), однако на ней присутствуют многочисленные поры, что может подтверждать предположение о скалывании поверхности и образовании абразивных частиц из продуктов износа, задерживающихся в зоне контакта и повышающих коэффициент трения.

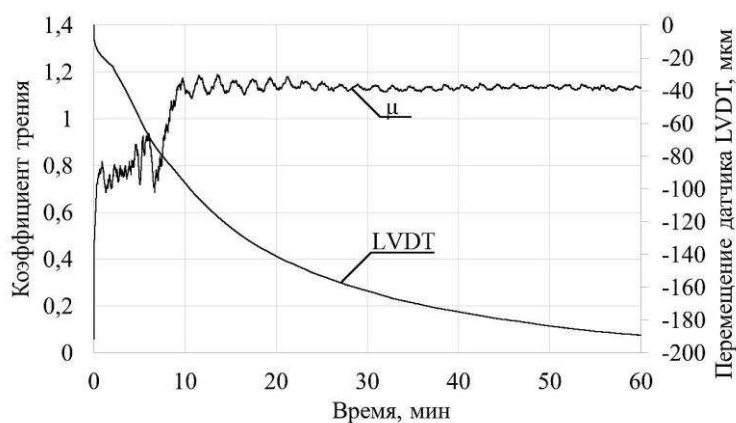


Рис. 6. Изменение коэффициента трения μ во времени и положения датчика взаимного износа LVDT при испытании на изнашивание в условиях сухого трения скольжения стали ВНС32-ВИ в паре трения с оксидной керамикой ZrO_2

Анализ полученных результатов скорости износа бериллийсодержащей стали ВНС32-ВИ в паре трения со сталью ШХ15-ШД показывает, что износостойкость стали ВНС32-ВИ в аналогичных условиях испытаний больше скорости износа стали 95X18-Ш на 15–20 %, в то время как сталь 95X18-Ш после закалки, обработки холодом и низкого

отпуска имеет высокую твердость 800 HV (рис. 8). Несмотря на высокие значения коэффициента трения в паре трения с оксидной керамикой, скорость изнашивания стали ВНС32-ВИ меньше в 6 раз, чем при испытании в паре трения со сталью ШХ15-ШД. Это, по-видимому, связано с высокой стабильностью структуры δ -феррита, являющегося высокотемпературной модификацией железа. Процесс износа при работе пары трения подчиняется адгезионно-деформационной теории, в которой реализуются два компонента – адгезионное взаимодействие с поверхностью и ее значительные деформации. Обладая высокими стабильностью и твердостью, δ -феррит в паре трения сопротивляется как адгезионному, так и деформационному воздействию, что может приводить к значительному снижению износа поверхности при работе в паре трения с керамическими материалами.



Рис. 7. Вид дорожки износа ($\times 100$) после испытания на изнашивание в условиях сухого трения скольжения стали ВНС32-ВИ в паре трения с оксидной керамикой ZrO_2

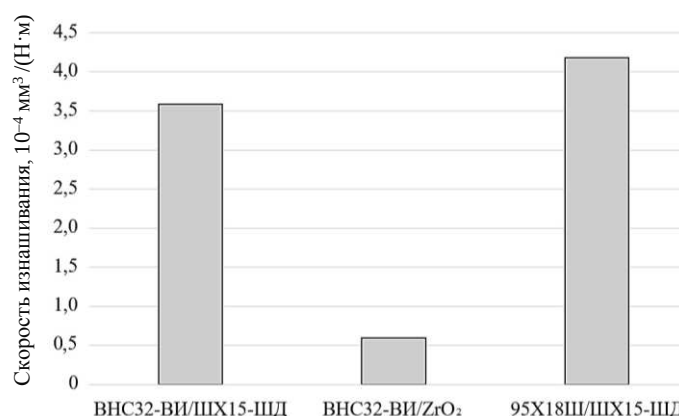


Рис. 8. Скорости изнашивания образцов (в числителе) с различными образцами (в знаменателе) в паре трения после испытаний на изнашивание в условиях сухого трения скольжения

Анализ полученных результатов скорости износа контртела (рис. 9) показывает, что уровень фрикционного взаимодействия в паре трения ВНС32-ВИ/ШХ15-ШД более высокий, чем в паре трения 95X18-Ш/ШХ15-ШД, что может повысить ресурс работы изделия.

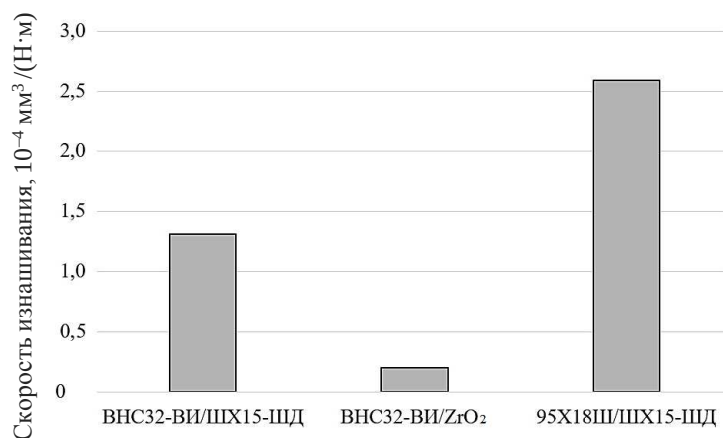


Рис. 9. Скорости изнашивания контртел (в знаменателе) с различными образцами (в числителе) в паре трения после испытаний на изнашивание в условиях сухого трения скольжения

Заключения

Для обеспечения высокой надежности работы узлов современных технических систем автоматического управления с использованием гидроавтоматики требуются стали, обладающие повышенной износостойкостью, стойкостью к коррозионно-агрессивным средам и способные работать при температурах до 450 °С.

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана бериллийсодержащая сталь ВНС32-ВИ, обладающая высоким уровнем твердости и износостойкости, упрочняемая за счет мартенситного превращения и дисперсионного твердения. По результатам металлографического анализа установлено, что в структуре стали ВНС32-ВИ присутствуют δ -феррит, мартенсит и упрочняющие фазы NiBe, Cr₂₃C₆ и (Nb, Ti)C₂. Благодаря формированию такой структуры твердость стали ВНС32-ВИ после полного цикла упрочняющей термической обработки составляет 830 HV.

Результаты испытаний на изнашивание в условиях сухого трения скольжения свидетельствуют, что сталь ВНС32-ВИ в паре трения со сталью ШХ15-ШД обладает относительно низким коэффициентом трения ($\mu \approx 0,4$) при испытаниях по схеме «стержень–диск» и скоростью изнашивания на 15–20 % меньше по сравнению со скоростью изнашивания стали 95Х18-Ш, испытанной при тех же условиях. Анализ результатов испытаний стали ВНС32-ВИ в паре трения с оксидной керамикой ZrO₂ позволил установить более высокое значение коэффициента трения ($\mu \approx 1,17$), большее время приработки, однако скорость изнашивания оказалась в 6 раз меньше по сравнению с парой трения «сталь–сталь». Такие результаты, по-видимому, связаны с высокими стабильностью и твердостью δ -феррита как структурной составляющей.

Список источников

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. Каблов Е.Н. России нужны материалы нового поколения // *Редкие земли*. 2014. № 3. С. 8–13.
4. Kablov E.N. New Generation Materials and Technologies for Their Digital Processing // *Herald of the Russian Academy of Sciences*. 2020. Vol. 90. No. 2. P. 225–228.
5. Блинов В.М., Лукин Е.И., Блинов Е.В. и др. Особенности разрушения при растяжении коррозионностойких аустенитных сталей со сверхравновесным содержанием азота и различным содержанием ванадия // *Деформация и разрушение материалов*. 2021. № 4. С. 10–14. DOI: 10.31044/1814-4632-2021-4-10-14.
6. Куксенова Л.И., Герасимов С.А., Алексеева М.С., Громов В.И. Влияние вакуумной химико-термической обработки на износостойкость сталей ВКС-7 и ВКС-10 // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 1 (50). С. 3–8. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-3-8.
7. Севальнев Г.С., Севальнева Т.Г., Колмаков А.Г., Дульнев К.В., Крылов С.А. Исследование триботехнических характеристик коррозионностойких сталей с различным механизмом объемного упрочнения // *Труды ВИАМ*. 2021. № 10 (104). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.10.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.
8. Севальнев Г.С., Севальнева Т.Г., Колмаков А.Г., Дульнев К.В., Язвницкий М.Ю. Влияние фазового состава аустенитно-мартенситной трип-стали ВНС9-Ш на характеристики сухого трения скольжения в трибоконтакте со сталью ШХ15 // *Деформация и разрушение материалов*. 2021. № 10. С. 20–27. DOI: 10.31044/1814-4632-2021-10-20-27.
9. Оспенникова О.Г. Итоги реализации стратегических направлений по созданию нового поколения жаропрочных литейных и деформируемых сплавов и сталей за 2012–2016 гг. // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № S. С. 17–23. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-17-23.

10. Тоньшева О.А., Вознесенская Н.М., Шестаков И.И., Елисеев Э.А. Влияние режимов высокотемпературной термомеханической обработки на структуру и свойства высокопрочной коррозионностойкой стали аустенито-мартенситного класса 17X13H4K6CAM3ч // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 1 (46). С. 11–16. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-1-11-16.
11. Вознесенская Н.М., Тоньшева О.А., Леонов А.В., Дульнев К.В. Влияние водорода на свойства высокопрочной коррозионностойкой стали ВНС65-III (18X13H4K4C2AM3-III) и пути устранения водородной хрупкости // *Труды ВИАМ*. 2018. № 10 (70). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.02.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-10-3-9.
12. Громов В.И., Вознесенская Н.М., Покровская Н.Г., Тоньшева 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.
13. Севальнев Г.С., Громов В.И., Елисеев Э.А., Леонов А.В. Влияние термической обработки на формирование структуры и свойств в никель-бериллиевом сплаве 97НЛ-ВИ // *Труды ВИАМ*. 2018. № 6 (66). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.12.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-3-11.
14. Папилов И.И. Бериллий в сплавах: справочник. М.: Энергоатомиздат, 1986. 184 с.
15. Фридляндер И.Н., Яценко К.П., Терентьева Т.Е., Хелковский-Сергеев Н.А. Бериллий – материал современной техники. М.: Металлургия, 1992. 128 с.
16. Shatinskii V.F., Zbozhnaya O.M. The impregnation of 1Kh18N8T steel by beryllium and the corrosion resistance of the coating in molten lithium // *Material Science*. 1974. No. 8. P. 573–575.
17. Жубаев А.К., Бектурган Н.Б., Куватбаева К.К., Нуртазина А.С. Исследование фазово-структурного состояния нержавеющей стали с бериллием // *Фундаментальные проблемы радиоэлектронного приборостроения*. 2014. Т. 14. № 3. С. 70–73.
18. Дворецков Р.М., Волкова О.С., Радзиковская В.Н., Бурова В.Н. Определение бериллия в современных авиационных материалах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // *Труды ВИАМ*. 2016. № 4 (40). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.12.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-4-5-5.
19. Naik B.G., Sivasubramanian N. Applications of beryllium and its alloys // *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*. 1994. Vol. 13. No. 1. P. 243–251.
20. Пастухова Ж.П., Рахштадт А.Г. Пружинные сплавы меди. М.: Металлургия, 1979. 336 с.
21. Рахштадт А.Г. Пружинные сплавы. М.: Металлургия, 1965. 363 с.
22. Осинцев О.Е., Федоров В.Н. Медь и медные сплавы. Отечественные и зарубежные марки: справочник. М.: Машиностроение, 2004. 336 с.
23. Двойные и многокомпонентные системы на основе меди: справочник / под ред. Н.Х. Абрикосова. М.: Наука, 1979. 248 с.
24. Смирягин А.П., Смирягина Н.А., Белова А.В. Промышленные цветные металлы и сплавы. М.: Металлургия, 1974. 488 с.
25. Тихонов Б.С. Низколегированные сплавы на основе меди. М.: Цветметинформация, 1977. 75 с.
26. Папилов И.И. Структура и свойства сплавов бериллия: справочник. М.: Энергоиздат, 1981. 368 с.
27. Международный транслятор современных сталей и сплавов. М.: Наука и техника, 1993. Т. 3: Международная инженерная энциклопедия / под ред. В.Л. Кершенбаума. 640 с.
28. Гудремон Э. Специальные стали: в 2 т. / пер. с нем. А.С. Займовского, М.Л. Бернштейна, В.С. Меськина. 2-е изд., сокр. и перераб. М.: Металлургия, 1966. Т. 2. 540 с.
29. Щербakov А.И., Мосолов А.Н., Калицев В.А. Восстановление технологии получения бериллийсодержащей стали ВНС-32-ВИ // *Труды ВИАМ*. 2014. № 5. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.02.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-5-1-1.
30. Высокопрочная бериллийсодержащая сталь: пат. 2600467 Рос. Федерация. № 2015125065/02; заявл. 25.06.15; опубл. 20.10.16.

References

1. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

2. Kablov E.N. What is the future to be made of? Materials of a new generation, technologies for their creation and processing - the basis of innovation. *Krylya Rodiny*, 2016, no. 5, pp. 8–18.
3. Kablov E.N. Russia Needs New Generation Materials. *Redkiye zemli*, 2014, no. 3, pp. 8–13.
4. Kablov E.N. New Generation Materials and Technologies for Their Digital Processing. *Herald of the Russian Academy of Sciences*, 2020, vol. 90, no. 2, pp. 225–228.
5. Blinov V.M., Lukin E.I., Blinov E.V. Tensile fracture features of corrosion-resistant austenitic steels with superequilibrium nitrogen content and different vanadium content. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2021, no. 4, pp. 10–14. DOI: 10.31044/1814-4632-2021-4-10-14.
6. Kuksenova L.I., Gerasimov S.A., Alekseeva M.S., Gromov V.I. Influence of vacuum chemical and thermal processing on wear resistance of VKS-7 and VKS-10 steels. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 1, pp. 3–8. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-3-8.
7. Sevalnev G.S., Sevalneva T.G., Kolmakov A.G., Dulnev K.V., Krylov S.A. Study of the tribo-technical characteristics of corrosion-resistant steels with different mechanisms of volumetric hardening. *Trudy VIAM*, 2021, no. 10 (104). paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: 16 October, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.
8. Sevalnev G.S., Sevalneva T.G., Kolmakov A.G., Dulnev K.V., Yazvitsky M.Yu. Influence of the phase composition of austenitic-martensitic trip-steel VNS9-Sh on the characteristics of dry sliding friction in tribocontact with steel ShKh15. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2021, no. 10, pp. 20–27. DOI: 10.31044/1814-4632-2021-10-20-27.
9. Ospennikova O.G. Implementation results of the strategic directions on creation of new generation of heat-resisting cast and wrought alloys and steels for 2012–2016. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 17–23. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-17-23.
10. Tonysheva O.A., Voznesenskaya N.M., Shestakov I.I., Elisseyev E.A. Influence of modes of high-temperature thermomechanical processing on structure and properties of high-strength corrosion-resistant steel of austenitic-martensitic class 17X13H4K6CAM3ч. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. 1 (46), pp. 11–16. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-11-16.
11. Voznesenskaya N.M., Tonysheva O.A., Leonov A.V., Dulnev K.V. Hydrogen influence on high-strength corrosion-resistant steel VNS65-Sh properties and ways of elimination of hydrogen embrittlement. *Trudy VIAM*, 2018, no. 10 (70), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 1, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-10-3-9.
12. Gromov V.I., Voznesenskaya N.M., Pokrovskaya N.G., Tonysheva O.A. High-strength constructional and corrosion-resistant steels developed by VIAM for aviation engineering. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 159–174. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-159-174.
13. Sevalnev G.S., Gromov V.I., Elisseyev A., Leonov A.V. Influence of heat treatment on the formation of structure and properties in the nickel-beryllium alloy 97NL-VI. *Trudy VIAM*, 2018, no. 6 (66), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 12, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-3-11.
14. Papirov I.I. Beryllium in alloys: reference book. Moscow: Energoatomizdat, 1986, 184 p.
15. Fridlyander I.N., Yatsenko K.P., Terenteva T.E., Helkovsky-Sergeev N.A. Beryllium is the material of modern technology. Moscow: Metallurgiya, 1992, 128 p.
16. Shatinskii V.F., Zbozhnaya O.M. The impregnation of 1Kh18N8T steel by beryllium and the corrosion resistance of the coating in molten lithium. *Material Science*, 1974, no. 8, pp. 573–575.
17. Zhubaev A.K., Bekturgan N.B., Kuvatbaeva K.K., Nurtazina A.S. Investigation of the phase-structural state of stainless steel with beryllium // *Fundamentalnye problemy radioelektronnogo priborostroyeniya*, 2014. vol. 14, no. 3, pp. 70–73.
18. Dvoretsov R.M., Volkova O.S., Radzikovskaya V.N., Burova V.N. Determination of beryllium in modern aviation materials by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma. *Trudy VIAM*, 2016, no. 4, paper no. 5. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 12, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-4-5-5.
19. Naik B.G., Sivasubramanian N. Applications of beryllium and its alloys. *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, 1994, vol. 13, no. 1, pp. 243–251.
20. Pastukhova Zh.P., Rakhshadt A.G. Spring copper alloys. Moscow: Metallurgiya, 1979, 336 p.
21. Rakhshadt A.G. Spring alloys. Moscow: Metallurgiya, 1965, 363 p.
22. Osintsev O.E., Fedorov V.N. Copper and copper alloys. Domestic and foreign brands: reference book. Moscow: Mashinostroenie, 2004, 336 p.

23. Double and multi-component systems based on copper: reference book. Ed. N.Kh. Abrikosov. Moscow: Nauka, 1979, 248 p.
24. Smiryagin A.P., Smiryagina N.A., Belova A.V. Industrial non-ferrous metals and alloys. Moscow: Metallurgiya, 1974, 488 p.
25. Tikhonov B.S. Low alloys based on copper. Moscow: Tsvetmetinformatsiya, 1977, 75 p.
26. Papirov I.I. Structure and properties of beryllium alloys: reference book. Moscow: Energoizdat, 1981, 368 p.
27. International translator of modern steels and alloys. Moscow: Nauka i tekhnika, 1993, vol. 3: International engineering encyclopedia. Ed. V.L. Kershenbaum. 640 p.
28. Goodremont E. Special steels: in 2 vols. 2nd ed., rev and add. Moscow: Metallurgiya, 1966, vol. 2, 540 p.
29. Cherbakov A.I., Mosolov A.N., Kalicev V.A. Recovery of technology for the beryllium-containing steel VNS-32-VI obtaining. Trudy VIAM, 2014, no. 05, paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 1, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-5-1-1.
30. High-strength beryllium-containing steel: pat. 2600467 Rus. Federation, no. 2015125065/02; filed 25.06.15; publ. 20.10.16.

Информация об авторах

Мосолов Алексей Николаевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Севальнев Герман Сергеевич, ведущий инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Крылов Сергей Алексеевич, заместитель начальника лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Скугорев Александр Викторович, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Чирков Иван Александрович, студент, МГТУ им. Н.Э. Баумана, bauman@bmstu.ru

Information about the authors

Alexey N. Mosolov, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

German S. Sevalnev, Leading Engineer, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergei A. Krylov, Deputy Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Alexander V. Skugorev, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ivan A. Chirkov, student, Bauman Moscow State Technical University, bauman@bmstu.ru

Статья поступила в редакцию 18.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 28.02.2022.

The article was submitted 18.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 28.02.2022.

Научная статья

УДК 691.666.1-9

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-15-25

ХАРАКТЕРИСТИКИ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ В ДЕФОРМИРУЕМЫХ ОБРАЗЦАХ ИЗ СТЕКЛОПЛАСТИКА С РАЗЛИЧНЫМИ РЕЖИМАМИ ОТВЕРЖДЕНИЯ

Е.А. Вешкин¹, С.Е. Истягин¹, С.Г. Кирилин¹, В.В. Семенычев¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Образцы из листа стеклопластика толщиной 1,6 мм с различными режимами отверждения матрицы нагружали в упругой области по схеме консольного изгиба. При этом регистрировали как экстремальные, так и средние значения частот и амплитуд эмиссионных сигналов, кроме того, вели регистрацию длительности сигналов акустической эмиссии. Критериями, оценивающими степень отверждения матрицы, выбрали величину ее микротвердости. Зарегистрированные сигналы акустической эмиссии на различных образцах анализировали с учетом значений микротвердости матрицы, после чего строили соответствующие зависимости.

Ключевые слова: стеклопластик, режимы отверждения, микротвердость, акустическая эмиссия, микроскопические исследования, склерометрия

Для цитирования: Вешкин Е.А., Истягин С.Е., Кирилин С.Г., Семенычев В.В. Характеристики акустической эмиссии в деформируемых образцах из стеклопластика с различными режимами отверждения // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-15-25.

Scientific article

ACOUSTIC EMISSION CHARACTERISTICS IN DEFORMABLE FIBERGLASS SAMPLES WITH DIFFERENT CURING MODES

E.A. Veshkin¹, S.E. Istyagin¹, S.G. Kirilin¹, V.V. Semenychev¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. Samples of 1.6 mm thick fiberglass plastic sheet with different matrix curing modes were loaded in the elastic region according to the cantilever bending scheme. Both extreme and average values of frequencies and amplitudes of emission signals were recorded, besides, the duration of acoustic emission signals was recorded too. The criteria for evaluating the degree of matrix curing were the value of its microhardness. The acoustic emission signals recorded on various samples were analyzed with the matrix microhardness values taken into account, after which the corresponding dependences were plotted.

Keywords: fiberglass, curing modes, microhardness, acoustic emission, microscopic studies, sclerometry

For citation: Veshkin E.A., Istyagin S.E., Kirilin S.G., Semenychev V.V. Acoustic emission characteristics in deformable fiberglass samples with different curing modes. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 02. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-15-25.

Введение

Как известно, акустико-эмиссионный контроль является пассивным методом контроля. Его идея заключается в том, чтобы регистрировать упругие и переходные волны, появляющиеся в теле объекта в связи с изменением его структуры, к которым следует отнести возникновение напряженных состояний, деформаций, внешних механических воздействий и т. д. [1]. Согласно ГОСТ 27655–88, акустическая эмиссия материала вызывается его динамической локальной перестройкой. Классическим примером источника акустической эмиссии является процесс деформирования, связанный с ростом дефектов, таких как трещины или зоны пластической деформации, поэтому акустическая эмиссия является следствием подвижек среды, что позволяет использовать ее для диагностики процессов, происходящих в материалах [2]. Акустические волны распространяются от источника их образования к датчикам-преобразователям акустической эмиссии, где приобретают вид электрических сигналов, поступающих в систему для дальнейшей обработки и анализа. Например, в количественном выражении акустическая эмиссия может выступать в качестве критерия целостности материала, который определяется его звуковым излучением при контрольном нагружении. Кроме того, эффект акустической эмиссии может использоваться для выявления внутренних дефектов и их образования на начальной стадии разрушения конструкции, поскольку позволяет регистрировать единичные изменения в материале с энергией дефекта до 10^{-16} Дж. Каждое изменение в структуре материала отражается в акустическом импульсе (-ах), который (-ые) испускает как сам материал за счет дислокации, так и внутренние искажения структуры типа трещин, несплошностей и т. п. Одним из ограничений применения классического ультразвукового контроля с помощью вынужденных колебаний является неспособность зафиксировать наличие зарождающихся дефектов, так как отражение от них ультразвуковых волн практически не идентифицируется. Метод акустической эмиссии дает возможность исследовать кинетику процессов на самых ранних стадиях микродеформации, дислокационного зарождения и накопления микронесплошностей и, таким образом, позволяет диагностировать и прогнозировать сам момент зарождения трещины [3].

В настоящее время широкое распространение получили полимерные композиционные материалы (ПКМ) с различными матрицами и наполнителями, в качестве которых могут использоваться самые разнообразные волокна и ткани. В этой связи появились и работы, где представлены исследования сигналов акустической эмиссии в образцах из композиционных материалов при их осевом нагружении [4].

Принятыми Стратегическими направлениями развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 г. предусмотрено создание новейших функциональных ПКМ с повышенным уровнем свойств [5, 6], в состав которых будут входить самые разнообразные связующие [7]. Новый уровень эксплуатационных свойств полимерных композитов определяется выбором не только связующего и наполнителя, но и разработанной технологии изготовления детали, заготовки или полуфабриката. Номенклатура применяемых в промышленности наполнителей и связующих меньше гаммы технологических процессов изготовления деталей из разного рода композиционных материалов, а секреты их производства для реализации этих технологий весьма внушительны.

Обоснованием необходимости проведения технологических или материаловедческих исследований является получение объективных сведений о свойствах разработанных материалов, полученных с использованием наукоемких технологий, при этом данные сведения должны отличаться высокой информативностью результатов эксперимента [8]. К таким информационным методам исследования необходимо отнести оценку микротвердости матрицы композита [9], являющуюся дифференциальной характеристикой, в связи с чем у экспериментатора появляется возможность получить дополнительную измеряемую информацию об изучаемом предмете исследования.

Следует отметить, что микроисследования – это высокоинформативный и распространенный тип исследований [10, 11]. Данный метод, являясь чувствительным к изменению структуры методом, позволяет оценить не только свойства материала в какой-либо точке [12], но и их изменение в объеме [13]. Кроме того, микротвердость может быть использована и при оценке анизотропии свойств материала [3].

В связи с этим следует акцентировать внимание на том, что все новые технологические разработки по изготовлению деталей из ПКМ требуют всесторонней оценки свойств полученного материала [14–16] и что применение статистических методов исследования [17], как правило, приводит к получению более объективной информации о его особенностях [18, 19].

Цель данной работы – исследование микротвердости матрицы стеклопластиков в поперечном сечении и на лицевой поверхности образцов в зависимости от режимов их формования, а также изучение формирования сигналов акустической эмиссии в образцах из стеклопластика при их деформировании по схеме консольного изгиба в зависимости от свойств матрицы и поиск закономерностей в характеристиках эмиссионных сигналов без влияния внутренних дефектов.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 13.1. «Связующие для полимерных и композиционных материалов конструкционного и специального назначения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Материалы и методы

В качестве объекта исследований использованы образцы из стеклопластика СТ-69Н, отформованные при определенных режимах, в качестве наполнителя в образцах – стеклоткань Т-10-80, а в качестве связующего – эпоксидная смола ЭДТ-69Н. Для достижения толщины образцов, равной 1,6 мм, использованы 8 слоев препрега.

Схема нагружения образцов в виде консольной балки выбрана исходя из того, что при таком виде нагружения максимальные значения изгибающего момента находятся в месте жесткой заделки образца, рядом с которым удобно крепить и акустико-эмиссионный преобразователь. Данная схема легко позволяет закрепить к свободному концу образца нагружающее устройство.

На рис. 1 показана схема нагружения консольного образца грузом и приведена формула для расчета изгибающего момента. Для данного случая эпюра изгибающих моментов представляет собой треугольник с максимальным изгибающим моментом в заделке образца и нулевым – на свободном конце балки.

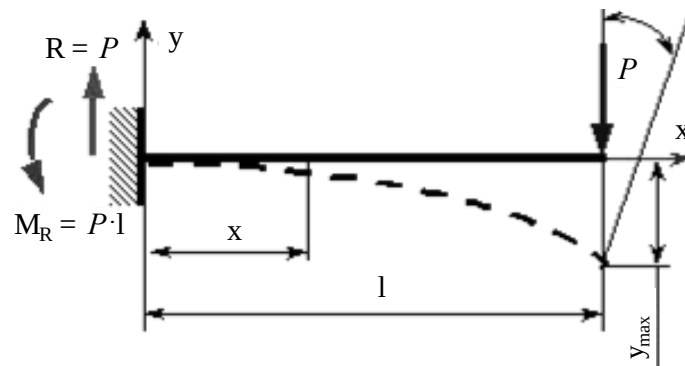


Рис. 1. Схема нагружения образца, где l – рабочая длина образца, R – реакция опоры (заделки), M_R – изгибающий момент, x – расстояние до начала изгиба образца, P – груз (нагрузка), $y_{\max}$ – максимальная величина прогиба торца образца

Рабочая длина у всех образцов составляла 220 мм, а нагрузка на их консоли принята равной 10 Н (1 кг). Влияние режимов формования образцов оценивали по величине микротвердости матрицы, причем эту оценку проводили на лицевой поверхности образцов и в их поперечном сечении в пяти симметричных сечению зонах, условно названных подповерхностными, полусредними и сердцевинными. В качестве базовой поверхности, от которой проводили отсчет до зоны измерения микротвердости, принята лицевая поверхность образцов, прилегающих к цулаге при формовании.

Результаты и обсуждение

В табл. 1 приведены режимы формования образцов из стеклопластика, даны значения микротвердости матрицы в различных зонах и показано удаление этих зон от лицевой поверхности.

Таблица 1

Микротвердость матрицы в зонах удаления от лицевой поверхности образцов из стеклопластика

Режим формования	Значения микротвердости, МПа, в зонах				
	подповерхностной		полусредней		сердцевинной
	удаление от лицевой поверхности, мм				
	0,1	1,5	0,4	1,2	0,8
100 °C – t	184	182	219	220	262
120 °C – t	224	221	255	257	302
130 °C – t	243	241	274	270	317
140 °C – t	261	264	297	300	337
(90 °C – 0,5t) + + (120 °C – t) + + (145 °C – 1,5t)	293	295	332	330	364
Примечание. t – начальное время режима формования.					

Примечание. t – начальное время режима формования.

На рис. 2 представлено изменение микротвердости матрицы образцов из стеклопластика. Полученное семейство параболических почти параллельных кривых свидетельствует о том, что в поперечном сечении образцов минимальные значения микротвердости наблюдаются в подповерхностных зонах, а максимальные – в сердцевинных. Кроме того, с увеличением температуры формования композиционного материала повышаются и значения микротвердости матрицы.

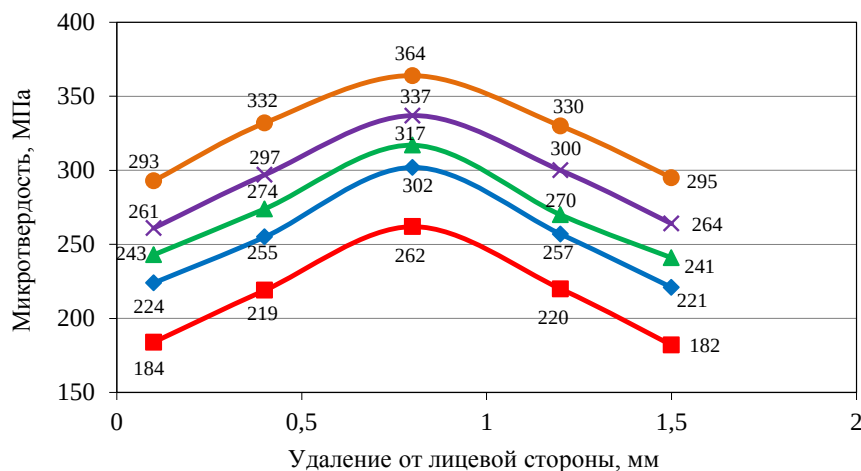


Рис. 2. Изменение микротвердости матрицы по толщине образцов из стеклопластика, отвержденных при температурах 100 (■), 120 (◆), 130 (▲), 140 (✕) и 145 °C (●; базовый режим)

В табл. 2 представлены значения микротвердости матрицы, полученные на лицевой поверхности, а также в подповерхностных и сердцевинных зонах образцов из стеклопластика толщиной 1,6 мм, отформованных по различным режимам.

Таблица 2

Микротвердость матрицы в разных зонах образцов из стеклопластика толщиной 1,6 мм

Режим отверждения	Значения микротвердости, МПа		
	на лицевой плоскости	в подповерхностной зоне	в сердцевинной зоне
100 °С – t	240	184	262
120 °С – t	277	224	302
130 °С – t	368	243	317
140 °С – t	416	261	337
(90 °С – 0,5t) + + (120 °С – t) + + (145 °С – 1,5t)	590	293	364

Примечание. t – начальное время режима формования.

На рис. 3 представлена зависимость микротвердости матрицы от температуры формования композиционных материалов. Показано, что кривые соответствуют значениям, полученным в подповерхностных и сердцевинных зонах. Микроструктуру испытываемых образцов из стеклопластика оценивали на образцах-шлифах.

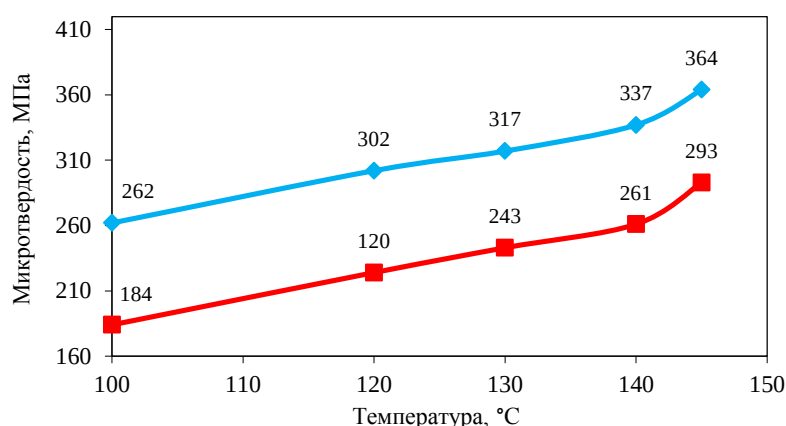


Рис. 3. Изменение микротвердости матрицы образцов из стеклопластика в зависимости от температуры формования в подповерхностной (■) и сердцевинной зонах (◆)

Полученные результаты свидетельствуют о значительной разнице в микротвердости матрицы, измеренной в подповерхностной и сердцевинной зонах образцов из стеклопластика. Видно, что величины микротвердости матрицы отличаются на 100 МПа и более. Это можно объяснить тем, что температура в сердцевинной зоне после выключения обогрева сохраняется более длительное время вследствие низкой теплопроводности стеклопластика.

На рис. 4 показано изменение стрелы прогиба образцов из стеклопластика при их консольном нагружении в зависимости от микротвердости матрицы, измеренной на лицевой поверхности. Различные значения микротвердости матрицы получены в результате формования образцов при разных температурных режимах. Показано, что с увеличением микротвердости матрицы стрела прогиба образца уменьшается. Поскольку все образцы набраны из 8 слоев препрега (стеклоткань Т-10-80 со связующим

ЭДТ-69Н), в исследованном диапазоне температур формования разница прогиба образцов определяется только значениями микротвердости матрицы.

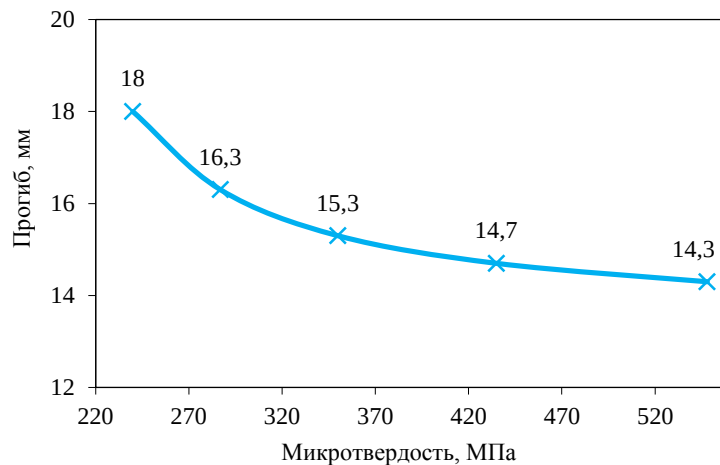


Рис. 4. Изменение прогиба образцов из стеклопластика в зависимости от микротвердости матрицы на лицевой поверхности

При обсуждении результатов, полученных при измерении сигналов акустической эмиссии образцов из стеклопластика, следует пояснить методику проведения измерений. Сигналы с датчика акустической эмиссии, возникающие при нагружении консольного образца, поступали на специальный кондуктор-усилитель, с которого, в свою очередь, подавались на многофункциональный осциллограф. Осциллограф, оборудованный специальной программой, позволяет проводить измерение полученных сигналов как по его амплитуде, так и по частоте. С помощью данной программы, совмещенной с компьютером, производится автоматическая запись измеренных сигналов акустической эмиссии как с экстремальными (минимальными и максимальными), так и со средними значениями. Результаты проведенных измерений представляются в виде готовых графиков, причем численные значения сигналов акустической эмиссии показаны в правом верхнем углу каждого графика, характеризующего распространение акустических волн, полученных при нагружении образцов. Подобный порядок исследования и обработки измеренных сигналов является базовым при использовании метода акустической эмиссии и применялся в других работах [20].

На рис. 5 и 6 показаны осциллограммы полученных сигналов акустической эмиссии на образце из стеклопластика: на рис. 5 представлен график изменения амплитуды сигнала акустической эмиссии, максимальное значение которой для данного образца составляет 2,3 В, а на рис. 6 – график изменения частоты сигнала акустической эмиссии на том же образце. В правом верхнем углу находятся полученные значения частоты и длительности акустического сигнала, которые на этом участке составили 1,67 кГц и 598 мкс соответственно. Как видно из графиков, зафиксирован акустический импульс относительно фонового шума образца. По данным зарегистрированного акустического импульса определены параметры акустического пика.

Аналогично приведенным на рис. 5 и 6 в качестве примера осциллограммам сигналов акустической эмиссии, полученным на образце из стеклопластика, построены и обработаны подобные графики и для всех других образцов, прошедших иные режимы отверждения. Получены различные значения микротвердости матрицы в образцах. В табл. 3 представлены результаты измерений параметров сигналов акустической эмиссии для образцов с различными режимами формования, а следовательно,

и с различными значениями микротвердости матрицы, измеренной на их лицевой поверхности. В качестве параметров сигналов акустической эмиссии приняты амплитуда сигналов, их частота и длительность.

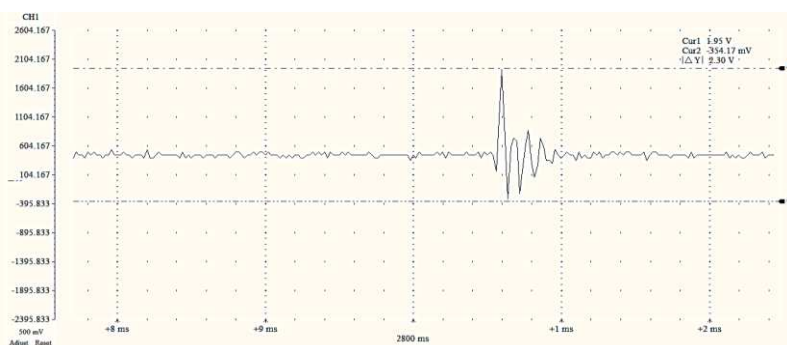


Рис. 5. Амплитуда сигналов акустической эмиссии в образце из стеклопластика (режим формования: $140\text{ }^{\circ}\text{C} - t$)

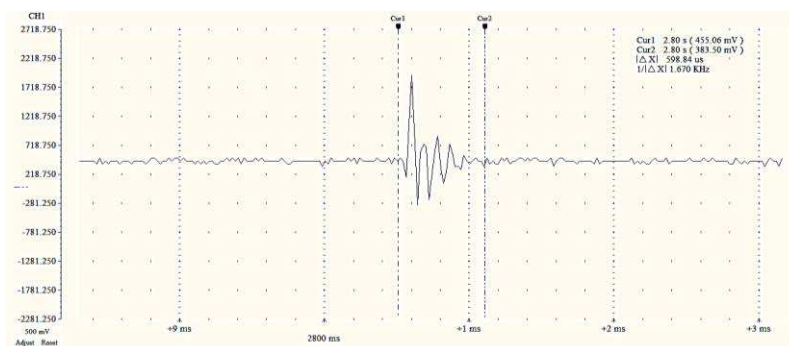


Рис. 6. Частота сигналов акустической эмиссии в образце из стеклопластика (режим формования: $140\text{ }^{\circ}\text{C} - t$)

Таблица 3

Амплитуды и частоты сигналов акустической эмиссии для разных режимов формования

Параметры сигналов	Значения параметров сигналов при режиме формования				
	100 $^{\circ}\text{C} - t$	120 $^{\circ}\text{C} - t$	130 $^{\circ}\text{C} - t$	140 $^{\circ}\text{C} - t$	(90 $^{\circ}\text{C} - 0,5t$) + (120 $^{\circ}\text{C} - t$) + (145 $^{\circ}\text{C} - 1,5t$)
Микротвердость матрицы, МПа	240	277	368	416	590
Амплитуда, В	1,84	2,1	2,8	3,1	3,2
Частота, Гц	89,85	444	1120	1680	1770
Длительность, мкс	12280	6800	2000	598	257
Примечание. t – начальное время режима формования.					

По результатам измерения микротвердости на лицевой поверхности образцов из стеклопластика, приведенным в табл. 2, видно, что данные значения существенно отличаются от значений, полученных в подповерхностных зонах, расположенных всего в 0,1 мм от лицевой плоскости, но в перпендикулярном к ней сечении. Значения микротвердости, измеренные на лицевой поверхности, выбраны для построения графиков зависимостей данной характеристики от частоты, амплитуды или длительности эмиссионного сигнала, поскольку именно лицевая поверхность является максимально деформированной и подвержена максимальным изгибающим моментам (рис. 7–9).

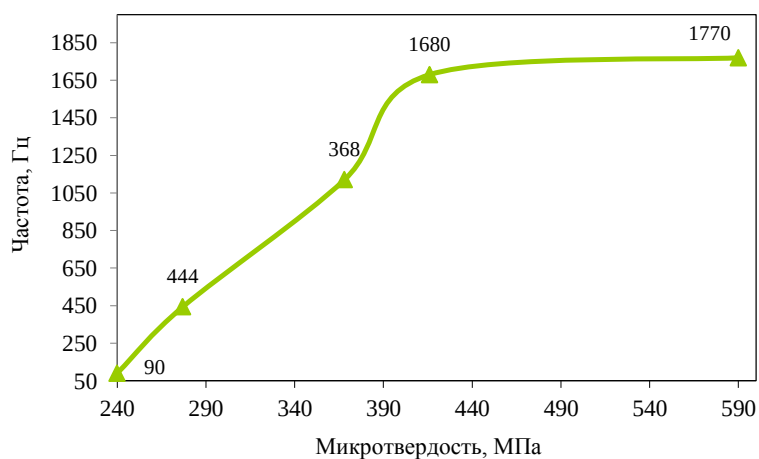


Рис. 7. Зависимость частоты акустических сигналов от микротвердости матрицы

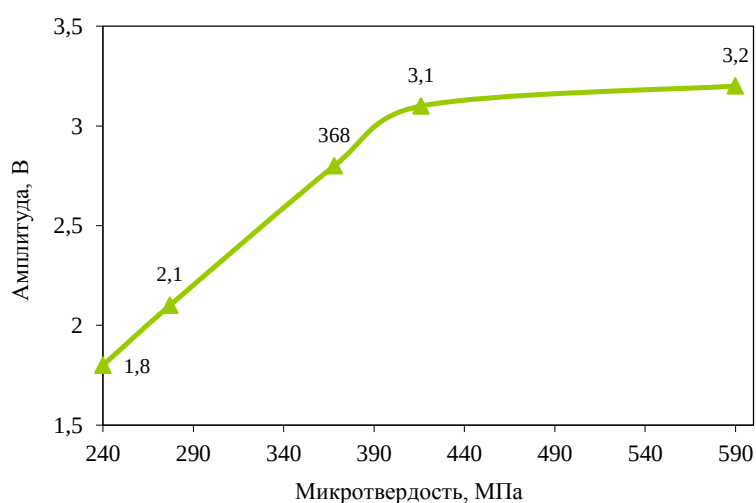


Рис. 8. Зависимость амплитуды акустических сигналов от микротвердости матрицы

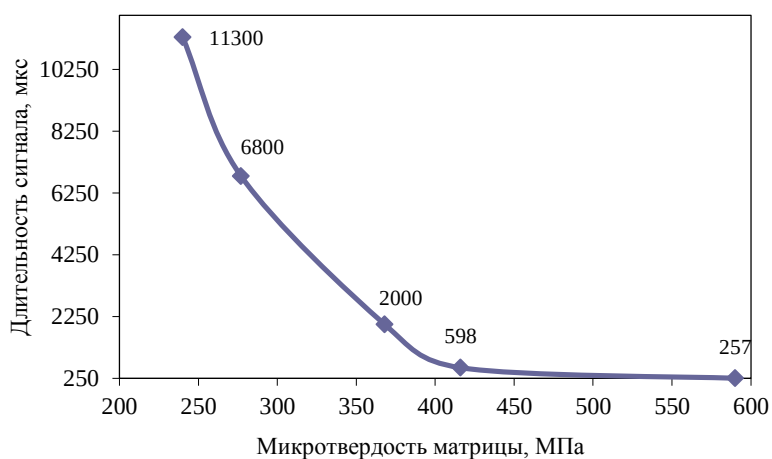


Рис. 9. Зависимость длительности акустического сигнала от микротвердости матрицы

Из данных, представленных на рис. 7 и 8, видно, что с увеличением микротвердости матрицы стеклопластика повышаются значения частоты и амплитуды сигналов акустической эмиссии. Следует отметить, что ход обсуждаемых кривых позволяет

допустить, что дальнейшее повышение значений микротвердости матрицы приведет к стабилизации значений амплитуды и частоты акустических сигналов. Таким образом, наблюдаются прямая зависимость амплитуды и частоты акустической эмиссии от микротвердости матрицы и обратная зависимость стрелы прогиба и длительности акустического сигнала от микротвердости матрицы.

График зависимости, приведенный на рис. 9, свидетельствует о том, что с повышением микротвердости матрицы в стеклопластике длительность акустического сигнала существенно снижается – иными словами, в вязких средах сигналы акустической эмиссии распространяются медленнее, чем в хрупких.

Проведенный комплекс исследований показал, что величина микротвердости матрицы является эффективным критерием оценки влияния режима формования стеклопластика на качество отверждения матрицы. Именно значения микротвердости матрицы использовали для получения зависимостей, характеризующих особенности распространения сигналов акустической эмиссии в образцах, отформованных по различным температурным режимам.

Заключения

Деформирование образцов из стеклопластика (по схеме консольного изгиба при одинаковых уровнях нагружения), отформованных по различным температурным режимам, позволило измерить возникающие сигналы акустической эмиссии, при этом величины зарегистрированных частот, амплитуд и длительности этих сигналов зависят от режимов формования. Получены экспериментальные зависимости изменения характеристик сигналов акустической эмиссии от величины микротвердости матрицы стеклопластика после формования образцов по разным режимам.

Параметры акустической эмиссии можно рекомендовать в качестве контрольных, в частности для определения качественного отверждения матрицы. Выявление корреляционных зависимостей микротвердости и параметров акустической эмиссии от механических характеристик полученного пластика послужит прямым способом контроля качества отверждения. Преимуществами акустико-эмиссионного анализа являются относительно невысокая трудоемкость и применение технологически несложного оборудования. В связи с этим данный анализ можно рекомендовать в качестве экспресс-анализа отформованных деталей из стеклопластиков при условии составления соответствующей методики и определения критериев отбраковки.

Микротвердость матрицы эпоксидного связующего может служить критерием качественной полимеризации, а также инструментом для разработки оптимального режима отверждения или корректировки уже существующего. Кроме того, исследование микротвердости дает информацию об анизотропии свойств по толщине пластика.

Список источников

1. ГОСТ Р 56542–2015. Контроль неразрушающий. Классификация видов и методов. М.: Стандартинформ, 2019. 10 с.
2. Носов В.В., Ямилова А.Р. Метод акустической эмиссии. СПб.: Лань, 2017. 304 с.
3. Буйло С.И. Физико-механические, статистические и химические аспекты акустико-эмиссионной диагностики. Ростов н/Д; Таганрог: Изд-во Южного федер. ун-та, 2017. 184 с.
4. Финогенов Г.Н., Риттер Е.Г., Мухутдинов А.Г., Кириллов В.Н. Акустико-эмиссионный метод оценки поврежденности полимерных композитных материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 1995. № 12. С. 47–49.
5. 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.

6. 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.
7. Каблов Е.Н. Роль химии в создании материалов нового поколения для сложных технических систем // *Тез. докл. XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии*. Екатеринбург: УрО РАН, 2016. С. 25–26.
8. Курицына А.Д. Применение метода микротвердости для определения некоторых свойств полимерных материалов. Методы испытания на микротвердость. М.: Наука, 1965. С. 255–260.
9. ГОСТ 9450–76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Изд-во стандартов, 1993. 35 с.
10. Каблов Е.Н., Кулагина Г.С., Железина Г.Ф., Лонский С.Л., Куршев Е.В. Исследование микроструктуры однонаправленного органоэластика на основе арамидных волокон Русар-НТ и эпоксидно-полисульфонового связующего // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 19–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-19-26.
11. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Яковлев Н.О., Уткин Д.А. Методы определения механических характеристик материалов с помощью индентирования (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 1 (62). Ст. 10. URL: <https://journal.viam.ru> (дата обращения: 20.01.2022). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-104-118.
12. Вешкин Е.А., Постнов В.И., Семенычев В.В., Крашенинникова Е.В. Исследование микротвердости и склерометрических характеристик связующего УП-2227Н, отвержденного при различных режимах // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 1 (50). С. 39–45. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-39-45.
13. Вешкин Е.А., Постнов В.И., Семенычев В.В., Крашенинникова Е.В. Закономерности проявления анизотропии свойств в трех взаимно перпендикулярных сечениях стеклоуглепластика // *Пластические массы*. 2020. № 5–6. С. 15–19.
14. Платонов А.А., Коган Д.И., Душин М.И. Изготовление трехмерноразмерных ПКМ методом пропитки пленочным связующим // *Пластические массы*. 2013. № 6. С. 56–61.
15. Вешкин Е.А., Постнов В.И., Семенычев В.В. Оценка микротвердости образцов на основе связующего ВСТ-1210, отвержденного по различным режимам, как способ тестирования // *Материаловедение*. 2018. № 6. С. 1–3.
16. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // *Вестник Российской академии наук*. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
17. Кенуй М.Г. Быстрые статистические вычисления. Упрощенные методы оценивания и проверки: справочник. М.: Статистика, 1979. 69 с.
18. Вульф Б.К., Ромадин К.П. *Авиационное материаловедение*. М.: Машиностроение, 1967. 391 с.
19. Тагер А.А. *Физико-химия полимеров*. М.: Научный мир, 2007. 128 с.
20. Круглова А.Н. Метод акустической эмиссии. Исследование разрушения эпоксидных композиций // *Известия КазГАСУ*. 2009. № 1 (11). С. 273–276.

References

1. State Standard 56542–2015. The control is non-destructive. Classification of types and methods. Moscow: Standartinform, 2019, 10 p.
2. Nosov V.V., Yamilova A.R. *Acoustic emission method*. St. Petersburg: Lan, 2017, 304 p.
3. Buylo S.I. *Physico-mechanical, statistical and chemical aspects of acoustic emission diagnostics*. Rostov-on-Don; Taganrog: Publishing House of the Southern Fed. University, 2017, 184 p.
4. Finogenov G.N., Ritter E.G., Mukhutdinov A.G., Kirillov V.N. *Acoustic-emission method for assessing the damage of polymer composite materials*. Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov, 1995, no. 12, pp. 47–49.
5. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

6. Raskutin A.E. Russian polymer composite materials of new generation, their exploitation and implementation in advanced developed constructions. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. 5, pp. 349–367. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-5-349-367.
7. Kablov E.N. The role of chemistry in the creation of new generation materials for complex technical systems. Report XX Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry. Ekaterinburg: Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 2016, pp. 25–26.
8. Kuritsyna A.D. Application of the microhardness method to determine some properties of polymeric materials. *Test methods for microhardness*. Moscow: Nauka, 1965, pp. 255–260.
9. State Standard 9450–76. Measurement of microhardness by indentation of diamond tips. Moscow: Publishing house of standards, 1993, 35 p.
10. Kablov E.N., Kulagina G.S., Zhelezina G.F., Lonskii S.L., Kurshev E.V. Microstructure research of the unidirectional organoplastic based on Rusar-NT aramid fibers and epoxy-polysulfone binder. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 19–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-19-26.
11. Erasov V.S., Oreshko E.I. Tests for fatigue of metal materials (review). Part 2. Analysis of the Basquin–Manson–Coffin equation. *Methods of testing and processing of results*. Aviation materials and technology, 2021, no. 1 (62), paper no. 08. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 20, 2022). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-1-80-94.
12. Veshkin E.A., Postnov V.I., Semenychev V.V., Krashenninnikova E.V. Research of microhardness and sclero-metric characteristics of the binding UP-2227N, cured by different regimes. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 1 (50), pp. 39–45. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-39-45.
13. Veshkin E.A., Postnov V.I., Semenychev V.V., Krashenninnikova E.V. Patterns of the manifestation of anisotropy of properties in three mutually perpendicular sections of glass-carbon plastic. *Plasticheskiye massy*, 2020, no. 5–6, pp. 15–19.
14. Platonov A.A., Kogan D.I., Dushin M.I. Production of three-dimensional PCM by the method of impregnation with a film binder. *Plasticheskiye massy*, 2013, no. 6, pp. 56–61.
15. Veshkin E.A., Postnov V.I., Semenychev V.V. Evaluation of the microhardness of samples based on the binder VST-1210, cured according to various modes, as a testing method. *Materialovedenie*, 2018, no. 6, pp. 1–3.
16. Kablov E.N. Materials of a new generation and digital technologies for their processing. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2020, vol. 90, no. 4, pp. 331–334.
17. Kenuy M.G. Fast statistical calculations. Simplified assessment and verification methods: handbook. Moscow: Statistics, 1979, 69 p.
18. Vulf B.K., Romadin K.P. Aviation materials science. Moscow: Mashinostroenie, 1967, 391 p.
19. Tager A.A. Physico-chemistry of polymers. Moscow: Nauchnyy mir, 2007, 128 p.
20. Kruglova A.N. Acoustic emission method. Study of the destruction of epoxy composites. *Izvestiya KazGASU*, 2009, no. 1 (11), pp. 273–276.

Информация об авторах

Вешкин Евгений Алексеевич, начальник филиала, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Истягин Сергей Евгеньевич, инженер-технолог 3 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Кирилин Сергей Геннадьевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Семеничев Валентин Владимирович, главный научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Evgeny A. Veshkin, Head of USTC, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey E. Istyagin, Third category engineer-technologist, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey G. Kirilin, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Valentin V. Semenychev, Chief Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 03.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 10.02.2022.

The article was submitted 03.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 10.02.2022.

Научная статья

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-26-40

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДОПУСТИМОГО ВРЕМЕНИ ХРАНЕНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ПОСЛЕ ОБРАБОТКИ ПОВЕРХНОСТИ ПЛАЗМОЙ АТМОСФЕРНОГО ДАВЛЕНИЯ ПЕРЕД СКЛЕИВАНИЕМ

А.А. Баранников¹, Ю.И. Судьин¹, Е.А. Вешкин¹, Р.А. Сатдинов¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Представлены результаты исследования по определению допустимого интервала времени хранения полимерных композиционных материалов на основе клеевых препрегов между обработкой их поверхности плазмой атмосферного давления и процессом склеивания. Установлено, что данный интервал времени составляет не более 6 мес. При этом поверхность стеклопластика марки ВПС-53К и углепластика марки ВКУ-30К.УМТ49 остается гидрофильной. Морфологические изменения носят схожий характер как в день обработки поверхности склеиваемых материалов, так и спустя 1, 3 и 6 мес хранения. Свободная энергия поверхности и работа адгезии также остаются на должном высоком уровне. Установлено, что при увеличении интервала времени между обработкой ПАД и процессом склеивания наблюдается снижение прочности клеевого соединения.

Ключевые слова: стеклопластик, углепластик, сопротивление отслаиванию, лопасть несущего винта вертолета, клеевое соединение, плазма атмосферного давления, клеевой сдвиг, краевой угол смачивания, свободная энергия поверхности, время хранения обработанных поверхностей

Для цитирования: Баранников А.А., Судьин Ю.И., Вешкин Е.А., Сатдинов Р.А. Определение допустимого времени хранения полимерных композиционных материалов после обработки поверхности плазмой атмосферного давления перед склеиванием // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-26-40.

Scientific article

DETERMINATION OF THE PERMISSIBLE STORAGE TIME OF POLYMERIC COMPOSITE MATERIALS AFTER SURFACE TREATMENT WITH ATMOSPHERIC PRESSURE PLASMA BEFORE BONDING

A.A. Barannikov¹, Yu.I. Sudyin¹, E.A. Veshkin¹, R.A. Satdinov¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The article notes the results of a study to determine the permissible storage time interval between the surface treatment of polymer composite materials based on adhesive pre-pregs by atmospheric pressure plasma and the bonding process. It was found that this time interval is no more than 6 months. At the same time, the surface of VPS-53K fiberglass and VKU-30K.UMT49 carbon fiber remains hydrophilic. Morphological changes are of a similar nature, both on the day of surface treatment of both materials, and after 1, 3 and 6 months of storage. Free surface energy and work of adhesion also remain at the proper high level. It was found that with an increase in the time interval between the APP treatment and the gluing process, a decrease in the strength of the glued joint is observed.

Keywords: fiberglass, carbon fiber, peeling resistance, helicopter rotor blade, adhesive bond, atmospheric pressure plasma, adhesive shear, contact angle, free energy of the surface, storage time of treated surfaces

For citation: Barannikov A.A., Sudyin U.I., Veshkin E.A., Satdinov R.A. Determination of the permissible storage time of polymeric composite materials after surface treatment with atmospheric pressure plasma before bonding. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-26-40.

Введение

Разработка отечественных полимерных композиционных материалов (ПКМ) берет начало с конца 1930-х гг. – с разработки учеными ВИАМ так называемой «дельта-древесины», представляющей собой шпон карельской березы, пропитанный бакелитовым лаком [1]. При непосредственной поддержке видных научных деятелей А.Т. Туманова, С.Т. Кишкина, П.В. Дементьева и других с 1940-х гг. начинается бурное развитие ПКМ в ВИАМ и в стране в целом [2, 3]. В настоящее время результатом этого развития являются композиционные материалы нового поколения, разработанные в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, которые находят все большее применение при создании современной отечественной гражданской и специальной авиационной техники (АТ), конкурентоспособной на мировом рынке [4–6]. При этом доля ПКМ в конструкции изделий АТ с каждым годом неуклонно растет (рис. 1).

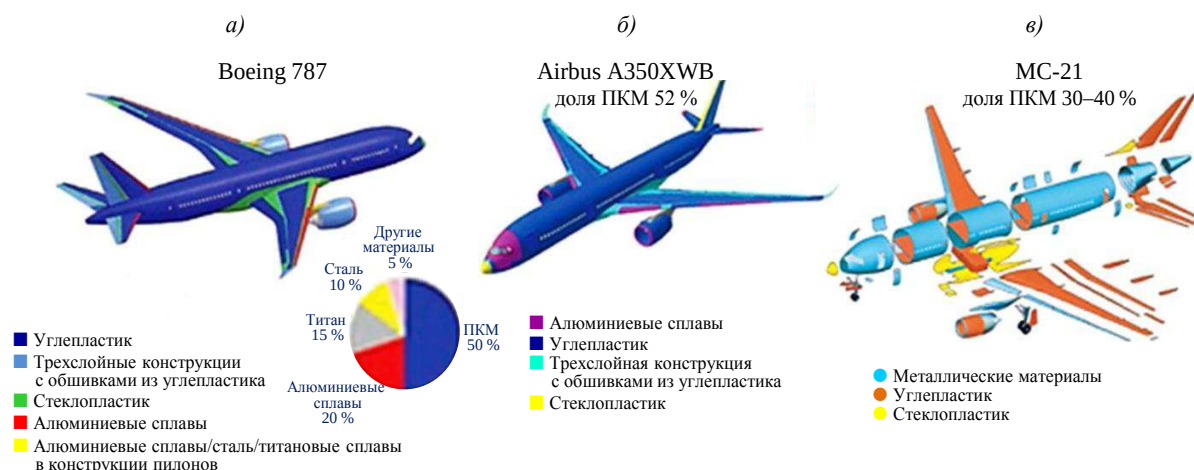


Рис. 1. Доля полимерных композиционных материалов в современной авиационной технике: а – Boeing 787 Dreamliner; б – Airbus A350XWB; в – MC-21

С увеличением доли ПКМ в АТ повышаются и требования к обеспечению ее надежности, которая определяет в конечном итоге также безопасность и экономическую эффективность авиационной техники. При этом в настоящее время достаточно большое количество элементов конструкции АТ из ПКМ изготавливают с применением клеевых соединений, обладающих рядом преимуществ перед традиционными способами соединения конструкций [7–12] в различных вариациях.

Многолетние исследования, проводимые в научном мировом сообществе, в том числе и в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, показали, что важнейшее значение в обеспечении надежности клеевого соединения материалов, включая и ПКМ, имеет подготовка их поверхности под склеивание. При этом одним из существенных показателей, определяющих эффективность того или иного способа, является допустимый интервал времени между подготовкой поверхности субстрата и самим процессом склеивания.

Как было отмечено ранее, в настоящее время в конструкциях современной отечественной АТ широко применяют клеевые препреги марок КМКС и КМКУ, разработанные в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. В качестве способа подготовки поверхности конструкций на их основе под склеивание на авиационных предприятиях нашей страны широко используют механические способы – зашкуривание либо пескоструйную обработку. Но практика показывает, что в ряде случаев данные способы подготовки поверхности не обеспечивают требуемого значения прочности клеевого соединения, установленного нормативной документацией на изделие [11, 13–15]. В ходе проведения исследований, представленных в работах [11, 13–15], установлено, что композиционные материалы на основе клеевых препрегов имеют низкие адгезионные свойства при склеивании клеями «холодного» отверждения и что одним из вариантов решения данной проблемы является применение в настоящее время одного из перспективнейших способов подготовки поверхности ПКМ (рис. 2) – ее обработки плазмой атмосферного давления (низкотемпературная плазма) [13–33].

Однако в проведенных исследованиях не был установлен допустимый интервал времени хранения ПКМ на основе клеевых препрегов между обработкой их поверхности плазмой атмосферного давления и процессом склеивания.

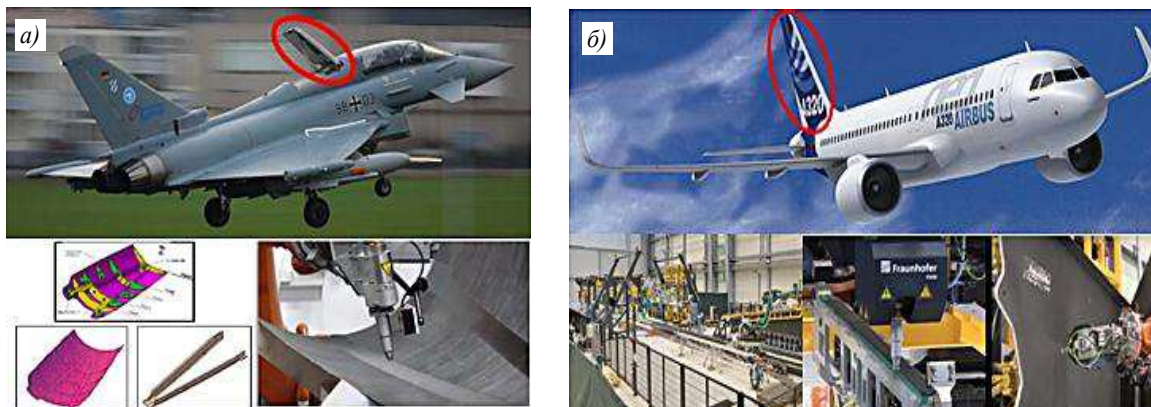


Рис. 2. Применение способа обработки поверхности плазмой атмосферного давления при изготовлении различных конструкций авиационной техники, выполненных из полимерных композиционных материалов: *а* – изготовление воздушного тормоза самолета Eurofighter Typhoon; *б* – сборка вертикального оперения самолета A320

Результаты исследований, проводимых учеными разных научно-исследовательских центров мира, по определению влияния плазмы атмосферного давления на свойства поверхности термопластичных материалов и ПКМ на основе непрерывных волокон и эпоксидных связующих показывают, что допустимый интервал времени их хранения между подготовкой поверхности субстрата и самим процессом склеивания составляет не менее 3 мес без ухудшения вновь приобретенных свойств поверхности субстрата [24–27, 31].

Цель данной работы – определение допустимого интервала времени хранения ПКМ на основе клеевых препрегов, разработанных в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, между обработкой поверхности плазмой атмосферного давления и процессом склеивания.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 13.2. «Конструкционные ПКМ» [34] («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Материалы и методы

В исследованиях использовали следующие ПКМ: тонколистовой конструкционный стеклопластик марки ВПС-53К в соответствии с ТУ 1-595-25-1496–2015 (далее – стеклопластик) [35] и углепластик марки ВКУ-30К.УМТ49 в соответствии с ТУ 1-595-14-1304–2012 (далее – углепластик) [36]. В качестве адгезива применяли клей «холодного» отверждения марки ВК-27 в соответствии с ТУ 1-595-14-692–2008 (далее – адгезив) [37, 38]. Для установления допустимого интервала времени хранения стекло- и углепластика между обработкой поверхности низкотемпературной плазмой и процессом склеивания выбраны следующие критерии (методы) оценки поверхности склеиваемых материалов до и после обработки и прочности клеевых соединений «стеклопластик–адгезив–жесткая подложка» (стеклопластик марки СТ-69Н по ТУ 1-595-10-631-2001) и «углепластик–адгезив–углепластик»:

- прочность при сдвиге клеевого соединения внахлест по ГОСТ Р 57066–2016;
- сопротивление отслаиванию клеевого соединения по ГОСТ Р 57832–2017;
- краевой угол смачивания поверхности (КУС);
- характер разрушения клеевых соединений по ГОСТ Р 56977–2016.

Определение шероховатости поверхности склеиваемых материалов (формирование клеевого соединения – образца) до и после обработки плазмой проводили при помощи профилометра в направлении армирования [0°] и [90°].

Исследования микроструктуры поверхности склеиваемых материалов выполнены при помощи сканирующего электронного микроскопа.

Исследование смачиваемости (определение КУС), определение свободной энергии поверхности (СЭП) с ее составляющими и работы адгезии (W_a) поверхности склеиваемых материалов до и после обработки плазмой проводили в определенной последовательности, по определенным режимам, с использованием тестовых жидкостей и на оборудовании, представленном в работах [13, 14]. Данные по обработке поверхности склеиваемых материалов, изготовлению образцов на их основе и проведению испытаний также изложены в указанных работах.

Образцы склеиваемых материалов с обработанными поверхностями закладывали на хранение в условиях категории 1 размещения изделий по ГОСТ 15150–69 в производственных условиях Ульяновского научно-технологического центра ВИАМ – НИЦ «Курчатовский институт» сроком на 1, 3 и 6 мес с последующим исследованием их поверхностей, изготовлением образцов клеевых соединений и их испытаниями.

Результаты и обсуждение

Исследования проводили с учетом результатов, полученных в работах, представленных ранее. В табл. 1 показаны результаты определения значения шероховатости по показателю R_a поверхности склеиваемых материалов до и после обработки плазмой.

Таблица 1

Результаты определения значения шероховатости по показателю R_a поверхности склеиваемых материалов до и после обработки плазмой атмосферного давления (ПАД)

Продолжительность хранения после обработки ПАД, мес	Среднее значение шероховатости R _a , мкм							
	стеклопластика				углепластика			
	в направлении армирования, градус							
	0		90		0		90	
	до об- работки	после об- работки	до об- работки	после об- работки	до об- работки	после об- работки	до об- работки	после об- работки
В день обработки	9,87	10,85	7,11	6,38	0,27	0,31	0,28	0,32
1	8,90	9,40	10,70	9,00	0,21	0,25	0,22	0,24
3	9,63	10,20	8,70	7,23	0,22	0,25	0,24	0,29
6	7,95	8,36	8,13	7,65	0,26	0,31	0,25	0,30

Результаты исследования показывают, что шероховатость поверхности стеклопластика после ее обработки низкотемпературной плазмой увеличивается в направлении $[0^\circ]$ и уменьшается в направлении $[90^\circ]$. Шероховатость поверхности углепластика увеличивается в обоих направлениях. Схожая картина сохраняется и спустя 1, 3 и 6 мес хранения у представленных материалов (рис. 3). Объяснения по данному факту представлены в работах [13, 14].

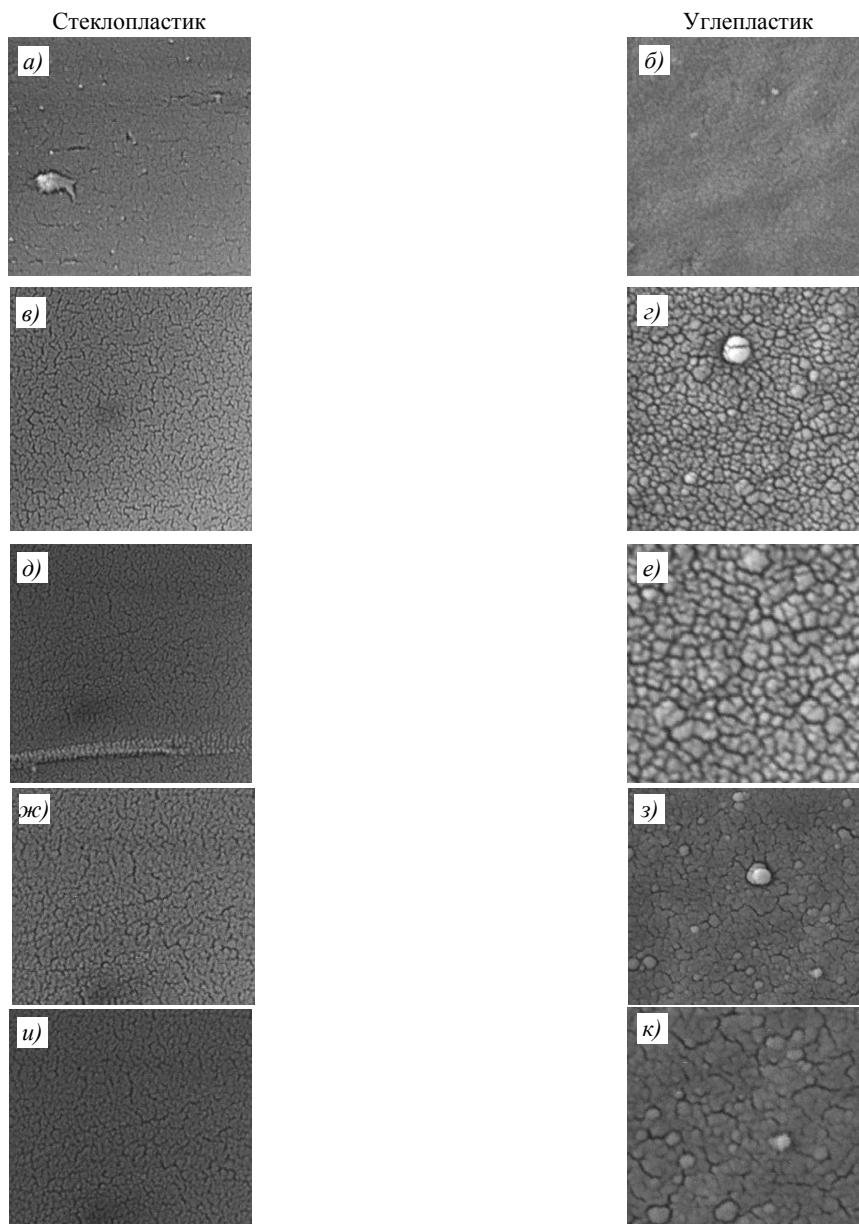


Рис. 3. Микроструктура поверхности стекло- и углепластика до (а, б) и после обработки плазмой атмосферного давления, в том числе в день обработки (в, г) и спустя 1 (д, е), 3 (ж, з) и 6 мес хранения (и, к)

Видно, что после обработки плазмой на поверхности склеиваемых материалов наблюдаются значительные изменения морфологии, указывающие на изменение шероховатости поверхности склеиваемых материалов на микроуровне, повышение которой способствует увеличению площади контакта и, как следствие, возрастанию

механического сцепления адгезива с поверхностью и повышению смачиваемости. Данные морфологические изменения наблюдаются и спустя 1, 3 и 6 мес хранения.

На рис. 4–6 представлены результаты исследования поверхности стекло- и углепластика до и после обработки плазмой, в том числе спустя 1, 3 и 6 мес хранения.

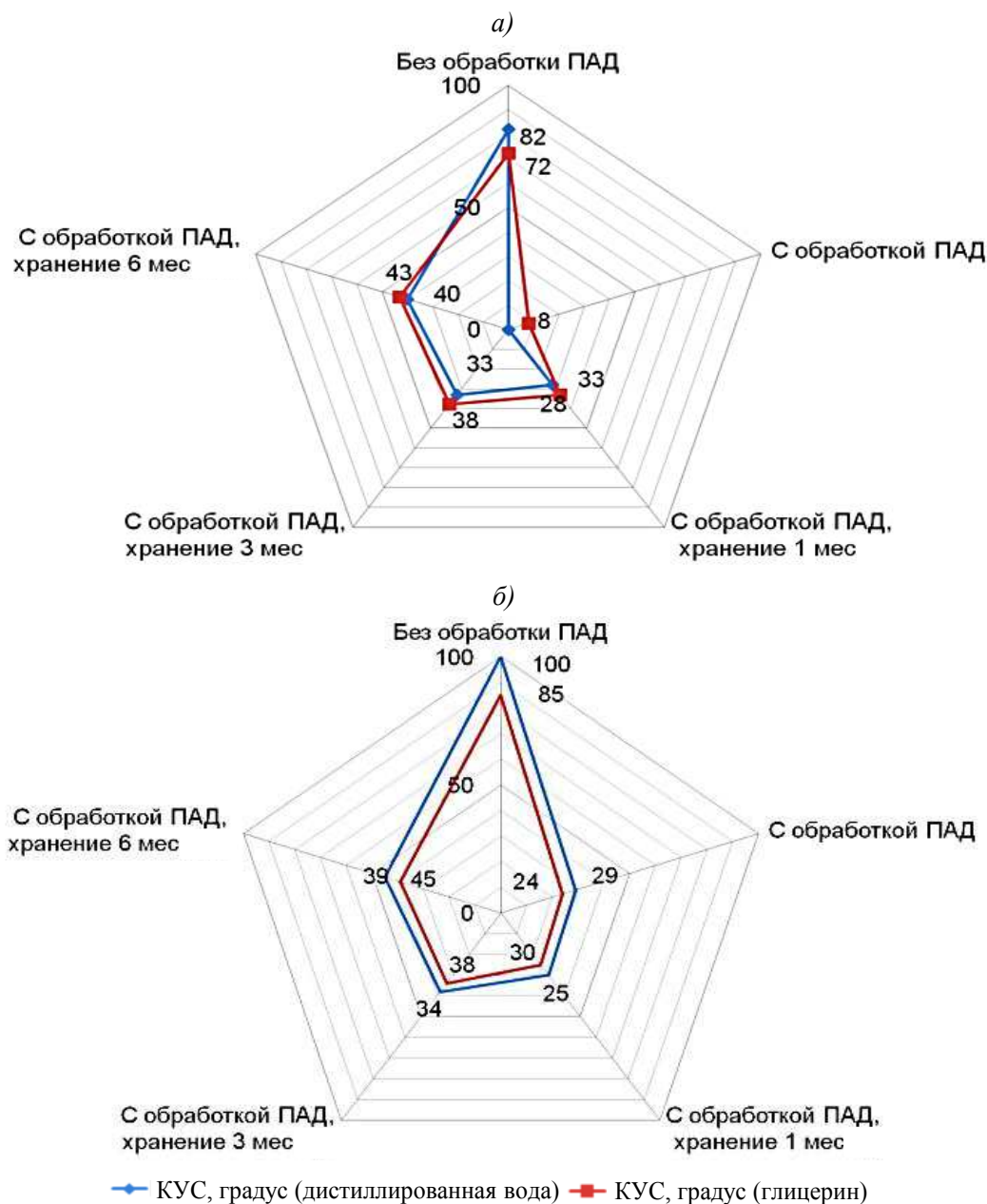


Рис. 4. Влияние обработки поверхности плазмой атмосферного давления (ПАД) и времени хранения на изменение краевого угла смачивания (КУС) поверхности стекло- (а) и углепластика (б)

Из результатов исследования, представленных на рис. 4–6, можно сделать вывод, что значение КУС при увеличении интервала времени хранения стекло- и углепластика между обработкой низкотемпературной плазмой и процессом склеивания повышается, а значения СЭП и W_a снижаются с течением времени:

- после хранения в течение 1 мес: СЭП снижается соответственно на 6 и 1 %;
 W_a – на 7 % или остается без изменений;
- после хранения в течение 3 мес: СЭП – на 9 %; W_a – на 10 и 4 %;
- после хранения в течение 6 мес: СЭП: – на 18 и 19 %; W_a – на 13 и 8 %.

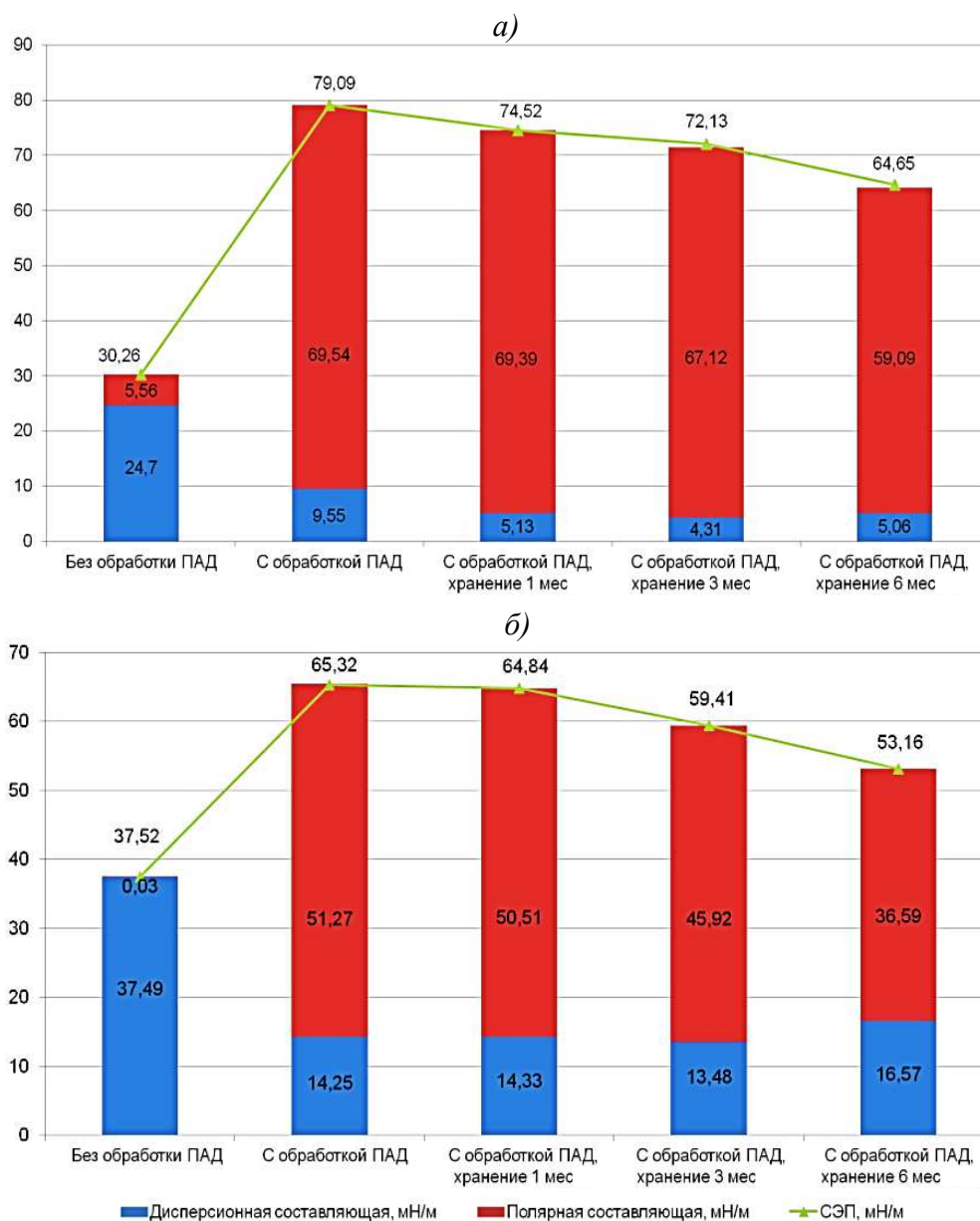


Рис. 5. Влияние обработки поверхности плазмой атмосферного давления (ПАД) и времени хранения на изменение свободной энергии поверхности (СЭП) и ее составляющих стекло- (а) и углепластика (б)

При этом значение полярной составляющей СЭП даже спустя 6 мес хранения находится на достаточно высоком уровне, способствуя сохранению гидрофильности поверхности склеиваемых материалов и характеризуя ее активность.

На рис. 7 представлены результаты влияния плазмы и времени хранения на изменение прочности образцов клеевых соединений «стеклопластик–адгезив–жесткая подложка» и «углепластик–адгезив–углепластик».

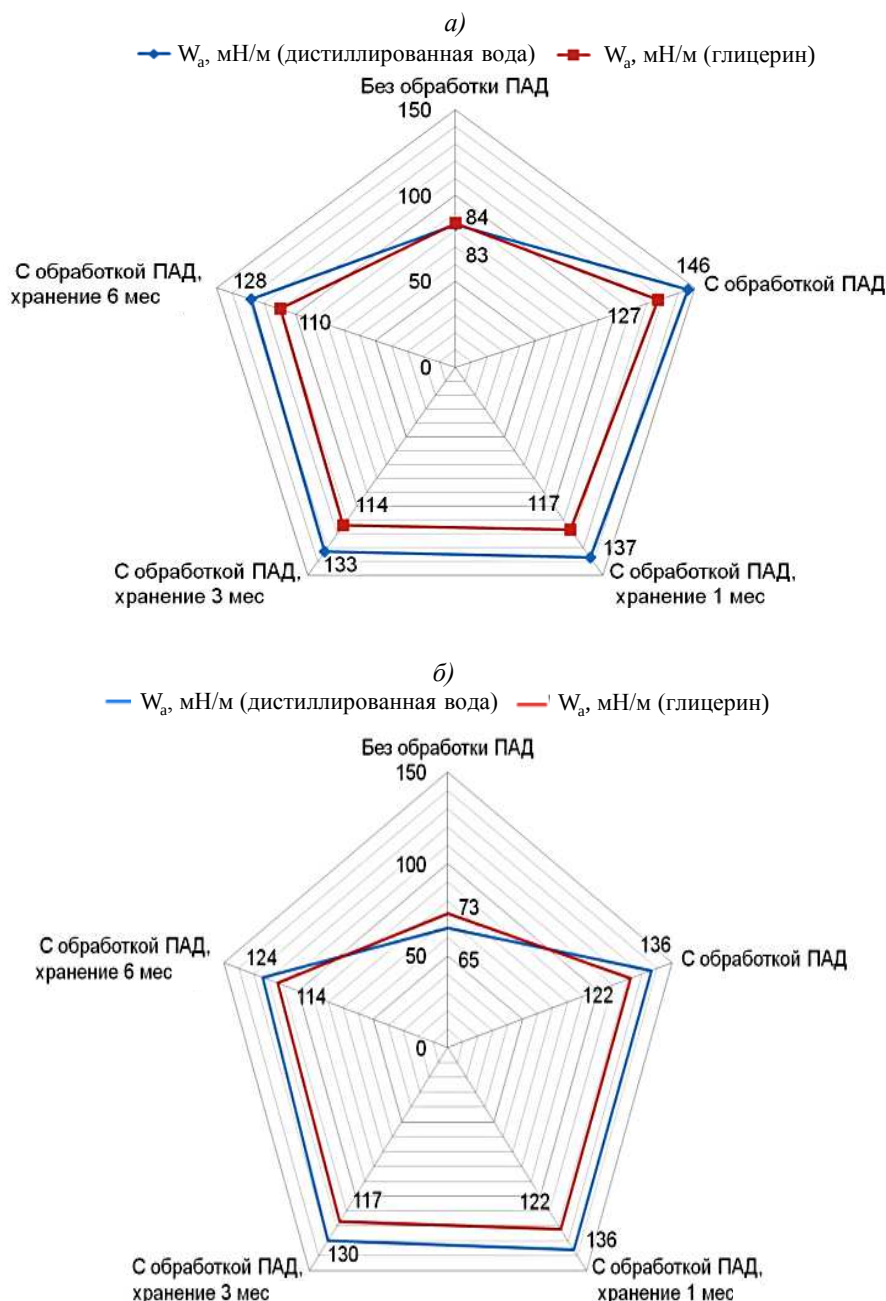


Рис. 6. Влияние обработки поверхности плазмой атмосферного давления (ПАД) и времени хранения на работу адгезии W_a поверхности стекло- (а) и углепластика (б)

Представленные на рис. 7 результаты свидетельствуют о том, что при увеличении интервала времени между обработкой низкотемпературной плазмой и процессом склеивания наблюдается снижение прочности клеевых соединений «стеклопластик–адгезив–жесткая подложка» и «углепластик–адгезив–углепластик». При проведении испытаний при температуре 20 °С прочность соединений после их хранения в течение 1 мес уменьшается на 16 и 6 %, после 3 мес – на 28 и 16 %, после 6 мес – на 28 и 17 % соответственно. При проведении испытаний при температуре 80 °С прочность соединений после их хранения в течение 1 мес снижается на 13 и 2 %, после 3 мес – на 13 и 12 %, после 6 мес – на 13 и 15 % соответственно.

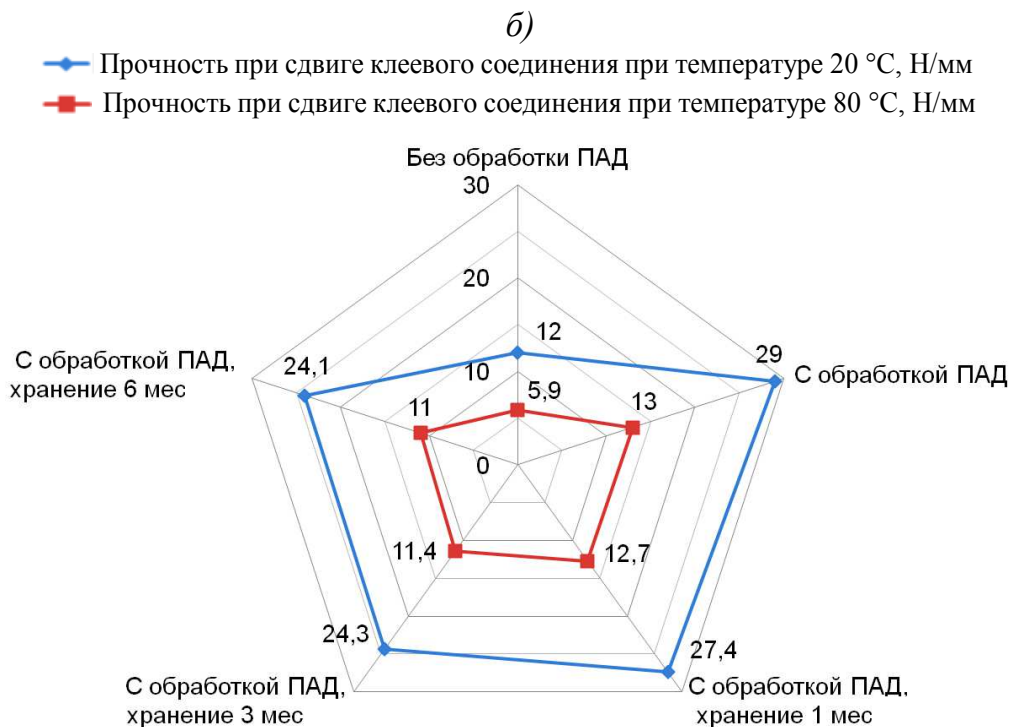
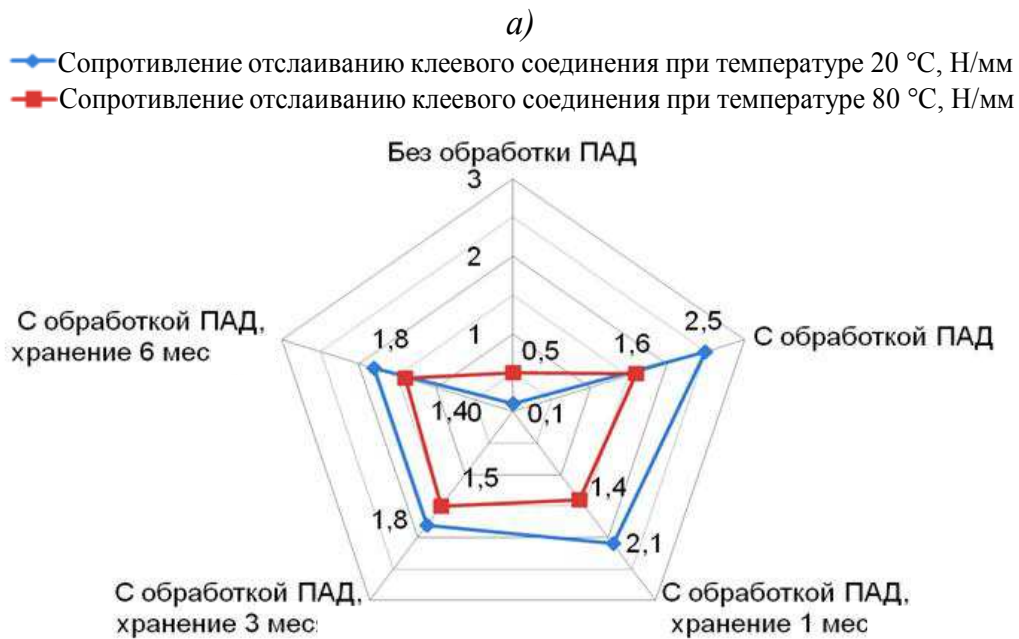


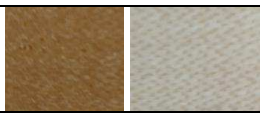
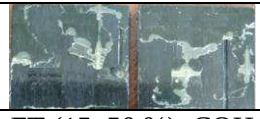
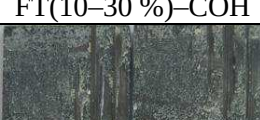
Рис. 7. Влияние обработки поверхности плазмой атмосферного давления (ПАД) и времени хранения на изменение прочности образцов клеевых соединений «стеклопластик–адгезив–жесткая подложка» (а) и «углепластик–адгезив–углепластик» (б)

Выбор температуры механических испытаний при 80 °С обусловлен максимальной рабочей температурой адгезива.

Характер разрушения образцов клеевых соединений на основе стекло- и углепластика с обработанной низкотемпературной плазмой поверхностью и после хранения в течение 1, 3 и 6 мес в основном сохраняет смешанный характер (табл. 2).

Таблица 2

**Результаты изменения характера разрушения клеевых соединений
«стеклопластик–адгезив–жесткая подложка» и «углепластик–адгезив–углепластик»
до и после обработки плазмой атмосферного давления (ПАД) и времени их хранения**

Тип материала	Состояние поверхности	Характер разрушений после механических испытаний при температуре, °C	
		20	80
Стеклопластик	До обработки ПАД	ADH	ADH
			
	После обработки ПАД (в день обработки)	LFT	CON
			
	После обработки ПАД и хранения в течение 1 мес	LFT	TLC
			
	После обработки ПАД и хранения в течение 3 мес	LFT	TLC
			
	После обработки ПАД и хранения в течение 6 мес	LFT	TLC
			
Углепластик	До обработки ПАД	ADH	ADH
			
	После обработки ПАД (в день обработки)	FT (15–50 %)–CON	CON
			
	После обработки ПАД и хранения в течение 1 мес	FT(15–50 %)–CON	CON
			
	После обработки ПАД и хранения в течение 3 мес	FT(10–30 %)–CON	CON
			
	После обработки ПАД и хранения в течение 6 мес	FT(5–25 %)–CON	CON
			

Заключения

Анализ полученных результатов в ходе проведения исследований по определению допустимого интервала времени хранения ПКМ на основе клеевых препрегов между обработкой поверхности плазмой атмосферного давления и процессом склеивания показал, что обработка низкотемпературной плазмой является наиболее эффективным способом подготовки поверхности материала под склеивание по сравнению с существующими способами подготовки поверхности под склеивание на авиационных предприятиях Российской Федерации. Установлено, что поверхность образцов склеиваемых ПКМ, обработанных плазмой, остается гидрофильной спустя 6 мес хранения в условиях категории 1 размещения изделий по ГОСТ 15150–69. Морфологические изменения носят схожий характер как в день обработки поверхности склеиваемых материалов, так и спустя 1, 3 и 6 мес хранения. Свободная энергия поверхности и работа адгезии также остаются на должном высоком уровне. Корреляционная зависимость, установленная в работах [29, 30], между изменением СЭП, работы адгезии и показателем прочности клеевых соединений сохраняется. При увеличении интервала времени между обработкой плазмой и процессом склеивания наблюдается снижение прочности клеевого соединения при испытаниях как при температуре 20 °С, так и при 80 °С.

Характер разрушения образцов клеевых соединений на основе стекло- и углепластика с обработанной поверхностью низкотемпературной плазмой и после хранения 1, 3 и 6 мес в основном смешанный.

В ходе выполнения работ установлено, что допустимый интервал времени хранения ПКМ на основе клеевых препрегов между обработкой их поверхности плазмой атмосферного давления и процессом склеивания составляет не более 6 мес. При этом проводятся дополнительные исследования по увеличению данного интервала до 12 мес.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Композиты: сегодня и завтра // Металлы Евразии. 2015. № 1. С. 36–39.
2. Каблов Е.Н. В истории ВИАМ Петр Дементьев занимает особое место // Крылья Родины. 2017. № 1. С. 1–2.
3. Каблов Е.Н., Петрова А.П., Нарский А.Р. Алексей Тихонович Туманов – основатель новых научных направлений в материаловедении. URL: <http://www.viam.ru/public> (дата обращения: 07.12.2021).
4. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // Вестник Российской академии наук. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
5. Каблов Е.Н. Становление отечественного космического материаловедения // Вестник РФФИ. 2017. № 3. С. 97–105.
6. Каблов Е.Н. ВИАМ: материалы нового поколения для ПД-14 // Крылья Родины. 2019. № 7–8. С. 54–58.
7. Вильнав Ж.Ж. Клеевые соединения. М.: Техносфера, 2007. 384 с.
8. Кейгл Ч. Клеевые соединения / пер. с англ. В.П. Батизата, А.С. Богданова, И.М. Заманского, А.П. Петровой; под ред. Д.А. Кардашова. М.: Мир, 1971. 295 с.
9. Composite materials handbook. US Department of Defense handbook, 2002. Vol. 3: Polymer matrix composites materials usage, design, and analysis. 734 p.
10. Peters S.T. Handbook of Composites. Second Edition. Chapman & Hall, 1998. 1120 p.
11. Баранников А.А., Постнов В.И., Вешкин Е.А., Стрельников С.В. Роль подготовки поверхности стеклопластика под склеивание // Клеи. Герметики. Технологии. 2019. № 6. С. 19–27. DOI: 10.31044/1813-7008-2019-0-6-19-27.
12. Богданова Ю.Г. Адгезия и ее роль в обеспечении прочности полимерных композитов: учеб. пособие. М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2010. 68 с.
13. Баранников А.А., Постнов В.И., Вешкин Е.А., Старостина И.В. Связь энергетических характеристик поверхности стеклопластика марки ВПС-53К с прочностью клеевого соединения на его основе // Труды ВИАМ. 2020. № 10 (92). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-10-40-50.

14. Баранников А.А., Сатдинов Р.А., Вешкин Е.А., Куршев Е.В. Влияние плазмы атмосферного давления на прочность клеевого соединения на основе углепластика // Труды ВИАМ. 2021. № 12 (106). Ст. 06. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-12-47-54.
15. Баранников А.А., Постнова М.В., Крашенинникова Е.В., Васюков А.Н. Применение новых технологий в производстве лопастей несущего винта вертолета // Труды ВИАМ. 2021. № 11 (105). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-11-91-102.
16. Tracey A.C. Effect of Atmospheric Pressure Plasma Treatment on Surface Characteristics and Adhesive Bond Quality of Peel Ply Prepared Composites. URL: <https://digital.lib.washington.edu/researchworks/handle/1773/27522> (дата обращения: 12.11.2021).
17. Takeda T., Yasuoka T., Hoshi H. et al. Effectiveness of flame-based surface treatment for adhesive bonding of carbon fiber reinforced epoxy matrix composites // Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing. 2019. Vol. 119. P. 30–37.
18. Zaldivar R.J., Nokes J., Steckel G.L. et al. The Effect of Atmospheric Plasma Treatment on the Chemistry, Morphology and Resultant Bonding Behavior of a Pan-Based Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Composite // Journal of Composite Materials. 2009. Vol. 44. Is. 2. P. 137–156. DOI: 10.1177/0021998309345343.
19. Dighton C., Rezai A., Ogin S.L., Watts J.F. Atmospheric plasma treatment of CFRP composites to enhance structural bonding investigated using surface analytical techniques // International Journal of Adhesion and Adhesives. 2019. Vol. 91. P. 142–149. DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2019.03.010.
20. Zaldivar R.J., Steckel G.L., Morgan B.A. et al. Bonding Optimization on Composite Surfaces using Atmospheric Plasma Treatment // Journal of Adhesion Science and Technology. 2012. Vol. 26. Is. 1–3. P. 381–401.
21. Hansen W. Plasma for Aviation and Aerospace Industries. URL: https://www.plasmatrete.com/downloads/english/15-04_IST_aerospace.pdf (дата обращения: 12.07.2021).
22. Лангер М., Отто Д. Методы исследования поверхностных характеристик полимеров после плазменной обработки. Сравнительный анализ // Анализ и контроль: технологии, приборы, решения. 2018. № 2 (39). С. 2–7.
23. Williams T., Yu H., Hicks R. Atmospheric pressure plasma activation of polymers and composites for adhesive bonding: A Critical Review // Reviews of Adhesion and Adhesives. 2013. Vol. 1. No. 1. P. 46–87. DOI: 10.7569/RAA.2013.097302.
24. Serrano J.S. Surface modifications of composite materials by atmospheric pressure plasma treatment: PhD-Thesis. Madrid: Universidad Rey Juan Carlos, 2011. 302 p. URL: https://eciencia.urjc.es/bitstream/10115/11379/1/Thesis_June%202011%20JSS-SLU-AUF_v5.pdf (дата обращения: 12.07.2021).
25. Gleich H. Zusammenhang zwischen Oberflächenenergie und Adhäsionsvermögen von Polymerwerkstoffen am Beispiel von PP und PBT und deren Beeinflussung durch die Niederdruck-Plasmatechnologie: dis. Universität Duisburg-Essen, 2004. 103 p. URL: https://duepublico2.unidue.de/servlets/MCRFileNodeServlet/duepublico_derivate_00005593/gleich_hdiss.pdf (дата обращения: 12.11.2021).
26. Rodríguez B.N. Pre-Treatment for adhesive bonding of aerospace composite components: PhM-Thesis. London: Brunel University, 2016. 133 p. URL: <https://bura.brunel.ac.uk/bitstream/2438/14669/1/FulltextThesis.pdf> (дата обращения: 12.11.2021).
27. Al-Maliki H.L.R. Adhesive and tribological behaviour of cold atmospheric plasma-treated polymer surfaces: PhD Dissertation. Gödöllő: Szent István University, 2018. 115 p. URL: https://szie.hu/sites/default/files/hayder_lateef_dissertation.pdf (дата обращения: 12.11.2021).
28. Lisco F., Shaw A., Wright A. et al. Atmospheric-pressure plasma surface activation for solution processed photovoltaic devices // Solar Energy. 2017. Vol. 146. P. 287–297.
29. Kostova K.G., Nishimea T.M.C., Castroa A.H.R. et al. Surface modification of polymeric materials by cold atmospheric plasma jet // Applied Surface Science. 2014. Vol. 314. P. 367–375.
30. Akiyama H., Hasegawa K., Sekigawa T., Yamazaki N. Atmospheric pressure plasma treatment for composites bonding // Mitsubishi Heavy Industries Technical Review. 2018. Vol. 55. No. 2. P. 1–5.

31. Lucchetta G. Experimental analysis of atmospheric plasma treatment and resin optimization for adhesive bonding of carbon fiber/epoxy composites. URL: http://tesi.cab.unipd.it/48832/1/Tesi_ANTONELLO_Julien.pdf (дата обращения: 12.11.2021).
32. Calomfirescu M., Neumaier R., Maier A. et al. Certification Concept and Development of a Bonded Eurofighter Airbrake Flight Demonstrator. URL: <https://www.sto.nato.int/publications/STO%20Meeting%20Proceedings/STO-MP-AVT-266/MP-AVT-266-07.pdf> (дата обращения: 12.11.2021).
33. Gardiner G. The future of CFRP aerostructures assembly. URL: <https://www.compositesworld.com/articles/the-future-of-cfrp-aerostructures-assembly> (дата обращения: 12.11.2021).
34. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГИЦ 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.
35. Лукина Н.Ф., Дементьева Л.А., Петрова А.П., Аниховская Л.И. Клеящие материалы в конструкции лопастей вертолетов // Труды ВИАМ. 2016. № 7 (43). Ст. 07. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 12.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-58-66.
36. Старков А.И., Куцевич К.Е., Тюменева Т.Ю. Разработка композиционного материала клеевого на основе альтернативного углеродного жгутового наполнителя марки UMT49S-12K-EP и клеевого связующего марки ВСК-14-3 // Труды ВИАМ. 2020. № 6–7 (89). Ст. 07. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 12.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-62-71.
37. Шарова И.А. Отечественный и зарубежный опыт в области разработки эпоксидных клеев холодного отверждения // Труды ВИАМ. 2014. № 7. Ст. 05. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 12.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-5-5.
38. Исаев А.Ю., Павлюк Б.Ф., Петрова А.П., Лукина Н.Ф., Балабанова О.С. Влияние модификации эпоксидных клеев холодного отверждения эластомерами на ресурсную прочность клеевых соединений // Труды ВИАМ. 2020. № 9 (91). Ст. 03. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 12.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-9-27-34.

References

1. Kablov E.N. Composites: today and tomorrow. *Metally Evrazii*, 2015, no. 1, pp. 36–39.
2. Kablov E.N. In the history of VIAM, Petr Dementiev occupies a special place. *Krylya Rodiny*, 2017, no. 1, pp. 1–2.
3. Kablov E.N., Petrova A.P., Narsky A.R. Alexei Tikhonovich Tumanov is the founder of new scientific directions in materials science. Available at: <http://www.viam.ru/public> (accessed: December 07, 2021).
4. Kablov E.N. Materials of a new generation and digital technologies for their processing. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2020, vol. 90, no. 4, pp. 331–334.
5. Kablov E.N. Formation of domestic space materials science. *Vestnik RFFI*, 2017, no. 3, pp. 97–105.
6. Kablov E.N. VIAM: new generation materials for PD-14. *Krylya Rodiny*, 2019, no. 7–8, pp. 54–58.
7. Vilnave Zh.Zh. Adhesive connections. Moscow: Technosfera, 2007, 384 p.
8. Cagle Ch. Adhesive connections. Ed. Kardashov D.A. Moscow: Mir, 1971, 295 p.
9. Composite materials handbook. Vol. 3: Polymer matrix composites materials usage, design, and analysis. US Department of Defense handbook, 2002, 734 p.
10. Peters S.T. Handbook of Composites. Second Ed. Chapman & Hall, 1998, 1120 p.
11. Barannikov A.A., Postnov V.I., Veshkin E.A., Strelnikov S.V. The role of fiberglass surface preparation for gluing. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2019, no. 6, pp. 19–27. DOI: 10.31044/1813-7008-2019-0-6-19-27.
12. Bogdanova Yu.G. Adhesion and its role in ensuring the strength of polymer composites: textbook. allowance. Moscow: Lomonosov Moscow State University, 2010, 68 p.

13. Barannikov A.A., Postnov V.I., Veshkin E.A., Starostina I.V. Link between the energy characteristics of the surface of fiberglass of the VPS-53K brand and the strength of the adhesive joint based on it. Trudy VIAM, 2020, no. 10 (92), paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 12, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-10-40-50.
14. Barannikov A.A., Satdinov R.A., Veshkin E.A., Kurshev E.V. The effect of atmospheric pressure plasma on the strength of an adhesive bond based on CFPR. Trudy VIAM, 2021, no. 12 (106), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: 12 January, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-12-47-54.
15. Barannikov A.A., Postnova M.V., Krashenninnikova E.V., Vasyukov A.N. Application of new technologies in the production of helicopter main rotor blades. Trudy VIAM, 2021, no. 11 (105), paper no. 09. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: 12 January, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-11-91-102.
16. Tracey A.C. Effect of Atmospheric Pressure Plasma Treatment on Surface Characteristics and Adhesive Bond Quality of Peel Ply Prepared Composites. Available at: <https://digital.lib.washington.edu/researchworks/handle/1773/27522> (accessed: November 12, 2021).
17. Takeda T., Yasuoka T., Hoshi H. et al. Effectiveness of flame-based surface treatment for adhesive bonding of carbon fiber reinforced epoxy matrix composites. Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing, 2019, vol. 119, pp. 30–37.
18. Zaldivar R.J., Nokes J., Steckel G.L. et al. The Effect of Atmospheric Plasma Treatment on the Chemistry, Morphology and Resultant Bonding Behavior of a Pan-Based Carbon Fiber-Reinforced Epoxy Composite. Journal of Composite Materials, 2009, vol. 44, is. 2, pp. 137–156. DOI: 10.1177/0021998309345343.
19. Dighton C., Rezai A., Ogin S.L., Watts J.F. Atmospheric plasma treatment of CFRP composites to enhance structural bonding investigated using surface analytical techniques. International Journal of Adhesion and Adhesives, 2019, vol. 91, pp. 142–149. DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2019.03.010.
20. Zaldivar R.J., Steckel G.L., Morgan B.A. et al. Bonding Optimization on Composite Surfaces using Atmospheric Plasma Treatment. Journal of Adhesion Science and Technology, 2012, vol. 26, is. 1–3, pp. 381–401.
21. Hansen W. Plasma for Aviation and Aerospace Industries. Available at: https://www.plasmatreat.com/downloads/english/15-04_IST_aerospace.pdf (accessed: July 12, 2021).
22. Langer M., Otto D. Methods for studying the surface characteristics of polymers after plasma treatment. Comparative analysis. Analiz i kontrol: tekhnologii, pribory, resheniya, 2018, no. 2 (39), pp. 2–7.
23. Williams T., Yu H., Hicks R. Atmospheric pressure plasma activation of polymers and composites for adhesive bonding: A Critical Review. Reviews of Adhesion and Adhesives, 2013, vol. 1, no. 1, pp. 46–87. DOI: 10.7569/RAA.2013.097302.
24. Serrano J.S. Surface modifications of composite materials by atmospheric pressure plasma treatment: PhD-Thesis. Madrid: Universidad Rey Juan Carlos, 2011, 302 p. Available at: https://eciencia.urjc.es/bitstream/10115/11379/1/Thesis_June%202011%20JSS-SLU-AUF_v5.pdf (accessed: July 12, 2021).
25. Gleich H. *Zusammenhang zwischen Oberflächenenergie und Adhäsionsvermögen von Polymerwerkstoffen am Beispiel von PP und PBT und deren Beeinflussung durch die Niederdruck-Plasmatechnologie*: dis. Universität Duisburg-Essen, 2004, 103 p. Available at: https://duepublico2.unidue.de/servlets/MCRFileNodeServlet/duepublico_derivate_00005593/gleic_hdiss.pdf (accessed: July 12, 2021).
26. Rodríguez B.N. Pre-Treatment for adhesive bonding of aerospace composite components: PhM-Thesis. London: Brunel University, 2016, 133 p. Available at: <https://bura.brunel.ac.uk/bitstream/2438/14669/1/FulltextThesis.pdf> (accessed: November 12, 2021).
27. Al-Maliki H.L.R. Adhesive and tribological behaviour of cold atmospheric plasma-treated polymer surfaces: PhD Dissertation. Gödöllő: Szent István University, 2018, 115 p. Available at: https://szie.hu/sites/default/files/hayder_lateef_dissertation.pdf (accessed: November 12, 2021).
28. Lisco F., Shaw A., Wright A. et al. Atmospheric-pressure plasma surface activation for solution processed photovoltaic devices. Solar Energy, 2017, vol. 146, pp. 287–297.

29. Kostova K.G., Nishimeia T.M.C., Castroa A.H.R. et al. Surface modification of polymeric materials by cold atmospheric plasma jet. *Applied Surface Science*, 2014, vol. 314, pp. 367–375.
30. Akiyama H., Hasegawa K., Sekigawa T., Yamazaki N. Atmospheric pressure plasma treatment for composites bonding. *Mitsubishi Heavy Industries Technical Review*, 2018, vol. 55, no. 2, pp. 1–5.
31. Lucchetta G. Experimental analysis of atmospheric plasma treatment and resin optimization for adhesive bonding of carbon fiber/epoxy composites. Available at: http://tesi.cab.unipd.it/48832/1/Tesi_ANTONELLO_Julien.pdf (accessed: November 12, 2021).
32. Calomfirescu M., Neumaier R., Maier A. et al. Certification Concept and Development of a Bonded Eurofighter Airbrake Flight Demonstrator. Available at: <https://www.sto.nato.int/publications/STO%20Meeting%20Proceedings/STO-MP-AVT-266/MP-AVT-266-07.pdf> (accessed: November 12, 2021).
33. Gardiner G. The future of CFRP aerostructures assembly. Available at: <https://www.compositesworld.com/articles/the-future-of-cfrp-aerostructures-assembly> (accessed: November 12, 2021).
34. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
35. Lukina N.F., Dementeva L.A., Petrova A.P., Anihovskaya L.I. Gluing materials in the design of blades of helicopters. *Trudy VIAM*, 2016, no. 7, paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 12, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-7-7.
36. Starkov A.I., Kutsevich K.E., Tyumeneva T.Yu. Development of adhesive composite material based on UMT49S-12K-EP alternative carbon filler and VSK-14-3 adhesive binder. *Trudy VIAM*, 2020, no. 6–7 (89), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 12, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-62-71.
37. Sharova I. A. Domestic and foreign experience in area of cold curing epoxy adhesive development. *Trudy VIAM*, 2014, no. 7, paper no. 05. Available at: <http://viam-works.ru> (accessed: November 12, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-5-5.
38. Isaev A.Yu., Pavlyuk B.Ph., Petrova A.P., Lukina N.Ph., Balabanova O.S. Effect of modification of cold cured epoxy adhesives with elastomers on the resource strength of adhesive joint. *Trudy VIAM*, 2020, no. 9 (91), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 12, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-9-27-34.

Информация об авторах

Баранников Александр Александрович, инженер-технолог 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Судьин Юрий Иванович, инженер-технолог, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Вешкин Евгений Алексеевич, начальник УНТЦ, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Сатдинов Руслан Амирганович, заместитель начальника УНТЦ по производству, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Alexander A. Barannikov, First category engineer-technologist, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Yuri I. Sudyin, Engineer-technologist, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Evgeny A. Veshkin, Head of USTC, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ruslan A. Satdinov, Deputy Head of USTC for production, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 03.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 10.02.2022.

The article was submitted 03.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 10.02.2022.

Научная статья

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-41-52

КЛЕЕВЫЕ ПРЕПРЕГИ ПОНИЖЕННОЙ ГОРЮЧЕСТИ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫЕ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ИНТЕГРАЛЬНЫХ И ТРЕХСЛОЙНЫХ СОТОВЫХ КОНСТРУКЦИЙ АВИАЦИОННОЙ ТЕХНИКИА.И. Старков¹, К.Е. Куцевич¹, Т.Ю. Тюменева¹, А.П. Петрова¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Рассмотрено применение клеевых препрегов пониженной горючести для изготовления панелей пола самолетов. Показано влияние антипиренов различных типов, приведены свойства клеевого связующего ВСК-14-6 с пониженной горючестью, клеевых препрегов на его основе и ПКМ с пониженной горючестью с различными типами наполнителей – стеклопластика ВПС-68 и углепластика ВКУ-59. Приведены данные о физико-механических свойствах образцов трехслойных сотовых панелей пола с обшивками из клеевых угле- и стеклопластиков. Представлена сравнительная весовая оценка с существующими панелями пола изделий Ил-114, Ил-96, Ту-204 и Ту-214.

Ключевые слова: клеевое связующее пониженной горючести, трехслойная конструкция, панели пола, клеевой препрег, снижение горючести, антипирены, прочностные характеристики

Для цитирования: Старков А.И., Куцевич К.Е., Тюменева Т.Ю., Петрова А.П. Клеевые препреги пониженной горючести, предназначенные для изготовления интегральных и трехслойных сотовых конструкций авиационной техники // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-41-52.

Scientific article

LOW-COMBUSTIBILITY ADHESIVE PREPREGS DESIGNED FOR THE MANUFACTURE OF INTEGRAL AND THREE-LAYER HONEYCOMB STRUCTURES AIRCRAFT TECHNOLOGYA.I. Starkov¹, K.E. Kutsevich¹, T.Yu. Tyumeneva¹, A.P. Petrova¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The paper considers the application of adhesive prepregs with reduced flammability for the manufacture of aircraft floor panels. The effect of different types of flame retardants is shown, properties of adhesive binder VSK-14-6 with reduced flammability, adhesive prepregs on its basis and PCM with reduced flammability with different types of fillers – fiberglass VPS-68 and carbon fiber plastic BCU-59 are given. Data on physical and mechanical properties of samples of three-layered honeycomb floor panels with cladding made of adhesive carbon and glass-reinforced plastics are presented. A comparative weight estimation with the existing floor panels is given Il-114, Il-96, Tu-204, Tu-214 products.

Keywords: adhesive binder of reduced flammability, three-layer structure, floor panels, adhesive prepreg, reduction of flammability, flame retardants, strength characteristics

For citation: Starkov A.I., Kutsevich K.E., Tyumeneva T.Yu., Petrova A.P. Low-combustibility adhesive prepregs designed for the manufacture of integral and three-layer honeycomb structures aircraft technology. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-41-52.

Введение

Производство полимерных композиционных материалов (ПКМ) является динамично развивающимся направлением, которое позволяет существенным образом увеличить валовую прибыль. В конструктивной составляющей множества изделий авиационной техники доля использования композиционных материалов ранее не превышала 11 %, при этом в настоящее время при создании авиационной техники предусматривается замена традиционных сталей и сплавов на перспективные ПКМ с долей использования последних до 50 % в зависимости от изделия. В частности, в конструктивной составляющей самолетов Boeing 787 и Airbus A350 XWB доля использования композиционных материалов превышает 50 %.

Современная тенденция по увеличению в авиационной технике объемной доли использования композиционных материалов связана с повышением требований к механическим характеристикам конструкционных материалов, а также экономической и весовой эффективности конечного изделия. Полимерные композиционные материалы являются широко используемым классом конструкционных материалов в самолетах нового поколения. В настоящее время ПКМ, получаемые с использованием современных технологий переработки, способны обеспечивать все возрастающие требования к упруго-прочностным характеристикам материалов и их эксплуатационной стабильности, которые необходимы для обеспечения работоспособности конструкций [1–3].

К материалам, используемым в интерьерах воздушных судов, а также транспортных средств, предъявляются требования по пожаробезопасности. В последнее время эта проблема стоит особенно остро в связи с заменой во многих агрегатах, используемых в изделиях авиационной техники, металлических материалов на ПКМ, которые позволяют снизить массу конструкций, но при этом являются более горючими.

В соответствии с нормами летной годности гражданских самолетов НЛПГС-3 в России в интерьерах самолетов могут применяться материалы с кислородным индексом >30 (самозатухающие) и дымообразованием по ГОСТ 24632–81 – не более IV группы, по ГОСТ 12.1.044–89 группа D1 – малая дымообразующая способность; с токсичностью продуктов горения HC L50 – не более $0,02 \text{ кг/м}^3$, по ГОСТ 12.1.044–89 группа T1 HC L50 – до 40 мг/г (малоопасная). Международные авиационные организации FAR и FAA ввели более жесткие требования (FAR 25.853a, 25.836, 28.855) к материалам, применяемым в интерьерах самолетов, по сравнению с ранее действовавшими нормами FAR-25-15. Предложены новые требования к материалам интерьера по тепловыделению при горении (OSU-test) и по токсичности продуктов горения (Airbus Industries Tech Spec NATS 1000.001). Нормы, регламентирующие характеристики воспламеняемости, дымовыделения и токсичности продуктов горения (FST-свойства) материалов, используемых в авиакосмических конструкциях, изложены в Fire Test Methodology for Aerospace Materials (NASA-CR-166196) [4, 5].

Материалы, используемые в конструкции интерьеров пассажирских самолетов, должны отвечать требованиям авиационных правил по пожарной безопасности в соответствии с главами АП-23 и АП-25, в конструкции вертолетов – АП-27 и АП-29 [6].

Трудности при создании пожаробезопасных ПКМ заключаются не только в различных требованиях к материалу в зависимости от области применения, но и в наличии разнообразных показателей огнестойкости и пожаробезопасности, таких как кислородный индекс, скорость распространения пламени, тепловыделение при горении, коэффициент дымообразования, плотность дыма, токсичность продуктов горения. Все это приводит к необходимости точного подбора компонентов, включая антипирены, и их оптимальных соотношений в связующем с учетом не только данных испытаний

на огнестойкость, но и требований технологии переработки и условий эксплуатации для каждого конкретного изделия [7–9].

В патентной научно-технической литературе наиболее часто встречаются огнестойкие материалы на основе эпоксидных и полиэфирных смол. Благодаря малой усадке, низкому водопоглощению, отличным адгезионным свойствам и высокой прочности эпоксидные связующие нашли широкое применение в самых разных областях – от клеев и наливных полов до связующих для конструкционных ПКМ.

Среди российских заявителей следует отметить специалистов НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ (далее – ВИАМ). Так, в патенте RU 2223988 [10] представлены ПКМ из угле-, органо- и стекловолоконистых наполнителей и связующего на основе эпоксидного олигомера N,N,N',N'-тетраглицидилдиамино-3,3'-дихлордифенилметана 100 с отвердителем 4,4'-диаминодифенилсульфоном 44 и 0,01–1,0 % (по массе) фуллерена (C_{2n}, где n – не менее 30) с добавлением специальных добавок: 0,1–1,5 % (по массе) открытых углеродных нанотрубок и 0,5–10 % (по массе) фуллероидного многослойного наномодификатора астралена – для применения в элементах конструкций авиационной и космической техники. Полимерные композиционные материалы получают пропиткой указанным связующим угле-, органо- и стекловолоконистых наполнителей. При введении в основную смолу связующего специальных добавок повышаются механические свойства материала.

В патенте RU 2276638 [11] представлен ПКМ из армирующего стекловолоконистого наполнителя (стеклоткани), который дополнительно содержит полые стеклянные микросферы и гидроксид алюминия, и связующего на основе азотсодержащей фенолформальдегидной смолы резольного типа, модифицированной полиэтиленгликолем и фосдиолом. Этот материал предназначен для изготовления деталей интерьера с пониженным тепловыделением для авиации, судо- и автомобилестроения, железнодорожного транспорта и строительства, в том числе для крупногабаритных изделий сложной конфигурации. Его применение обеспечит выполнение современных требований летной годности АП-25, предъявляемых к транспортным средствам по пожаробезопасности при перевозке пассажиров.

При разработке огнестойких термопластичных материалов повышенное внимание уделяется проблеме предотвращения образования горящих капель. Для этого в состав связующего вводят волокнистый наполнитель, изготовленный из фторсодержащих термопластов [12], или амиды жирных кислот [13]. Для уменьшения горючести полиэфиров, в частности полибутилентерефталата, а также полистирола используют галогенсодержащие антипирены [14, 15].

Снижение горючести ПКМ можно обеспечить путем введения в состав связующих минеральных наполнителей или специальных огнестойких добавок – антипиренов, а также путем химического модифицирования олигомеров, используемых в качестве компонентов связующих.

Каждый из этих путей имеет свои преимущества и недостатки. Так, введение огнестойких добавок (наполнителей, антипиренов) хотя и является более простым и распространенным способом, однако при повышении температуры возможно выпотевание некоторых добавок, а также ухудшение прочностных характеристик отвержденных модифицированных связующих. При синтезе негорючих олигомеров используют мономеры, содержащие химически связанные огнегасящие элементы, однако стоимость таких олигомеров значительно больше аналогичных, не содержащих огнегасящих элементов. Ингибирующий эффект соединений, вступающих в химическое взаимодействие при отверждении клеевого связующего, обычно больше, чем для инертных продуктов [16].

Одной из проблем использования композиционных материалов в составе конструкций (в частности, трехслойных сотовых конструкций) является значительно меньшая стабильность их механических характеристик по сравнению с традиционными материалами [17]. Недостаточные знания о механических характеристиках композитных конструкций могут привести к созданию перетяжеленных конструкций. Помимо этого, композиционные конструкции, как правило, имеют чрезмерные запасы прочности, что существенно снижает эффективность их использования.

Панели пола в самолетах имеют большой объем: в магистральных самолетах с числом мест от 200 их площадь превышает 100 м^2 , с числом мест от 24 до 80 составляет $14\text{--}45 \text{ м}^2$ [18].

Общая масса панелей пола в одном самолете составляет от 250 до 500 кг. Внедрение ПКМ при изготовлении панелей пола летательных аппаратов позволяет снизить их массу, существенно повысить долговечность при сохранении прочности и жесткости [19–21]. В связи с вышеизложенным при изготовлении панелей пола из ПКМ необходимо, чтобы входящие в их состав материалы обладали пониженной горючестью.

Поиск путей обеспечения минимальной массы элементов конструкции самолета является одним из приоритетных направлений развития современной авиационной техники. Одной из перспективных сфер применения ПКМ в конструкции современных пассажирских самолетов являются панели пола. Использование композиционных материалов с высокой удельной прочностью и жесткостью позволяет повысить весовую эффективность панелей пола и обеспечить резерв массы для увеличения дальности полета и полезной нагрузки или снижения расхода топлива и общей стоимости изделия [22, 23].

В общем случае панели пола представляют собой трехслойные конструкции, т. е. систему, которая состоит из сравнительно тонких несущих слоев (обшивок) и более толстого внутреннего слоя, называемого заполнителем [24]. В самолетах прошлого поколения (Ту-144, Ту-154, Ил-18) панели пола представляли собой трехслойные конструкции с обшивками из фанеры, алюминия или стеклопластика и заполнителями из алюминиевых сот или пенопласта. Средняя масса 1 м^2 панелей пола с использованием указанных материалов составляла $4,5\text{--}5,6 \text{ кг}$ в зависимости от места установки в салоне самолета [18].

Разработка и внедрение материалов нового поколения позволяет существенно снизить массу 1 м^2 панелей пола. Например, в конструкции трехслойных сотовых панелей пола самолета Ил-96 использован стеклотекстолит КАСТ-ВС в качестве верхней обшивки, углепластик пониженной горючести КМУ-3 – в качестве нижней обшивки и сотовласт ПСП-1 – в качестве сотового заполнителя, который соединен с обшивками посредством пленочного клея. Данные материалы позволили снизить массу 1 м^2 панелей пола до $3,4\text{--}3,8 \text{ кг}$ в зависимости от места установки. Масса 1 м^2 панелей пола самолета Ил-114, представляющих собой трехслойную сотовую конструкцию с обшивками из стеклоткани на основе эпоксидного связующего и полимерного сотового заполнителя, составляет от $2,8$ до $3,6 \text{ кг}$ в зависимости от места установки. В конструкциях панелей пола самолета Ту-204 использованы обшивки на основе высокомолекулярного стеклопластика и полимерного сотового заполнителя, что позволило достичь массы 1 м^2 панелей пола в пределах $2,5\text{--}5,2 \text{ кг}$ в зависимости от места установки [19, 25, 26].

В ВИАМ разработан принципиально новый класс полимерных материалов – композиционные материалы клеевые (КМК) на основе связующего пониженной горючести марки ВСК-14-6 и стекло-, угленаполнителей, предназначенных для изготовления обшивок трехслойных сотовых конструкций за один технологический цикл, в том числе панелей пола, с целью импортозамещения ПКМ фирмы Hexcel (США) [16].

Материалы и методы

Производство ПКМ должно базироваться на использовании современного оборудования, которое позволяет обеспечивать массовую долю содержания связующего с минимальным разбросом в пределах $\pm 3\%$.

Технологию получения клеевых препрегов отрабатывали путем нанесения расплава клеевого связующего на антиадгезионную бумагу (подложку) из верхнего и нижнего клеенаносящих узлов установки Coatema BL-2800 с использованием систем обогреваемых валов, двухстороннего дублирования наполнителя с пленками клеевого связующего в узлах обогреваемых каландров с последующей смоткой клеевого препрега через антиадгезионную прокладку в рулон (см. рисунок).



Установка Coatema BL-2800 для изготовления калиброванных прецизионных препрегов

В процессе отработки технологических режимов изготовления клеевых препрегов варьировали следующие параметры – температуру узла нанесения связующего, температуру каландров и скорость линии пропитки с определением содержания связующего в препреге.

Температуры наносящих валов, каландров и нагревательных столов определялись интервалом температур переработки клеевого связующего ВСК-14-6. Величину зазора между наносящими валами, обеспечивающими равномерное распределение связующего в препреге и качественное совмещение с наполнителем, определяли исходя из толщины моно слоя разрабатываемых препрегов (с учетом толщин подложки и пленки).

В данной статье использованы следующие нормативные ссылки (табл. 1).

Таблица 1

Использованная нормативная документация

Показатель	Нормативный документ
Предел прочности при растяжении с определением модуля упругости и относительного удлинения	ГОСТ Р 56785–2015
Предел прочности при сжатии с определением модуля упругости	ГОСТ 33519–2015
Предел прочности при поперечном изгибе с определением модуля упругости	ГОСТ 56810–2015
Предел прочности при межслойном сдвиге	ГОСТ 32659–2014
Горючесть	АП-25, Приложение F, Часть I; ОСТ 1 90094–79
Разрушающая нагрузка при четырехточечном изгибе	ГОСТ Р 56791–2015
Разрушающая нагрузка при трехточечном изгибе	ГОСТ Р 56798–2015
Прочность при сжатии трехслойной сотовой панели	ГОСТ Р 58816–2020
Усилие отслаивания обшивки от сотового заполнителя	ГОСТ Р 56792–2015
Прочность при сдвиге	ГОСТ Р 57834–2017
Прочность при отрыве клеевых соединений от сотового заполнителя	ГОСТ 14760–69

Результаты и обсуждение

При разработке ПКМ на основе клеевых препрегов пониженной горючести в качестве матрицы выбрано клеевое связующее марки ВСК-14-6 (ТУ 1-595-14-1423–2014) с теплостойкостью 80 °С на основе бромсодержащей эпоксидной смолы. По результатам исследования комплекса свойств ПКМ выбраны образцы КМК на основе высокопрочного углеродного жгутового наполнителя марки SYT49(S)-12K и стеклоткани Т-60(ВМП) со средними значениями пределов прочности при растяжении >1400 и >1300 МПа соответственно.

Свойства КМК на основе клеевого связующего пониженной горючести марки ВСК-14-6 в сравнении с аналогами представлены в табл. 2.

Таблица 2

Свойства разрабатываемых российских композиционных клеевых материалов на основе клеевого связующего пониженной горючести марки ВСК-14-6 в сравнении с аналогами

Свойства	Значения свойств для материала			
	разрабатываемого углепластика	разрабатываемого стеклопластика	углепластика на основе препрега HexPly M56/40%/193PW/AS4-3K фирмы Hexcel (США)	стеклопластика на основе препрега HexPly M76/37%/7781 фирмы Hexcel (США)
Предел прочности при растяжении, МПа	≥1400	≥1300	924	470
Горючесть	Трудногорючий			
Жизнеспособность при температуре 23 °С, сут	90	90	30	30

Исследованы прочностные свойства на соответствие требованиям ТУ 1-595-14-1423–2014 при сдвиге по ГОСТ 14759–2016 при температуре 20 и 80 °С на образцах из сплава Д16-АТ Ан.Окс.хром и определена массовая доля летучих веществ (табл. 3).

Таблица 3

Основные свойства клеевого связующего марки ВСК-14-6

Свойства	Значения свойств* для клеевого связующего ВСК-14-6	Требования по ТУ 1-595-14-1423–2014
Предел прочности при сдвиге отведенного образца, МПа, при температуре, °С:		
20	<u>29,5–34,5</u> 31,8	Не менее 24
80	<u>21,5–30,0</u> 25,4	Не менее 17
Массовая доля летучих веществ, %	0,8	Не более 2
*В числителе – минимальное и максимальное значения, в знаменателе – среднее.		

Установлено, что массовая доля летучих веществ и предел прочности при сдвиге при температуре испытаний 20 и 80 °С партии клеевого связующего соответствует требованиям ТУ 1-595-14-1423–2014.

С применением клеевого связующего ВСК-14-6 на автоматизированной установке Coatema BL-2800 изготовлены клеевые препреги с использованием как углеродных, так и стеклянных наполнителей. На основе углеродных наполнителей разработаны препреги КМКУ-6.80.SYT49(S).45/65, на основе стеклянных наполнителей – препреги КМКС-6.80.Т60(ВМП).37/55. Свойства препрегов приведены в табл. 4.

Таблица 4

Технические требования к клеевым препрегам

Свойства	Значения свойств для материала марки			
	КМКУ-6.80. SYT49(S).45	КМКС-6.80. T60(ВМП).37	КМКУ-6.80. SYT49(S).65	КМКС-6.80. T60(ВМП).55
Содержание клеевого связующего в препреге, %	35–45	37–45	55–65	55–65
Предел прочности при сдвиге клеевых соединений из алюминиевого сплава Д16-АТ (или Д19-АТ) при температуре 20±2 °С, МПа (не менее)	–	–	20,0	20,0
Предел прочности при равномерном отрыве обшивки от сот из фольги АМг2Н с ячейкой 2,5 мм при температуре 20±2 °С, МПа (не менее)	–	–	3,9	3,9
Предел прочности при растяжении при температуре 20±2 °С, МПа (не менее)	1400	1300	–	–
Предел прочности при сжатии при температуре 20±2 °С, МПа (не менее)	900	550	–	–

По результатам исследований разработаны технические условия на клеевые угле- и стеклопрепреги:

- ТУ 1-595-11-1775–2018 «Препрег клеевой марки КМКУ-6.80.SYT49(S)»;
- ТУ 1-595-11-1776–2018 «Препрег клеевой марки КМКС-6.80.T60(ВМП)».

Разработанные технические условия на клеевые препреги регламентируют показатели качества, представленные в табл. 4.

Автоклавным методом формования изготовлены плиты из углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68 на основе клеевых препрегов марок КМКУ-6.80.SYT49(S) и КМКС-6.80.T60(ВМП).

Проведено исследование свойств углепластика и стеклопластика, изготовленных на основе клеевых препрегов, которые представлены в табл. 5.

Таблица 5

Механические свойства углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68 со схемой армирования [0]_n при температуре испытания 20 и 80 °С

Свойства	Значения свойств для материала			
	ВКУ-59		ВПС-68	
	при температуре испытания, °С			
	20	80	20	80
Предел прочности при растяжении, МПа (по ГОСТ Р 56785–2015)	2550	2385	1430	1275
Модуль упругости при растяжении, ГПа (по ГОСТ Р 56785–2015)	125	126	46	45
Относительное удлинение при растяжении, % (по ГОСТ Р 56785–2015)	2,0	1,9	3,1	2,8
Предел прочности при сжатии, МПа (по ГОСТ 33519–2015)	1050	850	770	635
Модуль упругости при сжатии, МПа (по ГОСТ 33519–2015)	128	124	58	54
Предел прочности при поперечном изгибе, МПа (по ГОСТ 56810–2015)	1380	910	1345	760
Модуль упругости при поперечном изгибе, ГПа (по ГОСТ 56810–2015)	123	106	53	51
Предел прочности при межслойном сдвиге, МПа (по ГОСТ 32659–2014)	49	47	77	49

Результаты испытаний образцов углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68 на горючесть по АП-25, Приложение F, Часть I, п. 853 (а) и на дымообразование по АП-25, Приложение F, Часть V, п. 853 (d) представлены в табл. 6.

Таблица 6

Горючесть углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68

Материал	Толщина образца, мм	Классификация
Углепластик ВКУ-59	1,11	Отвечают требованиям АП-25, Приложение F, Часть I – трудносгорающие
	2,10	
	3,99	
Стеклопластик ВПС-68	1,23	
	2,28	
	4,18	

Установлено, что образцы из углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68 по горючести отвечают требованиям АП-25, Приложение F, Часть I, п. 853 (а), а по дымообразованию относятся к классу V – сильнодымящие.

Для снижения весовых характеристик трехслойных сотовых конструкций панелей пола четырех зон проведена оптимизация их конструктивно-технологического облика (структуры и геометрических параметров) с учетом характерных случаев их нагружения.

Проведены испытания образцов трехслойных сотовых конструкций панелей пола с обшивками из углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68 на горючесть согласно АП-25. Результаты представлены в табл. 7.

Таблица 7

Результаты испытаний на горючесть образцов трехслойных сотовых конструкций панелей пола с обшивками из углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68

Материал	Толщина образца, мм	Продолжительность экспозиции пламенем горелки, с	Продолжительность остаточного горения, с	Длина обугливания, мм	Продолжительность горения капель, с	Классификация
Трехслойная сотовая панель с обшивкой из углепластика ВКУ-59	10,23	60	0	5	0	Трудно-сгорающий
	10,31		0	12	0	
	10,31		0	11	0	
Трехслойная сотовая панель с обшивкой из стеклопластика ВПС-68	10,10	60	0	79	0	Трудно-сгорающий
	10,04		0	77	0	
	10,04		0	96	0	
Допустимые значения по АП-25, п. 853 (а)			Не более 15	Не более 152	Не более 3	—

Установлено, что образцы трехслойных сотовых конструкций панелей пола с обшивками из клеевых препрегов угле- и стеклопластиков на основе клеевого связующего марки ВСК-14-6 отвечают требованиям АП-25, Приложение F, Часть I.

Проведена сравнительная оценка образцов трехслойных сотовых конструкций панелей пола с обшивками из углепластика ВКУ-59 и стеклопластика ВПС-68

в сопоставлении с существующими панелями пола для изделий Ил-114, Ил-96, Ту-204, Ту-214. Результаты представлены в табл. 8.

Таблица 8

Сравнительная оценка трехслойных сотовых панелей пола

Авиационные изделия и импортозамещение	Материал, примененный для			Масса 1 м ² , кг
	верхней обшивки	нижней обшивки	заполнителя	
Ил-96	Стеклотекстолит КАСТ-ВС	Углепластик пониженной горючести КМУ-3	Сотопласт ПСП-1	3,4–3,8
Ил-114	Стеклопластик на основе эпоксидного связующего		Полимерный сотовый наполнитель	2,8–3,6
Ту-204	Высокомодульный стеклопластик		То же	2,5–5,2
Разработки ВИАМ	Клеевой углепластик ВКУ-59		—«—	2,5–3,6
	Клеевой стеклопластик ВПС-68		—«—	2,5–3,8

Сравнительная оценка трехслойных сотовых панелей пола с обшивками из клеевых угле- и стеклопластиков на основе связующего марки ВСК-14-6 в сопоставлении с существующими панелями пола изделий Ил-114, Ил-96, Ту-204, Ту-214 показала их высокую весовую эффективность (масса 1 м² панелей пола 2,5–3,6 кг вместо 2,5–5,2 кг) в совокупности с обеспечением требуемых характеристик.

Заключения

Использование российских препрегов на основе связующего пониженной горючести ВСК-14-6 и стекло- и угленанполнителей (стеклянные ткани либо углеродные жгут или лента, или ткань) позволит получить конструкционные ПКМ с толщиной монослоя 0,13–0,28 мм, с необходимыми технологическими и эксплуатационными свойствами, позволяющими изготовить высоконагруженные сотовые (слоистые) конструкции одинарной и сложной кривизны, предназначенные, в частности, для конструкции пола, а также агрегатов наружного контура летательного аппарата. Клеевое эпоксидное связующее образует при отверждении при температуре 100–140 °С полимерную матрицу с высокими прочностными свойствами и пониженной горючестью. Низкая температура отверждения (до 140 °С) связующего ВСК-14-6 (за счет введения в его состав латентного отвердителя аминного типа с катализаторами отверждения) сочетается с высокой жизнеспособностью, что обеспечивает препрегам, в составе которых используются стекло- и угленанполнители и связующее ВСК-14-6, срок хранения при температуре от 0 до +8 °С не менее 6 мес.

Еще одним достоинством таких препрегов является реализация высокоэффективной технологии сборки слоистых клеевых сотовых конструкций из неметаллических материалов, отличительная особенность которой – одновременное (за одну технологическую операцию) формование обшивки и ее приклеивание к сотовому наполнителю.

Новый тип трехслойных сотовых панелей пола с обшивками из угле- или стеклопластиков на основе клеевого препрега и полимерного сотового наполнителя различной плотности позволяет достичь массы 1 м² панелей пола в диапазоне от 2,5 до 3,6 кг в зависимости от места установки. Материалы обшивок обладают высокой удельной прочностью и жесткостью, а также пониженной горючестью, что делает конструкции трехслойных сотовых панелей пола на их основе конкурентоспособными по отношению к ПКМ фирмы Hexcel (США).

Список источников

1. Раскутин А.Е. Стратегия развития полимерных композиционных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № S. С. 344–348. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-344-348.
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. Россия на рынке интеллектуальных ресурсов // *Эксперт*. 2015. № 28 (951). С. 48–51.
4. Барботько С.Л., Вольный О.С., Кириенко О.А., Шуркова Е.Н. Оценка пожаробезопасности полимерных материалов авиационного назначения / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2018. 424 с.
5. Барботько С.Л., Дементьева Л.А., Сереженков А.А. Горючесть стекло- и углепластиков на основе клеевых препрегов // *Клеи. Герметики. Технологии*. 2008. № 7. С. 29–31.
6. Лукина Н.Ф., Дементьева Л.А., Петрова А.П., Аниховская Л.И. Клеящие материалы в конструкции лопастей вертолетов // *Труды ВИАМ*. 2016. № 7 (43). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.05.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-7-7.
7. Дульнев Г.Н., Заричняк Ю.П. Теплопроводность смесей и композиционных материалов: справочник. Л.: Энергия, 1974. 264 с.
8. 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.
9. Препрег на основе клеевого связующего пониженной горючести и стеклопластик, углепластик на его основе: пат. 2676634 Рос. Федерация; заявл. 19.04.18; опубл. 09.01.19.
10. Полимерное связующее, композиционный материал на его основе и способ его изготовления: пат. 2223988 Рос. Федерация; заявл. 19.11.01; опубл. 20.02.04.
11. Композиционный материал и изделие, выполненное из него: пат. 2276638 Рос. Федерация; заявл. 14.12.04; опубл. 20.05.06.
12. Огнестойкая полимерная композиция и изделие, выполненное из нее: пат. 2254349 Рос. Федерация; заявл. 30.12.03; опубл. 20.06.05.
13. Огнестойкая полиамидная композиция: пат. 2200744 Рос. Федерация; заявл. 27.06.00; опубл. 20.03.03.
14. Brominated polymers as FR additives and polymer systems containing same: pat. 8242183 US; filed 30.01.09; publ. 14.08.12.
15. Ignition resistant carbonate polymer composition: pat. 8357441 US; filed 29.07.09; publ. 22.01.13.
16. Старков А.И., Куцевич К.Е., Тюменева Т.Ю., Комаров В.А. Разработка композиционных материалов на основе клеевых препрегов пониженной горючести и требований к механическим характеристикам ПКМ с учетом области применения // *Всерос. науч.-техн. конф. «Полимерные композиционные материалы нового поколения и технологии их переработки»*. М.: ВИАМ, 2020. С. 69–81.
17. Душин М.И., Ермолаев А.М., Котырев И.Я. и др. Углепластики в панелях пола трехслойной конструкции // *Авиационная промышленность*. 1978. № 6. С. 8–12.
18. Шокин Г.И., Шершак П.В., Андрюнина М.А. Опыт разработки и освоения производства сотовых панелей пола из отечественных материалов // *Авиационная промышленность*. 2017. № 1. С. 32–40.
19. Шершак П.В., Косарев В.А., Рябовол Д.Ю. Гибридные обшивки в сэндвич-конструкциях панелей пола летательных аппаратов // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 3 (52). С. 35–41. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-35-41.
20. Баранников А.А., Вешкин Е.А., Постнов В.И., Стрельников С.В. К вопросу производства панелей пола из ПКМ для летательных аппаратов // *Известия Самарского научного центра Российской академии наук*. 2017. Т. 19. № 4. С. 198–213.
21. Комаров В.А., Куцевич К.Е., Павлова С.А., Тюменева Т.Ю. Оптимизация трехслойных сотовых панелей пола из полимерных композиционных материалов пониженной горючести на основе высокопрочных углеродных и стеклянных волокон и клеевого связующего // *Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение*. 2020. Т. 19. № 3. С. 51–72. DOI: 10.18287/2541-7533-2020-19-3-51-72.

22. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2008. № 3. С. 2–14.
23. Каблов Е.Н., Чурсова Л.В., Бабин А.Н., Мухаметов Р.Р., Панина Н.Н. Разработки ФГУП «ВИАМ» в области расплавных связующих для полимерных композиционных материалов // Полимерные материалы и технологии. 2016. Т. 2. № 2. С. 37–42.
24. Komarov V.A. Theoretical basis for design of load-bearing structures produced using additive technologies // *Ontology of Designing*. 2017. Vol. 7. No. 2 (24). P. 191–206. DOI: 10.18287/2223-9537-2017-7-2-191-206.
25. Малышева Г.В., Гращенков Д.В., Гузева Т.А. Оценка технологичности использования клеев и клеевых препрегов при изготовлении трехслойных панелей // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 4 (53). С. 26–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-26-30.
26. Сарычев И.А., Серкова Е.А., Хмельницкий В.В., Застрогина О.Б. Термореактивные связующие для материалов панелей пола летательных аппаратов (обзор) // Труды ВИАМ. 2019. № 7 (79). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.05.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-26-33.

References

1. Raskutin A.E. Development strategy of polymer composite materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 344–348. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-344-348.
2. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
3. Kablov E.N. Russia in the market of intellectual resources. *Ekspert*, 2015, no. 28 (951), pp. 48–51.
4. Barbotko S.L., Volny O.S., Kirienko O.A., Shurkova E.N. Evaluation of fire safety of polymeric materials for aviation purposes. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2018, 424 p.
5. Barbotko S.L., Dement'eva L.A., Serezhnikov A.A. Combustibility of glass and carbon plastics based on adhesive prepregs. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2008, no. 7, pp. 29–31.
6. Lukina N.F., Dementeva L.A., Petrova A.P., Anihovskaya L.I. Gluing materials in the design of blades of helicopters. *Trudy VIAM*, 2016, no. 7, paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 29, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-7-7-7.
7. Dulnev G.N., Zarichnyak Yu.P. Thermal conductivity of mixtures and composite materials: reference book. Leningrad: Energiya, 1974, 264 p.
8. Kutsevich K.E., Dementeva L.A., Lukina N.F., Tyumeneva T.Yu. Adhesive prepregs as promising materials for parts and assemblies from polymeric composite materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 379–387. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-379-387.
9. Prepreg based on low flammability adhesive binder and fiberglass, carbon fiber based on it: pat. 2676634 Rus. Federation; filed 19.04.18; publ. 09.01.19.
10. Polymer binder, composite material based on it and method for its manufacture: pat. 2223988 Rus. Federation; filed 19.11.01; publ. 20.02.04.
11. Composite material and product made from it: pat. 2276638 Rus. Federation; filed 14.12.04; publ. 20.05.06.
12. Fire-resistant polymer composition and product made from it: pat. 2254349 Rus. Federation; filed 30.12.03; publ. 20.06.05.
13. Fire-resistant polyamide composition: pat. 2200744 Rus. Federation; filed 27.06.00; publ. 20.03.03.
14. Brominated polymers as FR additives and polymer systems containing the same: pat. US 8242183; filed 30.01.09; publ. 14.08.12.
15. Ignition resistant carbonate polymer composition: pat. US 8357441; filed 29.07.09; publ. 22.01.13.
16. Starkov A.I., Kutsevich K.E., Tyumeneva T.Yu., Komarov V.A. Development of composite materials based on adhesive prepregs of reduced flammability and requirements for the mechanical characteristics of PCM, taking into account the scope. All-Rus. Sc-tech. conf. "Polymer composite materials of a new generation and technologies for their processing". Moscow: VIAM, 2020, pp. 69–81.

17. Dushin M.I., Ermolaev A.M., Kotyrev I.Ya. et al. CFRP in floor panels of a three-layer structure. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 1978, no. 6, pp. 8–12.
18. Shokin G.I., Shershak P.V., Andryunina M.A. Experience in the development and development of the production of honeycomb floor panels from domestic materials. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 2017, no. 1, pp. 32–40.
19. Shershak P.V., Kosarev V.A., Ryabovol D.Yu. Hybrid facings in sandwich-construction of aviation floor panels. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3, pp. 35–41. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-35-41.
20. Barannikov A.A., Veshkin E.A., Postnov V.I., Strelnikov S.V. On the issue of production of floor panels from PCM for aircraft. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra Rossiyskoy akademii nauk*, 2017, vol. 19, no. 4, pp. 198–213.
21. Komarov V.A., Kutsevich K.E., Pavlova S.A., Tyumeneva T.Yu. Optimization of three-layer honeycomb floor panels from polymer composite materials of low flammability based on high-strength carbon and glass fibers and adhesive binder. *Vestnik Samarskogo universiteta. Aero-kosmicheskaya tekhnika, tekhnologii i mashinostroyeniye*, 2020, vol. 19, no. 3, pp. 51–72. DOI: 10.18287/2541-7533-2020-19-3-51-72.
22. Kablov E.N. Aviation materials science. *Vse materialy. Entsiklopedicheskiy spravochnik*, 2008, no. 3, pp. 2–14.
23. Kablov E.N., Chursova L.V., Babin A.N., Mukhametov R.R., Panina N.N. Developments of FSUE "VIAM" in the field of melt binders for polymer composite materials. *Polimernye materialy i tekhnologii*, 2016, vol. 2, no. 2, pp. 37–42.
24. Komarov V.A. Theoretical basis for design of load-bearing structures produced using additive technologies. *Ontology of Designing*, 2017, vol. 7, no. 2 (24), pp. 191–206. DOI: 10.18287/2223-9537-2017-7-2-191-206.
25. Malysheva G.V., Grashchenkov D.V., Guzeva T.A. Evaluation of technological use efficiency of adhesives and glue prepregs in the manufacture of three-layer panels. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2018, no. 4 (53), pp. 26–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-26-30.
26. Sarychev I.A., Serkova E.A., Khmel'nitskiy V.V., Zastrogina O.B. Thermosetting binders for aircraft floor panel materials (review). *Trudy VIAM*, 2019, no. 7 (79), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 29, 2021). DOI: 10.18577/2307-6049-2019-0-7-26-33.

Информация об авторах

Старков Алексей Игоревич, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Куцевич Кирилл Евгеньевич, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Тюменева Татьяна Юрьевна, заместитель начальника лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Петрова Алефтина Петровна, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Alexey I. Starkov, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Kirill E. Kutsevich, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Tatiana Yu. Tyumeneva, Deputy Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aleffina P. Petrova, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 21.12.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 08.02.2022.
The article was submitted 21.12.2022; approved and accepted for publication after reviewing 08.02.2022.

Научная статья

УДК 621.763

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-53-63

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТОВ ОСЛАБЛЕНИЯ РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ В ШИРОКОМ ДИАПАЗОНЕ ЭНЕРГИЙ ПОЛИМЕРНЫМ КОМПОЗИЦИОННЫМ МАТЕРИАЛОМ

А.В. Славин¹, А.А. Демидов¹, Е.И. Косарина¹, П.В. Суворов¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Экспериментально установлены значения линейных коэффициентов ослабления излучения полимерным композиционным материалом в зависимости от анодного напряжения на рентгеновской трубке. Определены оптимальные режимы контроля при использовании в качестве преобразователя радиационного изображения в оптическое пленочных и цифровых детекторных систем. Расчетным путем установлено, что при использовании цифровых детекторных систем анодное напряжение должно быть больше, чем при пленочной радиографии. Причина заключается в том, что цифровые детекторные системы являются устройствами с высоким уровнем собственного шума.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал (ПКМ), линейный коэффициент ослабления излучения материалом, слой половинного ослабления, контраст радиационного изображения, отношение сигнал/шум

Для цитирования: Славин А.В., Демидов А.А., Косарина Е.И., Суворов П.В. Определение коэффициентов ослабления рентгеновского излучения в широком диапазоне энергий полимерным композиционным материалом // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-53-63.

Scientific article

DEFINITION OF FACTORS OF WEAKENING OF X-RAY EMISSION WITH THE BROAD RANGE OF ENERGY POLYMERIC COMPOSITE MATERIAL

A.V. Slavin¹, A.A. Demidov¹, E.I. Kosarina¹, P.V. Suvorov¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. Values of linear factors of weakening of radiation by polymeric composite material depending on anode voltage on x-ray tube are experimentally established. Optimum verification regimes are defined when using as the converter of the radiation image in optical film and digital detector systems. By rated way it is established that when using digital detector systems anode voltage has to be higher, than at film radiography. The reason is that digital detector systems are devices with high level of intrinsic noise.

Keywords: polymer composite material (PCM), linear coefficient of radiation attenuation by material, half attenuation layer, contrast of radiation image, signal-to-noise ratio

For citation: Slavin A.V., Demidov A.A., Kosarina E.I., Suvorov P.V. Definition of factors of weakening of x-ray emission with the broad range of energy polymeric composite material. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-53-63.

Введение

В производстве авиационной техники переход к новому технологическому этапу невозможен без развития полимерных композиционных материалов (ПКМ). Для обеспечения соответствия повышенным техническим требованиям, предъявляемым к создаваемым ПКМ, необходимо использование перспективных полимерных связующих, разработка которых невозможна без применения современных тенденций в области материаловедения [1]. Создаваемые полимерные связующие должны максимально обеспечить реализацию прочностных свойств армирующих материалов и теплостойкости, сочетать комплекс технологических характеристик (на первый взгляд совершенно несовместимых с химической точки зрения, но без соответствия которым становится невозможным получение изделия). Кроме того, связующие и технология их производства должны быть экологичными для снижения уровня нагрузки на биосферу. Из ПКМ делают высокотемпературные узлы для ракетной техники и скоростных самолетов, тормозные колодки и диски для скоростных самолетов и многоразовых космических кораблей, электротермическое оборудование. Для внедрения ПКМ нового поколения в элементы авиационных конструкций, работающих в экстремальных условиях, необходимо, помимо организационных мер обеспечения их производства и внедрения [1], выполнение высоких требований к качеству, т. е. к отсутствию в них дефектов [2]. Дефекты в ПКМ возникают на любой стадии производственного процесса из-за нарушений и отклонений в технологии изготовления. Наиболее частыми и опасными дефектами являются макродефекты: трещины, расслоения, непроклеи. Для их обнаружения используют акустические методы неразрушающего контроля [3, 4]. Кроме макродефектов, в ПКМ присутствуют дефекты микроструктуры: поры или зоны повышенной пористости. Они возникают по причине отклонения оптимального соотношения матрицы и армирующего наполнителя при формировании, нарушения ориентации волокон и образования складок, что в конечном счете снижает прочность [4]. Появление пор может быть связано с наличием влаги в связующем или нарушением нагрева, а также низким давлением формования. Поры являются концентраторами напряжений в матрице при внешнем воздействии на конструкцию или наличии внутренних остаточных напряжений, а также предпосылкой образования трещин в матрице или вдоль границы раздела «волоконно–матрица» [5–7]. Наличие пористости ухудшает характеристики матрицы. По данным работы [8] пористость величиной 1 % снижает прочность до 15 %, а усталостную долговечность – на 50 %.

Материалы и методы

В лаборатории неразрушающих методов контроля НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ проведены исследования оценки объемной доли пористости методом рентгеновской компьютерной томографии. Для выбора оптимальных условий рентгеноматомографического исследования ПКМ необходимо располагать информацией об их радиационных свойствах – в частности, о линейном коэффициенте ослабления рентгеновского излучения полимерным композиционным материалом [9, 10]. Для изотропных, с точки зрения рентгеновского экспонирования, материалов, таких как сплавы, линейный коэффициент ослабления можно вычислить по процентным составляющим сплава:

$$\mu_{\text{спл}} = \tau_1 \cdot \mu_1 + \tau_2 \cdot \mu_2 + \dots + \tau_n \cdot \mu_n,$$

где $\mu_1, \dots, \mu_n$; $\tau_1, \dots, \tau_n$ – линейный коэффициент ослабления каждой составляющей сплава (см^{-1}) и его процентная доля в сплаве соответственно.

Полимерный композиционный материал – это многокомпонентный материал, изготовленный из двух и более компонентов с существенно различными физическими и химическими свойствами, которые в сочетании приводят к появлению нового материала с характеристиками, отличающимися от характеристик отдельных компонентов

и не являющимися их простой суперпозицией. Отдельные компоненты остаются таковыми в структуре композитов, отличая их от смесей или твердых растворов. Состав композитов определен матрицей и наполнителем, изменяя их соотношение и ориентацию наполнителя, получают разнообразные композиционные материалы с различными свойствами. Использование композиционных материалов позволяет значительно снизить массу конструкции при сохранении или даже при повышении механических свойств. Все это справедливо при отсутствии в материалах дефектов. Для успешного обнаружения дефектов (пор или других несплошностей) необходима информация о том, как материал ослабляет рентгеновское излучение.

Получение информации о линейном коэффициенте ослабления расчетным путем для ПКМ, имеющего анизотропную структуру, этот способ определения линейного коэффициента ослабления непригоден, поэтому выбран способ экспериментального определения слоя половинного ослабления излучения, по которому определен линейный коэффициент ослабления.

Известно, что рентгеновское излучение ослабляется материалом объекта в зависимости от его толщины и плотности по экспоненциальному закону:

$$P = P_0 \cdot e^{-\mu d} \cdot B, \quad (1)$$

где P , P_0 – мощность экспозиционной дозы рентгеновского излучения за объектом контроля и в открытом пучке соответственно; μ – линейный коэффициент ослабления рентгеновского излучения материалом объекта (см^{-1}), который представляет собой функцию плотности материала ρ (г/см^3) и энергии излучения E (кэВ): $\mu = f(\rho, E)$; d – толщина объекта, см; B – фактор накопления рассеянного излучения (в случае отсутствия рассеянного излучения $B = 1$).

Слоем половинного ослабления $\Delta_{1/2}$ называется толщина объекта контроля, измеренная в направлении оси пучка излучения, которая вдвое ослабляет дозу или мощность дозы излучения. Если толщина объекта контроля равна слою половинного ослабления $d = \Delta_{1/2}$, то выражение (1) в узком пучке примет вид

$$P_0 / 2 = P_0 \cdot e^{-\mu \Delta_{1/2}}. \quad (2)$$

В результате преобразования получим $e^{-\mu \Delta_{1/2}} = 1/2$, тогда $e^{\mu \Delta_{1/2}} = 2$; логарифмируем $\mu \cdot \Delta_{1/2} = \ln 2 = 0,693$, тогда окончательный результат

$$\mu = 0,693 / \Delta_{1/2}. \quad (3)$$

Таким образом, линейный коэффициент ослабления рентгеновского излучения материалом обратно пропорционален слою половинного ослабления.

Результаты и обсуждение

Для проведения экспериментальных исследований использованы семь образцов ПКМ, размеры которых представлены в табл. 1, а внешний вид – на рис. 1. Отсутствие дефектов в образцах предварительно проверено рентгенографическим методом с использованием высококонтрастной радиографической пленки D4. Оптимальные значения анодного напряжения, анодного тока и продолжительности экспонирования подбирали экспериментально. За критерий оптимальности принимали видимое изображение фрагмента алюминиевой фольги толщиной 0,02 мм, расположенной на стороне образца, обращенной к источнику излучения.

Таблица 1

Физические характеристики образцов из полимерных композиционных материалов

Условный номер образца	1	2	3	4	5	6	7
Толщина образца, см	0,537	0,519	0,531	0,524	0,515	0,532	0,517



Рис. 1. Фотография образцов

Для измерения мощности экспозиционной дозы излучения использовали дозиметр ДКС-АТ5360/1 с ионизационной камерой ТМ 30010, который показывает мощность эквивалентной дозы излучения в мГр/с (рис. 2). Для рентгеновского излучения экспозиционная ($P_{\text{эсп}}$) и эквивалентная ($P_{\text{экв}}$) мощности дозы связаны между собой следующим образом: мощность эквивалентной дозы излучения величиной в 1 мЗв/с численно равна 1/10 мощности экспозиционной дозы излучения в Р/с ($1 \text{ мЗв/с} = 0,1 \text{ Р/с}$) [11, 12].

В качестве источника излучения использовали стационарный рентгеновский аппарат Экстравольт-225. Максимальное анодное напряжение на рентгеновской трубке составляет $U_a = 225 \text{ кВ}$, максимальный анодный ток $I_a = 20 \text{ мА}$, размер фокусного пятна $\Phi = 2,5 \text{ мм}$. Для того чтобы исключить рассеянное излучение, ионизационную камеру дозиметра размещали под диафрагмой диаметром 1 мм.

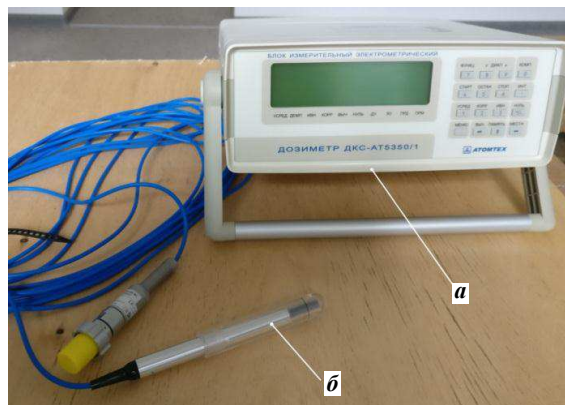


Рис. 2. Дозиметр ДКС-АТ5350/1 (а) и ионизационная камера ТМ 30010 (б)

Мощность эквивалентной дозы излучения измеряли в открытом пучке при анодных напряжениях 70, 80, 90, 100 и 110 кВ; анодном токе 0,1 мА и фокусном расстоянии 700 мм. Затем над ионизационной камерой размещали образцы, последовательно добавляя и увеличивая суммарную толщину, а также фиксируя показания дозиметра при каждой новой толщине. На рис. 3 показана установка образцов для экспонирования и ионизационная камера для измерения мощности дозы излучения за объектом.



Рис. 3. Фотография образцов с ионизационной камерой

Полученные данные представлены в табл. 2 и 3.

Таблица 2

Результаты измерения мощности доз излучения при энергии излучения 60 кэВ

Суммарная толщина поглотителя, см	Мощность дозы излучения при напряжении на аноде рентгеновской трубки 90 кВ, мЗв/с
0	62,5
0,53 [образец 6]	37,5
1,30 [образцы 5 + 6]	34,5
1,84 [образцы 4 + 5 + 6]	29,5
2,13 [образцы 1 + 4 + 5 + 6]	26,5
2,67 [образцы 1 + 2 + 4 + 5 + 6]	23,5
3,19 [образцы 1 + 2 + 3 + 4 + 5 + 6]	21,5
3,68 (все 7 образцов)	18,5

Таблица 3

Результаты измерения мощности доз излучения при разной энергии излучения

Суммарная толщина поглотителя, см		Мощность дозы излучения при разных значениях напряжения на аноде рентгеновской трубки, мГр/с				
		60 кВ (40 кэВ)	70 кВ (47 кэВ)	80 кВ (53 кэВ)	100 кВ (67 кэВ)	110 кВ (73 кэВ)
условный номер образца	суммарная толщина, см					
0		51	59	60	69	73
1	0,54	33	38	41	43	44
1 + 2	1,56	26	30	33	36	38
1 + 2 + 3	1,69	23	25	28	30	31
1 + 2 + 3 + 4	2,21	21	23	25	28	28
1 + 2 + 3 + 4 + 5	2,73	17	19	21	23	24
1 + 2 + 3 + 4 + 5 + 6	3,26	16	17	19	21	22
1 + 2 + 3 + 4 + 5 + 6 + 7	3,78	15	16	16	18	19

По результатам, представленным в табл. 2 и 3, построены зависимости мощности эквивалентной дозы излучения от толщины и определена величина слоев половинного ослабления (рис. 4). Линейный коэффициент ослабления определяли из соотношения: $\mu = 0,693/\Delta_{1/2}$ (рис. 5, табл. 4).

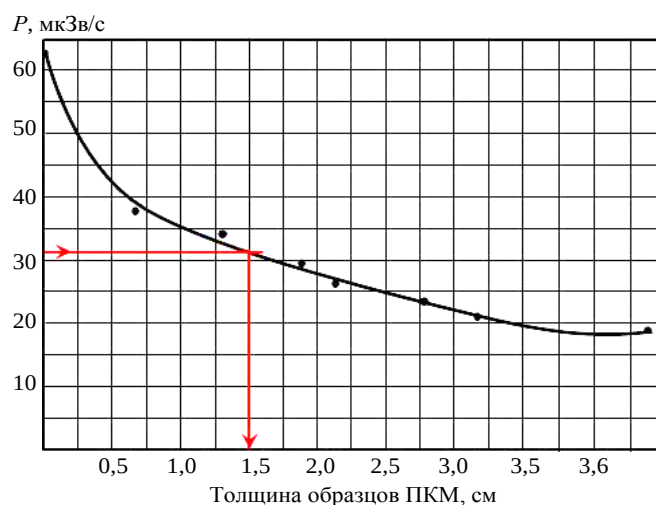


Рис. 4. Определение слоя половинного ослабления рентгеновского излучения при анодном напряжении 90 кВ полимерным композиционным материалом (ПКМ)

Таблица 4

Зависимость слоя половинного ослабления излучения и коэффициент ослабления излучения полимерным композиционным материалом от энергии излучения

Энергия излучения, кэВ	40	47	53	60	67	73
$\Delta_{1/2}$, см	1,26	1,35	1,48	1,50	1,65	1,70
$\mu = 0,693/\Delta_{1/2}$, см ⁻¹	0,55	0,51	0,47	0,46	0,42	0,40

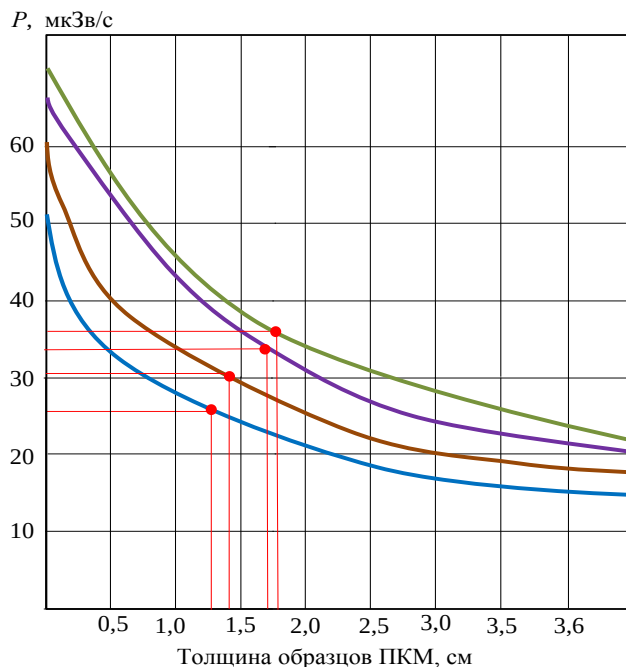


Рис. 5. Определение слоев половинного ослабления рентгеновского излучения при анодных напряжениях 70 (—), 80 (—), 100 (—) и 110 кВ (—) полимерным композиционным материалом (ПКМ)

Располагая зависимостью $\mu(E)$, можно теоретически, не проводя трудоемких экспериментов, определить оптимальный режим рентгенографического контроля ПКМ (рис. 6). Сравним коэффициент ослабления рентгеновского излучения материалом ПКМ и воздухом (табл. 5).

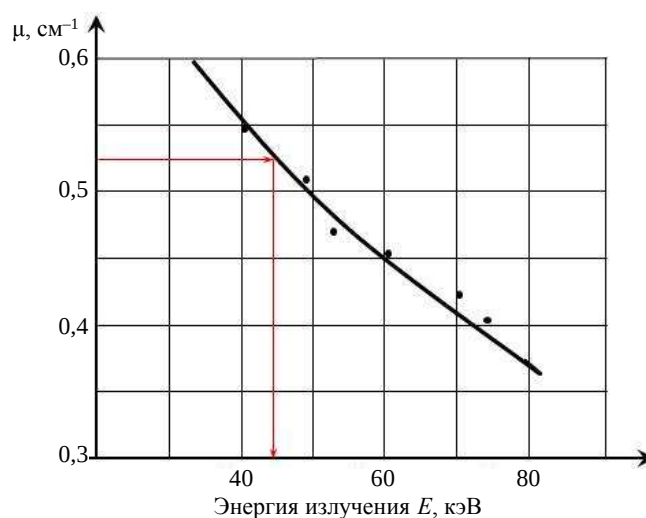


Рис. 6. Зависимость линейного коэффициента ослабления рентгеновского излучения полимерным композиционным материалом

Таблица 5

**Сравнение коэффициентов ослабления излучения
полимерным композиционным материалом (ПКМ) и воздухом**

Энергия излучения, кэВ	40	47	53	67	73
$\mu_{\text{ПКМ}}, \text{см}^{-1}$	0,55	0,51	0,47	0,46	0,42
Энергия излучения, кэВ	40	50	60	80	100
$\mu_{\text{возд}}, \text{см}^{-1}$	$0,317 \cdot 10^{-3}$	$0,264 \cdot 10^{-3}$	$0,240 \cdot 10^{-3}$	$0,215 \cdot 10^{-3}$	$0,200 \cdot 10^{-3}$

Из данных табл. 5 следует, что при расчете радиационного контраста ослаблением излучения порами можно пренебречь, так как воздух ослабляет излучение в диапазоне энергий до 80 кэВ на три порядка. Тогда контраст радиационного изображения определяется соотношением

$$K_{\text{рад.деф}} = \mu \cdot d_{\text{пор}}.$$

В табл. 6 представлены расчетные значения контраста радиационного изображения поры при анодных напряжениях в диапазоне 60–110 кВ.

Таблица 6

Контраст радиационного изображения дефекта

$U_a, \text{кВ}$	$E, \text{кэВ}$	$\mu, \text{см}^{-1}$	$K_{\text{рад.деф}} = \mu \cdot d_{\text{пор}}$
60	40	0,55	0,055
70	47	0,51	0,051
80	53	0,47	0,047
90	60	0,46	0,046
100	80	0,42	0,042
110	100	0,40	0,040

С ростом анодного напряжения значения $K_{\text{рад.деф}}$ снижаются, поэтому желательно выбирать низкие значения анодного напряжения.

Оптимальный режим определен исходя из того условия, когда произведение линейного коэффициента ослабления на просвечиваемую толщину не менее двух: $\mu d \geq 2$. Это условие справедливо для рентгенографического метода контроля с использованием пленочных систем [13].

Например, для образцов ПКМ толщиной 3,78 см оптимальный режим контроля на радиографическую пленку D4–D5 при условии: $\mu = 2/d = 2/3,78 = 0,53$. Значение $\mu = 0,53$ соответствует энергии излучения $E \approx 43$ кэВ, т. е. анодному напряжению 68–70 кВ. Это справедливо для рентгенографического контроля, так как преобразование радиационного изображения в оптическое происходит посредством радиографической пленки, которая является детектором с высоким собственным отношением сигнал/шум, равным 170 [14].

В реальных условиях контроля при формировании радиационного изображения рентгеновским излучением помимо полезной информации, создаваемой сигналом (дефектом), формируется шум, который вуалирует радиационное изображение и тем самым снижает его контраст. Причины возникновения шума радиационного изображения связаны с широким спектром тормозного излучения и с его квантовыми флуктуациями. Количественная оценка шума: $E_{\text{ш}} = \sqrt{E_{\text{сиг}}}$, где $E_{\text{ш}}$, $E_{\text{сиг}}$ – соответственно суммарная энергия фотонов, формирующих радиационное изображение шума и сигнала, тогда отношение сигнал/шум определится следующим образом: $ОСШ_{\text{рад.из}} = E_{\text{сиг}} / \sqrt{E_{\text{сиг}}} = \sqrt{E_{\text{сиг}}}$ [14].

Известно, что фотоны возникают при торможении электронного пучка электронов на аноде рентгеновской трубки. Согласно статистике, при торможении ста электронов возникает один фотон. При анодном токе трубки $I_a = 160$ мкА в течение времени $t = 0,5$ мин = 30 с перенос заряда $Q = I_a \cdot t$. С другой стороны, заряд равен произведению числа электронов на заряд одного электрона e^- , равный $1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл. Если $Q = e^- \cdot N_e = I \cdot t$, следовательно, число электронов $N_e = (I \cdot t)/e^-$, т. е. $N_e = (160 \cdot 10^{-6} \cdot 30)/1,6 \cdot 10^{-19}$, следовательно, число фотонов составляет:

$$N_\phi = 0,01(160 \cdot 10^{-6} \cdot 30)/1,6 \cdot 10^{-19}.$$

При этом в среднем энергия каждого фотона составляет $E_{\text{ифот}} = 2/3 e^- \cdot U$, тогда

$$E_{\text{сиг}} = N_\phi \frac{2}{3} e^- \cdot U = 0,01 \frac{I \cdot t}{e^-} \cdot \frac{2}{3} e^- \cdot U.$$

Отношение сигнал/шум радиационного изображения:

$$\text{ОСШ}_{\text{рад.из}} = \sqrt{0,01 \frac{I \cdot t}{e^-} \cdot e^- \cdot U} = \sqrt{0,0116010^{-6} \cdot 30 \cdot U} = 0,1 \cdot 12,65 \cdot 10^{-3} \cdot 5,5 \cdot 0,82 \sqrt{U}, \text{ т. е.}$$

$$\text{ОСШ}_{\text{рад.из}} \approx 0,574 \cdot 10^{-2} \sqrt{U}. \quad (4)$$

При высоком контрасте радиационного изображения множитель $\frac{\text{ОСШ}_{\text{рад.из}}}{1 + \text{ОСШ}_{\text{рад.из}}} \rightarrow 1$, и контраст радиационного изображения практически равен контрасту, создаваемому дефектом: $K_{\text{рад.из}} \approx K_{\text{рад.деф}}$. Из соотношения (4) видно, что $\text{ОСШ}_{\text{рад.из}}$ тем больше, чем больше анодное напряжение, однако чем больше анодное напряжение, тем меньше радиационный контраст, создаваемый дефектом. Оптимальным является величина $\text{ОСШ}_{\text{рад.из}} = 2$. Рассчитаем, каким должно быть анодное напряжение, чтобы отношение сигнал/шум радиационного напряжения: $\text{ОСШ}_{\text{рад.из}} = 2$, тогда $0,574 \cdot 10^{-2} \sqrt{U} = 2$, т. е.

$$U = \frac{2^2}{0,574^2 \cdot 10^{-4}} \approx 120 \text{ кВ}.$$

Известно, что контраст радиационного изображения с учетом шума [15]:

$$K_{\text{рад.из}} = K_{\text{рад.деф}} \cdot \frac{\text{ОСШ}_{\text{рад.из}}}{1 + \text{ОСШ}_{\text{рад.из}}}.$$

Контраст радиационного изображения из-за наличия шума составит:

$$K_{\text{рад.из}} = 0,67 \cdot K_{\text{рад.деф}}.$$

При радиографическом контроле с использованием пленочных систем условие выбора анодного напряжения $\mu d \geq 2$; при контроле методом цифровой радиографии оптимальным анодным напряжением является $\mu d \geq (1,3-1,5)$, поскольку с увеличением анодного напряжения рост $\text{ОСШ}_{\text{рад.из}}$ интенсивнее, чем уменьшение радиационного контраста $K_{\text{рад.деф}}$.

Заключения

Для ПКМ проведены экспериментальные исследования зависимости ослабления мощности дозы рентгеновского излучения P от его толщины d в диапазоне энергии от 40 до 75 кэВ; диапазон толщины исследуемого ПКМ составил 0,53–3,78 см.

Полученные экспериментально зависимости мощности дозы излучения, ослабленные материалом, от толщины материала позволили графически определить величину слоев половинного ослабления $\Delta_{1/2}$ для ПКМ при разных значениях энергии излучения.

С использованием известной зависимости линейного коэффициента ослабления излучения материалом, толщина которого равна слою половинного ослабления в узком пучке излучения ($\mu = 0,693/\Delta_{1/2}$), определены линейные коэффициенты ослабления рентгеновского излучения в диапазоне энергий 40–75 кэВ. Подобный метод определения коэффициентов линейного ослабления справедлив для любого типа ПКМ.

Теоретически проведено исследование и получено пригодное для инженерного расчета выражение контраста радиационного изображения: $K_{\text{рад.из}} = K_{\text{рад.деф}} \cdot \frac{\text{ОСШ}_{\text{рад.из}}}{1 + \text{ОСШ}_{\text{рад.из}}}$.

Справедливость полученного аналитического выражения подтверждена экспериментально: условие $\mu d \geq 2$ обеспечивает оптимальный выбор анодного напряжения при рентгенографическом контроле образцов из ПКМ.

При проведении рентгеновского контроля методом цифровой радиографии для получения оптимального режима следует руководствоваться критерием $\mu d \geq (1,3-1,5)$. При этом значения анодных напряжений несколько больше, чем при использовании пленочных систем.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Старцев В.О. Климатическое старение полимерных композиционных материалов авиационного назначения. I. Оценка влияния значимых факторов воздействия // Деформация и разрушение материалов. 2019. № 12. С. 7–16.
2. Каблов Е.Н., Лаптев А.Б., Прокопенко А.Н., Гуляев А.И. Релаксация полимерных композиционных материалов под длительным действием статической нагрузки и климата (обзор). Часть 1. Связующие // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 4 (65). Ст. 08. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 31.01.2022). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-4-70-80.
3. Каблов Е.Н., Старцев В.О. Системный анализ влияния климата на механические свойства полимерных композиционных материалов по данным отечественных и зарубежных источников (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 2 (51). С. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-47-58.
4. Троицкий В.А., Карманов М.Н., Троицкая Н.В. Неразрушающий контроль качества композиционных материалов // Техническая диагностика и неразрушающий контроль. 2014. № 3. С. 20–33.
5. Воробей В.В., Маркин В.Б. Контроль качества изготовления и технологического ремонта композитных конструкций. Новосибирск: Наука, 2006. 189 с.
6. Карташова Е.Д., Муйземнек А.Ю. Технологические дефекты в полимерных слоистых композиционных материалах // Известия высших учебных заведений. Поволжский регион. Технические науки. 2017. № 2 (42). С. 79–89.
7. ГОСТ 20426–82. Контроль неразрушающий. Методы дефектоскопии радиационные. Область применения. М.: Изд-во стандартов, 1991. 24 с.
8. Клюев В.В., Соснин Ф.Р. Теория и практика радиационного контроля: учеб. пособие для студентов вузов. М.: Машиностроение, 1998. 170 с.
9. Артемьев Б.В., Буклей А.А. Радиационный контроль: учеб. пособие. 2-е изд. М.: Спектр, 2013. 1291 с.
10. Бойчук А.С., Диков И.А., Генералов А.С. Повышение чувствительности и разрешающей способности ультразвукового неразрушающего контроля монолитных образцов из ПКМ с использованием фазированных решеток // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 3 (56). С. 83–88. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-83-88.

11. Гнедин М.М., Шаблов С.В. Радиографический контроль. Требования по выбору радиографической пленки // В мире неразрушающего контроля. 2019. № 2. С. 14–18.
12. Чуличков А.И., Пытьев Ю.П., Фаломкина О.В., Зубюк А.В. Методы морфологического анализа данных и их приложения // Ученые записки физического факультета московского университета (УЗЗФФ). 2017. № 4. С. 1740607-1–1740607-7.
13. Демидов А.А., Степанов А.В., Турбин Е.М., Крупнина О.А. О режимах рентгеновского контроля, обеспечивающих формирование радиационных изображений с заданным контрастом // Авиационные материалы и технологии. 2016. № 4 (45). С. 80–85. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-4-80-85.
14. Науменко А.В. Введение в техническую диагностику и неразрушающий контроль: учеб. пособие. Омск: ОмГТУ, 2019. 152 с.
15. Косарина Е.И., Крупнина О.А., Демидов А.А., Михайлова Н.А. Цифровое оптическое изображение и его зависимость от радиационного изображения при неразрушающем контроле методом цифровой рентгенографии // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 1 (54). С. 37–42. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-37-42.

References

1. Kablov E.N., Startsev V.O. Climatic aging of polymer composite materials for aviation purposes. I. Evaluation of the influence of significant factors of influence. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2019, no. 12, pp. 7–16.
2. Kablov E.N., Laptev A.B., Prokopenko A.N., Gulyaev A.I. Relaxation of polymeric composite materials under the prolonged action of static load and climate (review). Part 1. Binders. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), paper no. 08. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 31, 2022). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-4-70-80.
3. Kablov E.N., Startsev V.O. Systematical analysis of the climatic influence on mechanical properties of the polymer composite materials based on domestic and foreign sources (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 2 (51), pp. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-47-58.
4. Troitsky V.A., Karmanov M.N., Troitskaya N.V. Non-destructive quality control of composite materials. *Tekhnicheskaya diagnostika i nerazrushayushchiy kontrol*, 2014, no. 3, pp. 20–33.
5. Vorobey V.V., Markin V.B. Quality control of manufacturing and technological repair of composite structures. Novosibirsk: Nauka, 2006, 189 p.
6. Kartashova E.D., Muizemnek A.Yu. Technological defects in polymeric layered composite materials. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Povolzhskiy region. Tekhnicheskiye nauki*, 2017, no. 2 (42). pp. 79–89.
7. State Standard 20426–82. The control is non-destructive. Radiation flaw detection methods. Application area. Moscow: Publishing House of Standards, 1991, 24 p.
8. Klyuev V.V., Sosnin F.R. Theory and practice of radiation control: textbook. Moscow: Mashinostroyeniye, 1998, 170 p.
9. Artemiev B.V., Bukley A.A. Radiation control: textbook. 2nd ed. Moscow: Spektr, 2013, 1291 p.
10. Boychuk A.S., Dikov I.A., Generalov A.S. The increase of sensitivity and resolution of FRP solid samples nondestructive ultrasonic testing using the ultrasonic phased array. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 3 (56), pp. 83–88. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-83-88.
11. Gnedin M.M., Shablov S.V. Radiographic control. Requirements for the choice of radiographic film. *V mire nerazrushayushchego kontrolya*, 2019, no. 2, pp. 14–18.
12. Chulichkov A.I., Pytev Yu.P., Falomkina O.V., Zubuyuk A.V. Methods of morphological data analysis and their applications. *Uchenye zapiski fizicheskogo fakul'teta moskovskogo universiteta*, 2017, no. 4, pp. 1740607-1–1740607-7.
13. Demidov A.A., Stepanov A.V., Turbin Ye.M., Krupnina O.A. The x-ray testing modes providing with radiation imaging with predetermined contrast. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. 4 (45), pp. 80–85. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-4-80-85.

14. Naumenko A.V. Introduction to technical diagnostics and non-destructive testing: textbook. Omsk: OmGTU. 2019, 152 p.
15. Kosarina E.I., Krupnina O.A., Demidov A.A., Mikhaylova N.A. Digital optical pattern and its dependence on the radiation image at non-destructive testing by method of digital radiography. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 37–42. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-37-42.

Информация об авторах

Славин Андрей Вячеславович, начальник Испытательного центра, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Демидов Александр Александрович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Косарина Екатерина Ивановна, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Суворов Павел Владимирович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Andrey V. Slavin, Head of Testing Center, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Aleksandr A. Demidov, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ekaterina I. Kosarina, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Pavel V. Suvorov, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 21.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 24.02.2022.

The article was submitted 21.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 24.02.2022.

Научная статья

УДК 631.437.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-64-73

ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА ЛОКАЛЬНОГО ЛАЗЕРНОГО ОТЖИГА НА ДОМЕННУЮ СТРУКТУРУ МИКРОПРОВОДОВ PrDyFeCoB

Е.В. Дворецкая¹, О.В. Коплак¹, Д.В. Королев², Р.А. Валеев²,
В.Л. Сидоров¹, В.П. Пискорский², Р.Б. Моргунов²

¹Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия; office@icp.ac.ru

²Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. С помощью непрерывного ИК-лазерного воздействия из аморфных микропроводов созданы периодические магнито-модулированные структуры. Локальный лазерный отжиг приводит к формированию областей нанокристаллических фаз 2-14-1, 1-4-1 и 2-1, чередующихся с аморфными участками, тем самым создавая на поверхности образца рисунок с заданным распределением намагниченности. В аморфных образцах без лазерного облучения наблюдаются хаотичные домены, исчезающие после двухчасового отжига при температуре 900 °С. В профилированных быстрым лазером образцах локальный отжиг приводит к дальнейшему превращению фаз лишь в самом центре лазерных «насечек», что выражается в изменении наклона линии профиля в районе доменной границы.

Ключевые слова: постоянные магниты, микромагниты, магнито-модулированные структуры, лазерное облучение, аморфные магнетики, магнитные микропровода

Для цитирования: Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Королев Д.В., Валеев Р.А., Сидоров В.Л., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. Влияние режима локального лазерного отжига на доменную структуру микропроводов PrDyFeCoB // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-64-73.

Scientific article

INFLUENCE OF MODE OF LOCAL LASER ANNEALING ON THE DOMAIN STRUCTURE IN MICROWIRES PrDyFeCoB

E.V. Dvoretzskaya¹, O.V. Koplak¹, D.V. Korolev², R.A. Valeev²,
V.L. Sidorov¹, V.P. Piskorsky², R.B. Morgunov²

¹Institute of Problems of Chemical Physics of the Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, Russia; office@icp.ac.ru

²Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. With the help of continuous IR laser exposure, periodic magnetically modulated structures were created from amorphous microwires. Local laser annealing leads to the formation of regions of nanocrystalline phases 2-14-1, 1-4-1, 2-1 alternating with amorphous regions, thereby creating a pattern on the sample surface with a given magnetization distribution. In amorphous samples without laser irradiation, chaotic domains are observed, disappearing after two hours of annealing at 900 °C. In the samples profiled by a «fast» laser, local annealing leads to further transformation of phases only in the very center of the laser «notches», which is expressed in a change in the slope of the profile line near the domain boundary.

Keywords: permanent magnets, micromagnets, magnetically modulated structures, laser irradiation, amorphous magnets, magnetic microwires

For citation: Dvoretzskaya E.V., Koplak O.V., Korolev D.V., Valeev R.A., Sidorov V.L., Piskorsky V.P., Morgunov R.B. Influence of mode of local laser annealing on the domain structure in microwires PrDyFeCoB. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-64-73.

Введение

В последние годы наблюдается высокая активность изучения сплавов на основе редкоземельных (RE) и переходных (TM) металлов для создания микромагнитов (микропровода, микрочастицы), которые могли бы применяться в качестве магнитных микропинцетов, микроманипуляторов, сенсоров биообъектов, датчиков слабых магнитных полей, деформации и температуры, а также для создания микроустройств магнитной памяти [1]. Широкая область применения редкоземельных микромагнитов напрямую связана с их высокой остаточной намагниченностью и возможностью сохранять высокое поле размагничивания в объектах заданной формы без внешнего магнитного поля [1].

Одной из задач дизайна микромагнитных устройств является получение магнито-модулированных линейных объектов, которые могли бы служить в качестве устройств селекционирования и позиционирования биологических объектов с магнитными метками, способных перемещаться в периодическом магнитном рельефе под действием внешнего переменного магнитного поля [2–4]. Одним из эффективных методов программируемой инженерии магнитных микроструктур является лазерная аддитивная технология, используемая для нагрева выбранных участков микромагнита в течение короткого времени. Это позволяет производить локальную кристаллизацию исходно аморфного ферромагнетика, создавая на его поверхности нужный рисунок с заданным распределением намагниченности [5, 6].

Лазерная аддитивная технология является эффективным методом программируемой инженерии микромагнитов. Микронный лазерный пучок локально нагревает выбранные участки микромагнита в течение короткого времени (приблизительно несколько наносекунд), что позволяет производить локальную кристаллизацию исходно аморфного ферромагнетика, создавая на его поверхности магнито-модулированную структуру. Установлено, что локальный лазерный отжиг, применяемый к объемным аморфным магнитам и пленкам сплава NdFeB [7–14], создает на их поверхности участки магнитотвердой кристаллической фазы 2-14-1 с высокой коэрцитивной силой в областях, подвергнутых лазерному облучению.

В работе [15] установлено, что в микропроводах PrDyFeCoB наблюдаются домены с радиальной намагниченностью в поверхностных слоях. В работах [5, 6] для создания магнито-модулированной структуры использовался одиночный лазерный импульс с энергией 1 мДж, длительностью 120 нс и мощностью 10 кВт.

Цель данной работы – создание магнито-модулированной структуры аморфных микропроводов PrDyFeCoB непрерывным лазерным облучением, а также сравнение режимов лазерного облучения для создания магнито-модулированной структуры в аморфных и поликристаллических микропроводах PrDyFeCoB с последующим исследованием их магнитных свойств для развития материалов нового поколения [16–19].

Материалы и методы

Микропровода PrDyFeCoB получены методом экстракции висящей капли расплава [5]. На спеченной призме из PrDyFeCoB под действием высокоэнергетического электронного пучка образуется капля расплава, которая затем подвергается быстрому охлаждению ($\sim 10^6$ К/с) на вращающемся со скоростью ~ 50 м/с водоохлаждаемом латунном цилиндре. Полученные микропровода имеют форму, близкую к цилиндрической, длину до 60 мм и радиус 20–50 мкм. В данной работе исследовано две партии образцов: исходные аморфные микропровода и эти же микропровода, но после вакуумного отжига при температуре 900 °С в течение 2 ч.

Изображения поверхности микропроводов PrDyFeCoB получены с помощью оптического микроскопа AxioImager.A1 (фирма Zeiss, Германия).

Интегральные магнитные свойства микропроводов при температурах 300 К получены с помощью SQUID-магнетометра MPMS XL Quantum Design.

Дифракционный электронно-микроскопический анализ проведен с помощью просвечивающего электронного микроскопа (TEM) HR TEM Jeol на ламелях, вырезанных из микропроводов на приборе Dual Beam VERSA 3D HighVac (FIE). Ускоряющее напряжение TEM составляло 100 кВ.

Для визуализации магнитных доменов и процесса перемагничивания микропроводов PrDyFeCoB применяли метод магнитооптических индикаторных пленок [20], основанный на магнитооптическом эффекте Фарадея, который заключается в повороте плоскости поляризации линейно поляризованного света при его прохождении через оптически неактивное вещество, расположенное в магнитном поле. Микропровод размещали на предметном столике поляризационного микроскопа между катушками Гельмгольца, которые создавали однородное магнитное поле до 240 Э, направленное вдоль оси микропровода. Противоположную направленность внешнего поля достигали изменением полярности подключения катушек к источнику тока. В качестве оптически неактивной среды использовали феррит-гранатовую пленку, проявлявшую поверхностные магнитные поля рассеяния от образца. В отсутствие внешнего магнитного поля намагниченность феррит-гранатовой пленки лежит в ее плоскости. При появлении магнитных полей рассеяния, создаваемых микропроводом, нормальная компонента намагниченности визуализируется отклонением намагниченности индикаторной пленки от плоскостной ориентации. В зависимости от угла поворота изменяется интенсивность света на анализаторе поляризационного микроскопа, тем самым порождаются темные и светлые контрасты областей на изображении магнитооптических индикаторных пленок, соответствующие противоположно направленным векторам намагниченности в исследуемом образце.

Для модуляции микропроводов применяли иттербиевый ИК-лазер Raycus (максимальная средняя мощность ~20 Вт, длина волны $\lambda = 1070$ нм). Сфокусированный объективом F-100mm в пятно радиусом 10 мкм непрерывный лазерный луч с частотой 25 кГц передвигался по заданной системой Sino-Galvo траектории (точность позиционирования ~7 мкм) перпендикулярно длинной оси микропровода. Локальный лазерный отжиг микропроводов производили в двух режимах – быстром и медленном, реализованных с помощью программного пакета EzCAD 2.9.9. При быстром режиме скорость перемещения и мощность пучка составили 850 мм/с и 16 Вт соответственно, при медленном режиме использовали меньшие скорость перемещения и мощность пучка: 200 мм/с и 4 Вт соответственно.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены петли гистерезиса аморфного микропровода до отжига и поликристаллического микропровода после вакуумного отжига при температуре 900 °С. Аморфные микропровода (рис. 1, а) характеризуются узкой прямоугольной петлей гистерезиса с насыщением в малых полях ~150 Э. На вставке рис. 1, а представлена электронограмма аморфных микропроводов с характерным гало и редкими рефлексам, соответствующими кристаллитам размером до 10 нм. Кристаллиты, вероятнее всего, соответствуют включениям фазы 2-14-1 и появляются в аморфных микропроводах при уменьшении скорости охлаждения с 55 до 50 м/с. Вакуумный отжиг вызывает значительное увеличение коэрцитивной силы: с 10 Э – для аморфных микропроводов (рис. 1, а) до 20 кЭ – для поликристаллических микропроводов (рис. 1, б),

в которых намагниченность не достигает насыщения даже в полях ~ 50 кЭ. Ступенчатая форма петли гистерезиса (рис. 1, б) свидетельствует о наличии в поликристаллических микропроводах одновременно двух фаз: магнитотвердой высококоэрцитивной фазы 2-14-1 и магнитомягкой фазы типов 1-4-1 и 2-1. На электронограмме (вставка на рис. 1, б) не наблюдалось специфическое для аморфной фазы гало. Однако точечные рефлексы образовывали еле заметные размытые кольца, свидетельствующие о поликристаллическости образца, подвергнутого вакуумному отжигу.

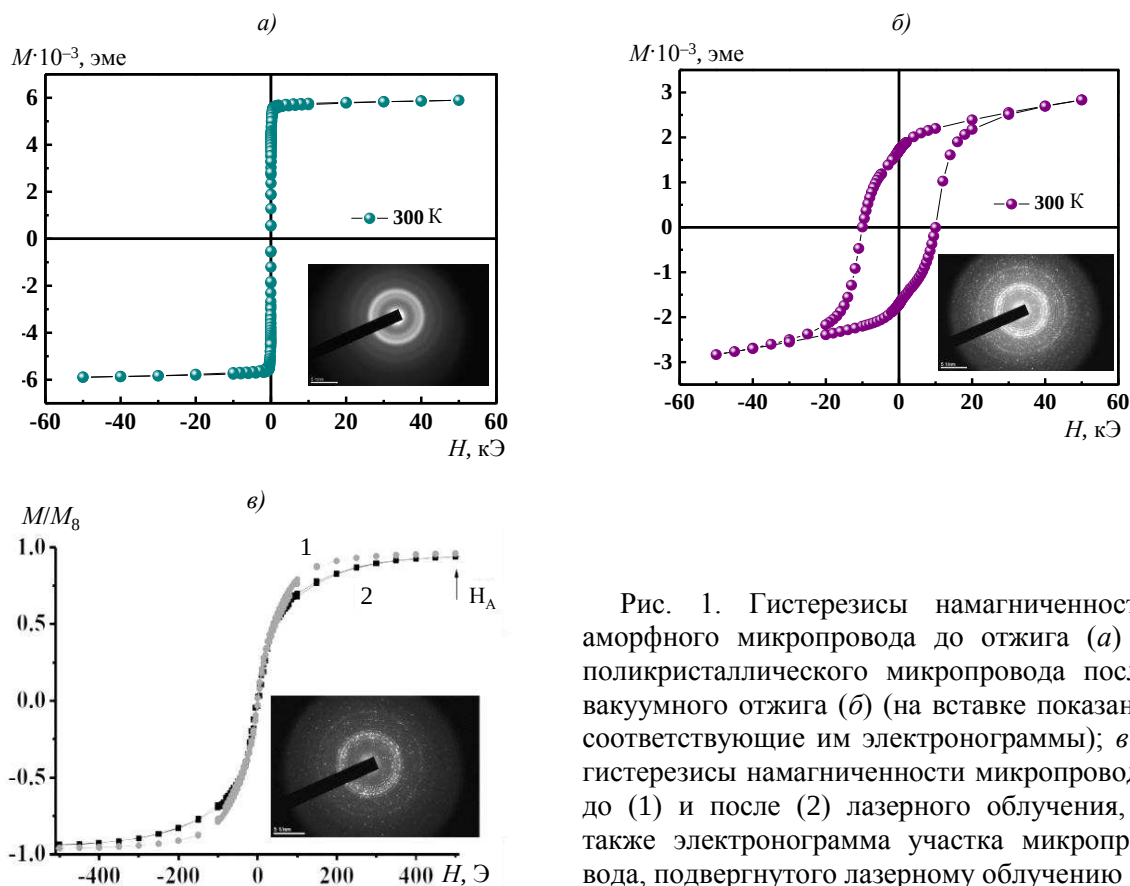


Рис. 1. Гистерезисы намагниченности аморфного микропровода до отжига (а) и поликристаллического микропровода после вакуумного отжига (б) (на вставке показаны соответствующие им электронограммы); в – гистерезисы намагниченности микропровода до (1) и после (2) лазерного облучения, а также электронограмма участка микропровода, подвергнутого лазерному облучению

Появление магнито-модулированных областей в аморфном микропроводе приводит к увеличению магнитной анизотропии H_A (рис. 1, в), насыщение намагниченности достигается в поле $H = 500$ Э, большем, чем в необлученных образцах. Поле насыщения в облученных участках микропровода можно воспринимать как результат появления магнито-кристаллической анизотропии величиной 500 Э. На электронограмме (вставка на рис. 1, в) образца ламели, вырезанной из облученного лазером участка микропровода, присутствуют точечные рефлексы, соответствующие фазам 2-14-1, 1-4-1 и 2-1, кристаллизации которых можно достичь локальным лазерным нагревом. При этом локальная кристаллизация не способствует значительному увеличению коэрцитивной силы по сравнению с длительным вакуумным отжигом (20 кЭ). Вероятнее всего, локальный лазерный отжиг приводит к образованию нанокристаллических структур в образце, в отличие от вакуумного отжига, приводящего к формированию микрокристаллитов. Хорошо известно, что в магнитах группы RE-TM-B (RE – редкоземельные металл(ы), TM – переходный металл(ы), B – бор) уменьшение среднего размера зерна вплоть до $l = 0,2-0,3$ мкм увеличивает коэрцитивную силу, а при дальнейшем

уменьшении l коэрцитивная сила резко снижается [21]. Величина $l = 0,2\text{--}0,3$ мкм приблизительно равна пределу однодоменности в материалах группы RE–TM–B. В частях DyFeB уменьшение их размера приводило к уменьшению коэрцитивности – с 16,8 до 0,4 кЭ, что указывает на существенную зависимость коэрцитивной силы и размера образца [22]. Несмотря на формирование основной ферромагнитной фазы 2-14-1 в облученных лазером участках, размеры ее зерен оказались слишком малы, что стало причиной низких значений коэрцитивной силы $\sim(40\text{--}50)$ Э, которые оказались все же больше, чем в исходном микропроводе или в его необлученных участках.

На рис. 2 представлена доменная структура, полученная методом магнитооптических индикаторных пленок, следующих микропроводов: *a* – аморфный микропровод (1.1) диаметром $d = 130$ мкм до лазерной обработки; *б* – аморфный микропровод (1.2) диаметром $d = 130$ мкм после быстрой лазерной обработки; *в* – поликристаллический микропровод (2.1) диаметром $d = 120$ мкм до лазерной обработки; *г* – поликристаллический микропровод (2.2) диаметром $d = 120$ мкм после быстрой лазерной обработки; *д* – аморфный микропровод (3) диаметром $d = 50$ мкм после медленной лазерной обработки; *е* – поликристаллический микропровод (4) диаметром $d = 65$ мкм после медленной лазерной обработки.

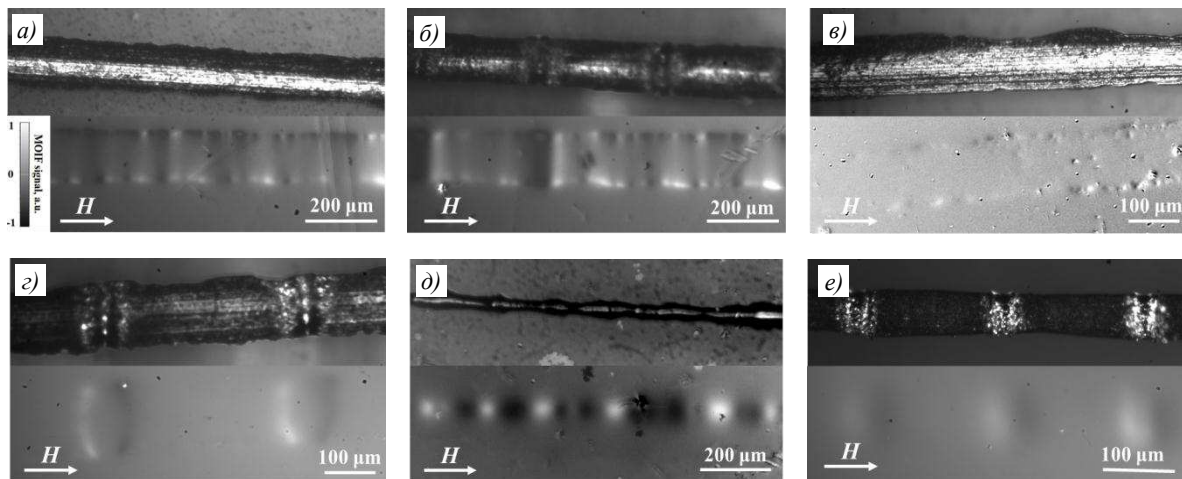


Рис. 2. Оптические изображения микропроводов 1.1 (*a*), 1.2 (*б*), 2.1 (*в*), 2.2 (*г*), 3 (*д*), 4 (*е*) и соответствующие им изображения магнитооптических индикаторных пленок (MOIF). На рис. 2, *a* показана шкала интенсивности сигнала MOIF signal для всех изображений

На рис. 3 представлены профили рельефа поверхности микропроводов, изображенных на рис. 2. В аморфных образцах без лазерного облучения наблюдаются хаотичные домены (рис. 2, *a*), исчезающие после двухчасового отжига при температуре 900 °C (рис. 2, *в*). В профилированных быстрым лазером образцах (рис. 2, *г*, *е*) локальный отжиг приводит к дальнейшему превращению фаз лишь в самом центре лазерных «насечек», что выражается в изменении наклона линии профиля в районе доменной границы (рис. 3, *б*). Вероятнее всего, серый контраст между областями плоскостной намагниченности (рис. 2, *г*) свидетельствует о более полном превращении аморфной фазы в кристаллическую 2-14-1 и ее объединении с центральным ядром микропровода. В свою очередь, для микропроводов с медленным проходом лазера отжиг заметной роли не играет, так как из-за сниженной мощности пучка изначальный локальный нагрев недостаточен для зарождения фазы 2-14-1. Предположительно, уменьшение скорости

прохода и мощности лазера создает благоприятные условия для образования кристаллической фазы 1-3 с меньшей температурой плавления, чем у фазы 2-14-1. Это выражается в большей «разглаженности» профильных пиков у образца 3 (рис. 3, в; сплошная линия). После отжига дальнейшего заметного развития превращения фаз в области «насечек» медленным лазером не наблюдается. Профиль плотного стыка черного и белого контрастов (рис. 2, е) имеет постоянный наклон без ступеньки (рис. 3, в; красный пунктир) для образца 4. В магнитном поле, перпендикулярном оси микропровода, радиальные домены не наблюдаются, что ранее установлено в работе [15].

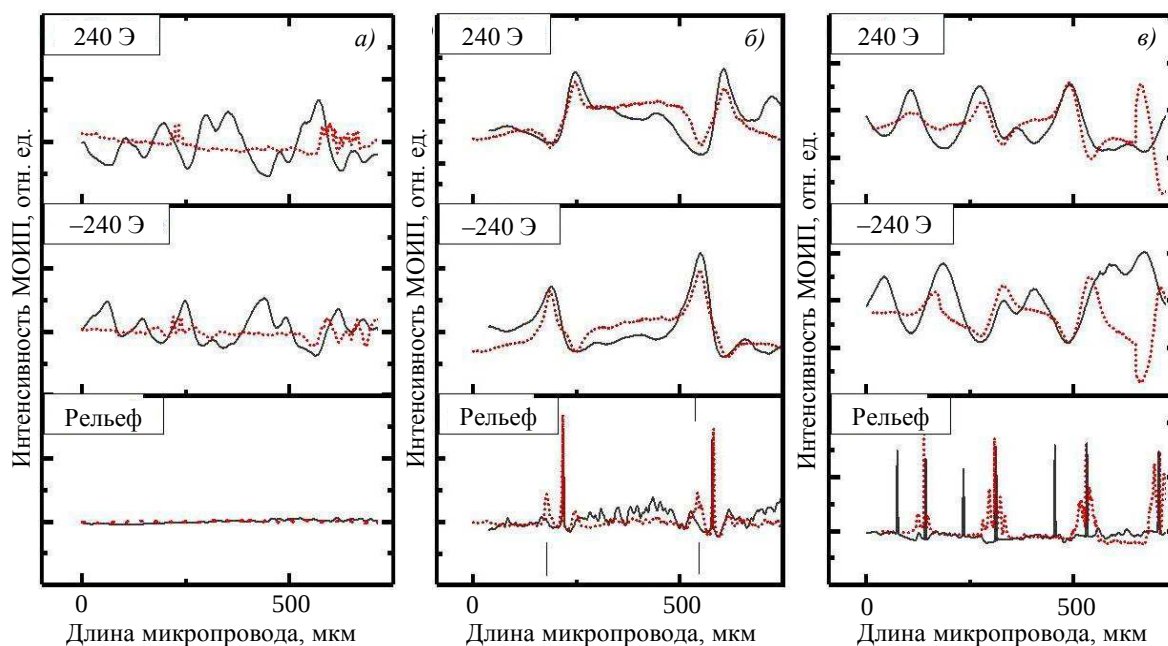


Рис. 3. Профили, построенные по изображениям магнитооптических индикаторных пленок (МОИП) и попарно наложенные друг на друга профили доменной структуры и рельефа поверхности исследуемых образцов: а – 1.1 (—) и 2.1 (....); б – 1.2 (—) и 2.2 (....); в – 3 (—) и 4 (....)

Исследованию процессов кристаллизации в зависимости от химического состава и скорости охлаждения сплава на основе RE–TM–B посвящены работы [23–26].

В работе [23] исследованы быстрозакаленные аморфные чешуйки сплава $\text{Nd}_{12,5}\text{Fe}_{80,8}\text{B}_{6,2}\text{Nb}_{0,2}\text{Ga}_{0,3}$, близкого к стехиометрическому составу соединения $\text{RE}_2\text{TM}_{14}\text{B}$, после вакуумного отжига и высокоскоростного нагрева с помощью воздействия электронным лучом с ускоряющим напряжением 10 кВ, током 1,8 мА и продолжительностью воздействия 0,1 с. Указывается, что скорость нагрева при этом может достигать 10^8 – 10^9 К/с, что соответствует нагреву быстрозакаленных частиц до температуры 512 °С за время 0,1 с. При этом происходит кристаллизация основной магнитной фазы 2-14-1 с размером зерен 80 нм, тогда как при вакуумном отжиге размер зерен фазы 2-14-1 составил 90 нм. В представленных экспериментах продолжительность воздействия составляла 0,1 с, что привело к кристаллизации материала из аморфного состояния [23].

В работах авторов данной статьи локальная кристаллизация под действием лазерного импульса происходила за время 120 нс, что на шесть порядков быстрее. Однако, как указано ранее, при воздействии лазерным лучом при быстром проходе кристаллизуется не только основная магнитная фаза, но и магнитомягкие фазы. Это указывает на то, что температура при воздействии лазерного луча больше, чем в экспериментах,

проведенных авторами работы [23]. Например, по результатам дифференциального калориметрического анализа температура кристаллизации первой фазовой составляющей ~605 °С, второй и третьей: 900–950 °С. При этом средний размер зерна основной магнитной фазы в результате кристаллизации под лазерным облучением составил 175 нм, что также свидетельствует о том, что температура в результате лазерного воздействия достигала значительно больших значений, чем в работе [23]. Еще одним фактором, влияющим на формирование фазового состава при кристаллизации, является химический состав аморфного сплава. В экспериментах авторов данной статьи сплав не содержал ингибиторов роста кристаллитов, в отличие от исследуемого сплава в работе [23], в которой для этого использовано небольшое количество ниобия.

Заключения

Вакуумный отжиг аморфных микропроводов PrDyFeCoB при температуре 900 °С в течение 2 ч приводит к увеличению коэрцитивной силы с 10 Э до 20 кЭ, образованию поликристаллической структуры с наличием фаз 2-14-1, 1-4-1, 2-1 и исчезновению хаотичных доменов.

Локальный лазерный отжиг формирует в аморфных микропроводах нанокристаллические структуры. Быстрый, мощный режим лазерной обработки способствует зарождению магнитотвердой (2-14-1) и магнитомягких (1-4-1, 2-1) фаз, в отличие от медленного, маломощного режима, который позволяет зародиться лишь магнитомягким фазам.

Движущийся непрерывный ИК лазерный луч позволяет получить магнитомодулированные периодические структуры с чередованием аморфного и нанокристаллического материалов, которые могут быть использованы в программируемой инженерии магнитных микроструктур.

Список источников

1. Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бакрадзе М.М., Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. Инженерия редкоземельных микромагнитов RE–TM–B (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). Ст. 05. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.11.2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-44-60.
2. Walther A., Marcoux C., Desloges B. et al. Micro-patterning of NdFeB and SmCo magnet films for integration into micro-electro-mechanical-systems // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2008. Vol. 321. P. 590–594.
3. Ning H., Zhang Y., Zhu H. et al. Geometry Design, Principles and Assembly of Micromotors // Journal of Micromachines. 2018. Vol. 9. No. 75. P. 35.
4. Peng H.-X., Qin F., Phan M.-H. Ferromagnetic microwire composites. From Sensors to Microwire applications. Springer, 2016. 245 p.
5. Моргунов Р.Б., Коплак О.В., Таланцев А.Д., Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А. Феноменология петель магнитного гистерезиса в многослойных микропроводах α -Fe/DyPrFeCoB // Труды ВИАМ. 2019. № 7 (79). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-67-75.
6. Коплак О.В., Куницына Е.И., Валеев Р.А., Королев Д.В., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. Ферромагнитные микропровода α -Fe/(PrDy)(FeCo)B для микроманипуляторов и полимерных композитов // Труды ВИАМ. 2019. № 11 (83). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-11-60-67.
7. Croat J.J., Chraplyvy A.R., Herbst J.F. Crystallization of amorphous Pr_{0.27}Co_{0.73}: Magnetic properties and laser induced coercivity // Journal of Applied Physics Letters. 1980. Vol. 37. P. 962–964.
8. Ünal A.A., Parabas A., Arora A. et al. Laser-driven formation of transient local ferromagnetism in FeRh thin films // Ultramicroscopy. 2017. Vol. 183. P. 104–108.

9. Molian R., Molian P. Pulsed laser deposition and annealing of Dy–Fe–B thin films on melt-spun Nd–Fe–B ribbons for improved magnetic performance // *Journal of Magnetism and Magnetic materials*. 2009. Vol. 321. P. 241–246.
10. Guo B. Chinese Materials Conference, Effect of processing method on the microstructure of Nd_{4.5}Fe₇₇B_{18.5} magnetic alloy // *Procedia Engineering*. 2011. Vol. 27. P. 671–679.
11. Guo-hau Tu, Aitounian Z., Ryan D.H., Strom-Olsen J.O. Crystallization and texturing in rapidly quenched Nd₂Fe₁₄B₁ and Nd₁₅Fe₇₇B₈ // *Journal of Applied Physics*. 1988. Vol. 63. No. 8. P. 3330–3332.
12. Harada T., Fujita M., Kuji T. Laser annealing of an amorphous Nd–Fe–B alloy // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. 1997. Vol. 12. No. 1. P. 383–386.
13. Takashima H., Ueda K., Itoh M. Red photoluminescence in praseodymium-doped titanate perovskite films epitaxially grown by pulsed laser deposition // *Journal of Applied Physics Letters*. 2006. Vol. 89. Art. 261915.
14. Chu K., Jin Z.Q., Chakka V.M., Liu J.P. Rapid magnetic hardening by rapid thermal annealing in NdFeB-based nanocomposites // *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2005. Vol. 38. P. 4009–4014.
15. Коплак О.В., Сидоров В.Л., Дворецкая Е.В., Шашков И.В., Валеев Р.А., Королев Д.В., Моргунов Р.Б. Радиальные домены в микропроводах Dy–Pr–FeCo–B // *Физика твердого тела*. 2021. Т. 63. № 2. С. 242–247.
16. 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.
17. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // *Вестник Российской академии наук*. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
18. Каблов Е.Н. России нужны материалы нового поколения // *Редкие земли*. 2014. № 3. С. 8–13.
19. Каблов Е.Н., Старцев В.О. Измерение и прогнозирование температуры образцов материалов при экспонировании в различных климатических зонах // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-47-58.
20. Kabanov Yu., Zhukov A., Zhukova V., Gonzalez G. Magnetic domain structure of wires studied by using the magneto-optical indicator film method // *Applied Physics Letters*. 2005. Vol. 87. Art. 142507.
21. Nikitenko V.I., Gornakov V.S., Dedukh L.M. et al. Magneto-optical indicator film (MOIF) microscopy of granular and layer structures (abstract) // *Journal of Applied Physics*. 1996. Vol. 79. P. 6073.
22. Yue M., Liu R.M., Liu W.Q. et al. Ternary DyFeB Nanoparticles and Nanoflakes With High Coercivity and Magnetic Anisotropy // *IEEE Transactions on Nanotechnology*. 2012. Vol. 11. P. 651–654.
23. Yang J., Han J., Tian H. et al. Structural and Magnetic Properties of Nanocomposite Nd–Fe–B Prepared by Rapid Thermal Processing // *Engineering*. 2020. Vol. 6. No. 2. P. 132–140.
24. Ozawa S., Saito T., Motegi T. Effects of cooling rate on microstructures and magnetic properties of Nd–Fe–B alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2004. Vol. 363. P. 263–270.
25. Wang C., Yan M., Zhang W.Y. Effects of Nb and Zr additions on crystallization behavior, microstructure and magnetic properties of melt-spun (Nd, Pr)₂Fe₁₄B/ α -Fe alloys // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2006. Vol. 306. P. 195–198.
26. Liu Z.W., Davies H.A. The practical limits for enhancing magnetic property combinations for bulk nanocrystalline NdFeB alloys through Pr, Co and Dy substitutions // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2007. Vol. 313. P. 337–341.

References

1. Korolev D.V., Piskorskii V.P., Valeev R.A., Bakradze M.M., Dvoretzkaya E.V., Koplak O.V., Morgunov R.B. Rare-earth RE–TM–B micromag-nets engineering (review). *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), paper no. 05. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 15, 2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-44-60.

2. Walther A., Marcoux C., Desloges B. et al. Micro-patterning of NdFeB and SmCo magnet films for integration into micro-electro-mechanical-systems. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2008, vol. 321, pp. 590–594.
3. Ning H., Zhang Y., Zhu H. et al. Geometry Design, Principles and Assembly of Micromotors. *Journal of Micromachines*, 2018, vol. 9, no. 75, pp. 35.
4. Peng H.-X., Qin F., Phan M.-H. Ferromagnetic microwire composites. From Sensors to Microwire applications. Springer, 2016. 245 p.
5. Morgunov R.B., Koplak O.V., Talantsev A.D., Korolev D.V., Piskorskij V.P., Valeev R.A. The phenomenology of the magnetic hysteresis loops in multilayer microwires α -Fe/DyPrFeCoB. *Trudy VIAM*, 2019, no. 7 (79), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 15, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-67-75.
6. Koplak O.V., Kunitsyna E.I., Valeev R.A., Korolev D.V., Piskorskii V.P., Morgunov R.B. Ferromagnetic microwires α -Fe/(PrDy)(FeCo)B for micromanipulators and polymer composites. *Trudy VIAM*, 2019, no. 11 (83), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 15, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-11-60-67.
7. Croat J.J., Chraplyvy A.R., Herbst J.F. Crystallization of amorphous $\text{Pr}_{0.27}\text{Co}_{0.73}$: Magnetic properties and laser induced coercivity. *Journal of Applied Physics Letters*, 1980, vol. 37, pp. 962–964.
8. Ünal A.A., Parabas A., Arora A. et al. Laser-driven formation of transient local ferromagnetism in FeRh thin films. *Ultramicroscopy*, 2017, vol. 183, pp. 104–108.
9. Molian R., Molian P. Pulsed laser deposition and annealing of Dy–Fe–B thin films on melt-spun Nd–Fe–B ribbons for improved magnetic performance. *Journal of Magnetism and Magnetic materials*, 2009, vol. 321, pp. 241–246.
10. Guo B. Chinese Materials Conference, Effect of processing method on the microstructure of $\text{Nd}_{4.5}\text{Fe}_{77}\text{B}_{18.5}$ magnetic alloy. *Procedia Engineering*, 2011, vol. 27, pp. 671–679.
11. Guo-hau Tu, Aitounian Z., Ryan D.H., Strom-Olsen J.O. Crystallization and texturing in rapidly quenched $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}_1$ and $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$. *Journal of Applied Physics*, 1988, vol. 63, no. 8, pp. 3330–3332.
12. Harada T., Fujita M., Kuji T. Laser annealing of an amorphous Nd–Fe–B alloy. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 1997, vol. 12, no. 1, pp. 383–386.
13. Takashima H., Ueda K., Itoh M. Red photoluminescence in praseodymium-doped titanate perovskite films epitaxially grown by pulsed laser deposition. *Journal of Applied Physics Letters*, 2006, vol. 89, art. 261915.
14. Chu K., Jin Z.Q., Chakka V.M., Liu J.P. Rapid magnetic hardening by rapid thermal annealing in NdFeB-based nanocomposites. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2005, vol. 38, pp. 4009–4014.
15. Koplak O.V., Sidorov V.L., Dvoretzkaya E.V., Shashkov I.V., Valeev R.A., Korolev D.V., Morgunov R.B. Radial domains in Dy–Pr–FeCo–B microwires. *Fizika tverdogo tela*, 2021, vol. 63, no. 2, pp. 242–247.
16. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
17. Kablov E.N. Materials of a new generation and digital technologies for their processing. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences*, 2020, vol. 90, no. 4, pp. 331–334.
18. Kablov E.N. Russia Needs New Generation Materials. *Redkiye zemli*, 2014, no. 3, pp. 8–13.
19. Kablov E.N., Startsev V.O. Measurement and forecasting of materials samples' temperature during weathering in different climatic zones. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 47–58. DOI: 10.18577 / 2071-9140-2020-0-4-47-58.
20. Kabanov Yu., Zhukov A., Zhukova V., Gonzalez G. Magnetic domain structure of wires studied by using the magneto-optical indicator film method. *Applied Physics Letters*, 2005, vol. 87, art. 142507.

21. Nikitenko V.I., Gornakov V.S., Dedukh L.M. et al. Magneto-optical indicator film (MOIF) microscopy of granular and layer structures (abstract). *Journal of Applied Physics*, 1996, vol. 79, pp. 6073.
22. Yue M., Liu R.M., Liu W.Q. et al. Ternary DyFeB Nanoparticles and Nanoflakes With High Coercivity and Magnetic Anisotropy. *IEEE Transactions on Nanotechnology*, 2012, vol. 11, pp. 651–654.
23. Yang J., Han J., Tian H. et al. Structural and Magnetic Properties of Nanocomposite Nd–Fe–B Prepared by Rapid Thermal Processing. *Engineering*, 2020, vol. 6, no. 2, pp. 132–140.
24. Ozawa S., Saito T., Motegi T. Effects of cooling rate on microstructures and magnetic properties of Nd–Fe–B alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2004, vol. 363, pp. 263–270.
25. Wang C., Yan M., Zhang W.Y. Effects of Nb and Zr additions on crystallization behavior, microstructure and magnetic properties of melt-spun (Nd, Pr)₂Fe₁₄B/ α -Fe alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2006, vol. 306, pp. 195–198.
26. Liu Z.W., Davies H.A. The practical limits for enhancing magnetic property combinations for bulk nanocrystalline NdFeB alloys through Pr, Co and Dy substitutions. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2007, vol. 313, pp. 337–341.

Информация об авторах

Дворецкая Елизавета Витальевна, аспирант, Институт проблем химической физики РАН, office@icp.ac.ru

Коплак Ольга Вячеславовна, начальник лаборатории, д.ф.-м.н., Институт проблем химической физики РАН, office@icp.ac.ru

Королев Дмитрий Викторович, старший научный сотрудник, д.ф.-м.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Валеев Руслан Анверович, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Сидоров Владислав Львович, аспирант, Институт проблем химической физики РАН, office@icp.ac.ru

Пискорский Вадим Петрович, заместитель начальника лаборатории по науке, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Моргунов Роман Борисович, ведущий научный сотрудник, д.ф.-м.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Elizaveta V. Dvoretzskaya, Postgraduate Student, Institute of Problems of Chemical Physics of the RAS, office@icp.ac.ru

Olga V. Koplak, Head of Laboratory, Doctor of Sciences (Phys. & Math.), Institute of Problems of Chemical Physics of the RAS, office@icp.ac.ru

Dmitry V. Korolev, Senior Researcher, Doctor of Sciences (Phys. & Math.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ruslan A. Valeev, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vladislav L. Sidorov, Postgraduate Student, Institute of Problems of Chemical Physics of the RAS, office@icp.ac.ru

Vadim P. Piskorsky, Deputy Head of Laboratory of Science, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Roman B. Morgunov, Leading Researcher, Doctor of Sciences (Phys. & Math.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 31.01.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 11.02.2022.

The article was submitted 31.01.2022; approved and accepted for publication after reviewing 11.02.2022.

Научная статья

УДК 666.3

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-74-86

ФОРМИРОВАНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ТЕКСТУРЫ В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ КЕРАМИКЕ КАК СПОСОБ ПОВЫШЕНИЯ СВОЙСТВ (обзор)

С.В. Житнюк¹, П.Н. Медведев¹, О.Ю. Сорокин¹, А.А. Качаев¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Рассмотрены основные достижения в области получения керамических материалов с преимущественной кристаллографической ориентацией зерен. Показано, что керамика, для которой характерно наличие кристаллографической текстуры, обладает повышенными свойствами в определенных направлениях в сравнении с бестекстурными материалами. Развитие фундаментальных исследований, направленных на выявление процессов формирования текстуры, способствует разработке керамики с регулируемыми свойствами, востребованной во многих областях промышленности.

Ключевые слова: кристаллографическая текстура, керамика, дифракционные методы исследования, микроструктура, определение свойств

Для цитирования: Житнюк С.В., Медведев П.Н., Сорокин О.Ю., Качаев А.А. Формирование кристаллографической текстуры в поликристаллической керамике как способ повышения свойств (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-74-86.

Scientific article

FORMATION OF CRYSTALLOGRAPHIC TEXTURE IN POLYCRYSTALLINE CERAMICS AS A WAY TO ENHANCE PROPERTIES (review)

S.V. Zhitnyuk¹, P.N. Medvedev¹, O.Yu. Sorokin¹, A.A. Kachaev¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. Considers the main achievements in the field of obtaining ceramic materials with a predominant crystallographic orientation of grains. It is shown that ceramics, which is characterized by the presence of a crystallographic texture, has increased properties in specific directions in comparison with non-textural materials. The development of fundamental research aimed at identifying the processes of texture formation contributes to the obtaining of ceramics with adjustable properties, which are in demand in many areas of industry

Keywords: crystallographic texture, ceramics, diffraction research methods, microstructure, property determination

For citation: Zhitnyuk S.V., Medvedev P.N., Sorokin O.Yu., Kachaev A.A. Formation of crystallographic texture in polycrystalline ceramics as a way to enhance properties (review). Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-74-86.

Введение

Свойства керамики определяются сочетанием как микроструктурных, так и кристаллографических характеристик. Внутреннее строение керамических материалов удовлетворяет требованиям большинства областей промышленности благодаря усреднению анизотропных свойств, характерных для многих кристаллических структур [1–7]. Однако повышение таких свойств, как теплопроводность, износостойкость, механическая прочность, электропроводность и др. в большинстве случаев возможно за счет получения анизотропных структур, характерных для монокристаллов. Каждое зерно в поликристаллической структуре является монокристаллом с предельным уровнем анизотропии, а преимущественная ориентировка зерен материала приводит к некоторой степени анизотропии физико-механических свойств изделия в целом. Формирование предпочтительной кристаллографической ориентации зерен широко используется для повышения свойств, особенно когда применение монокристаллов нецелесообразно или невозможно. Керамика с такой структурой обладает эксплуатационными характеристиками, близкими к свойствам монокристалла, но механической прочностью поликристаллического материала. Примерами керамики с кристаллографической текстурой являются магнитные устройства, пьезоэлектрики, сверхпроводники, оптически прозрачная керамика и многие другие [8, 9].

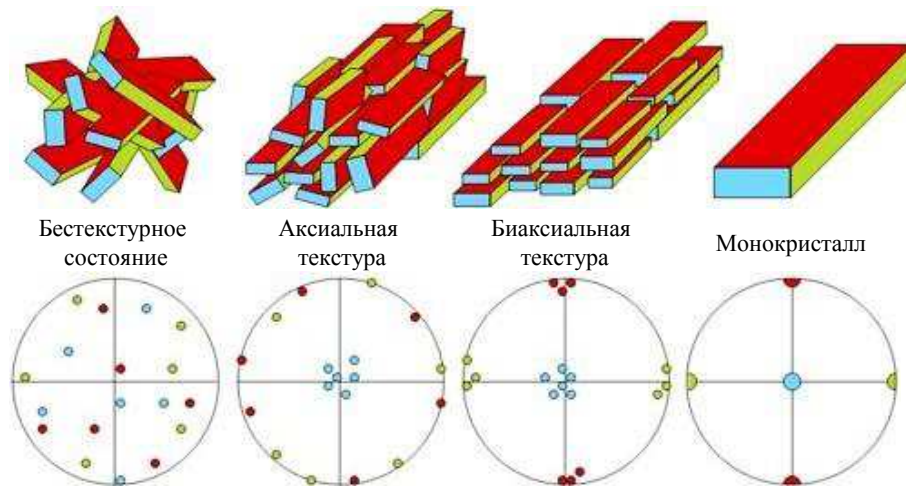
Следует отметить, что сформировать кристаллографическую текстуру в керамике значительно сложнее, чем в металлических системах, где она возникает или изменяется за счет пластической деформации и при гораздо более низких температурах. Однако за последние десятилетия разработаны методы, позволяющие получить керамические материалы с острой текстурой. Среди них – золь-гель метод, шликерное литье под воздействием магнитного поля, процесс биаксиального текстурирования подложки с помощью прокатки (Rolling Assisted Biaxially Textured Substrate – RABiTS), метод «порошок в трубе» (Powder-in-tube – PIT) и др. [10–14].

В данной работе рассмотрены основные достижения в области получения керамических материалов с преимущественной кристаллографической ориентацией зерен. Развитие фундаментальных исследований, направленных на выявление процессов формирования текстуры, способствует разработке керамики с регулируемыми свойствами, востребованной во многих областях промышленности.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 14.1. «Конструкционные керамические материалы» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [1].

Методы измерения кристаллографической текстуры

Кристаллографическая текстура описывает любую неслучайную ориентацию зерен в материале. Однако наибольший интерес представляют аксиальные (неограниченные) и биаксиальные (ограниченные) текстуры, так как при таких типах ориентации наблюдают повышение свойств или их приближение к свойствам монокристалла [15]. В аксиальной текстуре одно кристаллографическое направление каждого зерна ориентировано вдоль глобальной оси во всем образце, остальные же ориентированы случайным образом. Для биаксиальной текстуры в каждом зерне характерны фиксированные в одном определенном положении кристаллографическая плоскость и направление, лежащее в этой плоскости. На рисунке представлена схематическая иллюстрация возможных текстурных состояний с соответствующими стереографическими проекциями в керамике с ромбической кристаллической решеткой.



Схематическая иллюстрация и стереографические проекции возможных текстурных состояний в керамике с ромбической кристаллической решеткой [8]

Выявление взаимосвязи между ориентацией зерен в объеме материала и его свойствами требует описания и анализа текстуры. Для исследования текстуры чаще всего применяют методы дифракции электронов, нейтронов, рентгеновского излучения. Проникающая способность электронов и рентгеновского излучения меньше, чем нейтронов. Поэтому для керамики, препятствующей распространению рентгеновского излучения (например, содержащей свинец), метод дифракции нейтронов является более предпочтительным [8].

Для описания текстурного состояния используют методы построения прямых и обратных полюсных фигур, функций распределения разориентировок, кривой качания, а также определяют степень ориентации плоскостей определенного типа – фактор F (метод Лотгеринга). Прямые и обратные полюсные фигуры, а также функции распределения разориентировок демонстрируют достоверное описание текстур, но их построение для керамики, обладающей сложной кристаллической структурой, требует больших усилий и громоздко для представления [16]. В работе [17] предложен экспресс-метод оценки степени ориентированности структуры. Суть метода заключается в определении соотношения доли характеризующих текстуру пиков на дифрактограмме к доле всех пиков (иногда только к основному), а степень ориентации зеренной структуры описывается одним параметром – фактором F :

$$F_{(001)} = (P_{(001)} - P_0) / (1 - P_0), \quad (1)$$

$$P_{(001)} = \Sigma I_{(001)} / \Sigma I_{(hkl)}, \quad (2)$$

$$P_0 = \Sigma I_{0(001)} / \Sigma I_{0(hkl)}, \quad (3)$$

где $P_{(001)}$ – доля интенсивностей пиков, характерных для плоскостей (001) деформированных образцов; P_0 – доля интенсивностей пиков, характерных для всех плоскостей бестекстурного эталона; $\Sigma I_{(001)}$ – сумма интенсивностей пиков, характерных для плоскостей (001), имп./с; $\Sigma I_{(hkl)}$ – сумма интенсивностей пиков, характерных для всех плоскостей, имп./с [16].

Фактор F зависит от выбранного диапазона углов 2θ и является скорее качественной оценкой. Его значение лежит в пределах от 0 (бестекстурное состояние) до 1 (состояние с идеальной (001) текстурой).

В настоящее время наиболее полную картину ориентации зерен и микроструктуры материалов дает метод дифракции обратноотраженных электронов (Electron

backscattered diffraction – EBSD). Этот метод позволяет получить данные с множества точек, которые возможно представить в виде прямых и обратных полюсных фигур, функции разориентировок и карт ориентации. Кроме того, существует возможность идентифицировать фазы, присутствующие в материале, а также количественно охарактеризовать микроструктуру.

Керамические материалы с направленной кристаллографической структурой

Керамика с магнитными свойствами

Магнитные свойства имеют ярко выраженную зависимость от кристаллографического направления. В керамике электронные орбиты связаны в кристаллической решетке благодаря химическим связям, за счет чего спины электронов свободно ориентируются в магнитном поле, обуславливая основной вклад в величину магнитного момента [18].

Основная часть магнитной керамики представлена ферритами с кубической и гексагональной решетками. Эффект влияния текстуры на магнитные свойства впервые выявлен в соединении $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ с гексагональной решеткой и получен путем воздействия магнитного поля на суспензию, содержащую частицы $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$. Синтезированный материал обладал остаточной намагниченностью 0,37 Тл и коэрцитивной силой 1200 Э в направлении, параллельном базисной плоскости, в то время как для бестекстурного $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ соответствующие характеристики составляли 0,205 Тл и 2600 Э [19].

В настоящее время с появлением новых методов получения материалов интерес к магнитной керамике с кристаллографической текстурой возрос. Авторы работы [20] получили материал на основе $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$ путем одноосного прессования в магнитном поле с последующим обжигом при температуре 1200–1280 °С. Керамика характеризовалась фактором $F_{(001)}$, варьирующимся от 0,3 до 0,5, что способствовало повышению остаточной намагниченности и снижению коэрцитивной силы в сравнении с бестекстурным $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{19}$. Сообщалось также о получении керамики на основе CoFe_2O_4 методом реакционного пленочного литья, обладающей $F_{(001)} = 0,81$, намагниченностью насыщения 355 кА/м и остаточной намагниченностью 90 кА/м [21]. Другим примером может являться материал на основе $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$, полученный методом реакционного пленочного литья, в котором наблюдали возрастание магнитной проницаемости и снижение коэрцитивной силы в параллельном базисной плоскости направлении уже при $F_{(001)} = 0,39$ [22].

Сверхпроводники

Сверхпроводники – уникальный класс материалов, проявляющих отсутствие электрического сопротивления при температуре ниже критической. В 1986 г. обнаружена сверхпроводимость материала на основе $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ при температуре 93 К, что выше температуры кипения жидкого азота (77 К). Такое открытие позволило значительно снизить издержки, возникающие при охлаждении сверхпроводников. Кроме того, дальнейшие исследования привели к разработке целого ряда сверхпроводников на основе системы Bi-Sr-Ca-Cu-O , получаемых РИТ-методом. Данная технология позволяет не только синтезировать материалы с мелкозернистой структурой, но и контролировать текстурное состояние при относительно низких температурах [16, 23]. Так, в работе [24] сообщается о получении РИТ-методом сверхпроводящей проволоки из соединения MgB_2 , которая при воздействии магнитного поля обладала критической плотностью тока $\sim 10^4$ А/см² в параллельном проволок направлению и $\sim 10^3$ А/см² – в поперечном.

Критическая плотность тока (J_c) зависит не только от ориентировки зерен относительно кристаллографических направлений. Установлено, что ее величина значительно убывает в зависимости от угла разворота зерен относительно друг друга даже при острой текстуре. Таким образом, острая биаксиальная текстура является необходимой для достижения высоких значений J_c [25].

В целом бестекстурная сверхпроводящая керамика характеризуется значениями J_c на уровне $10\text{--}10^2$ А/см², в то время как современные технологические подходы к формированию текстур позволяют повысить их до $10^3\text{--}10^4$ А/см² [25].

Пьезоэлектрическая керамика

Пьезоэлектрики широко применяются в различных областях производства в качестве генераторов и преобразователей напряжения, сенсорных датчиков, силовых приводов и др. В основе пьезоэффекта лежит доменная структура, обусловленная отсутствием центра симметрии в элементарной ячейке. В настоящее время большие усилия сосредоточены на создании направленной поликристаллической структуры по принципу ориентированных доменов [8].

Керамика, содержащая свинец, доминирует на рынке пьезоэлектриков благодаря высокому уровню электромеханических свойств. Опубликовано большое количество работ, направленных на исследование показателей материалов с острой текстурой. Авторы работы [26] получили керамику на основе цирконата-титаната свинца (ЦТС) методом шликерного литья под воздействием магнитного поля. Материал характеризовался фактором $F_{(001)} = 0,77$ и коэффициентом электромеханической связи $k_{31} = 0,44$, что на 30 % превысило соответствующее значение для бестекстурного образца. Известно также о получении керамики на основе соединения $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--PbTiO}_3$ с добавкой 1 % (объемн.) BaTiO_3 , обладающей фактором $F = 0,98$ в направлении [001]. Электромеханические свойства синтезированного материала в значительной степени превосходили бестекстурный аналог: по пьезомодулям – $d_{33} = 1000 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н, $d_{31} = 371 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н и по тангенсу угла диэлектрических потерь – $\text{tg}\delta = 0,6$ % [27].

Не менее важной характеристикой является температура Кюри (T_c), ограничивающая возможности применения пьезоэлектриков. Исследования, направленные на повышение значений T_c , показали, что керамика на основе соединений PbTiO_3 , $\text{Pb}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3\text{--Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--PbTiO}_3$, $\text{Pb}(\text{Yb}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3\text{--Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--PbTiO}_3$ и $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{--Pb}(\text{Zr, Ti})\text{O}_3$ сохраняет работоспособность в интервале температур от 203 до 364 °С. Повышение данной характеристики связано с формированием острой кристаллографической текстуры [28–32].

В связи с ужесточением экологических стандартов во всем мире активно развивают технологии, с помощью которых можно найти альтернативу применению свинца. Пьезоэлектрики на основе соединений (К, Na)NbO₃, (Bi_{1/2}Na_{1/2})TiO₃ и BaTiO₃ являются наиболее привлекательной заменой керамике, содержащей свинец, так как не уступают ей по уровню свойств. Установлено, что добавки CuO, Li⁺, Ta⁵⁺ и Sb⁵⁺ способствуют получению материала на основе (К, Na)NbO₃, обладающего фактором Лотгеринга в направлении [001] до 0,93 и пьезомодулем d_{33} – до $390 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н, что сопоставимо с характеристиками керамики на основе ЦТС [33–35].

Керамику на основе соединений (Bi_{1/2}Na_{1/2})TiO₃ и (Bi_{1/2}K_{1/2})TiO₃ применяют в качестве концевых элементов электрических цепей. Модификация материала такими соединениями, как K₂SrNb₅O₁₅, SrTiO₃, Bi₄Ti₃O₁₂, NaNbO₃, SrBi₄Ti₄O₁₅ и др., позволяет значительно повысить электромеханические свойства путем формирования острой кристаллографической текстуры [36–43].

Широкое применение также находят пьезоэлектрики на основе соединения BaTiO_3 . Показано, что такая керамика, характеризующаяся $F_{(001)} = 0,97$, обладает пьезомодулем $d_{33} = 274 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н, а материал с преимущественной кристаллографической ориентацией в направлении $[110]$ демонстрирует $d_{31} = 50 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н и $d_{33} = 788 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н [44, 45].

Теплопроводная керамика

В керамике способность проводить тепло определяется строением кристаллической решетки. Соединения с легкими катионами, высокой энергией межатомной связи и менее плотной упаковкой атомов обладают более высокой теплопроводностью, чем вещества с тяжелыми катионами и сложными структурами [46]. Таким образом, наиболее распространенными теплопроводными материалами являются соединения SiC , AlN и Si_3N_4 , которые, в частности, применяют для изготовления радиаторов в электронике [8]. Такие соединения обладают кристаллической структурой средней симметрии, что приводит к анизотропии свойств в различных кристаллографических направлениях. Для нитрида алюминия и карбида кремния такая анизотропия невелика, а, например, для керамики на основе AlN , полученной методом шликерного литья под воздействием магнитного поля, теплопроводность составила $164,7$ Вт/(м·К) в направлении преимущественной кристаллографической ориентации и $154,6$ Вт/(м·К) – перпендикулярно данному направлению [47].

Напротив, для нитрида кремния анизотропия теплопроводности высока. Известно, что для керамики на основе Si_3N_4 , полученной методом шликерного литья под воздействием магнитного поля, при $F_{(001)} = 0,98$ теплопроводность в направлении преимущественной кристаллографической ориентации составила 176 Вт/(м·К), а в перпендикулярном направлении 62 Вт/(м·К) [48].

Оптически прозрачная керамика

За последние десятилетия число исследований в области создания оптически прозрачной керамики со светопропусканием $>80\%$ в видимом и ближнем ИК-диапазоне значительно возросло. Интерес к таким материалам обусловлен уровнем мощности генерируемого лазерного излучения, сравнимым с монокристаллами [49]. В керамике с кубической кристаллической решеткой, такой как алюмомагнезиальная шпинель или иттрий-алюминиевый гранат, высокий уровень светопропускания достижим без намеренного формирования текстурного состояния, так как показатель преломления в таких соединениях изотропен. Для керамики с другими кристаллическими решетками характерна анизотропия показателя преломления в различных кристаллографических направлениях, что способствует снижению светопропускания при переходе световой волны от одного зерна к другому. По этой причине предприняты попытки получить керамические материалы с направленной структурой.

Авторы работы [50] получили керамику на основе оксида алюминия путем воздействия магнитного поля на шликер с последующим горячим изостатическим прессованием. Синтезированный материал обладал фактором Лотгеринга $0,45$ и светопропусканием 52% при длине волны 600 нм. Согласно данным работы [51], применение аналогичного технологического подхода привело к получению образца поликристаллической алюмооксидной керамики со светопропусканием 78% при длине волны 650 нм, что составило $84,5\%$ от светопропускания монокристалла сапфира.

Известно также о синтезировании материала с тетрагональной кристаллической решеткой на основе соединения $\text{Sr}_{0,6}\text{Ba}_{0,4}\text{Nb}_2\text{O}_6$, характеризующегося $F_{(001)} = 1,0$ и светопропусканием 50% при длине волны 1500 нм [52], а также керамики с направленной

структурой на основе соединения $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{F}_2$, перспективной в качестве альтернативы иттрий-алюминиевому гранату [53, 54].

Конструкционная керамика

Конструкционная керамика обладает высоким уровнем физико-механических характеристик, однако ее применение ограничивается хрупкостью и широким интервалом значений прочности. Основным направлением создания преимущественной ориентации зерен в таких материалах является повышение твердости, прочности и трещиностойкости.

Так, согласно данным работы [55], методом горячего прессования при температуре 1800 °С и давлении 25 МПа получена керамика на основе SiC, модифицированная иттрий-алюминиевым гранатом, которую подвергали дополнительной термообработке при температуре 1900 °С и давлении 25 МПа. Синтезированный материал характеризовался преимущественной ориентацией зерен и обладал прочностью при изгибе 1150 ± 190 МПа, твердостью по Виккерсу $26,8 \pm 1,5$ ГПа и трещиностойкостью $4,4 \pm 0,3$ МПа $\sqrt{\text{м}}$ в плоскости, перпендикулярной оси прессования. Для горячепрессованного материала без дополнительной термообработки соответствующие показатели составили: 640 ± 70 МПа, $23,9 \pm 1,1$ ГПа и $3,8 \pm 0,5$ МПа $\sqrt{\text{м}}$. Известно также о керамике на основе Si_3N_4 , полученной методом экструзии с последующим обжигом. Свойства определяли в плоскости, параллельной оси экструзии, для образцов, содержащих зерна вытянутой формы и без таких зерен. В первом случае прочность при изгибе составила 1394 МПа, твердость по Виккерсу 17,0 ГПа и трещиностойкость $9,7$ МПа $\sqrt{\text{м}}$, во втором: 930 МПа, 15,6 ГПа и $5,7$ МПа $\sqrt{\text{м}}$ соответственно [56].

Особый интерес представляют тройные карбиды и нитриды металлов (так называемые МАХ-фазы), обладающие слоистой структурой. Они сочетают свойства, характерные как для керамики, так и для металлов. Формирование направленной структуры в таких материалах приводит к повышению физико-механических свойств как в параллельной, так и в перпендикулярной плоскости относительно направления преимущественной ориентации зерен. Так, бестекстурный карбид Ti_3AlC_2 обладает прочностью при изгибе 320 МПа и трещиностойкостью $6,9$ МПа $\sqrt{\text{м}}$. Формирование текстурного состояния путем воздействия магнитного поля на шликер с последующим искровым плазменным спеканием способствовало получению керамики со следующими свойствами: прочность при изгибе 1261 ± 232 и 1005 ± 117 МПа в перпендикулярной и параллельной плоскости относительно оси прессования, трещиностойкостью $13,1 \pm 0,4$ и $14,6 \pm 0,6$ МПа $\sqrt{\text{м}}$ соответственно [57].

Следует отметить, что в последние десятилетия выявлена прямая зависимость свойств от остроты кристаллографической текстуры не только для материалов, описанных ранее, но и для применяемых в качестве ионных проводников, термоэлектрических элементов и теплозащитных покрытий [58–60]. Таким образом, разработка керамики с преимущественной кристаллографической ориентацией зерен является перспективным направлением материаловедения, решение задач которого позволит совершить качественный технологический рывок в самых разнообразных областях промышленности.

Заключения

Исследования в области формирования текстурного состояния в поликристаллической керамике показывают, что совершенствование технологий и понимание процессов, обуславливающих возникновение преимущественной ориентации зерен, в значительной степени способствуют получению материалов с повышенными свойствами.

В большинстве вышеперечисленных работ синтезируемая керамика обладает аксиальной текстурой, в то время как получение биаксиальных текстур в таких материалах позволит приблизить значения их свойств к свойствам монокристаллов. Фундаментальные исследования, направленные на выявление механизмов формирования текстур, процессов межзеренного взаимодействия и роста зерен, позволят расширить область применения керамики и разработать новые материалы, обладающие уникальными свойствами.

Список источников

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. Бузник В.М., Каблов Е.Н. Состояние и перспективы арктического материаловедения // *Вестник РАН*. 2017. Т. 87. № 9. С. 827–839.
3. Каблов Е.Н. Доминанта национальной технологической инициативы. Проблемы ускорения развития аддитивных технологий в России // *Металлы Евразии*. 2017. № 3. С. 2–6.
4. Лавров А.В., Яковлев Н.О., Ерасов В.С. К вопросу разрушения керамики при воздействии высокоскоростного индентора // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 2 (51). С. 88–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-88-94.
5. Лощинин Ю.В., Будиновский С.А., Размахов М.Г. Теплопроводность теплозащитных легированных оксидами РЗМ покрытий $ZrO_2-Y_2O_3$, полученных магнетронным нанесением // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 3 (52). С. 42–49. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-42-49.
6. Воронов В.А., Лебедева Ю.Е., Сорокин О.Ю., Ваганова М.Л. Исследование защитного действия покрытия на основе иттрийалюмосиликатной системы на карбидокремниевом материале в условиях воздействия окислительной атмосферы // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 4 (53). С. 63–73. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-63-73.
7. Бабашов В.Г., Максимов В.Г., Варрик Н.М., Самородова О.Н. Изучение структуры и свойств керамических композиционных материалов на основе муллита // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 1 (58). С. 54–63. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-54-63.
8. Messing G.L., Poterala S., Chang Y. et al. Texture-engineered ceramics – Property enhancements through crystallographic tailoring // *Journal of Material Research*. 2017. Vol. 32. P. 3219–3241.
9. Seabaugh M.M., Kerscht I.H., Messing G.L. Texture development by templated grain growth in liquid-phase-sintered α -alumina // *Journal of the American Ceramic Society*. 1997. No. 80. P. 1181–1188.
10. Tani T. Texture engineering of electronic ceramics by the reactive-templated grain growth method // *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 2006. No. 114. P. 363–370.
11. Yilmaz H., Messing G.L., Trolrier-McKinstry S. (Reactive) templated grain growth of textured sodium bismuth titanate ($Na_{1/2}Bi_{1/2}TiO_3-BaTiO_3$) ceramics processing // *Journal of Electroceramics*. 2003. No. 11. P. 207–215.
12. Jin S., Sherwood R.C. et al. High TC superconductors-composite wire fabrication // *Applied Physics Letters*. 1987. No. 51. P. 203–204.
13. Goyal A., Feenstra R., List F.A. et al. Using RABiTS to fabricate high-temperature superconducting wire // *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*. 1999. No. 51. P. 19–23.
14. Sakka Y., Suzuki T.S. Textured development of feeble magnetic ceramics by colloidal processing under high magnetic field // *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 2005. Vol. 113. P. 26–36.
15. Messing G.L., Trolrier-McKinstry T., Sabolsky E.M. et al. Templated grain growth of textured piezoelectric ceramics // *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences*. 2004. No. 29. P. 45–96.
16. Кабирова Д.Б. Эволюция микроструктуры и текстуры при отжиге и деформации сверхпроводящей керамики $YBa_2Cu_3O_{7-x}$: дис. ... канд. физ.-мат. наук. Уфа: Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, 2020. 190 с.

17. Lotgering F.K.J. Topotactical reactions with ferromagnetic oxides having hexagonal crystal structures // *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*. 1959. No. 9. P. 113–123.
18. Кингери У.Д. Введение в керамику: пер. с англ. М.: Стройиздат, 1967. 499 с.
19. Stuijts A.L., Rathenau G.W., Weber G.H. Ferroxidure II and III, anisotropic permanent magnet materials // *Philips Technical Review*. 1954. Vol. 16. No. 5–6. P. 141–180.
20. Chen Y., Daigle A., Fitchorov T. et al. Electronic tuning of magnetic permeability in Co_2Z hexaferrite toward high frequency electromagnetic device miniaturization // *Applied Physics Letters*. 2011. No. 98. Art. 202502.
21. Jian G., Meng F., Zhou D. et al. Fabrication of textured CoFe_2O_4 ceramics by novel RTGG method using rod-like $\alpha\text{-FeOOH}$ particles as templates // *Materials Chemistry and Physics*. 2015. Vol. 162. P. 380–385.
22. Chang P., He L., Wei D. et al. Textured Z-type hexaferrite $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$ ceramics with high permeability by reactive template grain growth method // *Journal of European Ceramic Society*. 2016. Vol. 36. P. 2519–2524.
23. Desgardin G., Monot I., Raveau B. Texturing of high- T_C superconductors // *Superconductors science and technology*. 1999. Vol. 12. No. 7. P. 115–133.
24. Susner M.A., Daniels T.W., Sumption M.D. et al. Drawing induced texture and the evolution of superconductive properties with heat treatment in powder-in-tube in situ MgB_2 strands // *Superconductors science and technology*. 2012. Vol. 25. Art. 065002.
25. Shi Y., Durrell J.H., Dennis A.R. et al. Multiple seeding for the growth of bulk GdBCO-Ag superconductors with single grain behavior // *Superconductors science and technology*. 2017. Vol. 30. Art. 015003.
26. Miwa Y., Kawada S., Kimura M. et al. Processing and enhanced piezoelectric properties of highly oriented compositionally modified $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ ceramics fabricated by magnetic alignment // *Applied Physics Express*. 2015. No. 8. Art. 041501.
27. Yan Y., Wang Y.U., Priya S. Electromechanical behavior of [001]-textured $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$ ceramics // *Applied Physics Letters*. 2012. Vol. 100. Art. 192905.
28. Chang Y., Wu J., Sun Y. et al. Enhanced electromechanical properties and phase transition temperatures in [001]-textured $\text{Pb}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3\text{-Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbTiO}_3$ ternary ceramics // *Applied Physics Letters*. 2015. Vol. 107. Art. 082902.
29. Yan Y., Zhou J.E., Maurya D. et al. Giant piezoelectric voltage coefficient in grain-oriented modified PbTiO_3 material // *Nature Communications*. 2016. No. 7. Art. 13089.
30. Yan Y., Cho K., Maurya D. et al. Giant energy density in [001]-textured $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-PbZrO}_3\text{-PbTiO}_3$ piezoelectric ceramics // *Applied Physics Letters*. 2013. Vol. 102. Art. 042903.
31. Wei D., Yuan Q., Zhang G. et al. Templated grain growth and piezoelectric properties of <001>-textured PIN-PMN-PT ceramics // *Journal of Material Research*. 2015. Vol. 30. No. 14. P. 2144–2150.
32. Yan Y., Priya S. Strong piezoelectric anisotropy d_{15}/d_{33} in <111> textured $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3\text{-Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ ceramics // *Applied Physics Letters*. 2015. Vol. 107. Art. 082909.
33. Haugen A.B., Henning G., Madaro F. et al. Piezoelectric $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ ceramics textured using needlelike $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ templates // *Journal of the American Ceramic Society*. 2014. Vol. 97. P. 3818–3825.
34. Hussain A., Kim J.S., Song T.K. et al. Fabrication of textured KNNT ceramics by reactive template grain growth using NN templates // *Current Applied Physics*. 2013. Vol. 13. P. 1055–1059.
35. Li Y., Hui C., Wu M. et al. Textured $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ ceramics prepared by screen-printing multi-layer grain growth technique // *Ceramics International*. 2012. Vol. 38. P. 283–286.
36. Zhang H., Xu P., Patterson E. et al. Preparation and enhanced electrical properties of grain-oriented $(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$ -based lead-free incipient piezoceramics // *Journal of the European Ceramic Society*. 2015. Vol. 35. P. 2501–2512.
37. Maurya D., Zhou Y., Yan Y. et al. Synthesis mechanism of grain-oriented lead-free piezoelectric $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3\text{-BaTiO}_3$ ceramics with giant piezoelectric response // *Journal of Materials Chemistry C*. 2013. No. 1. P. 2102–2111.
38. Bai W., Hao J., Fu F. et al. Structure and strain behavior of <001> textured BNT-based ceramics by template grain growth // *Materials Letters*. 2013. Vol. 97. P. 137–140.

39. Ma S., Zhang Y., Liu Z. et al. Preparation and enhanced electric-field-induced strain of textured 91BNT–6BT–3KNN lead-free piezoceramics by TGG method // *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2016. Vol. 27. P. 3076–3081.
40. Deng M., Li X., Zhao Z. et al. Crystallographic textured evolution in $0,85\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ – $0,04\text{BaTiO}_3$ – $0,11\text{K}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ ceramics prepared by reactive-templated grain growth method // *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2014. Vol. 25. P. 1873–1879.
41. Zou H., Sui Y., Zhu X. et al. Texture development and enhanced electromechanical properties in <001>-textured BNT-based materials // *Materials Letters*. 2016. Vol. 184. P. 139–142.
42. Maurya D., Zhou Y., Wang Y. et al. Giant strain with ultralow hysteresis and high temperature stability in grain oriented lead-free $\text{K}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ – BaTiO_3 – $\text{Na}_{0,5}\text{Bi}_{0,5}\text{TiO}_3$ piezoelectric materials // *Scientific Reports*. 2015. No. 5. Art. 8595.
43. Hu D., Mori K., Kong X. et al. Fabrication of [100]-oriented bismuth sodium titanate ceramics with small grain size and high density for piezoelectric materials // *Journal of the European Ceramic Society*. 2014. Vol. 34. P. 1169–1180.
44. Vriami D., Damjanovic D., Vleugels J. et al. Textured BaTiO_3 by templated grain growth and electrophoretic deposition // *Journal of Materials Science*. 2015. Vol. 50. P. 7896–7907.
45. Fu F., Shen B., Xu Z. et al. Electric properties of BaTiO_3 lead-free textured piezoelectric thick film by screen printing method // *Journal of Electroceramics*. 2014. Vol. 33. P. 208–213.
46. Химическая технология керамики / под ред. И.Я. Гузмана. М.: Стройматериалы, 2003. 496 с.
47. Suzuki T.S., Sakka Y. Preparation of oriented bulk 5 wt. % Y_2O_3 – AlN ceramics by slip casting in a high magnetic field and sintering // *Scripta Materialia*. 2005. Vol. 52. P. 583–586.
48. Zhu X.W., Sakka Y., Zhou Y. et al. A strategy for fabricating textured silicon nitride with enhanced thermal conductivity // *Journal of the European Ceramic Society*. 2014. Vol. 34. P. 2585–2589.
49. Никова М.С. Синтез и исследование оксидных композиций со структурой граната в системе Y_2O_3 – Yb_2O_3 – Sc_2O_3 – Al_2O_3 для оптической керамики: дис. ... канд. техн. наук. Ставрополь: Северо-Кавказский федеральный университет, 2020. 175 с.
50. Liu P., Yi H., Zhou G. et al. HIP and pressureless sintering of transparent alumina shaped by magnetic field assisted slip casting // *Optical Materials Express*. 2015. Vol. 5. P. 441–446.
51. Pringuet A., Takahashi T., Baba S. et al. Fabrication of transparent grain-oriented polycrystalline alumina by colloidal processing // *Journal of the American Ceramic Society*. 2016. Vol. 99. P. 3217–3219.
52. Tanaka S., Takahashi T., Uematsu K. Fabrication of transparent crystal-oriented polycrystalline strontium barium niobate ceramics for electro-optical application // *Journal of the European Ceramic Society*. 2014. Vol. 34. P. 3723–3728.
53. Sato Y., Arzakantsyan M., Akiyama J. et al. Anisotropic Yb:FAP laser ceramics by micro-domain control // *Optical Materials Express*. 2014. Vol. 4. P. 2006–2015.
54. Akiyama J., Sato Y., Taira T. Laser demonstration of diode-pumped Nd^{3+} -doped fluorapatite anisotropic ceramics // *Applied Physics Express*. 2011. Vol. 4. Art. 022703.
55. Lee S., Lee Y., Kim Y. et al. Mechanical properties of hot-forged silicon carbide ceramics // *Scripta Materialia*. 2005. Vol. 52. P. 153–156.
56. Nakamura M., Hirao K., Yamauchi Y. et al. Tribological properties of unidirectionally aligned silicon nitride // *Journal of the American Ceramic Society*. 2001. Vol. 84. P. 2579–2584.
57. Zhang H.B., Hu C.F., Sato K. et al. Tailoring Ti_3AlC_2 ceramic with high anisotropic physical and mechanical properties // *Journal of the European Ceramic Society*. 2015. Vol. 35. P. 393–397.
58. Медведев П.Н., Мубояджян С.А. Рентгеноструктурные исследования электронно-лучевого керамического слоя теплозащитного покрытия на основе ZrO_2 – Y_2O_3 // *Труды ВИАМ*. 2017. № 1 (49). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.12.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-3-3.
59. Lee S., Dursun S., Duran C. et al. Thermoelectric power factor enhancement of textured ferroelectric $\text{Sr}_x\text{Ba}_{1-x}\text{Nb}_2\text{O}_{6-\delta}$ ceramics // *Journal of Materials Research*. 2011. Vol. 26. P. 26–30.
60. Fukuda K., Okabe M., Asaka T. Microtexture of c-axis-oriented polycrystalline lanthanum silicate oxyapatite formed by reactive diffusion // *Journal of the American Ceramic Society*. 2016. Vol. 99. P. 2816–2822.

Reference

1. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Buznik V.M., Kablov E.N. State and prospects of Arctic materials science. *Vestnik RAN*, 2017, vol. 87, no. 9, pp. 827–839.
3. Kablov E.N. Dominant of the national technology initiative. Problems of accelerating the development of additive technologies in Russia. *Metally of Evrazii*, 2017, no. 3, pp. 2–6.
4. Lavrov A.V., Yakovlev N.O., Erasov V.S. Destruction of ceramic materials under the influence of high-speed indenter. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 2 (51), pp. 88–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-88-94.
5. Loshchinin Yu.V., Budinovskiy S.A., Razmakhov M.G. Heat conductivity of heat-protective coatings ZrO_2 – Y_2O_3 alloyed by REM oxides obtained by magnetronny application. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3, pp. 42–49. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-42-49.
6. Voronov Vs.A., Lebedeva Yu.E., Sorokin O.Yu., Vaganova M.L. Investigation of the high-temperature coatings properties on the basis of an yttrium-alumosilicate system for the protection of SiC materials from the action of an oxidizing environment. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 4 (53), pp. 63–73. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-63-73.
7. Babashov V.G., Maksimov V.G., Varrik N.M., Samorodova O.N. Studying of structure and properties of samples of ceramic composite materials on the basis of mullite. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 1 (58), pp. 54–63. DOI: 10.8577/2071-9140-2020-0-1-54-63.
8. Messing G.L., Poterala S., Chang Y. et al. Texture-engineered ceramics – Property enhancements through crystallographic tailoring. *Journal of Material Research*, 2017, vol. 32, pp. 3219–3241.
9. Seabaugh M.M., Kersch I.H., Messing G.L. Texture development by templated grain growth in liquid-phase-sintered α -alumina. *Journal of the American Ceramic Society*, 1997, no. 80, pp. 1181–1188.
10. Tani T. Texture engineering of electronic ceramics by the reactive-templated grain growth method. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 2006, no. 114, pp. 363–370.
11. Yilmaz H., Messing G.L., Trolrier-McKinstry S. (Reactive) templated grain growth of textured sodium bismuth titanate ($Na_{1/2}Bi_{1/2}TiO_3$ – $BaTiO_3$) ceramics processing. *Journal of Electroceramics*, 2003, no. 11, pp. 207–215.
12. Jin S., Sherwood R.C. et al. High TC superconductors-composite wire fabrication. *Applied Physics Letters*, 1987, no. 51, pp. 203–204.
13. Goyal A., Feenstra R., List F.A. et al. Using RABiTS to fabricate high-temperature superconducting wire. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, 1999, no. 51, pp. 19–23.
14. Sakka Y., Suzuki T.S. Textured development of feeble magnetic ceramics by colloidal processing under high magnetic field. *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 2005, vol. 113, pp. 26–36.
15. Messing G.L., Trolrier-McKinstry T., Sabolsky E.M. et al. Templated grain growth of textured piezoelectric ceramics. *Critical Reviews in Solid State and Material Sciences*, 2004, no. 29, pp. 45–96.
16. Kabirova D.B. Evolution of the microstructure and texture upon annealing and deformation of superconducting $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ ceramics: thesis, Cand. Sc. (Phys. & Math.). Ufa: Institute for Problems of Superplasticity of Metals of the Russian Academy of Sciences, 2020, 190 p.
17. Lotgering F.K.J. Topotactical reactions with ferromagnetic oxides having hexagonal crystal structures. *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*, 1959, no. 9, pp. 113–123.
18. Kingery W.D. Introduction to ceramics: trans. from Engl. Moscow: Stroyizdat, 1967, 499 p.
19. Stuijts A.L., Rathenau G.W., Weber G.H. Ferroxdure II and III, anisotropic permanent magnet materials. *Philips Technical Review*, 1954, vol. 16, no. 5–6, pp. 141–180.
20. Chen Y., Daigle A., Fitchorov T. et al. Electronic tuning of magnetic permeability in Co_2Z hexaferrite toward high frequency electromagnetic device miniaturization. *Applied Physics Letters*, 2011, no. 98, art. 202502.
21. Jian G., Meng F., Zhou D. et al. Fabrication of textured $CoFe_2O_4$ ceramics by novel RTGG method using rod-like α -FeOOH particles as templates. *Materials Chemistry and Physics*, 2015, vol. 162, pp. 380–385.

22. Chang P., He L., Wei D. et al. Textured Z-type hexaferrite $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$ ceramics with high permeability by reactive template grain growth method. *Journal of European Ceramic Society*, 2016, vol. 36, pp. 2519–2524.
23. Desgardin G., Monot I., Raveau B. Texturing of high- T_C superconductors. *Superconductors science and technology*, 1999, vol. 12, no. 7, pp. 115–133.
24. Susner M.A., Daniels T.W., Sumption M.D. et al. Drawing induced texture and the evolution of superconductive properties with heat treatment in powder-in-tube in situ MgB_2 strands. *Superconductors science and technology*, 2012, vol. 25, art. 065002.
25. Shi Y., Durrell J.H., Dennis A.R. et al. Multiple seeding for the growth of bulk GdBCO–Ag superconductors with single grain behavior. *Superconductors science and technology*, 2017, vol. 30, art. 015003.
26. Miwa Y., Kawada S., Kimura M. et al. Processing and enhanced piezoelectric properties of highly oriented compositionally modified $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ ceramics fabricated by magnetic alignment. *Applied Physics Express*, 2015, no. 8, art. 041501.
27. Yan Y., Wang Y.U., Priya S. Electromechanical behavior of [001]-textured $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ – PbTiO_3 ceramics. *Applied Physics Letters*, 2012, vol. 100, art. 192905.
28. Chang Y., Wu J., Sun Y. et al. Enhanced electromechanical properties and phase transition temperatures in [001]-textured $\text{Pb}(\text{In}_{1/2}\text{Nb}_{1/2})\text{O}_3$ – $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ – PbTiO_3 ternary ceramics. *Applied Physics Letters*, 2015, vol. 107, art. 082902.
29. Yan Y., Zhou J.E., Maurya D. et al. Giant piezoelectric voltage coefficient in grain-oriented modified PbTiO_3 material. *Nature Communications*, 2016, no. 7, art. 13089.
30. Yan Y., Cho K., Maurya D. et al. Giant energy density in [001]-textured $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ – PbZrO_3 – PbTiO_3 piezoelectric ceramics. *Applied Physics Letters*, 2013, vol. 102, art. 042903.
31. Wei D., Yuan Q., Zhang G. et al. Templated grain growth and piezoelectric properties of <001>-textured PIN–PMN–PT ceramics. *Journal of Material Research*, 2015, vol. 30, no. 14, pp. 2144–2150.
32. Yan Y., Priya S. Strong piezoelectric anisotropy d_{15}/d_{33} in <111> textured $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3$ – $\text{Pb}(\text{Zr}, \text{Ti})\text{O}_3$ ceramics. *Applied Physics Letters*, 2015, vol. 107, art. 082909.
33. Haugen A.B., Henning G., Madaro F. et al. Piezoelectric $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ ceramics textured using needlelike $\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{NbO}_3$ templates. *Journal of the American Ceramic Society*, 2014, vol. 97, pp. 3818–3825.
34. Hussain A., Kim J.S., Song T.K. et al. Fabrication of textured KNNT ceramics by reactive template grain growth using NN templates. *Current Applied Physics*, 2013, vol. 13, pp. 1055–1059.
35. Li Y., Hui C., Wu M. et al. Textured $(\text{K}_{0.5}\text{Na}_{0.5})\text{NbO}_3$ ceramics prepared by screen-printing multi-layer grain growth technique. *Ceramics International*, 2012, vol. 38, pp. 283–286.
36. Zhang H., Xu P., Patterson E. et al. Preparation and enhanced electrical properties of grain-oriented $(\text{Bi}_{1/2}\text{Na}_{1/2})\text{TiO}_3$ -based lead-free incipient piezoceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 2015, vol. 35, pp. 2501–2512.
37. Maurya D., Zhou Y., Yan Y. et al. Synthesis mechanism of grain-oriented lead-free piezoelectric $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ – BaTiO_3 ceramics with giant piezoelectric response. *Journal of Materials Chemistry C*, 2013, no. 1, pp. 2102–2111.
38. Bai W., Hao J., Fu F. et al. Structure and strain behavior of <001> textured BNT-based ceramics by template grain growth. *Materials Letters*, 2013, vol. 97, pp. 137–140.
39. Ma S., Zhang Y., Liu Z. et al. Preparation and enhanced electric-field-induced strain of textured 91BNT–6BT–3KNN lead-free piezoceramics by TGG method. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 2016, vol. 27, pp. 3076–3081.
40. Deng M., Li X., Zhao Z. et al. Crystallographic textured evolution in $0.85\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ – 0.04BaTiO_3 – $0.11\text{K}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ ceramics prepared by reactive-templated grain growth method. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 2014, vol. 25, pp. 1873–1879.
41. Zou H., Sui Y., Zhu X. et al. Texture development and enhanced electromechanical properties in <001>-textured BNT-based materials. *Materials Letters*, 2016, vol. 184, pp. 139–142.
42. Maurya D., Zhou Y., Wang Y. et al. Giant strain with ultralow hysteresis and high temperature stability in grain oriented lead-free $\text{K}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ – BaTiO_3 – $\text{Na}_{0.5}\text{Bi}_{0.5}\text{TiO}_3$ piezoelectric materials. *Scientific Reports*, 2015, no. 5, art. 8595.
43. Hu D., Mori K., Kong X. et al. Fabrication of [100]-oriented bismuth sodium titanate ceramics with small grain size and high density for piezoelectric materials. *Journal of the European Ceramic Society*, 2014, vol. 34, pp. 1169–1180.

44. Vriami D., Damjanovic D., Vleugels J. et al. Textured BaTiO₃ by templated grain growth and electrophoretic deposition. *Journal of Materials Science*, 2015, vol. 50, pp. 7896–7907.
45. Fu F., Shen B., Xu Z. et al. Electric properties of BaTiO₃ lead-free textured piezoelectric thick film by screen printing method. *Journal of Electroceramics*, 2014, vol. 33, pp. 208–213.
46. Chemical technology of ceramics. Ed. I.Ya. Guzman. Moscow: Stroymaterialy, 2003, 496 p.
47. Suzuki T.S., Sakka Y. Preparation of oriented bulk 5 wt. % Y₂O₃–AlN ceramics by slip casting in a high magnetic field and sintering. *Scripta Materialia*, 2005, vol. 52, pp. 583–586.
48. Zhu X.W., Sakka Y., Zhou Y. et al. A strategy for fabricating textured silicon nitride with enhanced thermal conductivity. *Journal of the European Ceramic Society*, 2014, vol. 34, pp. 2585–2589.
49. Nikova M.S. Synthesis and study of oxide compositions with a garnet structure in the Y₂O₃–Yb₂O₃–Sc₂O₃–Al₂O₃ system for optical ceramics: thesis, Cand. Sc. (Cand.). Stavropol: North Caucasian Federal University, 2020, 175 p.
50. Liu P., Yi H., Zhou G. et al. HIP and pressureless sintering of transparent alumina shaped by magnetic field assisted slip casting. *Optical Materials Express*, 2015, vol. 5, pp. 441–446.
51. Pringuet A., Takahashi T., Baba S. et al. Fabrication of transparent grain-oriented polycrystalline alumina by colloidal processing. *Journal of the American Ceramic Society*, 2016, vol. 99, pp. 3217–3219.
52. Tanaka S., Takahashi T., Uematsu K. Fabrication of transparent crystal-oriented polycrystalline strontium barium niobate ceramics for electro-optical application. *Journal of the European Ceramic Society*, 2014, vol. 34, pp. 3723–3728.
53. Sato Y., Arzakantsyan M., Akiyama J. et al. Anisotropic Yb:FAP laser ceramics by micro-domain control. *Optical Materials Express*, 2014, vol. 4, pp. 2006–2015.
54. Akiyama J., Sato Y., Taira T. Laser demonstration of diode-pumped Nd³⁺-doped fluorapatite anisotropic ceramics. *Applied Physics Express*, 2011, vol. 4, art. 022703.
55. Lee S., Lee Y., Kim Y. et al. Mechanical properties of hot-forged silicon carbide ceramics. *Scripta Materialia*, 2005, vol. 52, pp. 153–156.
56. Nakamura M., Hirao K., Yamauchi Y. et al. Tribological properties of unidirectionally aligned silicon nitride. *Journal of the American Ceramic Society*, 2001, vol. 84, pp. 2579–2584.
57. Zhang H.B., Hu C.F., Sato K. et al. Tailoring Ti₃AlC₂ ceramic with high anisotropic physical and mechanical properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 2015, vol. 35, pp. 393–397.
58. Medvedev P.N., Muboyadzhyan S.A. X-ray diffraction studies of electron beam ceramic thermal barrier coating layer based on ZrO₂·Y₂O₃. *Trudy VIAM*, 2017, no. 1 (49), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 16, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-3-3.
59. Lee S., Dursun S., Duran C. et al. Thermoelectric power factor enhancement of textured ferroelectric Sr_xBa_{1-x}Nb₂O_{6-δ} ceramics. *Journal of Materials Research*, 2011, vol. 26, pp. 26–30.
60. Fukuda K., Okabe M., Asaka T. Microtexture of c-axis-oriented polycrystalline lanthanum silicate oxyapatite formed by reactive diffusion. *Journal of the American Ceramic Society*, 2016, vol. 99, pp. 2816–2822.

Информация об авторах

Житнюк Сергей Викторович, ведущий инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Медведев Павел Николаевич, начальник сектора, к.ф.-м.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Сорокин Олег Юрьевич, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Качаев Артем Алексеевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Sergey V. Zhitnyuk, Leading Engineer, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Pavel N. Medvedev, Head of Sector, Candidate of Sciences (Phys. & Math.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Oleg Yu. Sorokin, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Artem A. Kachaev, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 01.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 03.02.2022.

The article was submitted 01.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 03.02.2022.

Научная статья

УДК 678.747.2

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-87-95

ПРИМЕНЕНИЕ УГЛЕПЛАСТИКОВ В КОНСТРУКЦИЯХ БЕСПИЛОТНЫХ АППАРАТОВ (обзор)

С.И. Мишкин¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Проведен обзор по применению углепластиков в различных конструкциях беспилотных летательных аппаратов (БПЛА). Представлены основные требования к конструкциям, такие как жесткость, прочность, ударостойкость, стоимость и т. д. Приведен анализ научных публикаций о преимуществах использования конструкционных углепластиков в хвостовом оперении, крыльях, корпусе и лопастях винтов БПЛА. Даны рекомендации по применению разработанных в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ углепластиков в конструктивных частях БПЛА.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал, конструкция, углепластик, беспилотный летательный аппарат, хвостовое оперение, крылья, лопасть винта, жесткость, препрег, расплавная технология, вакуумная инфузия

Для цитирования: Мишкин С.И. Применение углепластиков в конструкциях беспилотных аппаратов (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-87-95.

Scientific article

APPLICATION OF CARBON FIBER PLASTICS IN CONSTRUCTIONS OF PILOTLESS DEVICES (review)

S.I. Mishkin¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The overview on application of carbon fiber plastics in different constructions of pilotless devices is carried out. The main requirements to constructions, such as rigidity, durability, shock resistance, cost, etc. are provided. The analysis of scientific publications on advantages of application of carbon fiber plastics is provided in tail plumage, wings, the body and blades of pilotless devices screws. Are given the recommendation about application developed in Research Center Kurchatovsky institut – VIAM of carbon fiber plastics in constructive parts of pilotless devices.

Keywords: polymeric composite material, construction, carbon fiber plastic, pilotless device, tail plumage, wings, propeller blade, rigidity, prepreg, molten technology, vacuum infusion

For citation: Mishkin S.I. Application of carbon fiber plastics in constructions of pilotless devices (review). Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-87-95.

Введение

Отрасль по производству полимерных композиционных материалов (ПКМ) во многих странах мира глубоко вошла в различные ветви промышленности: аэрокосмическую, морскую, автомобилестроительную, жилищного строительства и инфраструктуры, и использование ПКМ растет с каждым годом [1–5].

Беспилотные летательные аппараты (БПЛА) находят применение в самых разных областях [6]. Их используют в качестве мобильных штативов при фото- и видеосъемке, для доставки почтовых отправок, а также в качестве транспорта спецоборудования для спасательных служб. Большое внимание также уделяется разработке и созданию БПЛА, в которых в качестве топлива используется только солнечная энергия. В настоящее время российские компании проявляют повышенный интерес к созданию БПЛА в форме крыла, источником энергии для которого является солнечный свет [3, 7]. Летные характеристики таких аппаратов позволяют им выступать в качестве «псевдоспутников», поскольку они способны осуществлять продолжительные полеты на довольно больших высотах, практически не загрязняя окружающую среду. По сравнению с орбитальными спутниками БПЛА имеют лучшую маневренность, летают по более низкой траектории и имеют достаточно низкие себестоимость производства и затраты на запуск. Такие аппараты могут осуществлять мониторинг окружающей среды, а также выполнять функции радиоретрансляторов для различных систем связи [3, 7].

Для корпусов всех типов летательных аппаратов предъявляются требования по минимальной массе при достаточно высоких характеристиках прочности и жесткости. Данные требования, как правило, являются взаимоисключающими, поэтому при проектировании корпусов БПЛА возникают задачи оптимизации. Максимальное снижение массы корпуса при обеспечении необходимых жесткости и прочности изделия является целью оптимизации при решении таких задач [8, 9].

Повышенные показатели прочности и модуля упругости при растяжении при меньшей массе и возможность регулирования свойств ПКМ в различных направлениях за счет схемы укладки волокнистого наполнителя в разных частях летательного аппарата являются главными преимуществами таких материалов перед металлами. Лучше всего слоистые ПКМ показывают себя в тонкостенных оболочках, где межслойные напряжения меньше напряжений в слоях волокна [10].

При проектировании БПЛА основной задачей является снижение его массы и повышение жесткости конструкции. Однако из-за высоких аэродинамических нагрузок в полете и необходимости при этом обеспечивать низкую стоимость изготовления летательного аппарата выполнение данной задачи представляется очень сложным [10].

Применение углепластиков при производстве БПЛА позволяет уменьшить массу конструкции на 30–40 % по сравнению с массой планера, изготовленного из классических металлических материалов. Это доказано множеством проведенных экспериментов при выполнении летных испытаний. Композиционные материалы при их комплексном применении позволяют использовать появившееся преимущество в массе для повышения грузоподъемности, уменьшения расхода топлива, увеличения продолжительности или дальности полета [7].

В целом применение композитов в производстве авиационной техники, и в том числе беспилотных аппаратов, позволяет уменьшить материалоемкость конструкций, что увеличивает коэффициент использования материала до 90 % и снижает количество задействованной при производстве оснастки. Кроме того, резко уменьшается трудоемкость изготовления конструкций за счет непосредственного снижения количества входящих в них деталей и элементов [7, 11].

Углепластики обладают уникальными свойствами по сравнению с другими волокнистыми композиционными материалами – низкой плотностью, высокими модулями упругости при растяжении и сжатии, низкой тепло- и электропроводностью, невысоким температурным коэффициентом линейного расширения, стабильностью коэффициентов трения и высокой износостойкостью при трении [12].

Особенностью углепластиков является их высокая долговечность, в том числе по сравнению со стекло- и боропластиками, которая по своему уровню соотносится с титаном и легированными конструкционными сталями [7].

Углепластики также более эффективны по вибропрочности, чем металлы и сплавы, поскольку обладают высокой демпфирующей способностью. Ориентирование волокон под углом друг к другу при различных видах укладки позволяет варьировать демпфирующую способность в больших пределах. Кроме того, это дает возможность настраивать отстройку деталей от резонансного режима без преобразования их геометрических форм [7].

Высокий модуль упругости и повышенная прочность при растяжении позволяют ПКМ, и особенно углепластикам, иметь определенное преимущество при эксплуатации БПЛА в условиях высоких нагрузок. К сожалению, эти преимущества проявляются только при условии их оптимального сочетания с элементами металлической конструкции. При этом образуется интегральная конструкция, под которой понимается конструкция, собранная из набора элементов (неотвержденных, частично или полностью отвержденных), произведенная различными технологическими способами. Затем она формируется в единое целое за один технологический цикл [7].

Принцип изготовления такого рода конструкций позволяет получить сложную высоконагруженную композитную конструкцию с максимально возможным количеством входящих в нее элементов без механической обработки деталей, сверления отверстий и установки технологического крепежа. При этом важная роль отводится качественной подготовке технологической оснастки. Соблюдение всего комплекса технологических мероприятий дает возможность в полной мере использовать преимущества не поврежденного механической обработкой конструкционного ПКМ [7] и обеспечивает важное снижение массы интегральных конструкций с одновременным повышением их жесткости, прочности и технологичности. При использовании ПКМ для подкрепления основных силовых элементов масса фюзеляжа может уменьшиться на 20 %, оперения – на 10–15 %, крыла – на 15–20 % [10].

При изготовлении беспилотных авиационных комплексов к ним предъявляется ряд требований, таких как небольшая серийность и низкая себестоимость. В таких условиях наиболее рациональным решением является применение сравнительно недорогих технологий – например, использование систем холодного отверждения для ручного (контактного), вакуумного и компрессионного формования. Метод выбирают в зависимости от количества изготавливаемых деталей, что определяет их качество и в целом стоимость производства. Выбор конкретного метода зависит от уровня капитальных вложений и влияния пути деформации на распределение волокна в конечной детали [11].

Одним из эффективных решений по оптимизации соотношения «жесткость–масса» является изготовление многослойной конструкции. Ее используют в препреговой технологии и вакуумной инфузии с применением автоматизированного оборудования раскроя тканей и автоматической проверки конечного изделия [11].

Основное условие применения ПКМ в БПЛА – отсутствие необходимости в использовании дорогостоящих материалов и сложного специализированного оборудования.

В работе [9] к материалам БПЛА предъявлялись следующие требования:

- высокие удельные механические характеристики;
- потребительская доступность;
- отсутствие необходимости применения дорогостоящих технологий изготовления конечного изделия.

С учетом перечисленных требований для корпуса БПЛА разработан ПКМ, состоящий из следующих компонентов:

- углеродная ткань саржевого плетения (поверхностная плотность 240 г/м^2), применяемая в качестве несущего элемента во внешних слоях панелей корпуса;
- перфорированный полиэфирный нетканый материал, используемый в качестве дистанцирующего заполнителя между несущими слоями (для придания толщины панели);
- базальтовая ткань полотняного плетения (поверхностная плотность 220 г/м^2), применяемая в качестве одного из несущих компонентов во внешних слоях панели;
- инфузионная смола с отвердителем.

Разработанный материал изготовлен по технологии вакуумной инфузии. В данном случае использование базальтовой ткани способствовало уменьшению стоимости примененного ПКМ в конструкции.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 13.2. «Конструкционные ПКМ» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Применение углепластиков в различных частях беспилотного летательного аппарата

В настоящее время создание БПЛА для проведения разведки, мониторинга или транспортировки грузов становится одной из приоритетных задач авиа- и вертолетостроения. Ускоренное развитие таких летательных аппаратов в большей мере связано с широким применением ПКМ, из которых изготавливают (практически полностью) силовой набор и внешние контуры планера БПЛА. Это позволяет существенно уменьшить массу летательного аппарата, а также использовать сложные аэродинамические профили с целью повышения его аэродинамического качества для увеличения дальности полета либо массы доставляемой или используемой полезной нагрузки [13].

Известно множество различных типовых схем БПЛА самолетного типа. В работе [13] представлена схема с двухбалочным хвостовым оперением: оперение крепится на двух балках непосредственно к крылу аппарата (рис. 1). Двухбалочная схема компоновки позволяет оптимизировать загрузку фюзеляжа и использовать силовую установку с толкающим винтом, однако приводит и к негативным последствиям, связанным с большой податливостью хвостового оперения. Для снижения негативных последствий, возникающих при такой конструктивно-компоновочной схеме, важно использовать материал с повышенным модулем упругости, которым отличаются углепластики.

Обшивка несущих конструкций, к которым относится крыло БПЛА, представляет собой трехслойную оболочку из углепластика с полимерным наполнителем. Широко применяют так называемые сэндвич-панели. Наиболее распространенный вариант данной структуры – трехслойная панель, внешние слои которой выполнены из относительно жесткого материала, а средний слой представляет собой легкую, как правило, пористую или ячеистую, среду. Основная функция среды состоит в дистанцировании жестких несущих слоев друг от друга для придания изгибной жесткости панели как единого целого. Внешние слои выполняют из легких металлов либо чаще из ПКМ на основе стеклянных или углеродных волокон. Выбор материала наполнителя определяется в том числе дополнительными конструкторскими задачами, например требованиями по теплоизоляции, размеростабильности, вибропоглощению и др. [9].

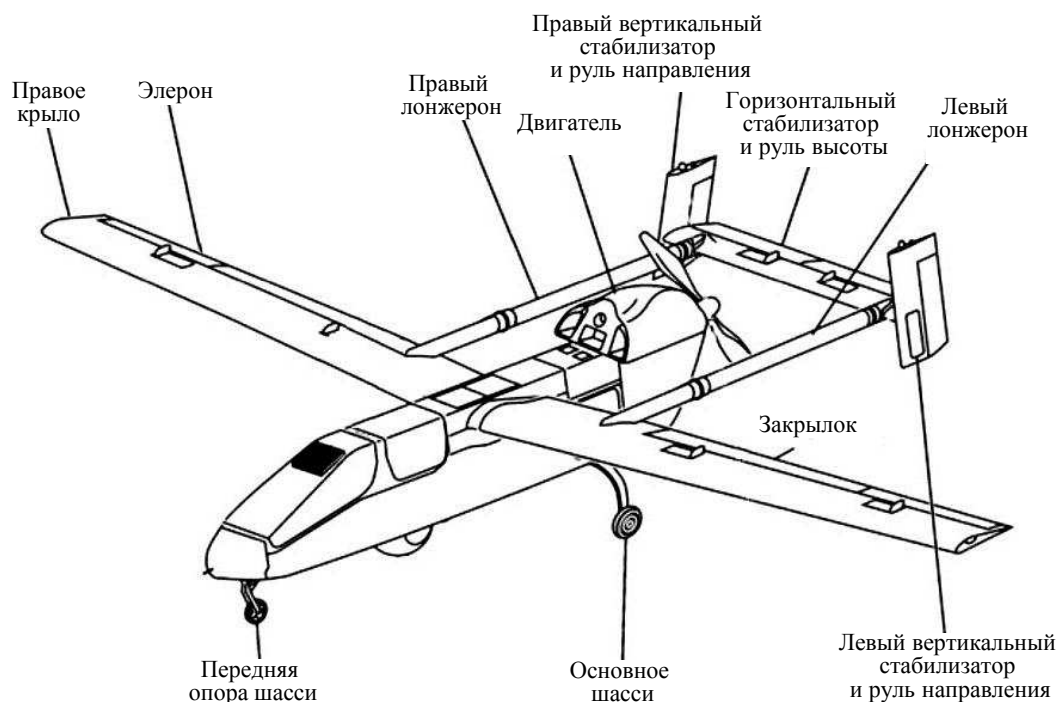


Рис. 1. Общий вид конструкции беспилотного летательного аппарата [13]

Увеличение модуля упругости ПКМ на основе углеродных армирующих наполнителей приводит к повышению жесткости конструкций крыла и центроплана, что позволяет уменьшить риск возникновения флаттера, дивергенции крыла и реверса элеронов [13].

В работе [10] представлен вид хвостового V-образного оперения БПЛА (рис. 2). Показано, что при увеличении удлинения его эффективность повышается. Однако при этом возрастает влияние упругих деформаций конструкции. Их величина зависит от аэродинамических нагрузок, которые сложно математически смоделировать. У современных БПЛА самолетного типа, перемещающихся с высокими скоростями, это влияние может быть достаточно значительным. Особенно это проявляется в конструкциях с тонкими стреловидными несущими поверхностями. Применение углепластиков позволяет уменьшить величину деформации оперения в процессе полета, сохранив при этом массу БПЛА на прежнем уровне для обеспечения заданных летно-технических характеристик. Следует отметить, что рациональное проектирование силовых элементов конструкции летательного аппарата для обеспечения достаточной жесткости в условиях сохранения высоких аэродинамических характеристик за счет применения ПКМ позволяет достичь наилучших показателей его весовой эффективности.

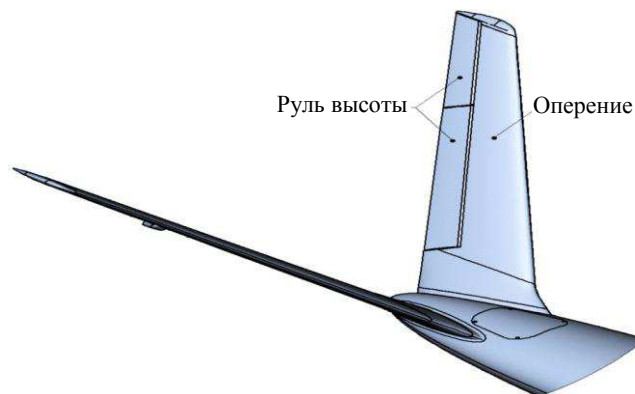


Рис. 2. Общий вид хвостового V-образного оперения беспилотного летательного аппарата [7]

Одной из конструкций БПЛА, чаще всего изготавливаемой из углепластиков, является нервюра крыла. Основная функция нервюры – сохранение геометрической формы крыла при воздействии передаваемого через обшивку распределенного давления, поэтому прогиб элементов обода не должен превышать установленные ограничения, а подкрепляющие стойки терять устойчивость при сжимающих нагрузках. В этих условиях нагружения определяющим фактором несущей способности элементов является модуль упругости материала, поэтому для изделия выбран углепластик как наиболее эффективный материал с точки зрения характеристик прочности и жесткости [8].

В работе [8] показано, как для реализации максимальной жесткости элементов нервюры (рис. 3) использовали высокопрочный углеродный жгут с последующей пропиткой двухкомпонентным инфузионным связующим.

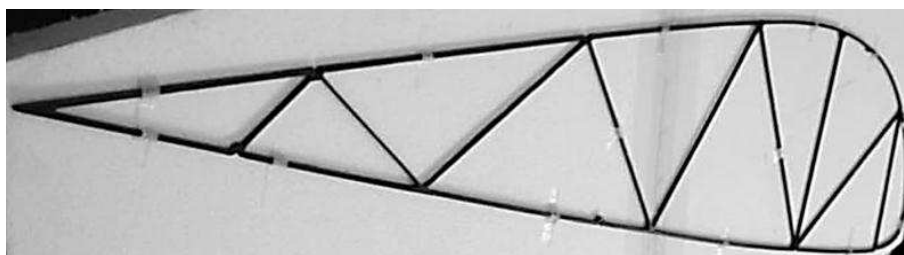


Рис. 3. Нервюра крыла из углепластика [8]

Производители двигателей для БПЛА рекомендуют использовать углепластики на основе углеродных волокон с низкими значениями модуля упругости и высокими показателями предела прочности. Применение винтов из углепластиков в винтовентиляторных двигателях показало [11], что тонкие аэроупругие саблевидные лопасти (рис. 4) хорошо работают на дозвуковых скоростях полета, а также обеспечивают повышение КПД до 15 % и снижение шумности.

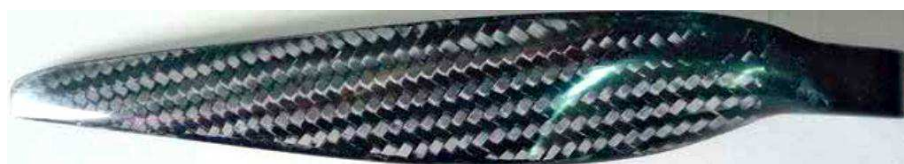


Рис. 4. Лопасть толкающего винта в беспилотном летательном аппарате [11]

Высокая степень демпфирования углепластиков при крутильных и изгибных колебаниях обеспечивает значительное увеличение стойкости к флаттеру по сравнению с металлическими лопатками [11].

Углепластики для беспилотного летательного аппарата, разработанные в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

С использованием современных связующих и расплавной технологии изготовления препрегов в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработаны высокотехнологичные материалы, обеспечивающие стабильность свойств в конечных изделиях и продолжительную жизнеспособность, позволяющую проводить выкладку технологического пакета для формования в необходимые сроки [14–17].

Для изготовления высоконагруженных конструкций, формируемых автоклавным методом, разработана серия углепластиков марок ВКУ-25/SYT49S, ВКУ-28/SYT55, ВКУ-29/ВТКУ-3, ВКУ-39/ВТКУ-2.200 и ВКУ-39/ВТКУ-2.280 на основе эпоксидного связующего марки ВСЭ-1212 с температурой формования до 180 °С, которые

хорошо зарекомендовали себя в деталях мотогондолы двигателя ПД-14. Для снижения затрат на процесс изготовления деталей конструкций препрег углепластика марки ВКУ-39/ВТКУ-2.200 также рекомендован для безавтоклавного вакуумного метода формования [17].

Для повышения технико-экономических показателей при изготовлении серийных изделий разработаны препреги углепластиков серии ВКУ-45 на основе эпоксидного связующего марки ВСЭ-34 с пониженной температурой переработки до 140 °С. Углепластики, изготовленные на основе такого связующего, предназначены в первую очередь для элементов механизации [12].

Большую популярность при изготовлении деталей из углепластиков также приобрел метод вакуумной инфузии, позволяющий получать конструкции без использования дорогостоящего оборудования (автоклавов). НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ является разработчиком эпоксидных связующих для вакуумной инфузии следующих марок: ВСЭ-30 (двухкомпонентное), ВСЭ-33 (однокомпонентное), ВСЭ-38 (двухкомпонентное, отверждение при комнатной температуре) и ВСЭ-62 (двухкомпонентное). В зависимости от сложности геометрической формы и габаритов деталей конструкции возможно регулировать вязкость и жизнеспособность связующих при помощи нагревания от 70 до 130 °С [14, 15, 18].

Заключения

Анализ научных публикаций свидетельствует, что диапазон применения композиционных материалов в области изготовления планеров и воздушных винтов для БПЛА достаточно широк. В настоящее время ведущие мировые производители беспилотной авиатехники постоянно наращивают объемы использования композитов при конструировании планеров перспективных дронов. Кроме того, отмечается тенденция к замене крупных металлических компонентов фюзеляжей и планеров перспективных БПЛА компонентами из ПКМ. Предварительный экономический анализ показывает, что ожидается достижение конкурентоспособности композиционных материалов (в сравнении с металлическими) и по стоимости. Однако, несмотря на то, что существует еще ряд препятствий и проблем на пути широкого внедрения ПКМ, которые необходимо решить, можно сделать вывод: будущее при создании перспективных дронов – в разумном применении в их конструкции деталей и агрегатов из ПКМ.

Список источников

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. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // *Вестник Российской академии наук*. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
3. Раскутин А.Е. Стратегия развития полимерных композиционных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № S. С. 344–348. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-344-348.
4. Каблов Е.Н. Маркетинг материаловедения, авиастроения и промышленности: настоящее и будущее // *Директор по маркетингу и сбыту*. 2017. № 5–6. С. 40–44.
5. Каблов Е.Н. Роль химии в создании материалов нового поколения для сложных технических систем // *Тезисы докладов XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии*. Екатеринбург: УрО РАН, 2016. С. 25–26.
6. Гращенков Д.В. Стратегия развития неметаллических материалов, металлических композиционных материалов и теплозащиты // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № S. С. 264–271. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-264-271.

7. Сенюшкин Н.С., Ямалиев Р.Р., Ялчибаева Л.Р. Применение композиционных материалов в конструкции БПЛА // Молодой ученый. 2011. Т. 1. № 4 (27). С. 59–61. URL: <https://moluch.ru/archive/27/2963/> (дата обращения: 07.02.2022).
8. Куприкова Е.Ю., Асеева Т.П., Разина Г.М., Степанов Н.В. Технологические аспекты изготовления ферменной нервюры из композиционных материалов для крыла беспилотного летательного аппарата с использованием цулаги и резинового элемента // Конструкции из композиционных материалов. 2016. № 1. С. 30–33.
9. Павлов М.С., Каравацкий А.К., Костюшин К.В. и др. Оптимальное проектирование корпуса беспилотного летательного аппарата // Вестник Томского государственного университета. 2021. № 73. С. 71–80.
10. Лазорин А.Е., Дегтярев А.А., Поликарпов А.А. Численное исследование прочностных характеристик V-образного оперения беспилотного летательного аппарата на основе композиционных материалов // Вестник Концерна ВКО «Алмаз-Антей». 2020. № 3. С. 54–61. DOI: 10.38013/2542-0542-2020-3-54-61.
11. Каханчик-Пилинога Е., Свистунова А., Лузан М., Бакаев А. Применение перспективных композиционных материалов в беспилотных авиационных комплексах // Наука и инновации. 2017. № 6 (172). С. 34–38.
12. Колобков А.С. Полимерные композиционные материалы для различных конструкций авиационной техники (обзор) // Труды ВИАМ. 2020. № 6–7 (89). Ст. 05. URL: <http://www.viam-woks.ru> (дата обращения: 16.12.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-38-44.
13. Нагорнов А.Ю. Флаттер беспилотного летательного аппарата из композиционных материалов с двухбалочным оперением // Труды МАИ. 2020. № 113. URL: <http://www.trudymai.ru> (дата обращения: 16.12.2021). DOI: 10.34759/trd-2020-113-19.
14. Мухаметов Р.Р., Ахмадиева К.Р., Чурсова Л.В., Коган Д.И. Новые полимерные связующие для перспективных методов изготовления конструкционных волокнистых ПКМ // Авиационные материалы и технологии. 2011. № 2. С. 38–42.
15. Ткачук А.И., Донецкий К.И., Терехов И.В., Караваев Р.Ю. Применение термореактивных связующих для изготовления полимерных композиционных материалов методами безавтоклавного формования // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). Ст. 03. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 19.02.2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-22-33.
16. Куцевич К.Е., Тюменева Т.Ю., Петрова А.П. Влияние наполнителей на свойства клеевых препрегов и ПКМ на их основе // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 4 (49). С. 51–55. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-51-55.
17. Гуняева А.Г., Сидорина А.И., Курносов А.О., Клименко О.Н. Полимерные композиционные материалы нового поколения на основе связующего ВСЭ-1212 и наполнителей, альтернативных наполнителям фирм Porcher Ind. и Toho Tenax // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 3 (52). С. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26.
18. Мухаметов Р.Р., Петрова А.П. Термореактивные связующие для полимерных композиционных материалов (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 3 (56). С. 48–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-48-58.

References

1. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». Aviacionnye materialy i tehnologii, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Kablov E.N. Materials of a new generation and digital technologies for their processing. Vestnik Rossiyskoy akademii nauk, 2020, vol. 90, no. 4, pp. 331–334.
3. Raskutin A.E. Development strategy of polymer composite materials. Aviacionnye materialy i tehnologii, 2017, no. S, pp. 344–348. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-344-348.
4. Kablov E.N. Marketing of materials science, aircraft building and industry: present and future. Direktor po marketingu i sbytu, 2017, no. 5–6, pp. 40–44.

5. Kablov E.N. The role of chemistry in the creation of new generation materials for complex technical systems. Abstracts of the XX Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry. Ekaterinburg: Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 2016, pp. 25–26.
6. Grashchenkov D.V. Strategy of development of non-metallic materials, metal composite materials and heat-shielding. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. 3, pp. 264–271. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-264-271.
7. Senyushkin N.S., Yamaliev R.R., Yalchibaeva L.R. The use of composite materials in the construction of UAVs. *Molodoy uchenyy*, 2011, vol. 1, no. 4 (27), pp. 59–61. Available at: <https://moluch.ru/archive/27/2963/> (accessed: February 07, 2022).
8. Kuprikova E.Yu., Aseeva T.P., Razina G.M., Stepanov N.V. Technological aspects of manufacturing a truss rib from composite materials for the wing of an unmanned aerial vehicle using a truss and a rubber element. *Konstruktsii iz kompozitsionnykh materialov*, 2016, no. 1, pp. 30–33.
9. Pavlov M.S., Karavatsky A.K., Kostyushin K.V. et al. Optimal design of the body of an unmanned aerial vehicle. *Vestnik Tomskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2021, no. 73, pp. 71–80.
10. Lazorin A.E., Degtyarev A.A., Polikarpov A.A. Numerical study of the strength characteristics of the V-shaped tail of an unmanned aerial vehicle based on composite materials. *Vestnik Kontserna VKO «Almaz-Antey»*, 2020, no. 3, pp. 54–61. DOI: 10.38013/2542-0542-2020-3-54-61.
11. Kakhanchik-Pilinoga E., Svistunova A., Luzan M., Bakaev A. Application of promising composite materials in unmanned aerial systems. *Nauka i innovatsii*, 2017, no. 6 (172), pp. 34–38.
12. Kolobkov A.S. Polymer composite materials for various aircraft structures (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 6–7 (89), paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 16, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-38-44.
13. Nagornov A.Yu. Flutter of an unmanned aerial vehicle made of composite materials with two-beam plumage. *Trudy MAI*, 2020, no. 113. Available at: <http://www.trudymai.ru> (accessed: December 16, 2021). DOI: 10.34759/trd-2020-113-19.
14. Muhametov R.R., Ahmadieva K.R., Chursova L.V., Kogan D.I. New polymeric binding for perspective methods of manufacturing of constructional fibrous PCM. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2011, no. 2, pp. 38–42.
15. Tkachuk A.I., Donetskyy K.I., Terekhov I.V., Karavaev R.Yu. The use of thermosetting matrices for the manufacture of polymer composite materials by the non-autoclave molding methods. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), paper no. 03. Available at: <https://journal.viam.ru> (accessed: February 19, 2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-22-23.
16. Kutsevich K.E., Tyumeneva T.Yu., Petrova A.P. Influence of fillers on properties of adhesive pre-pregs and PCM on their basis. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. 4 (49), pp. 51–55. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-51-55.
17. Gunyaeva A.G., Sidorina A.I., Kurnosov A.O., Klimenko O.N. Polymeric composite materials of new generation on the basis of binder VSE-1212 and the filling agents alternative to ones of Porcher Ind. and Toho Tenax. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3 (52), pp. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26.
18. Mukhametov R.R., Petrova A.P. Thermosetting binders for polymer composites (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 3 (56), pp. 48–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-48-58.

Информация об авторах

Мишкин Сергей Игоревич, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Sergey I. Mishkin, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 21.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 25.02.2022.

The article was submitted 21.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 25.02.2022.

Научная статья

УДК 629.7.023.222

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-96-111

МОДИФИКАЦИЯ ЭПОКСИДНЫХ ПЛЕНКООБРАЗУЮЩИХ И ОТВЕРДИТЕЛЕЙ, ПРИМЕНЯЕМЫХ ДЛЯ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ (обзор)

В.А. Кузнецова¹, А.А. Силаева¹, В.Г. Железняк¹, С.А. Марченко¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Проведен анализ опыта применения различных подходов для достижения необходимых характеристик лакокрасочных покрытий на основе эпоксидных пленкообразующих за счет модификации компонентов пленкообразующей системы. Рассмотрены пути модификации отвердителей эпоксидных пленкообразующих и самих смол, описано влияние модификаторов на свойства покрытий. Большое внимание уделено, в частности, аминным отвердителям как наиболее распространенным отвердителям эпоксидных смол. Среди модификаторов эпоксидных олигомеров для получения покрытий выделены уретансодержащие, кремнийорганические олигомерные продукты и каучуки.

Ключевые слова: эпоксидные эмали, отвердители, модификаторы, система лакокрасочных покрытий, адгезия, физико-механические свойства, электроизоляционные свойства, химическая стойкость

Для цитирования: Кузнецова В.А., Силаева А.А., Железняк В.Г., Марченко С.А. Модификация эпоксидных пленкообразующих и отвердителей, применяемых для лакокрасочных покрытий (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-96-111.

Scientific article

MODIFICATION OF EPOXY FILM-FORMING AND THE HARDENERS FOR COATINGS (review)

V.A. Kuznetsova¹, A.A. Silaeva¹, V.G. Zheleznyak¹, S.A. Marchenko¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. In this work the analysis of experience of application of different approaches for achievement of necessary characteristics of coatings on the basis of epoxy film-forming at the expense of component modification of film-forming system is carried out. Ways of modification of hardeners for epoxy film-forming and epoxy resins are considered, influence of modifying agents on properties of coatings is described. The great attention is given in particular to amine hardeners, as to the most widespread hardeners of epoxies. Among modifiers of epoxy oligomers for receiving coatings uretan-containing, organic silicon oligomer products and rubbers are allocated.

Keywords: epoxy top coat, hardener, modifying agent, coating system, adhesion, physical mechanical properties, electroisolating coatings, chemical resistant

For citation: Kuznetsova V.A., Silaeva A.A., Zheleznyak V.G., Marchenko S.A. Modification of epoxy film-forming and the hardeners for coatings (review). Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 09. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-96-111.

Введение

Практически все отрасли промышленности, выпускающие продукцию, используют лакокрасочные материалы (ЛКМ) для защиты конкретных изделий от воздействия внешних факторов, вызывающих разрушение, а также для придания им определенных декоративных характеристик [1–3].

Следует отметить, что современные ЛКМ широко применяют для защиты авиационной техники, эксплуатируемой в различных климатических районах. Практически все поверхности деталей, узлов, агрегатов и летательного аппарата в целом защищают лакокрасочными покрытиями. В зависимости от назначения и условий эксплуатации деталей, узлов и агрегатов, входящих в конструкцию, к лакокрасочным покрытиям предъявляются специфические требования, обеспечивающие ее защиту и работоспособность [4–6].

В настоящее время перед разработчиками ЛКМ стоят новые задачи по усовершенствованию и повышению их технологических, эксплуатационных свойств и долговечности покрытий, полученных на их основе [7]. Среди всех видов ЛКМ, изготавливаемых на основе синтетических смол, очень часто и широко используют эпоксидные пленкообразующие. Это связано с тем, что в структуру молекулы эпоксидных смол встроены этиленоксидные кольца, имеющие форму трехчленных кислородсодержащих циклов. Такая функциональная группа при определенных условиях взаимодействует с подвижным атомом водорода отвердителя (амин, амида и других соединений) с образованием гидроксильной группы. В полимерной цепи эпоксидных олигомеров присутствуют также гидроксильные группы, что открывает широкие возможности для выбора отверждающих компонентов при формировании структуры покрытия [8–10].

В данной работе проведен анализ отечественных публикаций с 1970 по 2021 г. в области модификации эпоксидных пленкообразующих и отвердителей для получения функциональных лакокрасочных покрытий. Статья выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 17. «Комплексная антикоррозионная защита, упрочняющие, износостойкие защитные и теплозащитные покрытия», комплексной научной проблемы 17.7. «Лакокрасочные материалы и покрытия на полимерной основе» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [11].

Модификация эпоксидных олигомеров, используемых в системах функциональных лакокрасочных покрытий

Разнообразие областей применения лакокрасочных покрытий на основе эпоксидных эмалей и предъявляемые к ним требования вызывают необходимость создания широкого ассортимента ЛКМ в зависимости от их назначения [12–15]. Улучшение физико-механических свойств эпоксидных пленкообразующих, используемых для получения эмалей, путем их модификации является весьма актуальной задачей.

Для изготовления лакокрасочных покрытий при отверждении эпоксидных пленкообразующих используют отвердители, катализаторы, а также модифицирующие компоненты, выполняющие роль сшивающего агента. Структурообразование покрытия при отверждении может протекать за счет взаимодействия реакционноспособных групп отвердителей с эпоксидными или гидроксильными группами [16–18].

Немаловажным фактором, влияющим на процесс образования полимерной сетки, является температурный режим ее формирования. Композиции, отверждаемые алифатическими полиаминами, кислотами и основаниями Льюиса, изоцианатами,

а также эпоксиэфирами, способны отверждаться в естественных условиях, а композиции, где используют ангидриды, феноло-, карбамидо- и меламинаформальдегидные олигомеры и другие модификаторы, отверждаются с применением искусственной сушки [19–21].

Основными характеристиками, регламентирующими выбор модификаторов и отвердителей при разработке эпоксидных ЛКМ, являются:

- температурный диапазон эксплуатации покрытия;
- условия эксплуатации покрытия (воздействие окружающей среды);
- температурный режим формирования покрытия.

С применением эпоксидных пленкообразующих на основе разнообразных отвердителей и модификаторов разработаны лакокрасочные покрытия различного назначения: химически стойкие, водостойкие, электроизоляционные и теплостойкие, обладающие высокой адгезией к металлическим и неметаллическим поверхностям, а также стойкие к агрессивным средам [22].

В данной работе представлен анализ публикаций о модификации эпоксидных пленкообразующих и отвердителей, используемых для получения лакокрасочных покрытий. Основное внимание уделено разработке модифицированных эпоксидных пленкообразующих, которые могут применяться для получения покрытий, устойчивых к действию агрессивных жидкостей и масел, а также эрозионно-, износ-, водостойких и электроизоляционных покрытий.

Для отверждения эпоксидных олигомеров, используемых для получения таких покрытий, часто применяют первичные и вторичные ди- и полиамины.

Модификация отвердителей

Широкое применение эпоксидных олигомеров в производстве лакокрасочных материалов и покрытий вызвало появление большого числа работ, связанных с подбором и синтезом новых отвердителей, способных ускорить процесс отверждения и привести к повышению эксплуатационных свойств эпоксидных лакокрасочных покрытий.

Полиамины очень часто используют в промышленности для отверждения эпоксидных ЛКМ, поскольку они обладают высокой активностью при отверждении даже в естественных условиях. Однако жизнеспособность таких композиций невысокая, к тому же процесс структурообразования при отверждении полиаминами существенно зависит от влажности воздуха. В условиях повышенной влажности при естественном отверждении достаточно часто формируются мутные и липкие покрытия, что обусловлено образованием карбонатов аминов на воздухе [23–25].

Эффективным средством повышения эксплуатационных свойств эпоксидных покрытий является модификация аминных отвердителей [26]. Разработаны модифицированные тетрафункциональные отвердители с первичными аминогруппами: ОТМ-1 – на основе промышленного сырья и ОТМ-2 – с использованием отходов производства. Определены адгезионные и защитные свойства покрытий. Установлено, что композиции на основе модифицированных отвердителей обладают более высокой адгезионной прочностью по сравнению с композицией, отвержденной диэтилентриамином (ДЭТА).

Один из способов модификации аминных отвердителей (ДЭТА, ТЭТА, ПЭПА и др.) – блокировка первичных аминогрупп альдегидами или кетонами с образованием альд- или кетимinov. Основной целью такой блокировки является повышение стабильности эпоксидных композиций. Отмечается, что применение кетиминных отвердителей способствует повышению адгезионной прочности покрытий [27, 28].

В работе [29] представлена кинетика отверждения эпоксидных материалов, в том числе эмали ЭП-569. Проведена сравнительная оценка адгезии, водопоглощения и физико-механических свойств покрытий, отверждаемых полиамидным и кетиминным отвердителями, а также показано, что замена полиамидного отвердителя на кетиминный отвердитель КИ-1 не снижает эксплуатационных свойств покрытий. Применение кетиминных отвердителей позволяет получать эпоксидные покрытия высокого качества в экстремальных условиях. При использовании полифункциональных компонентов принцип частичной блокировки дает возможность проводить химическую модификацию с участием свободных функциональных групп при введении в состав олигомера целевых фрагментов, улучшающих прочностные, адгезионные или другие свойства покрытий. Такой путь модификации открывает возможность конструирования сетчатых полимеров из заранее сформированных блоков различной структуры. В ряде случаев использование блокированных компонентов, активизирующихся под влиянием влаги, позволяет наносить покрытия в условиях высокой влажности и даже на мокрые поверхности.

Перспективным направлением в плане модификации аминных отвердителей является разработка отвердителей на основе аминированного эпоксидного олигомера типа ЭПАМ (продукт взаимодействия олигомера ЭД-20 и аммиака). Полученные отвердители активны в диапазоне температур от 20 до 120 °С, образуя за достаточно короткое время покрытия с высокими физико-механическими показателями. Исследованы физико-механические свойства покрытий на основе эмали ЭП-140, а также электроизоляционные свойства покрытия на основе эмали ЭП-525, отверждаемых отвердителями аминного типа, в том числе отвердителями ЭПАМ. Проведенные исследования показали перспективность использования отвердителей типа ЭПАМ для отверждения эпоксидных эмалей [31, 32].

В работе [33] исследованы модифицированные аминные отвердители, полученные на основе полиэтиленполиаминов. Установлена принципиальная возможность целенаправленного изменения химической структуры сшивающих агентов, используемых для отверждения эпоксидных ЛКМ. Такая модификация отвердителей может быть реализована путем введения в их молекулы различных жестких или гибких фрагментов, что заметным образом влияет на эксплуатационные свойства эпоксидных покрытий.

Для отверждения эпоксидных лакокрасочных покрытий широко применяют аминоалкоксисиланы, в частности отвердитель АСОТ-2, что позволяет повысить стойкость их систем к маслам, гидравлическим жидкостям и различным топливам [34–36].

Кроме того, для улучшения свойств лакокрасочных покрытий на основе эпоксидных олигомеров используют реакционноспособные олигомеры с повышенной сегментальной подвижностью цепей. В работе [37] показано, как синтезирован реакционноспособный олигомер на основе олигооксиэтиленгликоля (ОЭГ), адипиновой кислоты и эпоксидного олигомера ЭД-20. Эпоксидированные ОЭГ хорошо совмещаются с эпоксидными олигомерами в любых соотношениях. Введение в состав эпоксидного пленкообразующего реакционноспособного олигомера (эпоксидированного ОЭГ) снижает температуру отверждения и повышает эластичность покрытий [38, 39].

Для отверждения эпоксидных смол могут быть использованы различные элементоорганические соединения, в частности кремний-, титанорганические и др. Применение таких отвердителей способствует повышению термостойкости покрытий. Из титанорганических соединений чаще всего используют эфиры ортотитановой

кислоты (титанаты) [40]. Металлсодержащие органические соединения в производстве ЛКМ способны улучшать свойства лакокрасочных покрытий: ускорять высыхание пленок, повышать их твердость и стойкость к действию различных факторов. Алкоголяты алюминия и поливалентных металлов можно применять в качестве отверждающих агентов в лакокрасочных покрытиях на основе эпоксидных олигомеров. Лаковые покрытия с отвердителями такого типа стойки при хранении. Они приобретают сетчатую структуру только при повышенных температурах. Пленки таких лаковых покрытий светлые, устойчивые к действию воды, растворителей и обладают высокой гидрофобностью. Исследованы процессы отверждения эпоксидного олигомера с молекулярной массой 380 хелатами алюминия с применением метода инфракрасной спектроскопии. Такие исследования позволили установить механизм взаимодействия эпоксидного олигомера с хелатами алюминия в тонких пленках. Показано, что процесс отверждения протекает не только благодаря реакциям гидроксильных или эпоксидных групп и алкоксигрупп, но и за счет взаимодействия лиганда с эпоксигруппами, что приводит к образованию пространственного полимера, содержащего химически связанный металл, с высокой степенью сшивки [41].

Для отверждения эпоксидных ЛКМ также широкое применение находят низкомолекулярные полиамиды (полиаминоамиды), которые образуются при взаимодействии димеризованных жирных кислот высыхающих масел с полиэтиленполиамидом. Полиамиды имеют разветвленное строение, менее токсичны по сравнению с аминными отвердителями. Использование полиамидных отвердителей в эпоксидных эмалях повышает физико-механические свойства и теплостойкость покрытий. Применение в качестве пленкообразующего смолы Э-49 при отверждении полиамидом позволило существенно повысить максимально допустимую температуру эксплуатации покрытий и их эрозионную стойкость при газоабразивном изнашивании [42–44].

Наряду с отвердителями аминного типа для отверждения эпоксидных олигомеров используют также ангидриды карбоновых кислот. В лакокрасочной промышленности эти отвердители применяют для получения электроизоляционных и кислотостойких покрытий. В частности, имеются публикации о разработке карбоксилсодержащих отвердителей на основе олигоэфиров различной природы, которые имеют преимущества по сравнению с ангидридами и образуют с эпоксидными олигомерами полимерные покрытия с высокими эксплуатационными свойствами при отверждении при температуре 150 °С. При использовании карбоксилсодержащих олигоэфиров в качестве отвердителей эпоксидных пленкообразующих получены покрытия, отличающиеся высокой адгезионной прочностью и кислотостойкостью. Для повышения устойчивости эпоксидных покрытий к действию щелочей и растворителей применяют полимерные композиции на основе эпоксидных смол, отверждаемых циклоалифатическим изофорондиамином, алифатическим триметилгексаметилендиамином и производными триметилгексаметилендиамина [45].

Модификация эпоксидных пленкообразующих

К перспективным направлениям модификации эпоксидных олигомеров можно отнести применение простых и сложных полиэфиров с концевыми карбоксильными или гидроксильными группами, которые участвуют в образовании блок-сополимеров при отверждении эпоксидных олигомеров. В этом случае основной блок состоит из отвержденного эпоксидного олигомера, а другой блок – сегмент модификатора. Для повышения эластичности покрытий следует использовать в качестве

модифицирующего компонента реакционноспособные соединения, которые принимают участие в процессе структурообразования, что способствует повышению прочности, а также стабильности эксплуатационных свойств отвержденных композиций [46].

Эпоксидные смолы и композиции, модифицированные соединениями, содержащими изоцианатные фрагменты, в настоящее время представляют значительный научный и практический интерес. Однако только некоторые из них находят широкое применение. Уретановые фрагменты в молекулярной структуре эпоксидных звеньев олигомерных молекул обуславливают улучшение прочностных и деформационных характеристик модифицированных эпоксидных покрытий, что, в свою очередь, способствует повышению износостойкости и физико-механических свойств отвержденных покрытий [47, 48].

В работе [49] представлена технология синтеза эпоксиуретановых олигомеров (ЭУО) на основе эпоксиизоцианата. Данный способ модификации дает возможность синтезировать олигомеры с низкими молекулярной массой и вязкостью. Это обстоятельство позволяет получать эпоксидно-аминные композиции с высоким содержанием нелетучих веществ. Результаты исследования показали, что наиболее высокими защитными и физико-механическими характеристиками обладают покрытия, модифицированные олигомером, полученным на основе простого полиэфира Лапрол 503. Применение ЭУО в безрастворных эпоксидно-аминных композициях дает возможность повысить эластичность и ударную прочность покрытий, а использование фосфорсодержащих эпоксиуретановых олигомеров способствует увеличению стойкости покрытий в кислых средах и повышению их огнестойкости.

Интересной представляется модификация эпоксидных олигомеров диизоцианатными полимерами на основе линейных полисилоксанов, обладающих высокими гидрофобностью и термостойкостью. Исследованы ЭУО, модифицированные полидиметилсилоксановыми карбофункциональными гликолями с молекулярной массой от 200 до 1200, для определения влияния силоксановой цепи на свойства лакокрасочного покрытия. Проведенные исследования показали, что использование в качестве модифицирующих компонентов полиизоцианатов на основе толуилendiизоцианата и высокомолекулярных диметилсилоксановых карбофункциональных гликолей при отверждении диэтилентриамином позволяет получать покрытия с повышенными физико-механическими свойствами, высокой гидрофобностью и низким водопоглощением [50–52].

Для повышения влагозащитных свойств эпоксидных покрытий в качестве модификаторов могут использоваться фторкремнийорганические сополимеры [53]. Исследованы полимерные композиции на основе эпоксидной смолы и фторкремнийорганических сополимеров. Проведенные исследования показали, что применение данных сополимеров, содержащих в своем составе звенья с разной функцией по отношению к модифицируемой матрице, а также целенаправленный подбор их состава является перспективным методом повышения гидрофобности и влагостойкости модифицированных эпоксидных покрытий и способствует снижению водопоглощения эпоксидной композиции более чем в 2 раза.

Для модификации эпоксидных пленкообразующих могут быть использованы полианилины. Исследовано влияние добавления их в малых количествах (до 1 % (по массе)) на физико-механические свойства эпоксидных покрытий. В работе применяли эпоксидный олигомер со средней молекулярной массой 400 и массовой долей эпоксидных групп 21,5 %. В качестве сшивающего агента использовали аминный отвердитель, в качестве его модифицирующей добавки – полианилин. Показано, что

его применение в качестве модификатора приводит к повышению физико-механических свойств отвержденных покрытий [54].

Для повышения работоспособности эпоксидных покрытий может использоваться модификация низкомолекулярными полимерными соединениями, обладающими большой подвижностью молекулярных цепей, в частности жидкими каучуками. Эластомерные модификаторы могут быть как совместимы с эпоксидным олигомером, так и несовместимы.

Совместимые каучуки оказывают пластифицирующее или флексибилизирующее действие. Очень часто для этих целей используют реакционноспособные каучуки с небольшой молекулярной массой – до 1200. В таких модифицированных композициях система «эпоксидный олигомер–каучук» является гомогенной и после отверждения пластифицирующий компонент встраивается в эпоксидную сетку. Повышение деформационных свойств эпоксидного покрытия осуществляется вследствие проявления высокой эластичности благодаря гибкости цепей эластомера.

К несовместимым эластомерным модификаторам относятся ограниченно совместимые с эпоксидным олигомером каучуки, которые образуют двухфазные полимерные системы. В этих композициях эпоксидный олигомер является непрерывной фазой, в которой распределена дисперсная фаза каучука, обеспечивающая повышенную устойчивость покрытия к ударным нагрузкам. Этот принцип используется при разработке покрытий, устойчивых к знакопеременным динамическим нагрузкам, а также при газоабразивной и газокapельной эрозии [55–57].

Перспективное направление модификации эпоксидных пленкообразующих – применение жидких каучуков, представляющих собой карбоксилированные сополимеры олигобутадиена с акрилонитрилом. Характерной особенностью модифицированных каучуками эпоксидных полимеров является меньшая, чем у исходных материалов, чувствительность к содержанию отвердителя, высокая стойкость к действию динамических нагрузок и температурных перепадов, а также повышенная стойкость к абразивному износу. Изучены закономерности формирования сетчатых структур в системах «карбоксилсодержащий бутадиен–нитрильный каучук–эпоксидный олигомер». Установлено, что при химическом взаимодействии олигомеров протекают реакции между эпоксидными, карбоксильными и гидроксильными группами, приводящие к удлинению макромолекулярных цепей, формированию точек разветвлений и образованию трехмерной сетчатой структуры. Рассмотрено влияние температуры и соотношения компонентов на характеристики формирующейся структуры [58, 59].

Стабильными эксплуатационными свойствами и эластичностью обладают полимеры, полученные при совмещении эпоксидного олигомера с тиоколами, карбоксилсодержащими каучуками [60, 61]. Согласно современным представлениям модификация эпоксидной смолы низкомолекулярными тиоколами, карбоксилсодержащими олигомерами и другими каучуками, имеющими реакционноспособные группы, основана на образовании статистических блок-сополимеров между жесткими макромолекулами эпоксидного компонента и эластичными звеньями добавок. На основе эпоксидно-тиоколовых композиций разработаны эрозионностойкие покрытия, устойчивые к воздействию воды и различных топлив [62].

Использование реакционноспособных жидких каучуков, выделяющихся в отдельную тонко диспергированную фазу, химически связанную с жесткой матрицей полимера, позволяет получать эпоксиполимеры, характеризующиеся высокими значениями энергии разрушения. При приложении ударной нагрузки к полимерной

системе диспергированная фаза каучука поглощает энергию и замедляет скорость распространения трещины в материале [63–65].

Большого модифицирующего эффекта достигают при предварительном получении эпоксидно-каучуковых аддуктов за счет применения эластомеров с реакционноспособными концевыми группами. При использовании низкомолекулярных каучуков с молекулярной массой ≤ 1200 образуются гомогенные системы. Исследованы свойства покрытия на основе эпоксидных сетчатых полимеров, содержащих модифицирующий полидиметилсилоксануретановый фрагмент, а также адгезионная прочность покрытий и водопоглощение. Установлено, что структурная модификация эпоксидных олигомеров полидиметилсилоксановыми фрагментами с толуилениуретановыми группами на концах обеспечивает гидрофобизацию покрытий при чрезвычайно малых количествах модификатора, а при содержании полидиметилсилоксануретанового фрагмента в количестве 15–25 % (по массе) ускоряет отверждение покрытий, увеличивает их адгезионную прочность и стабильность адгезионных связей при экспозиции в воде [66, 67].

Интересным направлением модификации эпоксидных пленкообразующих является создание расслаивающих покрытий на основе эпоксидно-каучуковых композиций. Структурные особенности таких композиций определяются термодинамической совместимостью эпоксидно-анилинового олигомера и олигодиенуретанэпоксида ПДИ-ЗАК. Исследованы структурные особенности бинарных смесей, отвержденных аминафенольным отвердителем АФ-2 с применением метода электронной микроскопии. Результаты проведенных исследований показали, что отвержденная пленка является трехслойной. Поверхностный слой состоит из эластичного компонента, содержащего кристаллическую фазу, а нижний – из жесткого, аморфного компонента. В результате изучения закономерностей расслоения системы «ПДИ-ЗАК–эпоксидный олигомер» выявлены соотношения пленкообразователей, обеспечивающих формирование покрытий с оптимальными свойствами, установлены основные технологические режимы формирования покрытия [68–70].

Структурные особенности эпоксидно-каучуковой композиции, ее способность к расслаиванию в сочетании с образованием химических связей между слоями и отдельными надмолекулярными образованиями являются, по-видимому, причиной высокой стойкости этой композиции в условиях кавитационно-эрозионного воздействия.

На основе эпоксидно-каучуковых композиций разработаны покрытия с повышенной устойчивостью к гидроэрозионному воздействию [71].

В качестве модификатора эпоксидных пленкообразующих могут быть использованы акриловые сополимеры. При отверждении указанной полимерной композиции отвердителем образуется двухфазная полимерная система «сетка в сетке», при формировании которой каждая фаза характеризуется своим значением показателя преломления. В результате образуется «мутная» полимерная среда, в которой при прохождении света значительная доля светового потока рассеивается диффузно на микронеоднородностях в объеме пленки покрытия. Такие полимерные системы могут применяться при разработке матовых покрытий, обладающих высокими декоративными свойствами [72].

Следует отметить, что в качестве пленкообразователя электроизоляционных лакокрасочных покрытий также могут быть использованы модифицированные эпоксидные смолы, например электроизоляционный лак ЭП-9114, который представляет собой раствор эпоксидного олигомера, модифицированного МЭС-9 (мономер метилового эфира соевого масла). В качестве отвердителя используется

аддукт ИМЭП-1. Это водостойкое покрытие успешно применяется для защиты плат печатного монтажа.

Для получения электроизоляционных покрытий применяют карбоксилсодержащие отвердители на основе олигоэфиров различной природы. Изучены свойства полифункциональных кислых олигоэфиров и эпоксидных покрытий на их основе. Проведен анализ полимерных покрытий, пригодных для обеспечения защиты печатных узлов от неблагоприятных внешних воздействий, и в первую очередь от влаги воздуха, а также электроизоляционных и токопроводящих покрытий. Следует отметить, что среди них особое внимание уделяется модифицированным эпоксидным покрытиям [73].

Заключения

Результаты анализа публикаций о модификации эпоксидных пленкообразующих и отвердителей, используемых для получения лакокрасочных покрытий, свидетельствуют, что химическая структура эпоксидных олигомеров открывает широкие возможности для повышения технологических и эксплуатационных свойств эпоксидных ЛКМ.

Эффективным способом повышения эксплуатационных свойств эпоксидных покрытий является модификация как отвердителей, так и эпоксидного пленкообразующего. Применение модификаторов в составе отвердителей существенно влияет на технологические характеристики лакокрасочных композиций, в частности на температуру структурообразования, изменяет частоту пространственной сетки отвержденной эпоксидной композиции, т. е. оказывает влияние на вязкоупругие характеристики покрытия, а также на его адгезионные и физико-механические свойства.

Кроме того, модификация эпоксидного пленкообразующего направлена на улучшение следующих эксплуатационных свойств эпоксидных покрытий: термостойкость, эрозионная стойкость, устойчивость к действию агрессивных жидкостей, а также на повышение долговечности покрытий в условиях эксплуатации.

Модификация эпоксидных олигомеров каучуками позволяет решать ряд важных технических задач по повышению деформационно-прочностных характеристик, особенно ударной прочности, а также адгезионных и защитных свойств.

Таким образом, выбор модифицирующих компонентов в эпоксидных композициях (оптимизация состава полимерного пленкообразователя) способствует обеспечению максимально высокого уровня технологических и эксплуатационных свойств эпоксидных лакокрасочных покрытий.

Список источников

1. Чеботаревский В.В., Кондрашов Э.К. Технология лакокрасочных материалов в машиностроении. М.: Машиностроение, 1978. 295 с.
2. Яковлев А.Д. Химия и технология лакокрасочных покрытий. СПб.: Химиздат, 2010. 445 с.
3. Кондрашов Э.К. Лакокрасочные материалы и покрытия на их основе в машиностроении. М.: Пэйнт-Медиа, 2021. 255 с.
4. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение: итоги и перспективы // Вестник Российской академии наук. 2002. Т. 72. № 1. С. 3–12.
5. Kablov E.N. Chemistry in Aviation Materials Science // Russian Journal of General Chemistry. 2011. Vol. 81. No. 5. P. 967–969.
6. Кондрашов Э.К., Кузнецова В.А., Семенова Л.В., Лебедева Т.А. Основные направления повышения эксплуатационных свойств, технологических и экологических характеристик лакокрасочных покрытий для авиационной техники // Российский химический журнал. 2010. Т. LIV. № 1. С. 96–102.

7. Еселев А.Д., Бобылев В.А. Эпоксидные смолы и отвердители для производства лакокрасочных материалов // ЛКМ и их применение. 2005. № 10. С. 16–25.
8. Мошинский Л.Я. Эпоксидные смолы и отвердители. Тель-Авив: Аркадия Пресс Лтд, 1995. С. 40–142.
9. Филичкина В.Н. Современное состояние и тенденции развития производства и потребления эпоксидных смол // Химическая промышленность за рубежом: обзорн. информ. М.: НИИТЭХИМ, 1988. Вып. 8. 18 с.
10. Кочнова З.А., Жаворонок Е.С., Чалых А.Е. Эпоксидные смолы и отвердители: промышленные продукты. М.: Пэйнт медиа, 2006. 200 с.
11. 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.
12. Железняк В.Г. Современные лакокрасочные материалы для применения в изделиях авиационной техники // Труды ВИАМ. 2019. № 5 (77). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.10.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.
13. Семенова Л.В., Малова Н.Е., Кузнецова В.А., Пожого А.А. Лакокрасочные материалы и покрытия // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 315–327.
14. 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.
15. Проблемы защитных ЛКМ. Обзор материалов европейской конференции «Защитные покрытия» (Protective coating), Дюссельдорф // Лакокрасочные материалы и их применение. 2013. № 9. С. 33–35.
16. Еселев А.Д., Бобылев В.А. Эпоксидные смолы: вчера, сегодня, завтра // Лакокрасочная промышленность. 2009. № 9. С. 15–17.
17. Шахмалиев А.М., Ин Шен Кан, Билалов Я.М. и др. Модификация эпоксидного олигомера реакционноспособным олигомером // Лакокрасочные материалы и их применение. 1990. № 1. С. 7–9.
18. Амосова З.В. Синтез и исследование эпоксидных олигомеров и полимеров. М.: НИИТЭХИМ, 1979. 97 с.
19. Мошинский Л.Я., Белая Э.С. Отвердители для эпоксидных смол. М.: НИИТЭХИМ, 1983. 62 с.
20. Катнов В.Е., Степин С.Н. Влияние отвердителя на свойства эпоксидных покрытий // Материалы научной сессии КГТУ. Казань, 2009. С. 25.
21. Смехов Ф.М., Кардаш Н.С., Шодэ Л.В. и др. Свойства эпоксидных покрытий с различными отвердителями аминного типа // Лакокрасочные материалы и их применение. 1990. № 1. С. 9–11.
22. Финкельштейн М.И. Промышленное применение эпоксидных лакокрасочных материалов. Л.: Химия, 1983. 120 с.
23. Отвердители эпоксидных смол: обзор информ. М.: НИИТЭХИМ, 1976. 47 с.
24. Сорокин М.В., Кочнова З.А., Шодэ Л.Г. Химия и технология пленкообразующих веществ. М.: Химия, 1989. 477 с.
25. Мирер Е.В., Шодэ Л.Г., Тартаковская А.М., Кузина С.И. Гетерофазный гидролиз кетиминных аддуктов эпоксидных олигомеров // Лакокрасочные материалы и их применение. 1990. № 1. С. 9–11.
26. Смехов Ф.М., Кардаш Н.С., Шодэ Л.Г. и др. Свойства эпоксидных покрытий с различными отвердителями аминного типа // Лакокрасочные материалы и их применение. 1989. № 5. С. 36–39.
27. Сорокин М.Ф., Оносова Л.А., Тарасов А.В., Шодэ Л.Г. Эпоксидные материалы на основе модифицированных аминных отвердителей // Лакокрасочные материалы и их применение. 1988. № 3. С. 4–6.
28. Ведякин С.В., Шодэ Л.Г., Смехов Г.М., Цейтлин Г.М. Модификация эпоксиаминных систем кремнийорганическими эпоксиуретанами // Лакокрасочные материалы и их применение. 1991. № 2. С. 1–3.

29. Алексашина О.Ф., Молотов И.Ю., Шигорин В.Г. и др. Свойства эпоксидно-кетиминных покрытий и опыт применения отвердителя КИ-1 // Лакокрасочные материалы и их применение. 1990. № 5. С. 13–16.
30. Шодэ Л.Г., Сеницина О.В., Волощук К.А. и др. Особенности отверждения эпоксидных покрытий блокированными отвердителями (кетиминами) // Лакокрасочные материалы и их применение. 1989. № 6. С. 9–12.
31. Шодэ Л.Г., Дудина Л.В., Мирошник В.М. Отвердители эпоксидных олигомеров типа ЭПАМ // Лакокрасочные материалы и их применение. 1989. № 5. С. 16–19.
32. Сорокин М.Ф., Шодэ Л.Г., Дудина Л.В. и др. Новые отвердители эпоксидных олигомеров на основе эпоксидных олигомеров и аммиака // Лакокрасочные материалы и их применение. 1989. № 2. С. 13–15.
33. Шодэ Л.Г., Смехов Ф.М., Кузина С.И. и др. Модифицированные полиэтиленполиамины в качестве отвердителей эпоксидных олигомеров // Лакокрасочные материалы и их применение. 1990. № 1. С. 4–6.
34. Сорокин М.Ф., Кочнова З.А., Захарова А.А., Голова Н.А. Отверждение эпоксидных олигомеров аминоалкоксисиланами // Лакокрасочные материалы и их применение. 1986. № 5. С. 19–20.
35. Кочнова З.А., Беляев А.В., Цейтлин Г.М. Отверждение эпоксидных олигомеров с участием аминопропилтриэтоксисиланов // Лакокрасочные материалы и их применение. 1990. № 1. С. 24–27.
36. Аكوпова Т.А., Пономаренко О.П., Олихова Ю.В., Осипчик В.С. Изучение влияния кремнийорганических модификаторов на свойства эпоксисодержащих связующих // Успехи химии и химической технологии. 2012. Т. XXVI. № 3 (32). С. 70–72.
37. Арван А.С., Коваленко В.М., Шешуков А.В., Шрейнер С.А. Улучшение свойств эпоксидных покрытий путем отверждения их аминозэфирами // Лакокрасочные материалы и их применение. 1974. № 4. С. 53–54.
38. Сухарева Л.А., Миронова Т.А., Федякова Н.В. и др. Свойства и структура модифицированных эпоксидно-полиаминных покрытий // Лакокрасочные материалы и их применение. 1989. № 5. С. 50–52.
39. Жаворонок Е.С., Сенчихин И.Н., Колесникова Е.Ф. и др. Особенности отверждения смесей дианового и алифатического эпоксидных олигомеров с различной реакционной способностью // Высокомолекулярные соединения. Серия Б. 2010. Т. 52. № 4. С. 706–714.
40. Петрова И.А., Кобозева И.А., Саврасова Э.М. Механизм отверждения эпоксидных олигомеров хелатами алюминия в тонких пленках // Лакокрасочные материалы и их применение. 1990. № 1. С. 30–33.
41. Кириллов А.Н., Гарипов Р.М., Дебердеев Р.Я. Применение элементоорганических эпоксиуретановых олигомеров для модификации эпоксиаминных покрытий // VIII Междунар. конф. по химии и физикохимии олигомеров «Олигомеры-2002»: тезисы докладов. Черногловка, 2002. С. 248.
42. Кочнова З.А., Шодэ Л.Г. Отвердители для эпоксидных пленкообразователей // Лакокрасочные материалы и их применение. 1995. № 3–4. С. 42–47.
43. Мостовой А.С., Панова Л.Г. Исследование возможности использования низкомолекулярного полиамида марки ПО-300 в качестве отвердителя «холодного» отверждения для эпоксидных олигомеров // Пластические массы. 2016. № 1–2. С. 16–18.
44. Кондрашов Э.К., Владимирский В.Н., Бейдер Э.Я. Эрозионностойкие лакокрасочные покрытия. М.: Химия, 1989. 135 с.
45. Шибалович В.В., Яковлев А.Д. Применение аминокислотных отвердителей в эпоксидных лакокрасочных составах // Лакокрасочные материалы и их применение. 1979. № 5. С. 30–32.
46. Михеев В.В., Иванова Р.Р. Отверждение эпоксидных олигомеров уретансодержащими полиаминами // Лакокрасочные материалы и их применение. 2003. № 12. С. 8–11.
47. Логунов Г.И., Николаев В.Н. Эпоксидные олигомеры, отвержденные олигоуретанакрилатом и олигоуретананаллилатом // Лакокрасочные материалы и их применение. 1982. № 3. С. 19–20.

48. Кириллов А.Н., Софьина С.Ю., Гарипов Р.М., Дебердеев Р.Я. Модификация эпоксиаминных композиций эпоксиуретановыми олигомерами // Лакокрасочные материалы и их применение. 2003. № 4. С. 25–28.
49. Кириллов А.Н., Гарипов Р.М., Дебердеев Р.Я. Влияние эпоксиуретановых модификаторов на свойства эпоксидных лаковых покрытий // IX Всерос. конф. «Структура и динамика молекулярных систем»: сборник статей. Йошкар-Ола, 2002. С. 236–239.
50. Прилуцкая Н.В., Смахов Ф.М., Шустер С.В. Модификация эпоксидных композиций эпоксиэфирами для покрытий // Лакокрасочные материалы и их применение. 1985. № 1. С. 30–32.
51. Липсон Г.Я. Коллоидно-химические свойства гетерогенных систем на основе эпоксидного олигомера и реакционноспособных модификаторов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 1985. С. 13–18.
52. Мочалова Е.Н. Формирование структуры и свойств эпоксиаминных композиций в присутствии реакционноспособных и инертных модификаторов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 1999. 15 с.
53. Паршина М.С., Солдатов М.А., Макарова В.А. и др. Влияние химической структуры фторорганических сополимерных модификаторов на влагостойкость эпоксидной смолы аминного отверждения // Лакокрасочные материалы и их применение. 2018. № 3. С. 15–19.
54. Курбатов В.Г., Ильин А.А., Индейкин Е.А. Влияние добавки полианилина на физико-механические свойства эпоксидных покрытий // Лакокрасочные материалы и их применение. 2011. № 1–2. С. 49–51.
55. Снопков А.Ю., Глезер Е.А., Яковлев А.Д. Покрытия на основе эпоксидных смол, модифицированных каучуками // Лакокрасочные материалы и их применение. 1989. № 3. С. 66–71.
56. Терновых А.М. Разработка и исследование защитных полимерных покрытий на основе эпоксидных и каучуковых олигомеров с повышенной адгезионной стойкостью: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 1985. С. 3–15.
57. Каблов В.Ф. Системная технология каучук-олигомерных композиций // Сборник статей X Междунар. конф. по химии и физикохимии полимеров. Волгоград: Волгоградск. гос. техн. ун-т, 2009. С. 162–19.
58. Чалых А.Е., Жаворонок Е.С., Кочнова З.А., Киселев М.Р. Структурообразование в бинарных смесях карбоксилсодержащий каучук–эпоксидный олигомер // Химическая физика. 2009. Т. 28. № 6. С. 91–96.
59. Кочнова З.А., Жаворонок Е.С., Котова А.В. Особенности получения эпоксидно-каучуковых композиций на основе жидких бутадиен-нитрильных каучуков и эпоксидных олигомеров // Лакокрасочные материалы и их применение. 1998. № 11. С. 27–28.
60. Кузнецова В.А., Железняк В.Г., Куршев Е.В., Емельянов В.В. Исследование топливо- и водостойкости покрытий на основе наполненных эпоксидно-тиоколовых полимерных композиций // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). Ст. 10. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 24.06.2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-93-102.
61. Жаворонок Е.С. Многокомпонентные полимерные сетки на основе эпоксидных олигомеров с активными полифункциональными группами: автореф. дис. ... д-ра хим. наук. М., 2019. С. 35–39.
62. Состав для защитного покрытия: пат. 2290421 Рос. Федерация. № 2005124341/04; заявл. 01.08.05; опубл. 27.12.06.
63. Состав для защитного покрытия полимерных композиционных материалов: пат. 2480499 Рос. Федерация. № 2011127312/05; заявл. 04.07.11; опубл. 27.04.13.
64. Сторожук И.П., Павлюкович Н.Г. Модифицированные тиоколовые композиции и их применение в качестве гидроизоляционных и защитных лакокрасочных материалов // Лакокрасочные материалы и их применение. 2017. № 5. С. 29–33.

65. Чалых А.Е., Кочнова З.А., Жаворонок Е.С. Совместимость и диффузия в системах эпоксидные олигомеры–жидкие карбоксилатные каучуки // Высокомолекулярные соединения. Сер. А. 2001. Т. 43. № 12. С. 1–9.
66. Ван Нган Н., Костромина Н.В., Осипчик В.С. и др. Полисилоксансодержащие эпоксиуретановые олигомеры и покрытия на их основе // Пластические массы. 2019. № 3–4. С. 3–6.
67. Кузнецова В.А. Эрозионностойкая композиция на основе трехфазной полимерной системы «эпоксидный олигомер–каучук–армирующий наполнитель»: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 1999. 24 с.
68. Стрекачинская Л.С., Верхованцев В.В., Грозинская З.П. Закономерности расслоения растворов смесей полимеров // Лакокрасочные материалы и их применение. 1980. № 4. С. 13–15.
69. Грозинская З.П., Стрекачинская Л.С., Верхованцев В.В. Улучшение некоторых характеристик покрытий за счет расслаивания пленкообразователя // Лакокрасочные материалы и их применение. 1979. № 5. С. 30–32.
70. Шлеомензон Ю.Б., Морозова И.И., Павлова В.П. и др. Структура эпоксидно-каучуковой композиции // Лакокрасочные материалы и их применение. 1979. № 2. С. 8–10.
71. Кузнецова В.А. Влияние эластомерного модификатора на механические и вязкоупругие свойства эпоксидно-каучуковых композиций для эрозионностойких покрытий // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 2 (59). С. 56–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-56-62.
72. Кузнецова В.А., Деев И.С., Семенова Л.В. Влияние модификации эпоксидных пленкообразующих композиций на их фазовую микроструктуру и адгезию к алюминиевым сплавам // Авиационные материалы и технологии. 2016. № 1 (40). С. 72–78. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-1-72-78.
73. Яковлев А.Д., Яковлев С.А. Лакокрасочные покрытия функционального назначения. СПб.: Химиздат, 2016. 265 с.

References

1. Chebotarevsky V.V., Kondrashov E.K. Technology of paints and varnishes in mechanical engineering. Moscow: Mashinostroenie, 1978, 295 p.
2. Yakovlev A.D. Chemistry and technology of paint coatings. St. Petersburg: Khimizdat, 2010, 445 p.
3. Kondrashov E.K. Paint and varnish materials and coatings based on them in mechanical engineering. Moscow: Paint-Media, 2021, 255 p.
4. Kablov E.N. Aviation materials science: results and prospects. Vestnik Rossiyskoy akademii nauk, 2002, vol. 72, no. 1, pp. 3–12.
5. Kablov E.N. Chemistry in Aviation Materials Science. Russian Journal of General Chemistry, 2011, vol. 81, no. 5, pp. 967–969.
6. Kondrashov E.K., Kuznetsova V.A., Semenova L.V., Lebedeva T.A. The main directions of improving the operational properties, technological and environmental characteristics of paint coatings for aviation equipment. Rossiyskiy khimicheskiy zhurnal, 2010, vol. LIV, no. 1, pp. 96–102.
7. Eselev A.D., Bobylev V.A. Epoxy resins and hardeners for the production of paints and varnishes. Paints and varnishes and their application, 2005, no. 10, pp. 16–25.
8. Moshinsky L.Ya. Epoxy resins and hardeners. Tel Aviv: Arkadia Press Ltd, 1995, pp. 40–142.
9. Filichkina V.N. Modern state and trends in the development of production and consumption of epoxy resins. Chemical industry abroad. Moscow: NIITEKhim, 1988, is. 8, 18 p.
10. Kochnova Z.A., Zhavoronok E.S., Chalykh A.E. Epoxy resins and hardeners: industrial products. Moscow: Paint media, 2006, 200 p.
11. Kablov E.N. The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period to 2030. Aviacionnye materialy i tehnologii, 2012, no. S, pp. 7–17.
12. Zheleznyak V.G. Modern paint and varnish materials for use in aviation equipment products. Trudy VIAM, 2019, no. 5 (77), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru>. (accessed: October 17, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.

13. Semenova L.V., Malova N.E., Kuznetsova V.A., Pozhoga A.A. Paint and varnish materials and coatings. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 315–327.
14. Pavlyuk B.Ph. The main directions in the field of development of polymeric functional materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.
15. Problems of protective paints and varnish coatings. Review of materials of the European conference "Protective coatings" (Protective coating), Düsseldorf. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2013, no. 9, pp. 33–35.
16. Eselev A.D., Bobylev V.A. Epoxy resins: yesterday, today, tomorrow. *Lakokrasochnaya promyshlennost*, 2009, no. 9, pp. 15–17.
17. Shakhmaliev A.M., Ying Shen Kang, Bilalov Ya.M. et al. Modification of an epoxy oligomer with a reactive oligomer. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1990, no. 1, pp. 7–9.
18. Amosova Z.V. Synthesis and study of epoxy oligomers and polymers. Moscow: NIITEKhIM, 1979, 97 p.
19. Moshinsky L.Ya., Belaya E.S. Epoxy resin hardeners. Moscow: NIITEKhIM, 1983, 62 p.
20. Katnov V.E., Stepin S.N. Influence of the hardener on the properties of epoxy coatings. Proceedings of the scientific session of Kazan State Technical University. Kazan, 2009, p. 25.
21. Smekhov F.M., Kardash N.S., Shode L.V. et al. Properties of epoxy coatings with various amine-type hardeners. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1990, no. 1, pp. 9–11.
22. Finkelstein M.I. Industrial application of epoxy paints and varnishes. Leningrad: Khimiya, 1983, 120 p.
23. Epoxy resin hardeners: review inform. Moscow: NIITEKHIM, 1976, 47 p.
24. Sorokin M.V., Kochnova Z.A., Shode L.G. Chemistry and technology of film-forming substances. Moscow: Khimiya, 1989, 477 p.
25. Mirer E.V., Shode L.G., Tartakovskaya A.M., Kuzina S.I. Heterophase hydrolysis of ketimine adducts of epoxy oligomers. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1990, no. 1, pp. 9–11.
26. Smekhov F.M., Kardash N.S., Shode L.G. et al. Properties of epoxy coatings with various amine-type hardeners. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1989, no. 5, pp. 36–39.
27. Sorokin M.F., Onosova L.A., Tarasov A.V., Shode L.G. Epoxy materials based on modified amine hardeners. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1988, no. 3, pp. 4–6.
28. Vedyakin S.V., Shode L.G., Smekhov G.M., Zeitlin G.M. Modification of epoxyamine systems with organosilicon epoxyurethanes. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1991, no. 2, pp. 1–3.
29. Aleksashina O.F., Molotov I.Yu., Shigorin V.G. et al. Properties of epoxy-ketimine coatings and experience with the use of KI-1 hardener. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1990, no. 5, pp. 13–16.
30. Shode L.G., Sinitsina O.V., Voloshchuk K.A. Peculiarities of curing epoxy coatings with blocked hardeners (ketimines). *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1989, no. 6, pp. 9–12.
31. Shode L.G., Dudina L.V., Miroshnik V.M. Hardeners for epoxy oligomers of the EPAM type. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1989, no. 5, pp. 16–19.
32. Sorokin M.F., Shode L.G., Dudina L.V. etc. New hardeners of epoxy oligomers based on epoxy oligomers and ammonia. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1989, no. 2, pp. 13–15.
33. Shode L.G., Smekhov F.M., Kuzina S.I. Modified polyethylenepolyamines as hardeners for epoxy oligomers. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1990, no. 1, pp. 4–6.
34. Sorokin M.F., Kochnova Z.A., Zakharova A.A., Golova N.A. Curing of epoxy oligomers with aminoalkoxysilanes. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1986, no. 5, pp. 19–20.
35. Kochnova Z.A., Belyaev A.V., Zeitlin G.M. Curing of epoxy oligomers with the participation of aminopropyltriethoxysilanes. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1990, no. 1, pp. 24–27.
36. Akopova T.A., Ponomarenko O.P., Olikhova Yu.V., Osipchik V.S. Study of the effect of organosilicon modifiers on the properties of epoxy-containing binders. *Uspekhi khimii i khimicheskoy tekhnologii*, 2012, vol. XXVI, no. 3 (32), pp. 70–72.
37. Arvan A.S., Kovalenko V.M., Sheshukov A.V., Shreiner S.A. Improving the properties of epoxy coatings by curing them with amino esters. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1974, no. 4, pp. 53–54.
38. Sukhareva L.A., Mironova T.A., Fedyakova N.V. et al. Properties and structure of modified epoxy-polyamine coatings. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1989, no. 5, pp. 50–52.

39. Zhavoronok E.S., Senchikhin I.N., Kolesnikova E.F. Peculiarities of curing mixtures of dianolic and aliphatic epoxy oligomers with different reactivity. *Vysokomolekulyarnye soyedineniya. Series B*, 2010, vol. 52, no. 4, pp. 706–714.
40. Petrova I.A., Kobozeva I.A., Savrasova E.M. The mechanism of curing epoxy oligomers by aluminum chelates in thin films. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1990, no. 1, pp. 30–33.
41. Kirillov A.N., Garipov R.M., Deberdeev R.Ya. Application of organoelement epoxyurethane oligomers for modification of epoxyamine coatings. VIII Intern. conf. on chemistry and physicochemistry of oligomers "Oligomers-2002". Chernogolovka, 2002, p. 248.
42. Kochnova Z.A., Shode L.G. Hardeners for epoxy film formers. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1995, no. 3–4, pp. 42–47.
43. Mostovoy A.S., Panova L.G. Investigation of the possibility of using low molecular weight polyamide grade PO-300 as a "cold" curing hardener for epoxy oligomers. *Plasticheskiye massy*, 2016, no. 1–2, pp. 16–18.
44. Kondrashov E.K., Vladimirsky V.N., Beider E.Ya. Erosion resistant coatings. Moscow: Khimiya, 1989, 135 p.
45. Shibalovich V.V., Yakovlev A.D. The use of amino acid hardeners in epoxy paint and varnish compositions. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1979, no. 5, pp. 30–32.
46. Mikheev V.V., Ivanova R.R. Curing of epoxy oligomers by urethane-containing polyamines. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2003, no. 12, pp. 8–11.
47. Logunov G.I., Nikolaev V.N. Epoxy oligomers cured with oligourethane acrylate and oligouretananallylate. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1982, no. 3, pp. 19–20.
48. Kirillov A.N., Sof'ina S.Yu., Garipov R.M., Deberdeev R.Ya. Modification of epoxyamine compositions with epoxyurethane oligomers. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2003, no. 4, pp. 25–28.
49. Kirillov A.N., Garipov R.M., Deberdeev R.Ya. Influence of epoxyurethane modifiers on the properties of epoxy lacquer coatings. IX All-Rus. conf. "Structure and dynamics of molecular systems". Yoshkar-Ola, 2002, pp. 236–239.
50. Prilutskaya N.V., Smekhov F.M., Shuster S.V. Modification of epoxy compositions with epoxy esters for coatings. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1985, no. 1, pp. 30–32.
51. Lipson G.Ya. Colloidal-chemical properties of heterogeneous systems based on epoxy oligomer and reactive modifiers: thesis abstract, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 1985, pp. 13–18.
52. Mochalova E.N. Formation of the structure and properties of epoxyamine compositions in the presence of reactive and inert modifiers: thesis abstract, Cand Sc. (Tech.). Moscow, 1999, 15 p.
53. Parshina M.S., Soldatov M.A., Makarova V.A. Influence of the chemical structure of organofluorine copolymer modifiers on the moisture resistance of amine-cured epoxy resin. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2018, no. 3, pp. 15–19.
54. Kurbatov V.G., Ilyin A.A., Indeikin E.A. Influence of polyaniline additive on the physical and mechanical properties of epoxy coatings. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2011, no. 1–2, pp. 49–51.
55. Snopkov A.Yu., Glezer E.A., Yakovlev A.D. Coatings based on epoxy resins modified with rubber. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1989, no. 3, pp. 66–71.
56. Ternovykh A.M. Development and study of protective polymer coatings based on epoxy and rubber oligomers with increased adhesive resistance: thesis abstract, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 1985, pp. 3–15.
57. Kablov V.F. System technology rubber-oligomeric compositions. X Int. conf. on chemistry and physicochemistry of polymers. Volgograd: Volgograd State Tech. University, 2009, pp. 162–19.
58. Chalykh A.E., Zhavoronok E.S., Kochnova Z.A., Kiselev M.R. Structure formation in binary mixtures of carboxyl-containing rubber-epoxy oligomer. *Khimicheskaya fizika*, 2009, vol. 28, no. 6, pp. 91–96.
59. Kochnova Z.A., Zhavoronok E.S., Kotova A.V. Features of obtaining epoxy-rubber compositions based on liquid butadiene-nitrile rubbers and epoxy oligomers. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1998, no. 11, pp. 27–28.
60. Kuznetsova V.A., Zheleznyak V.G., Kurshev E.V., Yemelyanov V.V. Research of fuel- and water resistance of coatings based on the filled epoxy-thiokol polymeric compositions. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), paper no. 10. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: June 24, 2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-93-102.

61. Zhavoronok E.S. Multicomponent polymer networks based on epoxy oligomers with active polyfunctional groups: thesis abstract, Dr. Sc. (Chem.). Moscow, 2019, pp. 35–39.
62. Composition for protective coating: pat. 2290421 Rus. Federation, no. 2005124341/04; filed 01.08.05; publ. 27.12.06.
63. Composition for protective coating of polymer composite materials: pat. 2480499 Rus. Federation, no. 2011127312/05; filed 04.07.11; publ. 27.04.13.
64. Storozhuk I.P., Pavlyukovich N.G. Modified thiokol compositions and their use as waterproofing and protective paintwork materials. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 2017, no. 5, pp. 29–33.
65. Chalykh A.E., Kochnova Z.A., Zhavoronok E.S. Compatibility and diffusion in the systems epoxy oligomers–liquid carboxylate rubbers. *Vysokomolekulyarnye soyedineniya. Ser. A*. 2001, vol. 43, no. 12, pp. 1–9.
66. Van Ngan N., Kostromina N.V., Osipchik V.S. et al. Polysiloxane-containing epoxyurethane oligomers and coatings based on them. *Plasticheskiye massy*, 2019, no. 3–4, pp. 3–6.
67. Kuznetsova V.A. Erosion-resistant composition based on the three-phase polymer system "epoxy oligomer-rubber-reinforcing filler": thesis abstract, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 1999, 24 p.
68. Strekachinskaya L.S., Verkholtantsev V.V., Grozinskaya Z.P. Patterns of stratification of solutions of polymer mixtures. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1980, no. 4, pp. 13–15.
69. Grozinskaya Z.P., Strekachinskaya L.S., Verkholtantsev V.V. Improvement of some characteristics of coatings due to delamination of the film former. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1979, no. 5, pp. 30–32.
70. Shleomenzon Yu.B., Morozova I.I., Pavlova V.P. et al. Structure of epoxy-rubber composition. *Lakokrasochnye materialy i ikh primeneniye*, 1979, no. 2, pp. 8–10.
71. Kuznetsova V.A. Influence of the elastomeric modifier on mechanical and viscoelastic properties of epoxy and rubber compositions for erosion resistant coatings. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 56–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-56-62.
72. Kuznetsova V.A., Deev I.S., Semenova L.V. Influence of modification of epoxy film-forming compositions on their phase microstructure and adhesion to aluminium alloy. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2016, no. 1 (40), pp. 72–78. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-1-72-78.
73. Yakovlev A.D., Yakovlev S.A. Paint and varnish functional coatings. St. Petersburg: Khimizdat, 2016, 265 p.

Информация об авторах

Кузнецова Вера Аркадьевна, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Силаева Анна Александровна, инженер 1 категории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Железняк Вячеслав Геннадьевич, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Марченко Сергей Андреевич, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Vera A. Kuznetsova, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Anna A. Silaeva, First Category Engineer, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vyacheslav G. Zheleznyak, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergei A. Marchenko, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 23.12.2021; одобрена и принята к публикации после рецензирования 28.12.2021.
The article was submitted 23.12.2021; approved and accepted for publication after reviewing 28.12.2021.

Научная статья

УДК 548.4

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-112-122

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ SiGe-МАТЕРИАЛА С ПРИМЕНЕНИЕМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ И ПРОСВЕЧИВАЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

Д.В. Зайцев¹, П.Н. Медведев¹, Е.А. Лукина¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Методами рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии исследована структура SiGe-материала, применяемого при создании мемристивных структур. Определен фазовый состав материала. Выявлена неоднородность твердого раствора SiGe. Рассчитаны периоды решетки, степени микродеформации решетки и объемные доли фаз твердого раствора. Методами просвечивающей электронной микроскопии исследованы: зеренная структура, распределение фаз и дефектов в объеме зерен. Исследованы дефекты кристаллической решетки, а также с применением локального микрорентгеноспектрального анализа уточнен характер неоднородности твердого раствора SiGe.

Ключевые слова: рентгеновская дифрактометрия, просвечивающая электронная микроскопия, кристаллическая решетка, двойники, дефекты упаковки, твердый раствор SiGe, мемристоры

Для цитирования: Зайцев Д.В., Медведев П.Н., Лукина Е.А. Исследование структуры SiGe-материала с применением рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-112-122.

Scientific article

SiGe STRUCTURE INVESTIGATION USING METHODS OF X-RAY DIFFRACTION AND TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPY

D.V. Zaitsev¹, P.N. Medvedev¹, E.A. Lukina¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. The structure of the SiGe material used to create memristive structures has been studied by x-ray diffractometry and transmission electron microscopy. The phase composition of the material has been determined. Revealed the inhomogeneity of the SiGe solid solution. The lattice periods, the degree of lattice microstrain, and the volume fractions of the solid solution phases are calculated. Using transmission electron microscopy, the following have been investigated: grain structure, distribution of phases and defects in the volume of grains. The defects of the crystal lattice have been investigated, and the character of the inhomogeneity of the SiGe solid solution has been refined using local x-ray microanalysis.

Keywords: x-ray diffraction, transmission electron microscopy, crystal lattice, twins, stacking faults, SiGe solid solution, memristors

For citation: Zaitsev D.V., Medvedev P.N., Lukina E.A. SiGe structure investigation using methods of x-ray diffraction and transmission electron microscopy. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 10. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-112-122.

Введение

Материалы на основе кремний-германиевых соединений активно применяются во многих и весьма разнообразных отраслях уже довольно давно. Полупроводниковые SiGe-материалы активно используются в космической индустрии начиная с середины 1970-х гг. Благодаря термоэлектрическим свойствам материал применяется в конструкциях радиоизотопных термоэлектрических генераторов [1], обеспечивающих питание электронных систем беспилотных космических аппаратов, таких как Voyager (1, 2), Galileo, Ulysses, Cassini и New Horizons. В настоящее время полупроводниковые кремний-германиевые материалы раскрывают свои возможности не только в области термоэлектрических свойств [2, 3], но и набирают популярность в высокочастотной электронике. Так, в конце 1980-х – середине 1990-х гг. компания IBM становится лидером по производству сверхвысокочастотных микросхем на базе SiGe гетеропереходных биполярных транзисторов [4], а благодаря развитию данных технологий постоянно совершенствуются системы высокоскоростной беспроводной передачи данных – 5G и 6G [5], оптоволоконные системы и другие структуры, основанные на высокочастотных процессах обработки и передачи информации. Следует отметить интерес к SiGe-материалам со стороны разработчиков квантовых вычислительных систем [6, 7].

В данной работе исследуемый материал представляет интерес как исходный продукт для получения структур, обладающих мемристивными свойствами. Такие структуры смогут применяться в качестве искусственных синапсов при создании нейронных сетей и компьютеров, организация вычислительных процессов которых реализуется непосредственно на элементах памяти [8], аналогично тому, как это осуществляется в биологических нейронных структурах. Если совместить подобные технологии с концепцией энергонезависимой оперативной памяти, работа которой основана на тех же мемристорах, то открывается возможность создания электронно-вычислительных устройств, не требующих загрузки при включении питания, что, в частности, приведет к многократному снижению расхода заряда аккумуляторов портативных устройств. Разработка и исследование мемристивных материалов являются не менее перспективными в области вычислительных систем, а SiGe-материалы, в частности благодаря сегнетоэлектрическим свойствам, нередко рассматриваются в качестве компонентов для построения таких структур [9, 10]. Сегнетоэлектрические свойства SiGe-материала обусловлены спонтанной поляризацией, которая может возникать в отсутствие внешнего электрического поля. Это происходит при изменении суммарного дипольного момента рассматриваемого объема в результате смены направлений отдельных дипольных доменов. При этом наблюдается явление гистерезиса, подобно тому, как это происходит в процессе изменения доменной структуры ферромагнетиков при намагничивании или перемагничивании. Таким образом можно реализовать основное свойство мемристора – изменение его электросопротивления в зависимости от пропускаемых токов, их силы и направления. Другой способ реализации таких свойств материала – это изменение структуры под действием электрического поля и локального воздействия токов. Такой подход актуален для структуры тонких слоев многослойных материалов, где между слоями могут образовываться наноразмерные перемишки из электропроводящих материалов, тем самым уменьшая электросопротивление. Дефекты кристаллической решетки, такие как дислокации, вакансии и границы зерен, напротив, увеличивают электросопротивление, препятствуя протеканию электрического тока. С другой стороны, в структуре сегнетоэлектрика наличие дефектов кристаллической решетки (при определенном расположении) может оказывать влияние на организацию структуры дипольных доменов, улучшая сегнетоэлектрические свойства материала.

В настоящее время не существует предпочтительной технологии изготовления мемристоров и основная задача разработчиков – найти оптимальное сочетание материалов, позволяющих применять различные подходы для достижения эффективных и стабильных результатов по долгосрочному изменению электросопротивления материала под воздействием электрического тока.

Исследование структуры материала и фазового состава проведено с применением двух дифракционных методов: рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии. Преимущества метода рентгеновской дифрактометрии заключаются в получении наиболее полной интегральной информации об относительно небольших объектах. Одно из ценных качеств данного метода – это высокое разрешение в обратном пространстве, что позволяет с высокой точностью определять периоды кристаллической решетки и детально исследовать форму узлов обратной решетки. В результате анализа информации, полученной методами рентгеновской дифрактометрии, можно оценить фазовый состав и структурное состояние материала, включая зеренную структуру, степень наклепа, текстурное состояние и многие другие параметры. Методическая база рентгеновской дифрактометрии имеет всевозможные подходы к исследованию структуры различных материалов [11–13]. Главным недостатком данного метода является относительно низкое пространственное разрешение (в прямом пространстве), в результате чего метод не чувствителен к объектам, размер которых не превышает длину волны рентгеновского излучения. Метод просвечивающей электронной микроскопии, напротив, имеет высокое пространственное разрешение, что позволяет исследовать отдельные фрагменты структуры на уровне атомной решетки, но в то же время он является локальным методом, что накладывает соответствующие ограничения. Сочетание двух методов, обладающих взаимоисключающими недостатками, зачастую позволяет получить исчерпывающую информацию об исследуемом объекте [14–16]. Поскольку основные свойства SiGe-полупроводников во многом зависят от кристаллической структуры, то выбранные методы наилучшим образом подходят для проведения структурных исследований данного материала.

Материалы и методы

Исследовали образцы материала на основе SiGe. Исследования фазового состава и параметров кристаллической решетки твердого раствора проводили с применением многофункционального дифрактометра EMPYREAN фирмы PanAlytical. Регистрацию дифрактограмм проводили в монохроматическом Cu K α -излучении в геометрии Брэгга–Брентано. Расшифровку дифрактограмм для рентгенофазового анализа проводили с помощью специализированной программы HighScore+ и базы данных PDF2.

Изготовление образцов для исследований структуры с применением методов просвечивающей электронной микроскопии осуществляли следующим образом: из исходного образца SiGe на электроэрозионном станке вырезали пластину толщиной 0,5 мм. Полученную пластину нарезали на диски Ø3 мм под размер стандартного держателя для просвечивающего электронного микроскопа. Диски механически утоняли до толщины 80–100 мкм и подвергали двухсторонней полировке сфокусированными пучками ионов аргона на установке TEM-Mill фирмы Fishione при углах наклона ионных пушек +6,5 и –5,5 градусов относительно плоскости образца и ускоряющем напряжении 4 кВ. Исследования структуры образца проводили методами просвечивающей электронной микроскопии при ускоряющем напряжении 200 кВ на микроскопе Tescan G2 F20 S-TWIN, оснащенный энергодисперсионным анализатором X-Max80.

Результаты и обсуждение

Рентгеновский фазовый анализ

Проведен анализ фазового состава исследованного образца по дифракционному спектру (рис. 1). Обнаружена основная фаза твердого раствора на основе Si с кубической решеткой типа алмаза, дополнительные фазы представлены в следовом количестве: SiO_2 , FeSi, FeSi_2 , Fe_2Ge . Информация об обнаруженных фазах представлена в табл. 1.

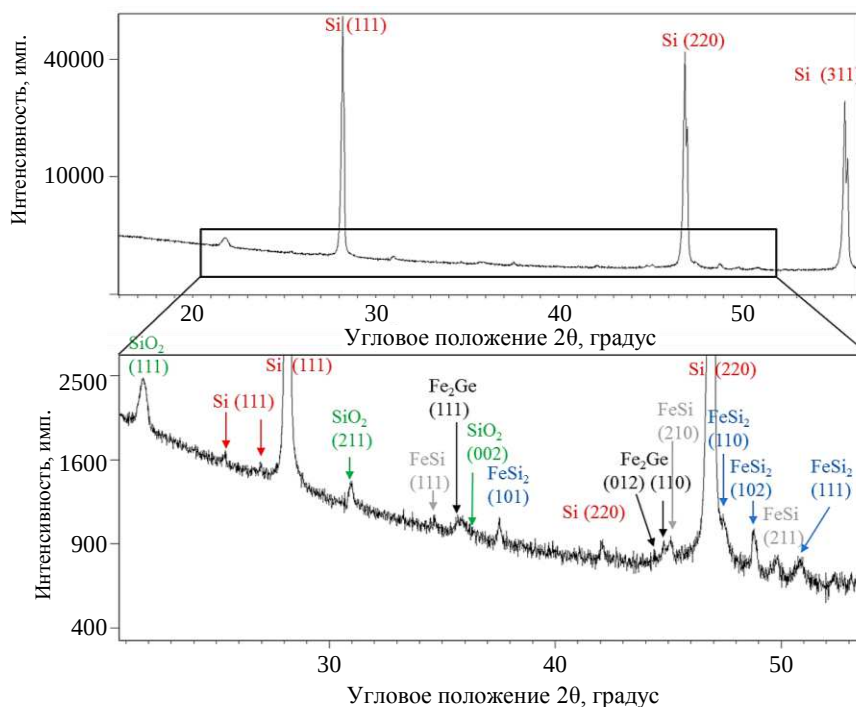


Рис. 1. Дифракционный спектр исследованного образца

Таблица 1

Карточки обнаруженных фаз из базы данных PDF2

Название фазы	Химическая формула	Кристаллическая решетка
Кремний	Si	Кубическая
Силицид железа	FeSi	Кубическая
Оксид кремния	SiO_2	Кубическая
Германид железа	$\text{Fe}_{1,95}\text{Ge}$	Гексагональная
Силицид железа	FeSi_2	Тетрагональная

Рентгеновский структурный анализ

При визуальном анализе профиля рентгеновских линий твердого раствора Si(Ge) с гранцентрированной кубической решеткой типа «алмаз» обнаружена асимметрия пиков в сторону меньших углов. Это указывает на наличие неоднородности твердого раствора. Для того чтобы более детально исследовать этот аспект, проведен полнопрофильный анализ спектра твердого раствора Si(Ge). Данный анализ проведен в два этапа:

– на *этапе 1* проводится выбор количества фаз типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ для описания асимметрии, уточнение их параметров решетки, области когерентного рассеяния (ОКР) и степени микродеформации решетки (ϵ);

– на *этапе 2* проводится количественный анализ твердого раствора типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ для уточнения объемной доли фаз.

На *этапе 1* выбраны две фазы типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ с разным параметром решетки. Профиль линии описывается функцией Войта (свертка функций Гаусса и Лоренца), а уточнение полуширины рефлексов – функцией Каглиоти:

$$\beta^2 = W \lg(\theta)^2 + V \lg(\theta) + U,$$

где β – ширина пика на половине его высоты (полуширина); θ – угол отражения; U , V , W – уточняемые параметры.

На данном этапе уточнение интенсивности линий проводится для каждой линии отдельно (уточнение по Паули).

В итоге рассчитаны периоды решеток, ОКР и ε для каждой из фаз $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ (табл. 2). Две фазы удовлетворительно описывают наблюдаемую асимметрию профиля. На рис. 2 представлены линии hkl – (062) и (353), для которых асимметрия линий наиболее заметна.

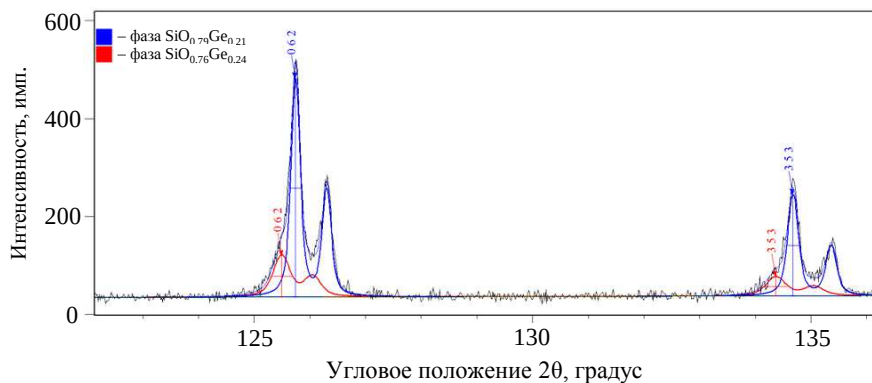


Рис. 2. Часть дифракционного спектра, иллюстрирующая разделение асимметричных линий фазы типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$

По корреляционной зависимости параметра решетки и концентрации кремния в фазе типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ из полученных параметров рассчитаны относительные содержания каждой из фаз. Оценены также плотности фаз по данным параметра решетки и их содержанию x .

Молярная масса фазы типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$:

$$M(\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}) = M(\text{Si}) \cdot x + M(\text{Ge}) \cdot (1-x);$$

плотность:

$$\rho_{\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}} = \frac{z \cdot M_{\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}}}{N_A \cdot a_{\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}}^3},$$

где $z = 8$ – число атомов, приходящихся на элементарную ячейку типа «алмаз»; $N_A = 6,022 \cdot 10^{23} \text{ моль}^{-1}$ – число Авогадро; a – период решетки.

На *этапе 2* в модели фаз вносят данные по содержанию Si и Ge в виде соответствующей заселенности узлов решетки типа «алмаз». Уточнение проводится по методу Ритвельда, при котором расчет интенсивности линий получается путем моделирования рассеяния от атомов в решетке. В результате данного расчета получены объемные доли фаз $\text{Si}_{0,76}\text{Ge}_{0,24}$ и $\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}$ (табл. 2).

Таблица 2

Результаты рентгеноструктурного анализа фаз типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$

Параметр	Значения параметров для фаз	
	$\text{Si}_{0,79}\text{Ge}_{0,21}$	$\text{Si}_{0,76}\text{Ge}_{0,24}$
Содержание фазы x, % (атомн.)	79,41	76,70
Период решетки a, нм	0,547326	0,547898
Плотность ρ , г/см ³	3,02	3,11
Размер области когерентного рассеяния D, нм	42,1	25,4
Степень микродеформации решетки ε , %	0,031	0,029
Объемная доля фазы $\Delta V/V$, %	71,8	28,2

Зависимости параметра решетки (также как и плотности) от концентрации Si в фазе типа $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ имеет отклонение от линейности (закона Вегарда) и лучшим образом аппроксимируется полиномом второй степени (рис. 3).

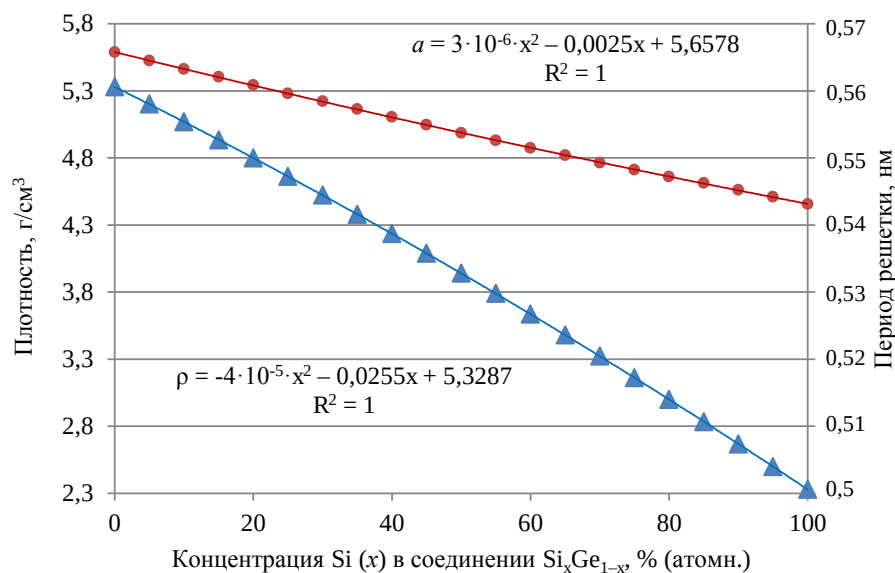


Рис. 3. Зависимость плотности (▲) и параметра решетки (●) от концентрации Si в твердом растворе $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$

Просвечивающая электронная микроскопия

Снимки структуры при относительно небольших увеличениях (до $\times 100000$) получены в условиях дифракционного контраста. Интенсивность элементов структуры на изображении зависит от ориентировки их кристаллической решетки относительно пучка электронов. На границах зерен и частично в объеме наблюдаются фрагменты структуры, где преобладает абсорбционный контраст, формирующийся в данном случае в результате неоднородности толщины фольги (рис. 4). Такие фрагменты, по-видимому, представляют собой поры, размер которых не превышает 500 нм. Кроме относительно крупных включений и пор в объеме зерен можно наблюдать контраст на элементах структуры, размер которых составляет ~ 50 нм и менее. Такого рода контраст обычно формируется на когерентных выделениях или на дислокационных петлях и обусловлен упругими искажениями кристаллической решетки матрицы вблизи объекта. Распределение таких объектов в объеме зерна неравномерно, вблизи границ зерен их плотность снижается. Границы зерен, как известно, являются стоком вакансий, из чего можно

предположить, что наблюдаемые объекты являются дислокационными петлями, образовавшимися вокруг скоплений вакансий.

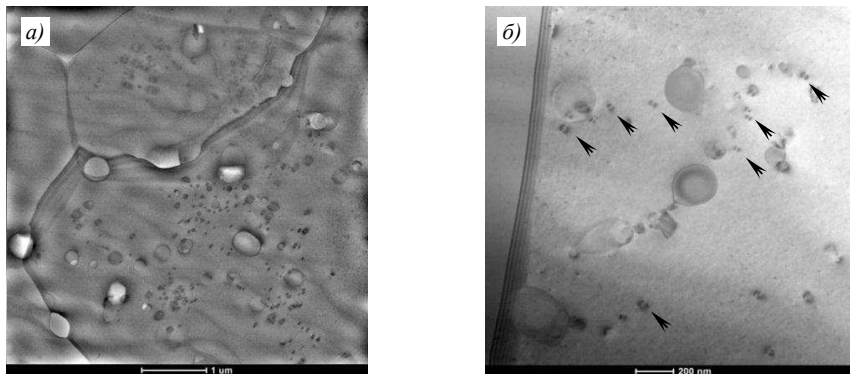


Рис. 4. Общий вид структуры SiGe-материала: *а* – зеренная структура; *б* – дислокационные петли в объеме зерна (направления стрелок соответствуют действующему вектору дифракции электронов)

Для определения химического состава элементов структуры, наблюдаемых в объеме зерен, проведен локальный элементный анализ с построением профилей распределения химических элементов вдоль линии (рис. 5). Наиболее крупные образования в объеме зерен являются оксидами кремния. Другие частицы содержат железо, фосфор и иногда хром (рис. 5, *а*). Для уточнения характера неоднородности твердого раствора, выявленной методом рентгеноструктурного анализа, проведен анализ профилей распределения элементов вдоль линии, пересекающей несколько зерен (рис. 5, *б*). На профилях распределения результат представлен в атомных процентах для удобства восприятия. Профили при этом в меньшей степени зависят от толщины фольги, что облегчает анализ распределения элементов в структуре материала. Тем не менее изменение толщины фольги вдоль линии профиля все-таки оказывает влияние на конечный результат. Это связано с различной степенью поглощения характеристического излучения в фольге. Для того чтобы убедиться, что изменение соотношения атомных процентов Si к Ge на профилях распределения не является результатом снижения интенсивности характеристического излучения Si при поглощении на более толстом участке фольги, проанализированы профили интегральных интенсивностей различных спектральных линий Ge и Si (рис. 5, *в*).

Из представленных профилей интегральных интенсивностей видно, что фольга имеет неоднородности по толщине (общая тенденция изменения интенсивности спектральных линий химических элементов, представляющих основу твердого раствора SiGe). При этом *l*-серия Ge, обладающая меньшей энергией (~1,18 кэВ) по сравнению с *k*-серией Si (~1,73 кэВ), имеет в среднем почти такую же интенсивность, как и в соседнем зерне, тогда как интенсивность линии Si заметно изменяется при переходе через границу двух зерен (на границе зерен расположен оксид кремния, в результате чего интенсивности линий германия значительно ниже в данной области). В целом неоднородность твердого раствора, определенная методом локального микрорентгеноспектрального анализа, сопоставима с рассчитанной в результате рентгеноструктурного анализа.

Оксиды на границах зерен могут являться местами зарождения двойников, пересекающих объем зерна. В некоторых случаях ширина двойников не превышает 5 нм. На снимке прямого разрешения такого двойника (рис. 6) отмечены кристаллографические направления (которые в кубической решетке нормальны соответствующим плоскостям) и элементарные ячейки алмазной кристаллической решетки, которые можно упрощенно рассматривать как гранецентрированную кубическую решетку.

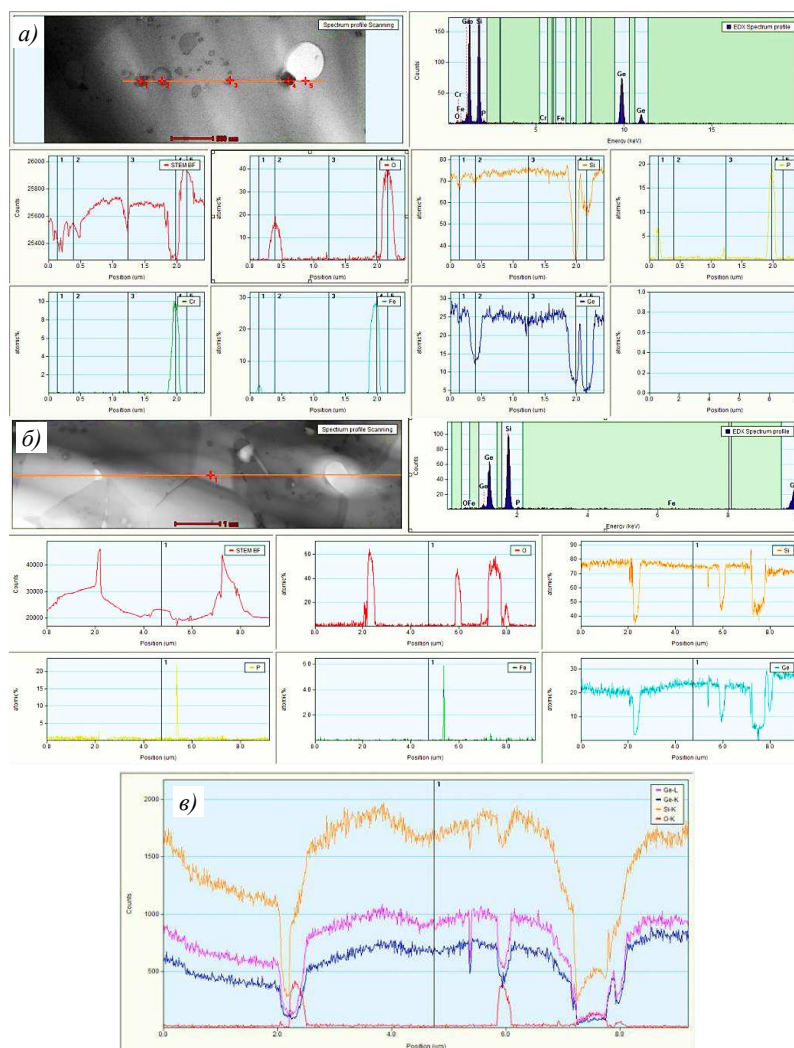


Рис. 5. Профили распределения химических элементов в структуре образца: *а, б* – распределение (в % (атомн.)) элементов в объеме зерна и в соседних зернах соответственно; *в* – профили интенсивностей спектральных линий Si(k), Ge(l), Ge(k) и O(k), соответствующих профилям на (*б*)

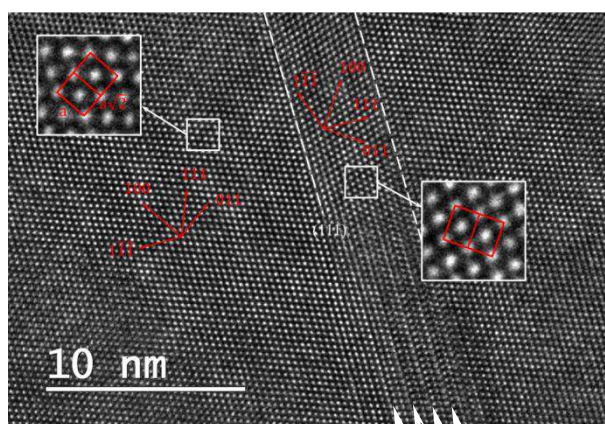


Рис. 6. Двойник в объеме зерна (прямое разрешение)

На снимке прямого разрешения видна переходная зона, в которой двойник еще не сформирован. В данной области можно наблюдать дефекты упаковки (указаны стрелками в нижней части снимка) в плоскостях (111), параллельных плоскости двойникования.

Дефекты упаковки, вакансионные диски, которые под воздействием внешних сил (при достижении критических размеров) также могут образовывать дефекты упаковки, и другие неоднородности в кристаллической структуре материала могут оказывать влияние на его электрические свойства, в том числе и на спонтанную поляризацию, что является одним из ключевых моментов в разработке мемристивных структур.

Заключения

С применением методов рентгеновской дифрактометрии и просвечивающей электронной микроскопии проведены исследования структуры материала на основе SiGe, полученного методом спекания гранул. Методом рентгеновского фазового анализа выявлены следующие фазы: FeSi, SiO₂, Fe_{1,95}Ge и FeSi₂. Методом локального микрорентгеноспектрального анализа установлено, что в состав некоторых фаз входят Р и Cr. В структуре материала обнаружены различного рода дефекты, в том числе поры на границах и в объеме зерен, а также дефекты кристаллической решетки, такие как скопления вакансий, дефекты упаковки и двойники. Отмеченные дефекты кристаллической решетки могут оказывать влияние на спонтанную поляризацию материала, что подтверждает возможность его применения при создании мемристивных структур. Методами рентгеноструктурного анализа и локального микрорентгеноспектрального анализа установлено наличие неоднородности твердого раствора SiGe, которая проявляется на межзеренном уровне. Такую особенность следует учитывать при использовании данного материала для получения многослойных мемристивных структур методом напыления.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, грант № 19-29-03055.

Список источников

1. Bennett G.L., Lombardo J.J., Hemler R.J. et al. Mission of Daring: The General-Purpose Heat Source Radioisotope Thermoelectric Generator // 4th International Energy Conversion Engineering Conference and Exhibit (IECEC). 2006. P. 26–29. DOI: 10.2514/6.2006-4096.
2. Joshi G., Lee H., Lan Y. et al. Enhanced Thermoelectric Figure-of-Merit in Nanostructured p-Type Silicon Germanium Bulk Alloys // Nano Letters. 2008. Vol. 8. Is. 12. P. 4670–4674. DOI: 10.1021/nl8026795.
3. Wang X.W., Lee H., Lan Y.C. et al. Enhanced Thermoelectric Figure of Merit in Nanostructured n-Type Silicon Germanium Bulk Alloy // Applied Physics Letters. 2008. Vol. 93. Is. 19. P. 3121. DOI: 10.1063/1.3027060.
4. Hameed D.L., Meyerson B.S. The early history of IBM's SiGe mixed signal technology // IEEE Transactions on Electron Devices. 2001. Vol. 48. No. 11. P. 2555–2567. DOI: 10.1109/16.960383.
5. Chevalier P., Giansello F., Pallotta A. et al. PD-SOI CMOS and SiGe BiCMOS Technologies for 5G and 6G communications // 2020 IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM). 2020. P. 34.4.1–34.4.4. DOI: 10.1109/IEDM13553.2020.9371954.
6. Hofmann A., Jirovec D., Borovkov M. et al. Assessing the potential of Ge/SiGe quantum dots as hosts for singlet-triplet qubits. URL: <https://arxiv.org/pdf/1910.05841.pdf> (дата обращения: 24.01.2022). DOI: 10.48550/arXiv.1910.05841.
7. Martin S., Vivekananda P.A., Markus B. et al. Investigating microwave loss of SiGe using superconducting transmon qubits // Applied Physics Letters. 2021. Vol. 118. Is. 12. P. 4001. DOI: 10.1063/5.0038087.
8. Ventra M.D., Pershin Y.V. Memcomputing: a computing paradigm to store and process information on the same physical platform // Nature Physics. 2013. Vol. 9. P. 200–202. DOI: 10.48550/arXiv.1304.1675.
9. Choi S., Tan S.H., Li Z. et al. SiGe epitaxial memory for neuromorphic computing with reproducible high performance based on engineered dislocations // Nature Materials. 2018. Vol. 17. P. 335–340. DOI: 10.1038/s41563-017-0001-5.

10. Keonhee K., Dae K., Yeonjoo J. et al. Ion Beam-Assisted Solid Phase Epitaxy of SiGe and its Application for Analog Memristors // *Journal of Alloys and Compounds*. 2021. Vol. 884. P. 161086. DOI: 10.1016/j.jallcom.2021.161086.
11. Каблов Е.Н., Кашапов О.С., Медведев П.Н., Павлова Т.В. Исследование двухфазного титанового сплава системы Ti–Al–Sn–Zr–Si– β -стабилизаторы // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 1 (58). С. 30–37. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-30-37.
12. Александров Д.А., Мубояджян С.А., Луценко А.Н., Журавлева П.Л. Упрочнение поверхности титановых сплавов методом ионной имплантации и ионного модифицирования // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 2 (51). С. 33–39. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-33-39.
13. Каблов Е.Н. Роль фундаментальных исследований при создании материалов нового поколения // Тез. докл. XXI Менделеевского съезда по общей и прикладной химии: в 6 т. СПб., 2019. Т. 4. С. 24.
14. Каблов Е.Н., Лукина Е.А., Заводов А.В., Ефимочкин И.Ю. Формирование структуры твердых сплавов на основе системы WC–Co с субмикронным зерном в присутствии ингибирующих добавок // *Труды ВИАМ*. 2020. № 4–5 (88). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.01.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-45-89-99.
15. Бенариеб И., Бер Л.Б., Антипов К.В., Сбитнева С.В. Тенденции развития деформируемых сплавов системы Al–Mg–Si–(Cu). Часть 1 (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*, 2019. № 3 (56). С. 14–22. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-14-22.
16. Тренингов И.А., Заводов А.В., Петрушин Н.В. Исследование кристаллической структуры и микроструктуры жаропрочного никелевого сплава ЖС32-ВИ, синтезированного методом селективного лазерного сплавления, после высокотемпературных механических испытаний // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 1 (54). С. 57–65. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-57-65.

References

1. Bennett G.L., Lombardo J.J., Hemler R.J. et al. Mission of Daring: The General-Purpose Heat Source Radioisotope Thermoelectric Generator. 4th International Energy Conversion Engineering Conference and Exhibit (IECEC), 2006, pp. 26–29. DOI: 10.2514/6.2006-4096.
2. Joshi G., Lee H., Lan Y. et al. Enhanced Thermoelectric Figure-of-Merit in Nanostructured p-Type Silicon Germanium Bulk Alloys. *Nano Letters*, 2008, vol. 8, is. 12, pp. 4670–4674. DOI: 10.1021/nl8026795.
3. Wang X.W., Lee H., Lan Y.C. et al. Enhanced Thermoelectric Figure of Merit in Nanostructured n-Type Silicon Germanium Bulk Alloy. *Applied Physics Letters*, 2008, vol. 93, is. 19, pp. 3121. DOI: 10.1063/1.3027060.
4. Hame D.L., Meyerson B.S. The early history of IBM's SiGe mixed signal technology. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 2001, vol. 48, no. 11, pp. 2555–2567. DOI: 10.1109/16.960383.
5. Chevalier P., Giansello F., Pallotta A. et al. PD-SOI CMOS and SiGe BiCMOS Technologies for 5G and 6G communications. 2020 IEEE International Electron Devices Meeting (IEDM), 2020, pp. 34.4.1–34.4.4. DOI: 10.1109/IEDM13553.2020.9371954.
6. Hofmann A., Jirovec D., Borovkov M. et al. Assessing the potential of Ge/SiGe quantum dots as hosts for singlet-triplet qubits. Available at: <https://arxiv.org/pdf/1910.05841.pdf> (accessed: January 24, 2022). DOI: 10.48550/arXiv.1910.05841.
7. Martin S., Vivekananda P.A., Markus B. et al. Investigating microwave loss of SiGe using superconducting transmon qubits. *Applied Physics Letters*, 2021, vol. 118, is. 12, pp. 4001. DOI: 10.1063/5.0038087.
8. Ventra M.D., Pershin Y.V. Memcomputing: a computing paradigm to store and process information on the same physical platform. *Nature Physics*, 2013, vol. 9, pp. 200–202. DOI: 10.48550/arXiv.1304.1675.
9. Choi S., Tan S.H., Li Z. et al. SiGe epitaxial memory for neuromorphic computing with reproducible high performance based on engineered dislocations. *Nature Materials*, 2018, vol. 17, pp. 335–340. DOI: 10.1038/s41563-017-0001-5.

10. Keonhee K., Dae K., Yeonjoo J. et al. Ion Beam-Assisted Solid Phase Epitaxy of SiGe and its Application for Analog Memristors. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, vol. 884, pp. 161086. DOI: 10.1016/j.jallcom.2021.161086.
11. Kablov E.N., Kashapov O.S., Medvedev P.N., Pavlova T.V. Study of a $\alpha + \beta$ -titanium alloy based on a system of Ti–Al–Sn–Zr–Si– β -stabilizing alloying elements. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 1 (58), pp. 30–37. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-30-37.
12. Aleksandrov D.A., Muboyadzhyan S.A., Lutsenko A.N., Zhuravleva P.L. Hardening of the surface of titanium alloys by ion implantation method and ionic modification. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 2 (51), pp. 33–39. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-33-39.
13. Kablov E.N. The role of fundamental research in the creation of new generation materials. Reports of XXI Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry: in 6 vols. St. Petersburg, 2019, vol. 4, pp. 24.
14. Kablov E.N., Lukina E.A., Zavodov A.V., Efimochkin I.Yu. The formation of structure in ultrafine WC–Co carbide material in the presence of inhibitory additives. *Trudy VIAM*, 2020, no. 4–5 (88), paper no. 10. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 24, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-45-89-99.
15. Benarieb I., Ber L.B., Antipov K.V., Sbitneva S.V. Trends in development of wrought alloys of Al–Mg–Si–(Cu) system. Part 1 (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 3 (56), pp. 14–22. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-14-22.
16. Treninkov I.A., Zavodov A.V., Petrushin N.V. Research of crystal structure and microstructure of the ZhS32-VI nickel-base superalloy synthesized by selective laser fusion method, after high-temperature mechanical tests. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 57–65. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-57-65.

Информация об авторах

Зайцев Денис Владимирович, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Медведев Павел Николаевич, начальник сектора, к.ф.-м.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Лукина Ева Александровна, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Denis V. Zaitsev, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Pavel N. Medvedev, Head of Sector, Candidate of Sciences (Phys. & Math.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Eva A. Lukina, Head of the Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 03.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 14.02.2022.

The article was submitted 03.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 14.02.2022.

Научная статья

УДК 620.1:669.245

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-123-137

ИСПЫТАНИЯ НА МАЛОЦИКЛОВУЮ УСТАЛОСТЬ С ВЫДЕРЖКОЙ В ЦИКЛЕ ЖАРОПРОЧНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ (обзор)

М.А. Горбовец¹, И.А. Ходинев¹, М.М. Карашаев¹, П.В. Рыжков¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Дан обзор методик проведения испытаний на малоцикловую усталость с выдержкой в цикле и представлены результаты испытаний никелевых жаропрочных сплавов и сталей. Представлено описание моделей расчета повреждаемости при взаимодействии по механизмам усталости и ползучести. Проанализированы требования, предъявляемые к методам, оборудованию и результатам испытаний для металлических материалов. Рассмотрены фрактографические особенности разрушения от высокотемпературной усталости при длительных выдержках никелевых жаропрочных сплавов и сталей.

Ключевые слова: механические свойства, характеристики усталости, жаропрочные никелевые сплавы, нерегулярное нагружение, суммирование повреждений, циклическая долговечность

Для цитирования: Горбовец М.А., Ходинев И.А., Карашаев М.М., Рыжков П.В. Испытания на малоцикловую усталость с выдержкой в цикле жаропрочных металлических материалов (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-123-137.

Scientific article

LOW CYCLE DWELL FATIGUE TESTING OF HEAT RESISTANT METALLIC MATERIALS (review)

M.A. Gorbovets¹, I.A. Hodinev¹, M.M. Karashaev¹, P.V. Ryzhkov¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. A review of the methods for testing dwell low-cycle fatigue is carried out and the results of tests of nickel heat-resistant alloys and steels are presented. The description of models for calculating damage in the interaction of fatigue and creep is presented. The requirements for specimens, equipment and test results for metallic materials are analyzed. The fractographic features of fracture due to high-temperature dwell fatigue of heat-resistant nickel alloys and steels are considered.

Keywords: mechanical properties, fatigue, high-temperature nickel alloys, irregular loading, damage accumulation, cyclic durability

For citation: Gorbovets M.A., Hodinev I.A., Karashaev M.M., Ryzhkov P.V. Low cycle dwell fatigue testing of heat resistant metallic materials (review). Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-123-137.

Введение

В стандартной практике проектирования оценка ресурса валов и дисков компрессора газотурбинных двигателей (ГТД) состоит в определении напряженно-деформированного состояния конструктивного узла и численного расчета косвенного повреждения на основе гипотезы линейного суммирования по критериям малоцикло-вой усталости (МЦУ) и ползучести [1]. В процессе ползучести и МЦУ в определенной степени моделируется эксплуатационное нагружение валов и дисков компрессора в «горячей» части ГТД. Согласно гипотезе линейного суммирования, накопление повреждений по механизмам ползучести и МЦУ рассматривается независимо друг от друга, т. е. без учета их взаимодействия [2]. Исследование предельного состояния циклической долговечности при детерминированном нерегулярном нагружении разрабатываемых материалов состоит в оценке их чувствительности к форме и последовательности блоков нагружения [3].

В отличие от распространенных на практике лабораторных испытаний с регулярным нагружением по закону «синуса» или «треугольника», эксплуатационные циклы имеют, как правило, более сложный характер [3–5]. До недавнего времени не существовало стандартной методики, конкретно касающейся практики испытаний стандартных образцов, учитывающей взаимодействие механизмов ползучести и МЦУ. Испытания на МЦУ с выдержкой в цикле проводились в течение многих лет, но достоверность и форма получаемой информации зависела от опыта и целей отдельных испытательных лабораторий [6–11]. Данная проблема решена выпуском стандарта ASTM E2714-13 по инициативе Института исследований в области электроэнергетики [12]. Проведение испытаний по данному стандарту является основой для оценки повреждений, накапливающихся в образцах в процессе испытаний на МЦУ и статических испытаний на длительную прочность. Последовательные испытания с различными режимами нагружения можно использовать для количественной оценки влияния предшествующей циклической деформации на разрушение по механизму ползучести или предшествующей деформации ползучести на усталостную долговечность. Более того, так как условия эксплуатации часто очень сложны, сбор всех данных нецелесообразен вследствие невозможности воспроизведения всех рабочих переменных в лабораторных условиях. Таким образом, для предсказания эксплуатационных характеристик необходима экстраполяция результатов, полученных в упрощенных условиях, а это возможно только тогда, когда методы экстраполяции количественно оценивают главные факторы, влияющих на ресурс изделия.

При проведении испытаний на МЦУ по различным режимам длительного нагружения наиболее актуален вопрос выбора длительности выдержки в цикле и частоты при контроле осевой деформации. Материалы, применяемые в энергооборудовании, металлургии, атомной технике и авиационных двигателях, испытывают знакопеременные деформации и выдержки до 100 мин и более [2, 3]. Целесообразность использования сложного высокотехнологичного сервогидравлического оборудования при указанных режимах экономически не оправдана, поэтому проведение испытаний на более простом техническом оборудовании и обновление существующих методик является актуальной задачей [13]. Цель данной работы состоит в рассмотрении возможности и целесообразности проведения испытаний по рассмотренным методикам для никелевых жаропрочных сплавов и сталей.

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

Материалы и методы

Проведен анализ американского стандарта ASTM E2714-13, регламентирующего проведение испытаний на усталость при выдержке в цикле. Американский стандарт ASTM устанавливает методы определения усталостных свойств материалов при одноосном нагружении в условиях контролируемых деформаций.

Проведен обзор исследований на МЦУ с выдержкой в цикле за период 1980–2020 гг. Информация получена из реферативных баз данных ScienceDirect (издательство Elsevier) [15], NTRS (сервер технических отчетов НАСА) [16], eLibrary (сервис РИНЦ – Российский индекс научного цитирования) [17].

Результаты и обсуждение

Форма цикла нагружения

Для оценки повреждаемости по механизмам усталости и ползучести стандарт ASTM предусматривает различные формы нагружения, которые схематично могут быть представлены в виде блок-схемы (рис. 1).

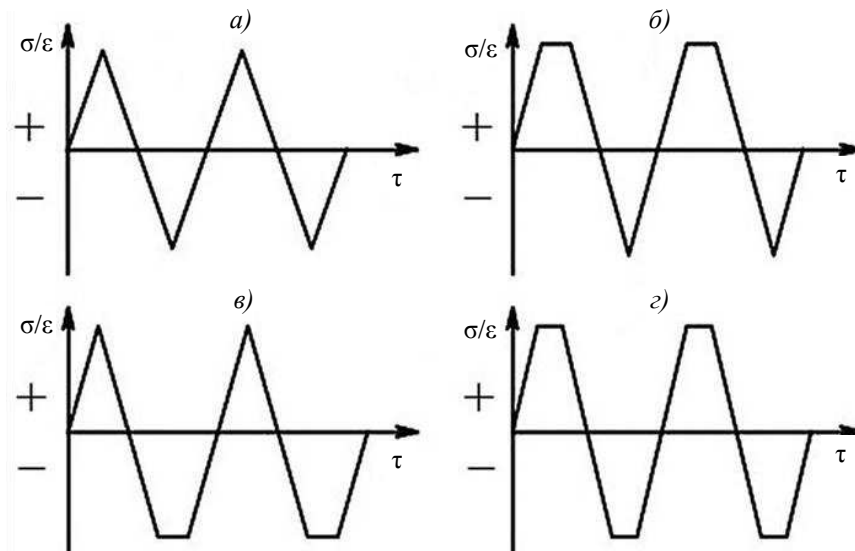


Рис. 1. Форма нагружения, при которой реализуется знакопеременная пластичность: усталость (а) и «ползучесть + усталость» с выдержкой в области растяжения (б) и сжатия (в), а также растяжения и сжатия (з)

Расчетное определение внешних нагрузок эксплуатационного цикла и термических напряжений во время теплосмен позволяет обоснованно формировать блок-схемы нагружения при испытаниях материалов на МЦУ с выдержкой в цикле.

Модели расчета повреждаемости

при взаимодействии механизмов усталости и ползучести

В целом модели расчета повреждаемости различаются по способу представления последовательности учета деформаций при циклическом и повторно-статическом нагружении. Для решения этой задачи рассматривают разрушение как процесс, развивающийся во времени. По этой причине в настоящее время широко используются модели, которые в качестве суммарного повреждения используют функции параметров цикла нагружения по механизмам усталости и ползучести, которые зависят от времени (рис. 2):

$$D_c = \sum_j \left\{ N_j \left[\frac{t_h}{t_R(\sigma_p)} \right] \right\} + \sum_j \left\{ N_j \left[\int_0^{t_h} \frac{dt}{t_R(\sigma_s)} \right] \right\},$$

$$D_f = \sum_j \left\{ N_j \left[\frac{N_j}{N_i(\Delta \varepsilon_i)} \right] \right\},$$
(1)

где D_c , D_f – функция повреждаемости при ползучести и усталости соответственно; t_h – продолжительность нагружения; $t_R(\sigma_p)$, $t_R(\sigma_s)$ – предел длительной прочности первого и второго уровня нагружения соответственно; N_j – блок нагружения; $N_i(\Delta \varepsilon_i)$ – предел малоциклового усталости на базе N_i циклов.

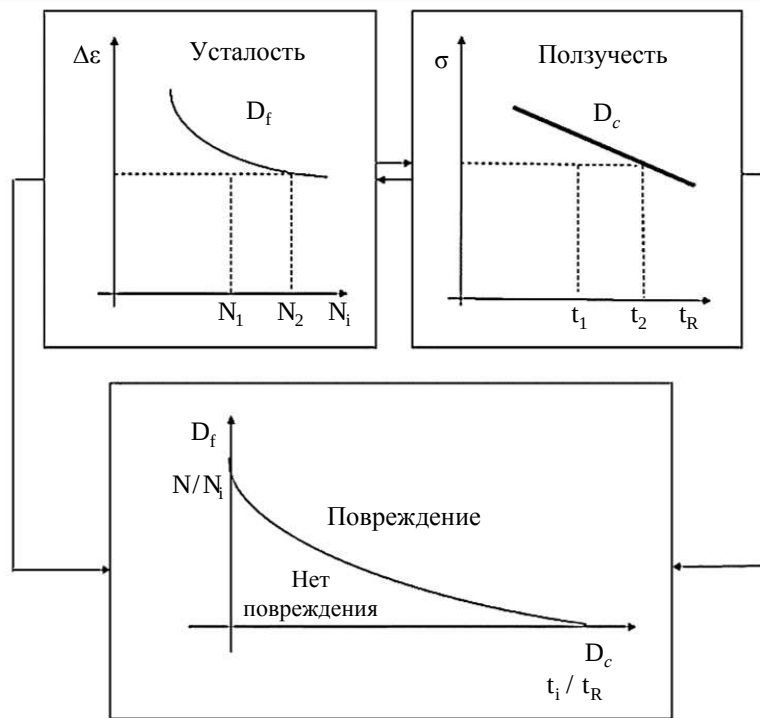


Рис. 2. Схема суммирования повреждений по механизмам усталости и ползучести

Одним из способов суммирования повреждений по механизмам усталости и ползучести является метод, в котором используют коэффициенты запаса по статической и циклической долговечности [2]. Для этого анализируют зависимость изменения во времени напряжений в типовом полетном цикле, определяют количество подциклов нагружения, средний уровень напряжений и размах деформации в каждом из них. С использованием гипотезы линейного суммирования получают соотношение для оценки долговечности $N_{\text{пц}}$ конструктивного узла ГТД:

$$N_{\text{пц}} \left(K_c \sum_{i=1}^z \frac{t_i}{t_{ip}} + K_N \sum_{i=1}^k \frac{n_i}{N_{ip}} \right) = 1,$$
(2)

где K_c , K_N – коэффициенты запаса по статической (2–2,5) и циклической (>5) прочности соответственно; t_i , t_{ip} – длительность выдержки на i -м режиме в полетном цикле и время до разрушения на таком режиме соответственно; n_i , N_{ip} – число подциклов, соответствующих i -му режиму в полетном цикле, и число циклов до разрушения в таком режиме соответственно; z , k – число режимов с выдержкой и число различных подциклов в полетном цикле соответственно.

Наиболее эффективным методом определения ресурса при высокотемпературной усталости считают метод разделения размаха деформации, который предложен в работе [18]. Данный метод базируется на представлении о том, что любую петлю гистерезиса можно описать посредством комбинации деформирования в двух направлениях (растяжения–сжатия), а также неупругой деформации двух типов (зависящей от времени – ползучести и не зависящей от времени – знакопеременной пластичности). При комбинировании двух направлений и двух типов неупругой деформации получают четыре характерных режима нагружения: $\Delta\epsilon_{pp}$ – обратимая пластичность (усталость – plastic-plastic); $\Delta\epsilon_{cc}$ – ползучесть при растяжении сменяется ползучестью при сжатии (creep-creep); $\Delta\epsilon_{cp}$ – ползучесть при растяжении сменяется пластичностью при сжатии (creep-plastic); $\Delta\epsilon_{pc}$ – пластичность при растяжении сменяется ползучестью при сжатии (plastic-creep) (рис. 3).

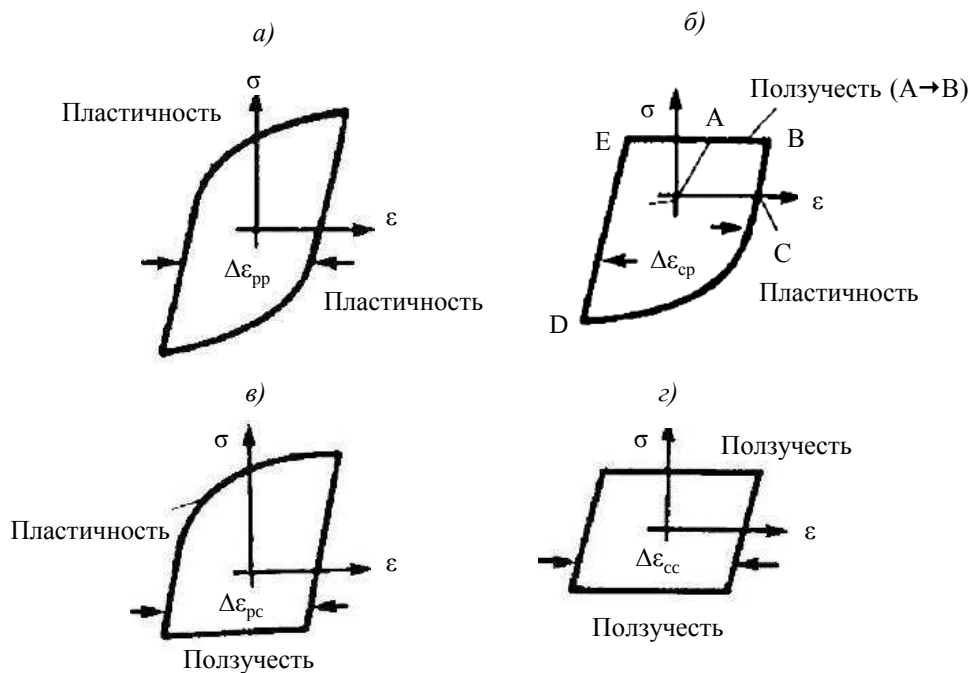


Рис. 3. Комбинации деформирования: *a* – обратимая пластичность (усталость – plastic-plastic); *б* – ползучесть при растяжении сменяется пластичностью при сжатии (creep-plastic); *в* – пластичность при растяжении сменяется ползучестью при сжатии (plastic-creep); *з* – ползучесть при растяжении сменяется ползучестью при сжатии (creep-creep). Обозначения: σ – напряжение; ϵ – деформация

Основным этапом является разделение общей диаграммы деформирования на четыре типа комбинации с получением степенного уравнения Коффина–Мэнсона для каждой из них:

$$\Delta\epsilon_{ij} = C_{ij} N_{ij}^k, \quad (3)$$

где $\Delta\epsilon_{ij}$ – размах общей деформации при *i*-м направлении деформирования (растяжение/сжатие) и *j*-м типе неупругой деформации (пластичность/ползучесть); C_{ij} , k – константы материала (параметры линии регрессии в двойных логарифмических координатах) при *i*-м направлении деформирования (растяжение/сжатие) и *j*-м типе неупругой деформации (пластичность/ползучесть); N_{ij} – количество циклов при *i*-м направлении деформирования (растяжение/сжатие) и *j*-м типе неупругой деформации (пластичность/ползучесть).

Меру общей повреждаемости представляют в виде

$$\frac{1}{N_f} = \frac{f_{pp}}{N_{pp}} + \frac{f_{cc}}{N_{cc}} + \left(\frac{f_{pc}}{N_{pc}} \leftrightarrow \frac{f_{cp}}{N_{cp}} \right), \quad (4)$$

$$f_{pp} = \frac{\Delta \varepsilon_{pp}}{\Delta \varepsilon_{in}}; f_{cc} = \frac{\Delta \varepsilon_{cc}}{\Delta \varepsilon_{in}}; f_{pc} = \frac{\Delta \varepsilon_{pc}}{\Delta \varepsilon_{in}}; f_{cp} = \frac{\Delta \varepsilon_{cp}}{\Delta \varepsilon_{in}},$$

где N_f – общая долговечность; f_{ij} – функция повреждаемости материала при i -м направлении деформирования (растяжение/сжатие) и j -м типе неупругой деформации (пластичность/ползучесть); $\Delta \varepsilon_{ij}$ – размах общей деформации при i -м направлении деформирования (растяжение/сжатие) и j -м типе неупругой деформации (пластичность/ползучесть); $\Delta \varepsilon_{in}$ – общий размах неупругой деформации.

Эффективность критерия, основанного на методе разделения деформации, проявляется при учете формы и длительности цикла, взаимного влияния растяжения и сжатия, а также расчетного соотношения двух типов неупругой деформации – пластичности и ползучести. Метод разделения деформации применен при исследовании сталей перлитного (2,25Cr–1Mo, 1Cr–1Mo–1V) и аустенитного (AISI 304, AISI 316) классов, а также сплавов на никелевой основе (Rene 80, Inconel 100) [19, 20]. В результате анализа данных в условиях длительного малоциклового нагружения получена хорошая сходимость эксперимента и расчета. Как правило, максимальная долговечность соответствует условиям процесса классической усталости ($\Delta \varepsilon_{pp}$), минимальная – условиям, при которых ползучесть при растяжении сменяется пластичностью при сжатии ($\Delta \varepsilon_{cp}$). Промежуточное положение занимают режимы, при которых ползучесть при растяжении сменяется ползучестью при сжатии ($\Delta \varepsilon_{cc}$), а пластичность при растяжении – ползучестью при сжатии ($\Delta \varepsilon_{pc}$).

Таким образом, уточнение расчетных методик при едином критерии разрушения, основанном на одновременном протекании механизмов усталости и ползучести, позволит эффективнее использовать резервы прочности конструктивных узлов.

Анализ требований, предъявляемых к образцам, оборудованию и результатам испытаний

Испытания на МЦУ с выдержкой в цикле, проводимые на гладких образцах по схеме одноосного нагружения при соответствующих температурах, размахе деформации (нагрузки) и скорости деформации (нагружения), создают условия для развития повреждений при одновременном взаимодействии механизмов ползучести и усталости. Новый стандарт ASTM E2714-13, введенный в результате инициативы Института исследований в области электроэнергетики (EPRI) [12], сочетает требования по измерению и контролю деформации и температуры, настройке соосности, а также рекомендации по обработке данных. В частности, температуру в рабочей части образца необходимо контролировать с погрешностью, не превышающей 2 °C и ± 1 % от заданного максимального значения температуры, в течение всего процесса испытаний. В целом в части разделов по требованиям к образцам и оборудованию данный стандарт повторяет требования разделов, указанных в стандарте ASTM E606. Выводы, сделанные при сравнении российского и зарубежных стандартов испытаний на усталость, приведены в работе [21]. Рассмотрение методических особенностей при классических испытаниях на усталость в части основных определений, параметров нагружения и представления результатов приведено в работах [22–25]. Особое внимание в американском стандарте

ASTM E2714-13 уделяется обработке изменчивости механической петли гистерезиса после испытаний, так как при данном нагружении помимо переходных процессов циклического упрочнения или разупрочнения реализуются процессы релаксации напряжений и ползучести.

Испытания на МЦУ с выдержкой в цикле могут проводиться при управлении по нагрузке или деформации. Форма упругопластического гистерезиса при этом кардинально различается (рис. 4). При «жестком» нагружении с выдержкой в цикле реализуются процессы релаксации напряжений, при «мягком» – процессы ползучести.

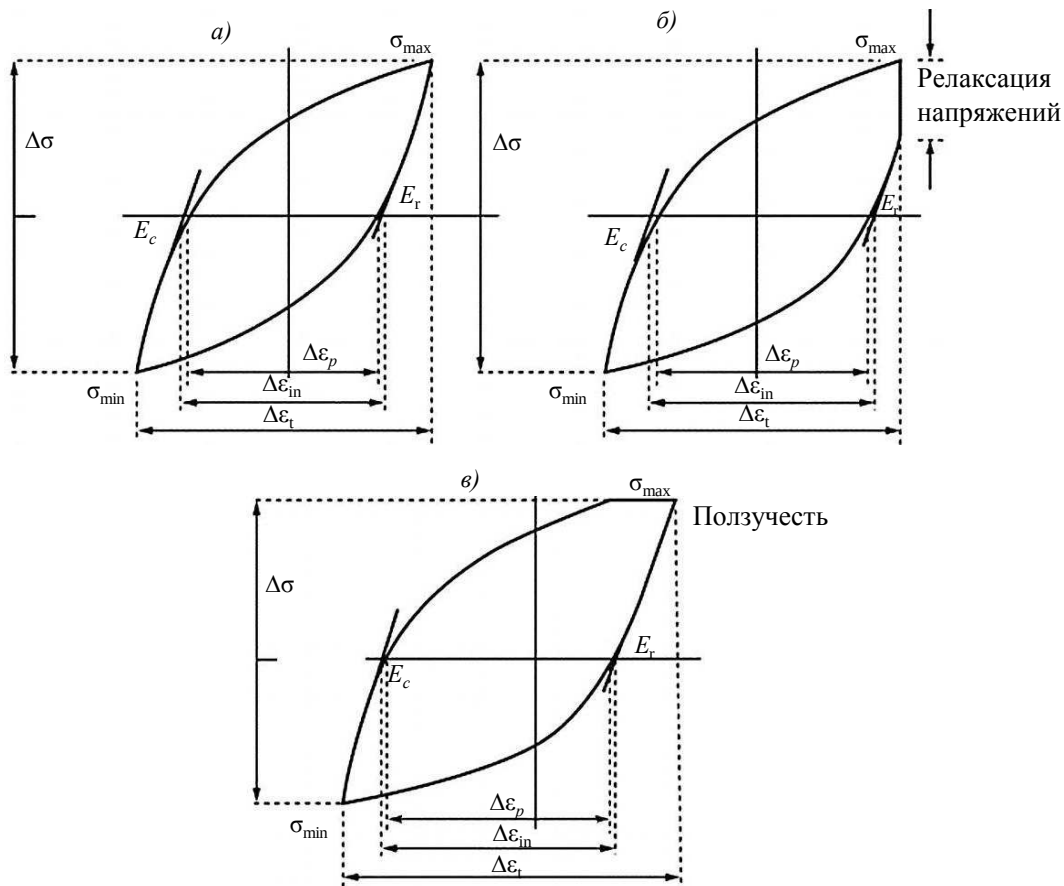


Рис. 4. Форма упругопластического гистерезиса при малоциклового усталости (МЦУ; *а*) и при МЦУ с выдержкой при «жестком» (*б*) и «мягком» цикле (*в*). Обозначения: E_r , E_c – нормальный модуль упругости при растяжении и сжатии соответственно; σ , $\Delta\sigma$, $\sigma_{\max}$, $\sigma_{\min}$ – напряжение, размах напряжений, максимальное и минимальное напряжения соответственно; $\Delta\epsilon_{in}$, $\Delta\epsilon_p$, $\Delta\epsilon_t$ – размах неупругой деформации, размах пластической деформации, размах общей деформации соответственно

При управлении по деформации образцов на МЦУ изменчивость упругопластического деформирования характеризуется удовлетворительной воспроизводимостью и исключает переходные процессы накопления односторонних деформаций, которые приводят к упрочнению и последующему разупрочнению. Преимущество режима управления по деформации («жесткий» режим) при испытании лабораторных образцов обусловлено еще и тем, что в реальных конструкциях в зонах действия максимальных напряжений реализуется схема нагружения, в большей степени соответствующая «жесткому» режиму циклического нагружения.

Обзор исследований на малоцикловую усталость с выдержкой в цикле

Для оценки влияния характерных для дисков турбин особенностей формы цикла нагружения (закона изменения во времени напряжений) на характеристики МЦУ проведена серия экспериментов с использованием лабораторных образцов в АО «ОДК-Авиадвигатель» [11]. В работе рассмотрены два варианта цикла нагружения: треугольный цикл типа 0–max–0 (рис. 5, а) и М-образный цикл 0–max–min–max–0 (рис. 5, б).

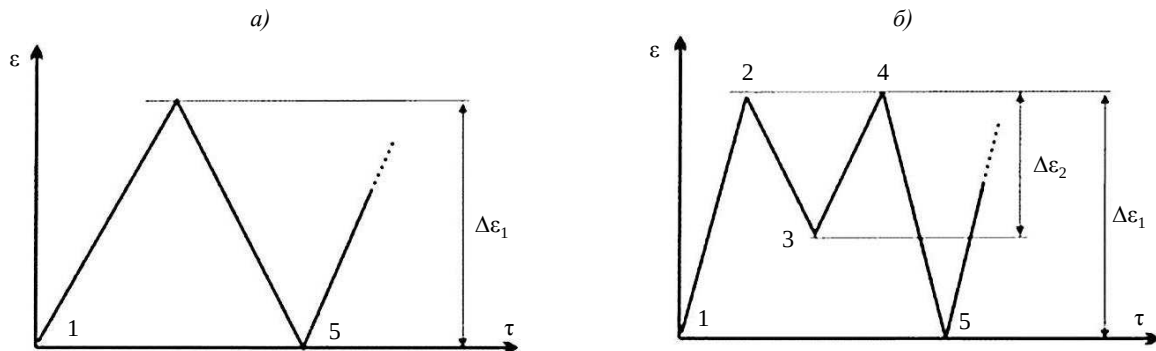


Рис. 5. Варианты цикла нагружения (а – треугольного; б – М-образного) при испытаниях на малоцикловую усталость

Установлено, что при одинаковом размахе деформаций $\Delta\epsilon_1$ долговечность в случае М-образного цикла нагружения меньше, чем для треугольного за счет повреждения, получаемого в подцикле с размахом $\Delta\epsilon_2$. Это различие увеличивается с ростом циклической долговечности и составляет 15–30 %.

В работе специалистов ПАО «ОДК-Сатурн» [9] проведены исследования влияния на долговечность увеличения длительности отнулевого цикла нагружения образцов с выдержкой на максимальном и минимальном уровнях: $\tau_{\max} = 120$ с и $\tau_{\min} = 60$ с. Экспериментальные исследования проводили при эксплуатационной температуре на стандартных круглых образцах из материала ЭП609Ш ($\sigma_{\text{пл}} = 600$ МПа, $\sigma_{0,2} = 686$ МПа, $\sigma_b = 743$ МПа), используемого для изготовления дисков компрессора высокого давления. При анализе результатов испытаний отмечено явление циклического упрочнения, заключающегося в увеличении пластических свойств (относительного сужения ψ материала), циклической и статической долговечности при напряжениях, существенно превышающих предел текучести. Гипотеза о линейном суммировании статической и циклической составляющих повреждений не подтвердилась, так как при проведении испытания по режиму «мягкого» цикла в материале наблюдаются переходные процессы накопления односторонних деформаций, приводящие к упрочнению и последующему разупрочнению.

В обзорной статье по высокотемпературной усталости с выдержкой в цикле приведены диаграммы чувствительности нескольких марок жаропрочных никелевых сплавов: Mar M002, Waspaloy, Rene 95, Rene 80, Inconel 617 [8]. Диаграмма чувствительности сплава MAR M002 (рис. 6, а) описывает его поведение при высокотемпературной усталости при температурах 750, 850, 1000 и 1040 °С и длительности выдержки от 20 до 300 с. При температуре 750 °С нормализованная усталостная долговечность (отношение усталостной долговечности при регулярном нагружении к усталостной долговечности с выдержкой в цикле) при выдержке 20 с в области сжатия составила 0,25, в области растяжения 0,8, в области симметричного «растяжения–сжатия» 0,71. При температуре 850 °С весь диапазон нормализованной усталостной долговечности составил от 0,92 до 2,66. Значения нормализованной усталостной долговечности для

выдержки в области сжатия схожи со значениями в области «растяжения–сжатия» с небольшой разницей, заключающейся в повышенной повреждаемости материала при этом процессе. При температуре 1040 °C выдержка в области сжатия оказала сопоставимое с нагружением без выдержки влияние на усталостную долговечность. Диаграмма чувствительности сплава Inconel 617 (рис. 6, б) описывает его поведение при высокотемпературной усталости при температуре 950 °C и длительности выдержки от 5 до 7200 с. Наименьшей долговечностью характеризуется режим нагружения с выдержкой в области растяжения и длительностью 7200 с. По мере уменьшения продолжительности выдержки в области растяжения долговечность увеличивается. При симметричной выдержке в области растяжения и сжатия длительностью 30 с мера повреждаемости оказалась самой минимальной.

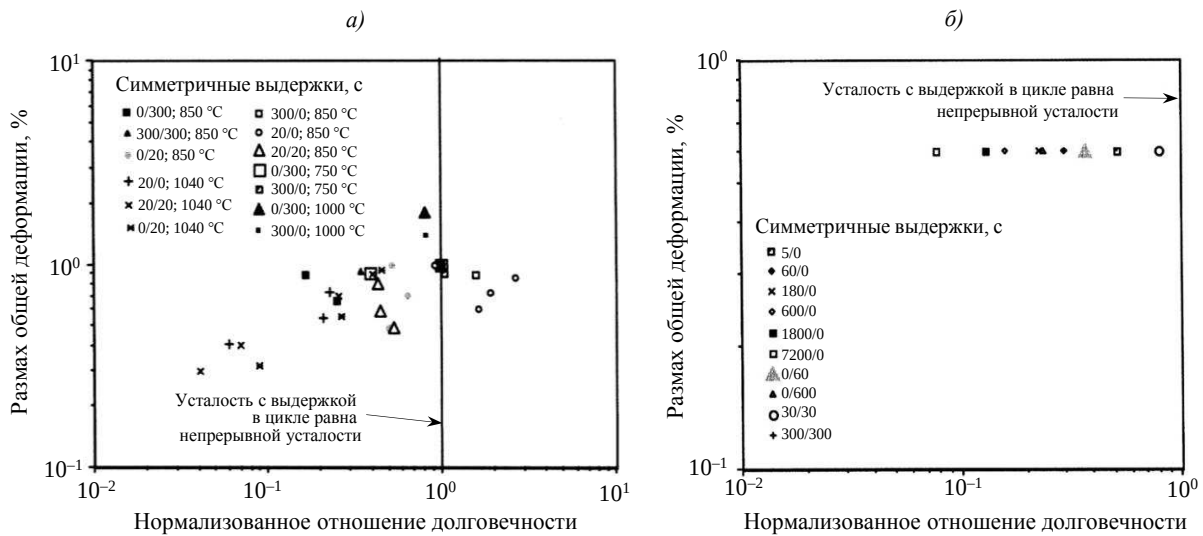


Рис. 6. Диаграмма чувствительности к выдержке сплавов MAR M002 (а) и Inconel 617 (б)

Диаграмма чувствительности сплава Waspaloy (рис. 7, б) описывает его поведение при высокотемпературной усталости при температуре 750 °C и длительности выдержки от 30 до 100 с. При нормализованной усталостной долговечности от 0,2 до 0,4 диапазону общей деформации от 0,3 до 1 % принадлежат все результаты испытаний по различным режимам выдержек при указанной температуре. Для выдержки длительностью 30 с в области растяжения наблюдается асимптотическое стремление меры повреждаемости от 0,6 к 0,35 при уменьшении общей деформации с 1 до 0,2 %, что указывает на уменьшение влияния выдержки в области растяжения при малых уровнях общей деформации. Для случая симметричных выдержек в области растяжения и сжатия наблюдается почти линейная зависимость увеличения нормализованной усталостной долговечности от увеличения общей деформации. При нагружении, в котором реализована комбинация выдержки 100 с в области растяжения и 10 с в области сжатия, мера повреждаемости больше, чем при нагружении с выдержкой 30 с в области сжатия, что указывает на заживающий эффект выдержки в области сжатия. При выдержке 30 с в области сжатия усталостная долговечность оказалась самой минимальной. Диаграмма чувствительности сплава Rene 95 для лопаток (рис. 7, а) описывает его поведение при высокотемпературной усталости при температуре 650 °C и длительности выдержки от 60 до 600 с с различной скоростью нагружения. По сравнению со сплавом Waspaloy у сплава Rene 95 наблюдаются практически те же особенности меры повреждаемости, с той лишь разницей, что испытания проведены при более высоких уровнях

общей деформации. При увеличении скорости деформирования проявляется сильное влияние на усталостную повреждаемость при длительных симметричных выдержках (600 с/600 с) – при скорости $0,69 \text{ с}^{-1}$ мера повреждаемости больше, чем при скорости $1,5 \text{ с}^{-1}$.

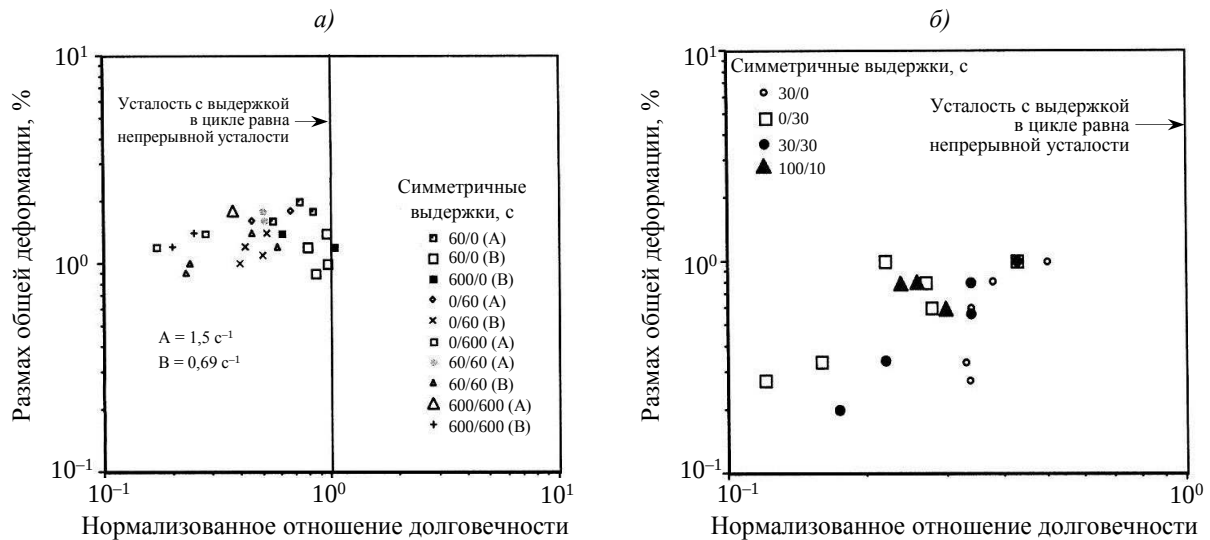


Рис. 7. Диаграмма чувствительности к выдержке сплавов Rene 95 (а) и Waspaloy (б)

Диаграмма чувствительности сплава Rene 80 (рис. 8) описывает его поведение при высокотемпературной усталости при температурах 871 и 1000 °С и длительности выдержки от 47 до 200 с. При температуре 871 °С наибольшей долговечностью характеризуются режимы нагружения с выдержкой в области растяжения и симметричной выдержкой в области растяжения и сжатия, наименьшей долговечностью – режимы нагружения с различными по времени выдержками в области сжатия и продолжительными (>190 с) выдержками в области растяжения. При температуре 1000 °С режим с выдержкой 120 с в области растяжения оказался наиболее повреждающим.

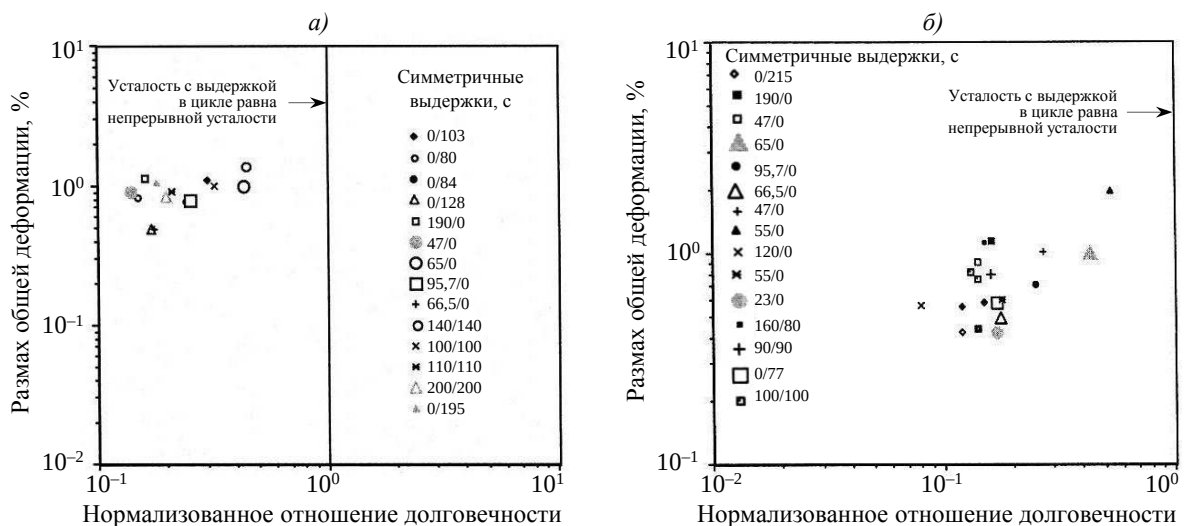


Рис. 8. Диаграмма чувствительности к выдержке сплава Rene 80 при температурах 871 (а) и 1000 °С (б)

*Фрактографические исследования высокотемпературной
усталости с выдержкой в цикле*

В рамках гранта DMR-052131 [26] Министерства энергетики США проводилась разработка оптимальной микроструктуры сплава Inconel 617 для сопротивления высокотемпературной усталости с длительными выдержками в цикле. Испытания на МЦУ проводили при температуре 950 °С с длительностью выдержки от 1800 до 9000 с при максимальной деформации в области растяжения. Синусоидальное нагружение общей деформации проводили при симметричном цикле. Существенное повреждающее влияние длительности выдержки при высокой температуре проявляется в образовании оксидов различной морфологии, расположенных по границам зерен. В качестве информации для описания деградации структуры в работе [26] приводятся данные о продолжительности испытания, толщине образовавшихся оксидов и протяженности поверхностных трещин.

Для анализа распределения трещин в объеме образца испытания прерывали для фиксации состояния при ресурсе 50, 90 и 95 % от общей долговечности. По данным, полученным при непрерывном циклическом нагружении, установлено, что приблизительно половина циклической долговечности расходуется на возникновение трещины. При циклическом нагружении с длительными выдержками наблюдается образование коротких поверхностных трещин, при этом образование магистральной трещины наблюдается при ресурсе 75 % от общей долговечности. Условие, регулирующее скорость разрушения при ползучести и усталости, должно учитывать:

- распространение короткой трещины, обогащенной оксидами и образующейся на начальной стадии;
- рост и объединение внутриграницных пор при ползучести (релаксации напряжений);
- комбинацию вышеуказанных условий.

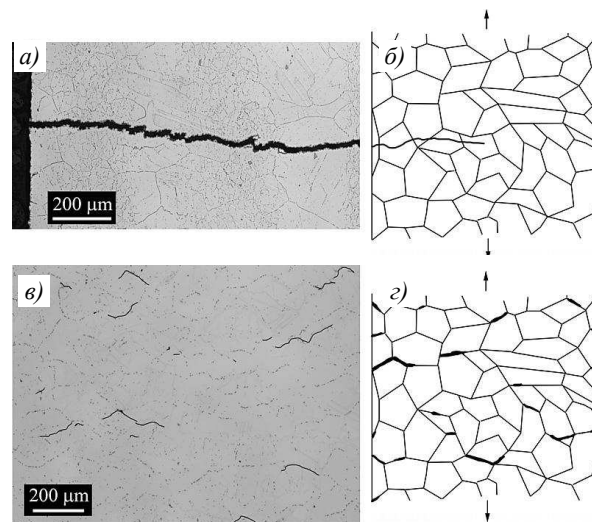


Рис. 9. Фрактографическое изображение при регулярном усталостном нагружении (а) с амплитудой деформации 0,3 % при температуре 950 °С и его схематичное представление (б), а также фрактографическое изображение при усталостном нагружении с выдержкой 9000 с (в) с амплитудой деформации 1 % при температуре 950 °С и его схематичное представление (г)

Приводя детальное описание фрактографических снимков (рис. 9) разрушений в условиях МЦУ, разработчики сплава Inconel 718 с новой текстурой указывают [26], что при действии растягивающей деформации ползучести происходит рост круглых пор,

которые в условиях знакопеременной деформации превращаются в плоские трещины и, как результат, вызывают появление локальных центров концентрации напряжений на границах зерен, приводящих к ускоренному разрушению.

На процессы разрушения при рассмотрении температурных эффектов во времени также оказывает влияние среда испытания (воздух/вакуум). Среди основных выводов, сделанных по результатам сравнительных испытаний на воздухе и в вакууме, следует отметить наиболее важные:

- сопротивление усталости в вакууме больше, чем на воздухе;
- выдержка в области сжатия при испытаниях в вакууме не оказывает влияния на сопротивление усталости;
- снижение долговечности в вакууме наблюдается при длительных выдержках в области растяжения и пропорционально увеличению размаха деформации.

В работах [8, 19, 20] для жаропрочных никелевых сплавов и сталей отмечено, что механизм ускорения стадии образования трещин вследствие повреждения поверхностных оксидных пленок является преобладающим. Дальнейшее развитие зародышевых дефектов зависит от предыдущего состояния системы (свойство автотемпературности процесса накопления повреждений).

Заключения

Представленная часть обзора по исследованию МЦУ с выдержкой в цикле жаропрочных металлических материалов является лишь введением в этот актуальный раздел механики поврежденности. Показано, что отличительной чертой МЦУ с выдержкой в цикле является влияние вида нагружения («жесткий»/«мягкий» цикл) на протекающие процессы релаксации напряжений или ползучести. При анализе накопления повреждений по механизмам длительного статического и циклического нагружения уточнение расчетных методик при едином критерии разрушения позволит эффективнее использовать резервы прочности конструктивных узлов. Приведенный обзор научно-технической литературы, который не может быть исчерпывающим вследствие большого количества проводимых исследований, позволяет предположить, что экспериментальные результаты, полученные по методу ASTM E2714-13, имеют цель верифицировать теоретические идеи континуальной механики поврежденности, которые развиваются путем создания математических моделей накопления повреждений на макро-, мезо- и микроуровнях. Дальнейшее развитие механики поврежденности будет зависеть от эффективности комплекса вычислительных программ, у которых в качестве определяющих соотношений будут использованы меры поврежденности, сочетающих процессы усталости и ползучести.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов. М.: Машиностроение, 1998. 464 с.
2. Иноземцев А.А., Нихамкин М.А., Сандрацкий В.Л. Газотурбинные двигатели. М.: Машиностроение, 2007. 204 с.
3. Когаев В.П. Расчеты на прочность при напряжениях, переменных во времени. М.: Машиностроение, 1993. 364 с.
4. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2 (14). С. 16–21.
5. Махутов Н.А. Прочность и безопасность. Фундаментальные и прикладные исследования. Новосибирск: Наука, 2008. 528 с.
6. Sulak I., Obrtlík K. Effect of tensile dwell on high-temperature low-cycle fatigue and fracture behaviour of cast superalloy MAR-M247 // Engineering Fracture Mechanics. 2017. Vol. 185. P. 92–100. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2017.04.002.

7. Sun L., Bao X.-G., Guo S.-G. et al. The creep-fatigue behavior of a nickel-based superalloy: Experiments study and cyclic plastic analysis // *International Journal of Fatigue*. 2021. Vol. 147. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2021.106187.
8. Goswami T., Hanninen H. Dwell effects on high temperature fatigue behavior. Part I // *Materials and Design*. 2001. Vol. 22. Is. 3. P. 199–215.
9. Букатый С.А., Округин А.А. Исследование циклической долговечности материала в условиях малоциклового усталости и длительной прочности // *Вестник Самарского государственного аэрокосмического университета*. 2014. № 5 (47), ч. 4. С. 142–150.
10. Manson S.S., Halford G.R., Hirschberg M.H. Creep-fatigue analysis by strain-range partitioning // *Technical paper. National Pressure Vessel and Piping Conference*. San Francisco, 1971. P. 1–17.
11. Иноземцев А.А., Ратчиев А.М., Нихамкин М.Ш. и др. Малоцикловая усталость и циклическая трещиностойкость никелевого сплава при нагружении, характерном для дисков турбин // *Тяжелое машиностроение*. 2011. № 4. С. 30–33.
12. ASTM E2714-13. Standard Test Method for Creep-Fatigue Testing. ASTM International, 2020. DOI: 10.15.20/E2714-13R13.
13. Каблов Е.Н. Роль фундаментальных исследований при создании материалов нового поколения // *Тез. докл. XXI Менделеевского съезда по общей и прикладной химии: в 6 т. СПб.*, 2019. Т. 4. С. 24.
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. База данных ресурсов издательства Elsevier. URL: <https://www.sciencedirect.com> (дата обращения: 20.10.2021).
16. База данных технических отчетов Национального управления по авиации и исследованию космического пространства (NASA). URL: <https://ntrs.nasa.gov> (дата обращения: 20.10.2021).
17. База данных ресурсов РИНЦ. URL: <https://www.elibrary.ru> (дата обращения: 20.10.2021).
18. Manson S.S., Halford G.R. *Fatigue and Durability of Structural Materials*. ASM International, 2006. 456 p.
19. Morishita M., Asada Y., Ispikawa A. An Evaluation of Creep-Fatigue of 304 Stainless Steel in Very Vacuum Environment // *Bulletin of ASME*. 1985. Vol. 6. No. 235. P. 7–12.
20. Miller D.A., Priest R.H., Ellison E.G. A Review of Material response and life prediction techniques under fatigue creep loading conditions // *Journal of High Temperature and Process*. 1984. Vol. 6. No. 3, 4. P. 155–194.
21. Беляев М.С., Хвацкий К.К., Горбовец М.А. Сравнительный анализ российского и зарубежных стандартов испытаний на усталость металлов // *Труды ВИАМ*. 2014. № 9. Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-9-11-11.
22. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 1. Основные определения, параметры нагружения, представление результатов испытаний // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-59-70.
23. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 2. Анализ уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина. Методики испытаний и обработки результатов // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 1 (62). Ст. 08. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.12.2021). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-80-94.
24. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Рыжков П.В. Оборудование для проведения испытаний на малоцикловую усталость при «жестком» цикле нагружения // *Труды ВИАМ*. 2018. № 9 (69). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-51-60.

25. Луценко А.Н., Славин А.В., Ерасов В.С., Хвацкий К.К. Прочностные испытания и исследования авиационных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 5. С. 527–546. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-527-546.
26. Carroll L.J., Cabet C., Carroll M.C., Wright R.N. The development of microstructural damage during high temperature creep – fatigue of a nickel alloy // *International Journal of Fatigue*. 2013. Vol. 47. P. 115–125. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2012.07.016.

References

1. Kablov E.N., Golubovsky E.R. Heat resistance of nickel alloys. Moscow: Mashinostroenie, 1998, 464 p.
2. Inozemtsev A.A., Nikhhamkin M.A., Sandratsky V.L. Gas turbine engines. Moscow: Mashinostroenie, 2007, 204 p.
3. Kogaev V.P. Calculations for strength at stresses that are variable in time. Moscow: Mashinostroenie, 1993, 364 p.
4. Kablov E.N. Materials of a new generation – the basis of innovation, technological leadership and national security of Russia. *Intellect i tekhnologii*, 2016, no. 2 (14). pp. 16–21.
5. Makhutov N.A. Strength and safety. Fundamental and applied research. Novosibirsk: Nauka, 2008, 528 p.
6. Sulak I., Obrtlík K. Effect of tensile dwell on high-temperature low-cycle fatigue and fracture behavior of cast superalloy MAR-M247. *Engineering Fracture Mechanics*, 2017, vol. 185, pp. 92–100. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2017.04.002.
7. Sun L., Bao X.-G., Guo S.-G. et al. The creep-fatigue behavior of a nickel-based superalloy: Experiments study and cyclic plastic analysis. *International Journal of Fatigue*, 2021, vol. 147. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2021.106187.
8. Goswami T., Hanninen H. Dwell effects on high temperature fatigue behavior. Part I. *Materials and Design*, 2001, vol. 22, is. 3, pp. 199–215.
9. Bukaty S.A., Okrugin A.A. Study of the cyclic durability of the material under conditions of low-cycle fatigue and long-term strength. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo aerokosmicheskogo universiteta*, 2014, no. 5 (47), part 4, pp. 142–150.
10. Manson S.S., Halford G.R., Hirschberg M.H. Creep-fatigue analysis by strain-range partitioning. Technical paper. National Pressure Vessel and Piping Conference. San Francisco, 1971, pp. 1–17.
11. Inozemtsev A.A., Ratchiev A.M., Nikhamkin M.Sh. Low-cycle fatigue and cyclic crack resistance of a nickel alloy under loading characteristic of turbine disks. *Tyazheloe mashinostroenie*, 2011, no. 4, pp. 30–33.
12. ASTM E2714-13. Standard Test Method for Creep-Fatigue Testing. ASTM International, 2020. DOI: 10.15.20/E2714-13R13.
13. Kablov E.N. The role of fundamental research in the creation of new generation materials. Reports of XXI Mendelev Congress on General and Applied Chemistry: in 6 vols. St. Petersburg, 2019, vol. 4, p. 24.
14. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
15. Elsevier Publishing Resource Database. Available at: <https://www.sciencedirect.com> (accessed: October 20, 2021).
16. National Aeronautics and Space Administration (NASA) Technical Reports Database. Available at: <https://ntrs.nasa.gov> (accessed: October 20, 2021).
17. Database of RSCI resources. Available at: <https://www.elibrary.ru> (accessed: October 20, 2021).
18. Manson S.S., Halford G.R. Fatigue and Durability of Structural Materials. ASM International, 2006. 456 p.
19. Morishita M., Asada Y., Ispikawa A. An Evaluation of Creep-Fatigue of 304 Stainless Steel in Very Vacuum Environment. *Bulletin of ASME*, 1985, vol. 6, no. 235, pp. 7–12.

20. Miller D.A., Priest R.H., Ellison E.G. A Review of Material response and life prediction techniques under fatigue creep loading conditions. *Journal of High Temperature and Process*, 1984, vol. 6, no. 3, 4, pp. 155–194.
21. Belyaev M.S., Khvatskiy K.K., Gorbovets M.A. Comparative analysis of national standards of RF and the USA on methods of metals fatigue testing. *Trudy VIAM*, 2014, no. 9, paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 21, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-9-11-11.
22. Erasov V.S., Oreshko E.I. Fatigue tests of metal materials (review). Part 1. Main definitions, loading parameters, representation of results of tests. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-59-70.
23. Erasov V.S., Oreshko E.I. Tests for fatigue of metal materials (review). Part 2. Analysis of the Basquin–Manson–Coffin equation. Methods of testing and processing of results. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), paper no. 08. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 12, 2021). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-1-80-94.
24. Gorbovets M.A., Khodinev I.A., Ryzhkov P.V. Equipment for testing carrying out the strain-controlled low-cycle fatigue. *Trudy VIAM*, 2018, no. 9 (69), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 3, 2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-51-60.
25. Lutsenko A.N., Slavin A.V., Erasov V.S., Khvackij K.K. Strength tests and researches of aviation materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 527–546. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-527-546.
26. Carroll L.J., Cabet C., Carroll M.C., Wright R.N. The development of microstructural damage during high temperature creep – fatigue of a nickel alloy. *International Journal of Fatigue*, 2013, vol. 47, pp. 115–125. DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2012.07.016.

Информация об авторах

Горбовец Михаил Александрович, заместитель начальника Испытательного центра, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Ходинев Иван Александрович, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Карашаев Мухамед Муаедович, ведущий инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Рыжков Петр Валерьевич, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Mikhail A. Gorbovets, Deputy Head of Testing Center, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ivan A. Hodinev, Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Muhammed M. Karashaev, Leading Engineer, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Petr V. Ryzhkov, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 15.02.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 16.02.2022.

The article was submitted 15.02.2022; approved and accepted for publication after reviewing 16.02.2022.

Научная статья

УДК 621.833: 621.852

DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-138-146

**МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ
КОРРОЗИОННО-МЕХАНИЧЕСКОГО РАЗРУШЕНИЯ
И НАВОДОРОЖИВАНИЯ МЕТАЛЛОВ (обзор). Часть 2. Образование
пассивных пленок и сероводородное растрескивание сталей**

А.Б. Лаптев¹, Л.И. Закирова¹, О.А. Загорских¹, М.Р. Павлов¹, М.А. Горбовец¹

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru

Аннотация. Рассмотрены основные стадии процесса образования защитных пассивных пленок на стали в условиях сероводородсодержащей среды и разрушения металлических материалов при одновременном воздействии коррозионной среды и механических нагрузок. Приведены основные теории и практические результаты определения изменения механических характеристик стали при воздействии коррозионной среды и механических нагрузок. В качестве основных критериев коррозионного разрушения материалов приняты значения относительного сужения, относительного удлинения и предела прочности при медленном растяжении.

Ключевые слова: коррозионно-механическое разрушение, сероводородное растрескивание, наводороживание металла, водородная хрупкость, медленное растяжение, развитие трещины, коррозионная среда

Для цитирования: Лаптев А.Б., Закирова Л.И., Загорских О.А., Павлов М.Р., Горбовец М.А. Методы исследования процессов коррозионно-механического разрушения и наводороживания металлов (обзор). Часть 2. Образование пассивных пленок и сероводородное растрескивание сталей // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-138-146.

Scientific article

**METHODS OF INVESTIGATION OF THE PROCESSES
OF CORROSION-MECHANICAL DESTRUCTION AND HYDROGENATION
OF METALS (review). Part 2. Formation of passive films and hydrogen
sulfide cracking of steels**

A.B. Laptev¹, L.I. Zakirova¹, O.A. Zagorskikh¹, M.R. Pavlov¹, M.A. Gorbovet's¹

¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru

Abstract. Considers the main stages of the process of formation of protective passive films on steel in a hydrogen sulfide-containing environment and the destruction of metal materials under the simultaneous influence of a corrosive environment and mechanical loads. The main theories and practical results of determining changes in the mechanical characteristics of steel under the influence of a corrosive environment and mechanical loads are presented. As the main criteria for corrosion destruction of materials taken values relative narrowing, relative elongation, and the strength limit during slow tension.

Keywords: corrosion-mechanical destruction, hydrogen sulfide cracking, metal hydrogenation, hydrogen brittleness, slow stretching, crack development, corrosive environment

For citation: Laptev A.B., Zakirova L.I., Zagorskikh O.A., Pavlov M.R., Gorbovet's M.A. Methods of investigation of the processes of corrosion-mechanical destruction and hydrogenation of metals (review). Part 2. Formation of passive films and hydrogen sulfide cracking of steels. Trudy VIAM, 2022, no. 5 (111), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-138-146.

Введение

Одна из главных причин коррозии под напряжением и коррозионного растрескивания в агрессивных средах является наличие внешних приложенных растягивающих напряжений. Эти напряжения затрудняют образование пассивной пленки или приводят к ее разрыву в наиболее напряженном месте, вследствие чего возникает активное состояние поверхности. Механизм данного процесса описан теорией механохимического и хемомеханического эффекта изменения потенциала поверхности вследствие действия внешних растягивающих нагрузок в первой части данной статьи.

В случаях, когда внутренние растягивающие напряжения велики (пример – высокопрочные мартенситные стали), коррозионные трещины в агрессивных средах могут образовываться самопроизвольно при отсутствии извне приложенных растягивающих напряжений. Это явление принято называть самопроизвольным коррозионным растрескиванием сталей и сплавов.

Локальные коррозионные повреждения, возникающие вследствие коррозии на дефектных участках поликристалла (которые характеризуются наименьшей анодной поляризуемостью), приводят к дополнительному усилению концентрации напряжений на этих участках; процесс локальной коррозии интенсифицируется.

Коррозионные процессы вносят вклад как в образование локальных коррозионных повреждений в начальный период, так и в кинетику образования и развития трещин.

При значительной катодной поляризации от постороннего источника и в результате электрохимической неоднородности поверхности на пассивирующихся сталях и сплавах (таких как алюминиевые, титановые и др.) может идти процесс наводороживания, повышается чувствительность к растрескиванию в результате значительного снижения пластичности металла. Необходимо учитывать, что в трещинах будет происходить изменение значений pH, которые будут влиять на скорость развития трещины в ее вершине. В ряде случаев может измениться процесс деполяризации, который сопровождается выделением водорода.

Создаваемые на поверхности пассивные защитные пленки препятствуют процессам коррозии, но при изменении термодинамических условий, химического состава среды и действии механических нагрузок могут разрушаться. Разрушение пассивной пленки приводит к появлению локальных очагов коррозии, которые наиболее опасны из-за отсутствия внешних проявлений и значительного снижения ресурсных характеристик – например, усталостной долговечности [1–4].

Рассмотрим некоторые пути противодействия коррозионному растрескиванию:

- легирование сталей и сплавов с целью пассивации не только тела зерен и блочных структур, но и «надрезов» – перевод всех участков металла в пассивное состояние с близкими скоростями растворения;
- создание гетерогенных сталей и сплавов, блокирующих развитие надрезов и трещин;
- изменение напряженного состояния металла (снижение растягивающих напряжений, создание напряжений сжатия), повышение или снижение (в условиях перепассивации) окислительно-восстановительного потенциала с целью предотвращения локальных коррозионных повреждений, изменение состава среды (введение ингибиторов) и др.

В настоящее время наиболее полно изучено поведение стали в сероводородных средах, в которых на поверхности металла образуется пассивная пленка сульфида железа. Сульфидная пленка на стали имеет несколько вариантов кристаллической структуры – марказит, пирит (FeS_2), кансит и троилит (FeS_{2-3}). Пленка марказита и пирита образует прочный поверхностный слой и пассивирует металл, а троилит, и особенно кансит, имеют пористую структуру и незначительно снижают скорость коррозии [5].

При растворении железа на анодном участке (под пленкой кансита) на катодном (под пленкой пирита) деполяризация происходит путем выделения атомарного водорода. В случае плотной поверхностной пленки пирита или марказита атомарный водород равновероятно выходит через пленку в коррозионную среду и/или проникает внутрь кристаллической решетки стали. Данный процесс – окклюзия водорода и его молизация в металле – называется наводороживанием [6].

Прочность и деформируемость металлических деталей зависят от той среды, в которой они находятся. Под влиянием внешней среды металл детали может становиться более пластичным или более хрупким, прочность его может уменьшаться или возрастать. Иногда достаточно микроскопических добавок некоторых веществ во внешнюю среду, чтобы существенно изменить прочность детали [7].

Сопротивление сталей сероводородному растрескиванию

Недостатки традиционных методов ускоренных испытаний отсутствуют в коррозионных испытаниях при медленном растяжении. Анализ опубликованных работ показал высокий процент использования метода медленного растяжения при оценке коррозионного растрескивания: постоянную нагрузку используют 43 % испытателей, медленное растяжение – 35 %.

Медленная скорость деформации позволяет полностью имитировать условия эксплуатации реальных конструкций [8–10], что достигается при максимальной скорости деформации образца при растяжении 10^{-5} с^{-1} и появлении первых трещин на образце при деформации не более 2 % [11]. Рост трещины происходит со скоростью в среднем $10^{-6}–10^{-3} \text{ мм} \cdot \text{с}^{-1}$ и позволяет завершиться процессам диффузии коррозионной среды в вершину трещины, реакциям анодного растворения металла и катодного выделения водорода, а также потере пластичности металла образца. По данным работы [12] при изменении внутреннего давления в трубопроводах может иметь место деформация стали со скоростью $10^{-6}–10^{-7} \text{ с}^{-1}$, способствующая повышению склонности к растрескиванию.

Испытания на медленное растяжение применяют при коррозионном растрескивании различных металлических сплавов в широком диапазоне коррозионных сред, при температурах от 20 до 570 °C [13–15]. В то же время имеется утверждение [16] о неправомерности пересчета характеристик коррозионного растрескивания, получаемых в ходе испытаний с медленным растяжением. Следует отметить, что, несмотря на многообразие теоретических представлений о микропроцессах при коррозионном растрескивании, исследователи до настоящего времени судят о его механизме по результирующим проявлениям сложно взаимодействующих и труднопредсказуемых микропроцессов, фиксируемых в процессе испытаний с помощью электрохимических и металлофизических методов, а также методов неразрушающего и разрушающего контроля.

Авторы работы [17] с учетом результатов испытаний образцов стали A517 марки Р подтверждают вывод о том, что при медленном растяжении характер коррозионного растрескивания идентичен наблюдаемому характеру коррозионного растрескивания стали в эксплуатационных условиях. Результаты испытаний алюминиевого сплава марки 7075 [18] и углеродистых сталей методами постоянного нагружения и медленного растяжения дают близкие значения параметров коррозионного растрескивания.

Сопротивление нержавеющей стали коррозионному растрескиванию в хлорид-содержащей среде при температуре 290 °C определяли при постоянной нагрузке и постоянной скорости деформирования $2,8 \cdot 10^{-6} \text{ с}^{-1}$ образцов из стали марки 304, отожженной в течение 1 ч при температуре 1039 °C с последующей закалкой в воде. Другие образцы получали быстрым охлаждением прутка из стали марки 304, проплавленного неплавящимся электродом [19]. При фрактографическом исследовании изломов образцов однофазной и двухфазной сталей после испытаний обоими методами обнаружено, что характер разрушения одинаков и носит транскристаллитный характер.

Авторы работы [20] оценивали влияние скорости деформирования и твердости трубной стали типа 5 LX-X65CR на склонность к водородному охрупчиванию. Эксперименты проводили при скоростях деформирования от 10^{-3} до 10^{-7} с $^{-1}$ и для сравнения – при постоянном нагружении, составляющем от 26 до 120 % предела текучести сталей. Склонность к водородному охрупчиванию образцов при медленном растяжении оценивали по их относительному сужению (ψ_c), а при постоянной нагрузке – по величине поперечных напряжений (σ_n) на базе 500 ч. Отмечается достаточная корреляция результатов испытаний, полученных в обоих случаях.

Для оценки склонности трубной стали марки X60 к коррозионному растрескиванию испытывали [21] образцы при медленном растяжении в сероводородсодержащем растворе NACE. Склонность к растрескиванию оценивали по величине относительного сужения. Получена зависимость приведенной величины относительного сужения от скорости деформирования в растворе NACE при потенциале коррозии стали. Вид полученной зависимости свидетельствует, что разрушение стали обусловлено водородным охрупчиванием. Методами металлографии после предварительной выдержки в течение 1 ч и испытаний образцов стали при скорости деформирования 10^{-7} с $^{-1}$ выявлены трещины, перпендикулярные оси нагружения, и отходящие от изломов вторичные трещины, параллельные оси нагружения. Трещины в обоих случаях аналогичны наблюдавшимся на образцах, испытанных в том же растворе в течение 48 ч при статическом нагружении. Склонность к коррозионному растрескиванию аустенитной нержавеющей стали марки 304 определяли в 1 М HCl [22]. Исследована кинетика развития трещин при постоянной нагрузке, равной 208 МПа, и постоянных скоростях деформирования – от 10^{-5} до 10^{-7} с $^{-1}$. С уменьшением скорости деформирования скорость роста трещин снижалась до уровня, характерного для опытов с постоянной нагрузкой, соответствующей деформации в интервале от 0,05 до 0,6 %. В этом интервале значений уровень постоянных нагрузок и деформации незначительно влиял на кинетику трещины. При более высоких скоростях деформирования (10^{-4} – 10^{-5} с $^{-1}$) трещины развивались под углом 30 или 60 градусов к оси деформации, ветвились и часто меняли направление. При постоянной нагрузке трещины распространялись практически перпендикулярно к оси нагрузки и ветвились намного реже. Не было заметно пластического течения образцов. При скоростях деформирования 10^{-6} с $^{-1}$ и меньше характер развития трещин был таким же, как и в опытах с постоянной нагрузкой.

Для повышения экспрессности и надежности определения склонности стали к водородному охрупчиванию предлагается использовать образцы диаметром D с кольцевым надрезом диаметром d, которые подвергали растяжению при скорости движения захвата 10^{-8} м/с в растворе H₂SO₄ с добавлением 1,5 г/л тиомочевина. О склонности к водородному охрупчиванию судят по величине отношения максимальной нагрузки к разрушающей нагрузке при испытании на воздухе, а также по величине коэффициента интенсивности напряжений в вершине надреза при разрушающей нагрузке наводороживаемого образца:

$$K_1^{\text{вод}} = V \cdot F/D^{\frac{3}{2}},$$

где F – разрушающая нагрузка, Н; D – диаметр образца, мм; соотношение диаметров $V = 1,27$ (d в 1,27 раза меньше D).

Значение $K_1^{\text{вод}}$ можно использовать для сравнительной оценки стойкости к водородному охрупчиванию различных материалов. Если прочностные свойства сравниваемых материалов существенно отличаются, то предлагается степень сохранения их

работоспособности при наводороживании характеризовать отношением $K_1^{\text{вод}}$ к пределу текучести ненадрезанных образцов. Результаты оценки склонности к водородному охрупчиванию стали типа 09ХГ2Н с различным содержанием азота, полученные по данной методике, имели хорошую корреляцию с данными по длительной прочности образцов без надреза. При этом экспрессный метод дает результаты с высокой производительностью при небольшой продолжительности испытаний.

Результаты испытаний на определение сопротивления сталей сероводородному растрескиванию методами постоянного нагружения [23] и медленного растяжения со скоростью $3,6 \cdot 10^{-8}$ м/с, согласно методике [24], послужили основанием для выбора в качестве критериев оценки приведенных величин относительных сужения ($K_{\psi(\varepsilon)} = \psi_c/\psi$) и удлинения ($K_{\delta(\varepsilon)} = \delta_c/\delta$). Кроме того, учитывая влияние нормальных и касательных напряжений на пластические свойства (ψ_c и δ_c) сталей при коррозионном растрескивании, по аналогии с суммарным запасом прочности [25] принят обобщенный показатель $K_{(\varepsilon)}$ сопротивления материала коррозионному растрескиванию:

$$K_{(\varepsilon)} = \frac{K_{\psi(\varepsilon)} \cdot K_{\delta(\varepsilon)}}{(K_{\psi(\varepsilon)}^2 \cdot K_{\delta(\varepsilon)}^2)^{0,5}} \cdot 100 \, \%.$$

При этом может быть произведена качественная оценка – классификацию металлов по сопротивлению коррозионному растрескиванию осуществляли на основе методик оптимизации результатов экспериментальных исследований [26, 27]. Одним из перспективных способов решения задач оптимизации является использование в качестве критерия оптимизации функции желательности Харрингтона [28].

Важнейшим критерием оценки коррозионной стойкости материалов и сварных соединений является пороговое напряжение, характеризующее длительную прочность материала при его работе в коррозионных средах.

Установлено [29] наличие связи между относительным удлинением δ (%), пределом прочности σ_b (МПа) и площадью поперечного сечения S (мм²) образца в виде нелинейной зависимости

$$\delta = n \cdot S^m / \sigma_b \cdot P,$$

где n , m и P – коэффициенты, равные для углеродистых сталей (в качестве примера) соответственно 2900; 0,2 и 0,9.

Установлена также зависимость между значениями порогового напряжения $\sigma_{\text{п}}$, предела прочности σ_b и приведенных характеристик прочности (K_{σ}) и пластичности (K_{δ}) в виде

$$\sigma_{\text{п}} = K_{(\text{рз})} \cdot \sigma_b,$$

где $K_{(\text{рз})} = \psi(K_{\sigma(\varepsilon)}, K_{\delta(\varepsilon)})$ – коэффициент, значение которого учитывает изменение прочностных и пластических свойств под воздействием коррозионной среды (значения $K_{\sigma(\varepsilon)}$ и $K_{\delta(\varepsilon)}$ определяют экспериментально).

Обобщенный критерий $K_{\text{п}}$ изменения прочностных и пластических свойств материала под воздействием агрессивной среды выражается уравнением

$$K_{\text{п(рз)}} = 2(K_{\sigma(\varepsilon)} \cdot K_{\delta(\varepsilon)}) / (K_{\sigma(\varepsilon)} + K_{\delta(\varepsilon)}),$$

где 2 – коэффициент из экспериментальных данных; $K_{\sigma(\varepsilon)} = \sigma_{\text{вс}}/\sigma_{\text{в}}$ – условный относительный предел прочности; $K_{\delta(\varepsilon)} = \delta_{\text{с}}/\delta$ – условное относительное удлинение; $\sigma_{\text{вс}}$ – предел прочности материала образцов при коррозионно-механических испытаниях; $\delta_{\text{с}}$ – относительное удлинение материала плоских образцов при коррозионно-механических испытаниях; $\sigma_{\text{в}}$, δ – соответственно предел прочности и относительное удлинение материала плоских образцов при механических испытаниях на воздухе.

Заключения

Стали наиболее подвержены растрескиванию и наводороживанию в условиях воздействия нагрузки и сероводородной среды по причине образования поверхностной пленки сульфида железа и возникновения барьера для выхода атомарного водорода в коррозионную среду. С помощью этих испытаний трудно оценить стойкость материалов или определить эффективность защитных мероприятий, поскольку образцы не разрушаются в течение базового времени испытаний даже при уровне начальных напряжений, близких к пределу текучести материала. При ускоренных испытаниях повышают агрессивность среды и применяют образцы с надрезом или заранее наведенной трещиной. Однако при таких испытаниях не выдержаны реальные условия работы конструкций (фактически определяют только трещиностойкость без учета времени образования трещины), не поддается изучению инкубационный период роста коррозионной трещины, невозможно оценить эффективность поверхностной обработки испытываемых материалов.

В большинстве металлических конструкционных систем коррозионное растрескивание происходит при скоростях деформации порядка 10^{-5} – 10^{-7} с⁻¹. С учетом этого исследовано влияние скорости растяжения на коррозионное поведение сталей в сероводородсодержащей среде.

Сравнение с образцами, разрушенными в сероводородсодержащей среде при постоянной нагрузке, свидетельствует об идентичности механизмов и типов разрушения, выявляющих параметры коррозионного растрескивания при испытаниях стандартным (при постоянной нагрузке) и предлагаемым (с постоянной небольшой скоростью деформирования) методами. С учетом вышесказанного можно рекомендовать при экспресс-испытаниях алюминиевых сплавов в условиях агрессивной (с высоким содержанием хлоридов и диоксида серы) атмосферы, а также для трубных сталей в сероводородсодержащей среде NACE скорость относительной деформации образцов $2 \cdot 10^{-6}$ с⁻¹.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Евгенов А.Г., Мазалов И.С., Шуртаков С.В., Зайцев Д.В., Прагер С.М. Структура и свойства синтезированных методом селективного лазерного сплавления сплавов ЭП648 и ВЖ159 после имитационных отжигов // *Материаловедение*. 2020. № 6. С. 3–10.
2. Каблов Е.Н. Настоящее и будущее аддитивных технологий // *Металлы Евразии*. 2017. № 1. С. 2–6.
3. Kablov E.N., Erofeev V.T., Dergunova A.V. et al. Influence of environmental factors on the processes of biodegradation of vinylester composites // *Journal of Physics: Conference Series*. 2020. P. 012029. DOI: 10.1088/1742-6596/1687/1/012029.
4. Лаптев А.Б., Николаев Е.В., Куршев Е.В., Горяшник Ю.С. Особенности биодеструкции термопластов на основе полиэфиров в различных климатических зонах // *Труды ВИАМ*. 2019. № 7 (79). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-84-91.
5. Гоник А.А. Сероводородная коррозия и меры ее предупреждения. М.: Недра, 1966. 167 с.
6. Гецов Л.Б., Лаптев А.Б., Пузанов А.И. и др. Прочность порошкового материала для дисков ГТД в условиях агрессивного действия смеси хлоридов и сульфатов натрия // *Авиационная техника*. 2019. № 12. С. 14–25.

7. Гутман Э.М. Механохимия металлов и защита от коррозии. М.: Металлургия, 1974. 232 с.
8. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Причины зависимости механических характеристик трещиностойкости материала от размеров образца // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 3 (52). С. 56–64. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-56-64.
9. Burran J., Geretta E., Veini L. et al. Contribute to the interpretation of the Strain Rate Effect on type 304 stainless steel ingranular Stress Corrosion Cracking // Corrosion Science. 1985. No. 8. P. 805–813.
10. Ebtehai K., Hardie D., Parkins R.N. The Stress Corrosion and preexposure embrittlement of Titanium in Metanolic Solutions of hydrochlorioal acid // Corrosion Science. 1985. No. 6. P. 415–429.
11. Zhang K., Zhang J., Jin W. et al. Characterization of fatigue crack propagation of pitting-corroded rebars using weak magnetic signals // Engineering Fracture Mechanics. 2021. Vol. 257. Art. 108033.
12. Kasahara K., Sato T. Environ mental factors that influence the susceptibility of linepipe steels to external stress corrosion cracking // Tetsu to hagane, Iron and steel Inst. 1983. Vol. 69. No. 11. P. 1463–1470.
13. Фот А.П. Разработка комплекса экспериментального оборудования и методик коррозионно-механических испытаний: дис. ... д-ра техн. наук / Курганский гос. ун-т. Курган, 1998. 460 с.
14. Nenck F., de Long. Evaluation of the Constant Strain Rate Test Method for Testing Stress Corrosion Cracking in Aluminium Alloys // Corrosion. 1978. Vol. 34. No. 1. P. 32–36.
15. Roogen D., Bulischek T.S. Stress corrosion cracking of alloy 600 using the constant strain rate test // Corrosion. 1981. Vol. 37. No. 10. P. 597–607.
16. Гриневич 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.
17. Deegan D.C., Wilde B.E. Stress Corrosion Cracking Behavior of ASTM A517 Grade F Steel in Liquid Ammonia Environments // Corrosion – NACE. 1973. Vol. 29. No. 8. P. 310–315.
18. Xasahara K., Haruhiko A. Effect of Catodic Protection Conditions on the Stress Corrosion Cracking of Line Pipe Steels // Teyasu to hagane, Iron and Steel Inst. 1983. Vol. 69. No. 14. P. 1630–1637.
19. Andresen P., Duguet D. Slow streln rate Stress Corrosion Testing at Elevated Temperatures and High Pressures // Corrosion Science. 1980. Vol. 20. P. 211–223.
20. Pan Y., Wang Y., Guo F. et al. Stress corrosion behavior of friction stir welding joint of 7N01 aluminum alloy // Journal of Materials Research and Technology. 2021. Vol. 15. P. 1130–1144.
21. Turn I.E., Wilde B.E., Troiano C.A. On the Sulfide Stress Cracking of line pipe steels // Corrosion. 1983. Vol. 39. No. 9. P. 364–370.
22. Rajasekaran R., Lakshminarayanan A.K. Probing the stress corrosion cracking resistance of laser beam welded AISI 316LN austenitic stainless steel // Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers. Part C: Journal of Mechanical Engineering Science. 2021. Vol. 235 (17). P. 3299–3317.
23. Фот А.П. Экспериментальное оборудование и методики для коррозионно-механических испытаний: Аналитический обзор результатов исследований на объектах с воздействием сероводородсодержащих сред. Оренбург: ОГУ, 1997. 77 с.
24. Физическое металловедение. 3-е изд., перераб. и доп. М.: Металлургия, 1987. Т. 1: Атомное строение металлов и сплавов / под ред. Р.У. Кана, П. Хаазена. 640 с.
25. Ерасов В.С., Орешко Е.И., Луценко А.Н. Образование новых поверхностей в твердом теле на стадиях упругой и пластической деформаций, начала и развития разрушений // Труды ВИАМ. 2018. № 2 (62). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.07.2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-12-12.
26. Фот А.П., Муллабаев А.А., Кушнаренко В.М., Решетов С.Ю. Силовой анализ многопозиционных нагружателей // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 1993. № 6. С. 55–57.
27. Лоран П.Ж. Аппроксимация и оптимизация. М.: Мир, 1975. 357 с.
28. API Specification 51X for High-Test Line Pipe. Dallas, 1987. P. 9.
29. Левина З.М., Решетов Д.Н. Контактная жесткость машин. М.: Машиностроение, 1971. 264 с.

References

1. Kablov E.N., Evgenov A.G., Mazalov I.S., Shurtakov S.V., Zaitsev D.V., Prager S.M. Structure and properties of EP648 and VZh159 alloys synthesized by selective laser melting after simulation annealing. *Materialovedenie*, 2020, no. 6, pp. 3–10.
2. Kablov E.N. Present and future of additive technologies. *Metally Evrazii*, 2017, no. 1, pp. 2–6.
3. Kablov E.N., Erofeev V.T., Dergunova A.V. et al. Influence of environmental factors on the processes of biodegradation of vinylester composites. *Journal of Physics: Conference Series*, 2020, pp. 012029. DOI: 10.1088/1742-6596/1687/1/012029.
4. Laptev A.B., Nikolaev E.V., Kurshev E.V., Goryashnik Yu.S. Features of biodegradation of thermoplastics based on polyesters in different climatic zones. *Trudy VIAM*, 2019, no. 7 (79), paper no. 10. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 2, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-84-91.
5. Gonik A.A. Hydrogen sulfide corrosion and measures to prevent it. Moscow: Nedra, 1966, 167 p.
6. Getsov L.B., Laptev A.B., Puzanov A.I. et al. Strength of powder material for GTE disks under the aggressive action of a mixture of sodium chlorides and sulfates. *Aviatsionnaya tekhnika*, 2019, no. 12, pp. 14–25.
7. Gutman E.M. Mechanochemistry of metals and corrosion protection. Moscow: Metallurgiya, 1974, 232 p.
8. Erasov V.S., Oreshko E.I. Reasons for dependence of mechanical characteristics of material fracture resistance on sample sizes. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3, pp. 56–64. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-56-64.
9. Burran J., Geretta E., Veini L. et al. Contribute to the interpretation of the Strain Rate Effect on type 304 stainless steel ingranular Stress Corrosion Cracking. *Corrosion Science*, 1985, no. 8, pp. 805–813.
10. Ebtehai K., Hardie D., Parkins R.N. The Stress Corrosion and preexposure embrittlement of Titanium in Methanolic Solutions of hydrochloric acid. *Corrosion Science*, 1985, no. 6, pp. 415–429.
11. Zhang K., Zhang J., Jin W. et al. Characterization of fatigue crack propagation of pitting-corroded rebars using weak magnetic signals. *Engineering Fracture Mechanics*, 2021, vol. 257, art. 108033.
12. Kasahara K., Sato T. Environmental factors that influence the susceptibility of line pipe steels to external stress corrosion cracking. *Tetsu to hagane*, Iron and steel Inst. 1983, vol. 69, no. 11, pp. 1463–1470.
13. Fot A.P. Development of a complex of experimental equipment and methods of corrosion-mechanical testing; thesis, Dr. Sc. (Tech.). Kurgan: Kurgan State University, 1998, 460 p.
14. Nenck F., de Long. Evaluation of the Constant Strain Rate Test Method for Testing Stress Corrosion Cracking in Aluminum Alloys. *Corrosion*, 1978, vol. 34, no. 1, pp. 32–36.
15. Roogen D., Bulischeck T.S. Stress corrosion cracking of alloy 600 using the constant strain rate test. *Corrosion*, 1981, vol. 37, no. 10, pp. 597–607.
16. Grinevich A.V., Laptev A.B., Skripachev S.Yu., Nuzhnyj G.A. Matrix strength characteristics for the assessment of limit states of structural metallic materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 2 (51), pp. 67–74. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-67-74.
17. Deegan D.C., Wilde B.E. Stress Corrosion Cracking Behavior of ASTM A517 Grade F Steel in Liquid Ammonia Environments. *Corrosion – NACE*, 1973, vol. 29, no. 8, pp. 310–315.
18. Kasahara K., Haruhiko A. Effect of Cathodic Protection Conditions on the Stress Corrosion Cracking of Line Pipe Steels. *Tetsu to hagane*, Iron and Steel Institution, 1983, vol. 69, no. 14, pp. 1630–1637.
19. Andresen P., Duguet D. Slow strain rate Stress Corrosion Testing at Elevated Temperatures and High Pressures. *Corrosion Science*, 1980, vol. 20, pp. 211–223.
20. Pan Y., Wang Y., Guo F. et al. Stress corrosion behavior of friction stir welding joint of 7N01 aluminum alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, vol. 15, pp. 1130–1144.
21. Turn I.E., Wilde B.E., Troiano C.A. On the Sulfide Stress Cracking of line pipe steels. *Corrosion*, 1983, vol. 39, no. 9, pp. 364–370.
22. Rajasekaran R., Lakshminarayanan A.K. Probing the stress corrosion cracking resistance of laser beam welded AISI 316LN austenitic stainless steel. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers. Part C: Journal of Mechanical Engineering Science*, 2021, vol. 235 (17), pp. 3299–3317.

23. Fot A.P. Experimental Equipment and Methods for Corrosion-Mechanical Testing: An Analytical Review of Research Results on Objects Exposed to Hydrogen Sulfide-Containing Environments. Orenburg: OGU, 1997, 77 p.
24. Physical metallurgy. Ed. R.U. Kahn, P. Haazen. 3rd ed., revised. and ad. Moscow: Metallurgiya, 1987, vol. 1: Atomic structure of metals and alloys, 640 p.
25. Erasov V.S., Oreshko E.I., Lutsenko A.N. Formation of new surfaces in a firm body at stages of elastic and plastic deformations, the beginning and destruction development. Trudy VIAM, 2018, no. 2, paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 4, 2021). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-12-12.
26. Fot A.P., Mullabaev A.A., Kushnarenko V.M., Reshetov S.Yu. Force analysis of multi-position loaders. Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov, 1993, no. 6, pp. 55–57.
27. Laurent P.J. Approximation and optimization. Moscow: Mir, 1975, 357 p.
28. API Specification 51X for High-Test Line Pipe. Dallas, 1987, p. 9.
29. Levina Z.M., Reshetov D.N. Contact stiffness of machines. Moscow: Mashinostroyeniye, 1971, 264 p.

Информация об авторах

Лаптев Анатолий Борисович, главный научный сотрудник лаборатории, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Закирова Лилия Ильдусовна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Загорских Ольга Анатольевна, аспирант, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Павлов Михаил Рашитович, старший научный сотрудник лаборатории, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Горбовец Михаил Александрович, заместитель начальника Испытательного центра, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Anatoly B. Laptev, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Lilia I. Zakirova, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Olga A. Zagorskikh, Postgraduate Student, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Mikhail R. Pavlov, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Mikhail A. Gorbovets, Deputy Head of Testing Center, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 17.01.2022; одобрена и принята к публикации после рецензирования 19.01.2022.

The article was submitted 17.01.2022; approved and accepted for publication after reviewing 19.01.2022.

РЕШЕНИЕ

**III ВСЕРОССИЙСКОЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЙ КОНФЕРЕНЦИИ
«СОВРЕМЕННЫЕ ДОСТИЖЕНИЯ В ОБЛАСТИ СОЗДАНИЯ
ПЕРСПЕКТИВНЫХ ЛЕГКИХ СПЛАВОВ И ПОКРЫТИЙ
ДЛЯ АВИАЦИОННОЙ И КОСМИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ»,
посвященной Дню космонавтики**

НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, г. Москва
15 апреля 2022 г.

В работе III Всероссийской научно-технической конференции «Современные достижения в области создания перспективных легких сплавов и покрытий для авиационной и космической техники» (далее – конференция), посвященной Дню космонавтики и организованной НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, приняли участие ведущие ученые и специалисты отраслевых НИИ, ГНЦ, институтов РАН, университетов, промышленных предприятий.

Конференция стала актуальным и значимым мероприятием, поскольку в настоящее время отечественными специалистами накоплен значительный опыт в области аддитивных технологий, технологий литья, деформации, антикоррозионной защиты легких сплавов и неразрушающего контроля. Участники мероприятия обсудили вопросы использования легких конструкционных материалов в гражданских отраслях промышленности, технологии литья, деформации и термообработки, а также рассмотрели проблемы антикоррозионной защиты.

На конференции были представлены доклады по следующим направлениям:

- аддитивные технологии;
- легкие сплавы на основе алюминия, титана, магния (в том числе алюминий-литиевые сплавы пониженной плотности);
- разработка технологий фасонного литья, деформационной, термической и механической обработки полуфабрикатов и деталей из легких сплавов на основе алюминия, титана, магния;
- жаропрочные интерметаллидные материалы на основе титана;
- технологии сварки и пайки конструкционных материалов;
- управление качеством изготовления деталей авиационной и космической техники;
- методы неразрушающего контроля;
- испытания в области оценки свойств материалов и элементов конструкций;
- комплексные системы защиты материалов от коррозии, старения и биоповреждений и др.

По итогам обмена мнениями участники конференции приняли решение:

1. Отметить соответствие тематики и результатов исследований, представленных в докладах, приоритетным задачам, обозначенным в актуализированных «Стратегических направлениях развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года», разработанных во ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ; подтвердить актуальность направлений исследований, которым посвящены сообщения докладчиков.

2. Признать, что легкие конструкционные металлические материалы остаются одними из важнейших материалов для различных отраслей промышленности. В связи с этим целесообразно организовать работу по подготовке совместных заявок на получение грантов в целях выполнения прикладных научных исследований, направленных на развитие следующих перспективных направлений, соответствующих приоритетам Стратегии научно-технологического развития Российской Федерации на долгосрочный период:

- разработка с использованием компьютерного моделирования составов алюминиевых и алюминий-литиевых сплавов высокой чистоты;
- создание нового поколения наноструктурированных пожаробезопасных высокопрочных деформируемых магниевых сплавов с повышенной удельной прочностью;
- создание принципиально новых технологий формообразования фасонных отливок тиксолитом с использованием при плавке фильтрации, ультразвуковой и лазерной обработок расплава, автоматизации проектирования и изготовления оснастки;
- моделирование процессов заполнения литейных форм и затвердевания отливок, разработка конструкций литниково-питающих систем, составов и технологий изготовления керамических форм для литья алюминиевых, магниевых и титановых сплавов;
- разработка технологий производства полуфабрикатов и изделий из магниевых, алюминиевых и алюминий-литиевых сплавов и композиционных материалов на их основе, обеспечивающих формирование рациональной кристаллографической текстуры, с целью повышения технологических и эксплуатационных характеристик;
- создание принципиально новых экономичных технологий формообразования листовых полуфабрикатов, в том числе из магниевых, алюминиевых и алюминий-литиевых сплавов, и их цифровых двойников для управления технологическими процессами на производстве;
- разработка защитных покрытий и технологий их нанесения на полуфабрикаты и детали из алюминиевых, магниевых и титановых сплавов, а также методик по проведению ускоренных коррозионных испытаний;
- разработка и внедрение технологий изготовления отливок и деформируемых полуфабрикатов из новых титановых сплавов различных классов;
- разработка технологий получения металлопорошковых композиций из алюминиевых и титановых сплавов, в том числе интерметаллидных.

Участникам конференции предоставить в адрес Организационного комитета предложения о сотрудничестве по данным направлениям.

Организационному комитету направить обращения с целью получения поддержки в адрес РНФ и Минобрнауки России.

3. Констатировать, что широкое внедрение разработанных легких конструкционных металлических материалов существенно затрудняется в связи с практическим отсутствием мало- и среднетоннажных производственных мощностей.

Отметить как недостаточные меры государственной поддержки крупных промышленных производителей для реализации проектов по организации современных производств по выпуску:

- алюминий-литиевых сплавов по технологиям бесфлюсовой плавки и литья;
- крупногабаритных отливок из магниевых сплавов;
- полуфабрикатов из серийных и новых деформируемых магниевых сплавов.

Поручить Организационному комитету подготовить в адрес Минпромторга России предложения по развитию мало- и среднетоннажных производственных мощностей по выпуску легких конструкционных металлических материалов и расширению мер государственной поддержки крупных промышленных производителей для обеспечения внедрения и постановки на производство перспективных разработок.

4. Отметить достижения НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в части реализации полного технологического цикла аддитивного производства, созданного в институте, а также достижения в области разработки, внедрения и постановки на производство силовых и корпусных деталей из синтезированных легких конструкционных металлических материалов.

Настоящее решение обсуждено и согласовано с участниками конференции.



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»
НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬНОГО ЦЕНТРА «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ



ВИАМ – ВЕДУЩИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР В ОБЛАСТИ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ

- Реализует полный инновационный цикл – от фундаментальных и прикладных исследований до создания высокотехнологичных наукоемких производств по выпуску материалов нового поколения, полуфабрикатов и уникального технологического оборудования.
- Разрабатывает и поставляет широкую номенклатуру металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов и средств защиты от коррозионных поражений и биоповреждений с возможностью осуществления поставки продукции под контролем ВП МО РФ.

На основании одобренного Президентом Российской Федерации В.В. Путиным принципа создания отрасли малотоннажных производств в материаловедческих НИИ и ГНЦ в ВИАМ создано:

25 высокотехнологичных
наукоемких производств по выпуску
253 наименований материалов
и полуфабрикатов

ИСПЫТАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР

- Включает 19 комплексов уникальной стендовой и испытательной базы.
- Проводит более 1000 видов исследований и испытаний на 1100 единицах исследовательского и испытательного оборудования.
- Аккредитован в качестве технически компетентного центра Росавиацией, Российским морским регистром судоходства, филиалом ФГБУ «46 ЦНИИ» Минобороны России, признан компанией Snecma группы SAFRAN.
- Включен в международную сеть станций климатических испытаний Atlas Material Testing Technology LLC.



УЛЬЯНОВСКИЙ
НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР



Разработка технологий и производство полуфабрикатов и изделий из ПКМ.

ГЕЛЕНДЖИКСКИЙ
ЦЕНТР КЛИМАТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ ИМ. Г.В. АКИМОВА



Единственный в России соответствующий международным стандартам центр климатических испытаний материалов, средств защиты от коррозии, старения и биоповреждений при одновременном воздействии нагрузок и коррозионной среды.

ВОСКРЕСЕНСКИЙ
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР



Разработка технологий и производство бериллийсодержащих сплавов, полимерных связующих, препрегов, материалов для безэховых камер.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.pф; www.viam.ru



ПОРОШКОВАЯ МЕТАЛЛУРГИЯ И АДДИТИВНОЕ ПРОИЗВОДСТВО ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ АВИАЦИОННОЙ, РАКЕТНО- КОСМИЧЕСКОЙ И ЭНЕРГЕТИЧЕСКОЙ ТЕХНИКИ



**ПЕРВЫЙ
В РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ЗАМКНУТЫЙ ЦИКЛ АДДИТИВНОГО
ПРОИЗВОДСТВА**



Производство ответственных деталей
авиационной и ракетно-космической техники
по технологиям СЛС, СЭЛС и ПЛВ

до **1000** шт. в год

Серийное производство металлопорошковых
композиций (МПК) на основе реактивных
и неактивных металлов и сплавов

до **190 000** кг МПК в год

Решение научных и технических задач в области порошковой металлургии и аддитивного производства, разработка полного цикла изготовления заготовок с применением передовых аддитивных технологий и перспективных методов проектирования.

ПРЕИМУЩЕСТВА АДДИТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ:

- возможность изготовления сложнопрофильных деталей с внутренними каналами, в том числе бионического дизайна, за один технологический цикл;
- увеличение коэффициента использования металла – до 0,9;
- сокращение цикла производства деталей методом СЛС в 7–10 раз по сравнению с традиционными технологиями изготовления.



ВИАМ ПРЕДЛАГАЕТ:

- разработку технологий изготовления деталей методами СЛС, СЭЛС и ПЛВ;
- масштабирование и трансфер технологий на промышленные предприятия;
- общую квалификацию (паспортизацию) синтезированных материалов;
- серийную поставку МПК на основе никеля, титана, кобальта, железа, меди, алюминия и др.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.pф; www.viam.ru



АНТИФРИКЦИОННЫЕ И ФРЕТТИНГСТОЙКИЕ ТВЕРДОСМАЗОЧНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ВАП-2, ВАП-4, ВФП-5



АНТИФРИКЦИОННЫЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ПОДШИПНИКОВ СКОЛЬЖЕНИЯ, УЗЛОВ С ВОЗВРАТНО-ПОСТУПАТЕЛЬНЫМ ДВИЖЕНИЕМ, ШАРНИРНЫХ ПОДШИПНИКОВ, ЗУБЧАТЫХ ПЕРЕДАЧ, СИСТЕМ ТРОСОВОЙ ПРОВОДКИ, СОЕДИНЕНИЙ ДЛЯ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ЛЕГКОСТИ СБОРКИ И РАЗБОРКИ УЗЛОВ, В НОМИНАЛЬНО НЕПОДВИЖНЫХ СОЧЛЕНЕНИЯХ ПРИ НАЛИЧИИ ОТНОСИТЕЛЬНЫХ МИКРОПЕРЕМЕЩЕНИЙ КОНТАКТИРУЮЩИХ ПОВЕРХНОСТЕЙ.

Производственные мощности

до **800 кг** покрытий
в год

ХАРАКТЕРИСТИКИ:

- работоспособны при температурах от -130 до +250°C, на воздухе, в вакууме, в средах минеральных масел, керосиновых топлив, смазок на минеральной основе, гидроджидкостей, синтетических масел;



- покрытия не вызывают коррозии сплавов и не защищают от нее;
- способ нанесения – окунанием, кистью, наливом, краскопультом;
- обеспечивают коэффициент трения всухую $\leq 0,1$;
- оптимальная толщина покрытия 25–30 мкм;
- покрытия способны к шлифованию чугунными притирами или твердо-анодированными алюминиевыми сплавами.

ВИАМ ПРЕДЛАГАЕТ:

- покрытия для деталей из стальных, алюминиевых, титановых сплавов, бронзы и латуни, применяемые в автомобильной, сельскохозяйственной, авиационной и космической промышленности, работающие в экстремальных условиях, при которых неэффективно применение масел и пластичных смазок.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ppf; www.viam.ru



ЗАЩИТА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ОТ КОРРОЗИИ



РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЙ НАНЕСЕНИЯ
ПОКРЫТИЙ С ВЫСОКИМИ ЗАЩИТНЫМИ
И ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ СВОЙСТВАМИ,
КОРРОЗИОННЫЕ ИСПЫТАНИЯ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ,
КОНСТРУКТИВНО-ПОДОБНЫХ
ОБРАЗЦОВ И ЭЛЕМЕНТОВ
КОНСТРУКЦИЙ

Производственные мощности

до **2500** кг паст
в год



ВИАМ ПРЕДЛАГАЕТ:

- пасты: для удаления продуктов коррозии с деталей из алюминиевых сплавов (ВИП-А), сталей, в том числе коррозионностойких (ВПРГ-1, ВПТ-1, ВПТ-1И), для местного химического оксидирования деталей из алюминиевых сплавов (ВПО-А), для подготовки поверхности деталей из титановых сплавов под нанесение лакокрасочных покрытий (ВФ-Т);
- коррозионные испытания: легких сплавов и сталей (ускоренные и натурные), на стойкость к воздействию различных климатических факторов и агрессивных газовых сред, на стойкость к высокотемпературной коррозии, агрессивности бензинов, топлив, масел.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.pf; www.viam.ru



ЖАРОСТОЙКИЕ, ТЕПЛОЗАЩИТНЫЕ, ИЗНОСО- И КОРРОЗИОННОСТОЙКИЕ ПОКРЫТИЯ ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ ГТД И АВИАЦИОННОЙ ТЕХНИКИ



**РАЗРАБОТКА СПЕЦИАЛЬНОГО И ПОСТАВКА
СЕРИЙНОГО ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО
ОБОРУДОВАНИЯ:
АВТОМАТИЗИРОВАННЫЕ УСТАНОВКИ
ТИПА МАП (МАП-2, МАП-3, МАП-Р), УОКС-3.**

**ПРОИЗВОДСТВО РАСХОДНЫХ
МАТЕРИАЛОВ: КАТОДЫ И МИШЕНИ.**

ФГУП «ВИАМ» располагает опытно-серийным комплексом оборудования для реализации полного цикла нанесения защитных (в том числе теплозащитных) покрытий на охлаждаемые и неохлаждаемые лопатки ГТД, ГТУ, ГПА.



Цилиндрический
металлический катод



Вакуумная ионно-плазменная установка
МАП-3



Установка среднечастотного магнетронного
напыления УОКС-3

ВИАМ ПРЕДЛАГАЕТ:

- защитные жаростойкие и теплозащитные покрытия с рабочей температурой до 1200°C (с забросами до 1250°C);
- эрозионностойкие покрытия для защиты от пылевой эрозии деталей ГТД и ЛА, повышающие эрозионную стойкость защищаемого материала до 10 раз;
- коррозионностойкие и антифреттинговые покрытия, работоспособные при температурах до 650°C;
- трибологические и износостойкие покрытия, работоспособные при температурах до 800°C.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

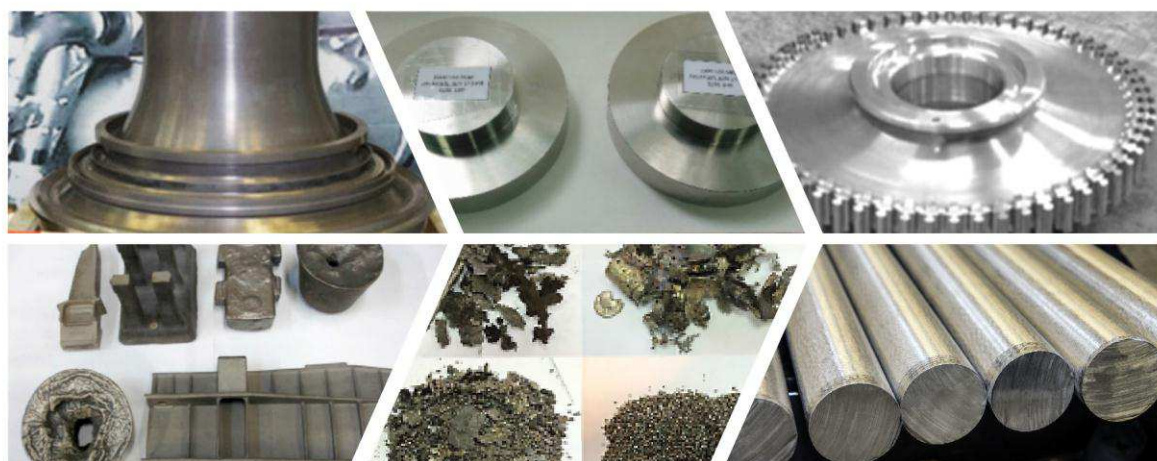
E-mail: admin@viam.ru
www.viam.pф; www.viam.ru



**ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ДЕФОРМИРУЕМЫЕ,
ГРАНУЛИРУЕМЫЕ, СВАРИВАЕМЫЕ
ЖАРОПРОЧНЫЕ НИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ
для дисков турбин и деталей горячего тракта
газотурбинных двигателей и установок**



**РЕСУРСОСБЕРЕГАЮЩИЕ ТЕХНОЛОГИИ
ПЕРЕРАБОТКИ ДО 100% ОТХОДОВ
ПЕРСПЕКТИВНЫХ И СЕРИЙНЫХ
ДЕФОРМИРУЕМЫХ (ВЖ175, ВЖ172)
И ЛИТЕЙНЫХ (ВЖМ4, ВЖМ5, ЖС32,
ЖС26, ЖС6У, ЖС6К, ЖСЗДК, ВЖЛ12У,
ВХ4Л и др.) ЖАРОПРОЧНЫХ
НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ.**



ПРИМЕНЕНИЕ СПЛАВОВ ПОЗВОЛИТ:

- увеличить рабочую температуру деталей;
- снизить массу деталей на 10–20%;
- повысить ресурс деталей в 2–3 раза.

ВИАМ ПРЕДЛАГАЕТ:

- разработку материалов и технологий на заданные параметры;
- поставку полуфабрикатов из сплавов ВЖ171, ВЖ172, ВЖ175, ВЖ178П;
- передачу лицензий на сплавы и технологии.

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ppf; www.viam.ru



ДЕФОРМАЦИОННЫЕ ПРОЦЕССЫ ОБРАБОТКИ МАТЕРИАЛОВ ДАВЛЕНИЕМ

для изделий авиационно-космической техники
и энергетического машиностроения: ДЕТАЛИ ТУРБИН
ГТД, МГТД, ВСУ, ЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ УСТАНОВОК, ДВС ТЕПЛОВЗОВ



**ШТАМПОВКИ ДИСКОВ ДИАМЕТРОМ
ДО 300 мм ИЗ СПЛАВОВ ЭИ698, ЭИ787,
ЭП742, ЭП718, ЭК79, ЭК151, ЭП975,
ВЖ175 и др.**

**ШТАМПОВКИ ДИАМЕТРОМ ДО 400 мм
ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ ВТ8, ВТ8-1,
ВТ18, ВТ18У, ВТ25У, ВТ41 и др.**



Осуществляется серийная поставка заготовок дисков

более **2500** шт. в год



МЕТОД ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ШТАМПОВКИ НА ВОЗДУХЕ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ И ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ:

- увеличение КИМ в 2–3 раза;
- снижение трудоемкости и энергоемкости в 3–5 раз;
- повышение производительности в 10–15 раз.

ЗАЩИТНЫЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПОКРЫТИЯ:

- увеличение ресурса работы штамповой оснастки в 3–5 раз.



Производственные мощности

более **30** марок покрытий
в год

ВИАМ ПРЕДЛАГАЕТ:

- изготовление опытно-промышленных и серийных партий штамповок дисков и других деталей, в том числе из труднодеформируемых высокожаропрочных и высоколегированных сплавов;
- покрытия для термической обработки и изотермической штамповки на воздухе деталей и конструкций из высокопрочных сталей, никелевых, алюминиевых и титановых сплавов.

до **40 000** кг в год

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ppf; www.viam.ru



ПОДГОТОВКА КАДРОВ



В ВИАМ СОЗДАНА СИСТЕМА НЕПРЕРЫВНОЙ ПОДГОТОВКИ ВЫСОКОКВАЛИФИЦИРОВАННЫХ КАДРОВ

ОСНОВНЫЕ НАПРАВЛЕНИЯ РАЗВИТИЯ КАДРОВОГО ПОТЕНЦИАЛА:

- совершенствование механизмов привлечения и закрепления в науке талантливой молодежи;
- повышение качества подготовки кадров высшей квалификации;
- повышение квалификации руководителей и специалистов по программам дополнительного профессионального образования;
- профессиональное обучение рабочих.



70%
практика

Занятия ведутся в рамках стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки по принципу атуз

30%
теория

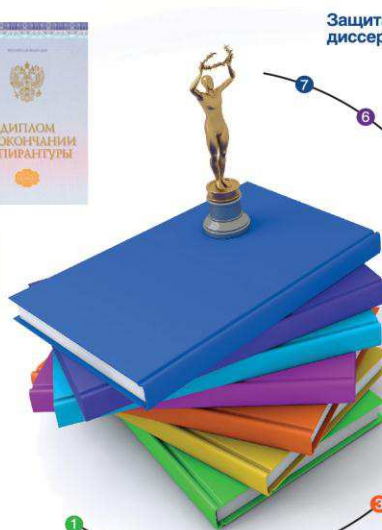
Базовая кафедра:



Совместные научно-исследовательские лаборатории:



САМАРСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
SAMARA UNIVERSITY



Защита докторской диссертации

Защита кандидатской диссертации

Аспирантура

Направления подготовки: квалификация – исследователь, преподаватель-исследователь.

22.06.01 – Технологии материалов
Направленность (профиль): Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов; Материаловедение (машиностроение).

18.06.01 – Химическая технология
Направленность (профиль): Технология и переработка полимеров и композитов.

Магистратура

Направление подготовки: квалификация – магистр.

22.04.01 – Материаловедение и технологии материалов
Направленность (профиль): Материалы и технологии для авиационно-космической техники.

Дополнительное профессиональное образование и обучение:

- повышение квалификации;
- профессиональная переподготовка;
- стажировки;
- профессиональное обучение рабочих и служащих.

Школа (колледж): профориентационные мероприятия (экскурсии для школьников).

Вуз: практика студентов.

Подготовка кадров с 2013 года

7 выпускников получили диплом об окончании аспирантуры
17 программ дополнительного профессионального образования

53 выпускников получили диплом магистра
>1000 человек прошли курсы повышения квалификации

>700 школьников посетили ВИАМ
>200 предприятий



Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru, learning@viam.ru
www.viam.pcf; www.viam.ru; study.viam.ru

ТРЕБОВАНИЯ К РУКОПИСИ СТАТЬИ ПРИ ПОДГОТОВКЕ К ИЗДАНИЮ

1. Рукопись предоставляется в Редакционно-издательский отдел НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ на бумажном и электронном носителях (программное обеспечение не ниже Windows'2003).

2. На рукопись должно быть оформлено Экспертное заключение о возможности опубликования в открытой печати.

3. Рукопись должна быть подписана всеми авторами статьи.

4. К каждой рукописи на отдельной странице на русском и английском языках предоставляется реферат (объемом 500–600 знаков, включая пробелы), в котором кратко излагается основное содержание работы, и ключевые слова.

5. Фамилии авторов и название статьи должны иметь перевод на английский язык.

6. К рукописи должен быть приложен список авторов с указанием фамилии, имени, отчества (полностью), должности, номера телефона и адреса электронной почты.

7. Рекомендуются следующая структура рукописи:

- заголовок статьи;
- сведения об авторах;
- реферат;
- ключевые слова;
- введение;
- материалы и методы;
- результаты;
- обсуждение и заключения;
- благодарности (при необходимости);
- список литературы.

8. Рекомендуемый объем рукописи от – 15 000 до 30 000 знаков, включая пробелы.

9. Основные технические параметры рукописи:

- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта – 12;
- интервал – 1,5;
- поля: верхнее – 2; нижнее – 2,5; левое – 2,5; правое – 2,5;
- автоматическая расстановка переносов;
- набор формул в Microsoft Equation 3.0;
- штриховые рисунки должны быть выполнены в программе Microsoft Power Point или Microsoft Excel. На каждый рисунок должна быть ссылка в тексте;
- микроструктуры, фотографии приборов, оборудования должны быть представлены в электронном виде в программе Photoshop JPEG;
- размер иллюстраций не должен превышать формат А4;
- таблицы должны быть выполнены в программе Microsoft Word, пронумерованы и иметь тематические заголовки. На каждую таблицу должна быть ссылка в тексте;
- единицы измерения физических величин должны быть приведены в системе СИ.

10. Форма подачи рукописи:

- текст на бумажном носителе и в электронном виде отдельным файлом;
- пронумерованные рисунки на бумажном носителе и в электронном виде отдельными файлами;
- пронумерованные подписи к рисункам на бумажном носителе и в электронном виде отдельным файлом.

11. Список литературы, завершающий рукопись, должен быть тщательно выверен и унифицирован в соответствии с ГОСТ 7.0.5–2008.

Список литературы должен включать не менее 15 источников.

Последовательность ссылок в тексте должна строго соответствовать последовательности приведенного списка литературы.

Ссылки на неопубликованные работы (отчеты научно-исследовательских учреждений и заводов, стандарты предприятия и т. п.) не допускаются.

Допускается не более одной ссылки на работы, принятые к печати, с указанием номера издания, в котором планируется публикация.

Соблюдение данных правил облегчает работу научного редактора, рецензента и редактора, ускоряет подготовку статьи к печати.

По рекомендации научного редактора или рецензента статья может быть направлена авторам на доработку. После доработки авторы должны представить в редакцию первоначальный и доработанный варианты статьи с ответами на все вопросы и замечания научного редактора или рецензента.

Статья, находящаяся на доработке у авторов более одного месяца, рассматривается и принимается к публикации как вновь поступившая.



ТРУДЫ ВИАМ

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09
E-mail: admin@viam.ru
www.ВИАМ.РФ; www.viam.ru