

№8
(126)
2023

ISSN 2307-6046



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

Всероссийский научно-исследовательский институт
авиационных материалов



КУРЧАТОВСКИЙ
ИНСТИТУТ
ДЛЯ СТРАНЫ
И МИРА

ТРУДЫ ВИАМ



ТРУДЫ ВИАМ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ ЖУРНАЛ

ИЗДАЕТСЯ С 2013 ГОДА

№ 8 (126) август 2023

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)
Кондрашов С.В.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
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)
Райтер Г.	докт. наук (ALD Vacuum Technologies GmbH, Германия)
Старцев В.О.	докт. техн. наук (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)
Стороженко П.А.	академик 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

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),
реферативно-информационную базу данных RSCI (Russian Science Index на платформе Web of Science)
Журнал входит в Международную ассоциацию издателей (PILA – Publishers International Linking Association).
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

CONTENTS

Жаропрочные сплавы и стали

Петрушин Н.В., Голынец С.А., Римша Э.Г., Рыжков П.В. Механические свойства коррозионностойкого жаропрочного никелевого сплава ВЖЛ23

3

Ечин А.Б., Дейнега Г.И., Нарский А.Р. Новые разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в области материалов для литейных процессов жаропрочных сплавов

13

Легкие сплавы

Крохина В.А., Арисланов А.А., Путырский С.В., Наприенко С.А. Исследование влияния режимов термической обработки в β -области на структуру и механические свойства полуфабрикатов из сплава ВТ22М

25

Ширяев А.А., Ночовная Н.А. Современные тенденции в области технологий термической и термомеханической обработки титановых псевдо- β -сплавов

35

Яшин М.С., Капитаненко Д.В. Исследование структуры и свойств сплава ВТ3-1 применительно к технологии получения штамповок дисков и лопаток

52

Полимерные материалы

Мухаметов Р.Р., Мосиук В.Н., Шошева А.Л., Бухаров С.В. Эпоксибисмалеимидные композиции: особенности и преимущества

64

Heat-resistant alloys and steels

Petrushin N.V., Golinets S.A., Rimsha E.G., Ryzhkov P.V. Mechanical properties of corrosion-resistant nickel-based superalloy VZhL23

Echin A.B., Deynaga G.I., Narsky A.R. New developments of NRC «Kurchatov Institute» – VIAM in the field of materials for casting processes of superalloys

Light-metal alloys

Krokhina V.A., Arislanov A.A., Putyrskiy S.V., Naprienko S.A. Investigation of the influence of heat treatment modes in the β -region on the structure and mechanical properties of semi-finished products from the VT22M alloy

Shiryaev A.A., Nochovnaya N.A. Modern trends in the field of heat treatment and thermomechanical processing of metastable β -titanium alloys

Yashin M.S., Kapitanenko D.V. Investigation of the structure and properties of the VT3-1 alloy in relation to the technology for obtaining stampings of disks and turbine blades

Polymer materials

Mukhametov R.R., Mosiyuk V.N., Shosheva A.L., Bukharov S.V. Epoxybismaleimide resins: features and advantages

Композиционные материалы

Кузнецова П.А., Ткачук А.И., Караваев Р.Ю., Донецкий К.И. Применение семипрегов для изготовления методом вакуумного формования панелей корпусных конструкций из ПКМ

Путилина П.М., Куцевич К.Е., Исаяев А.Ю. Полимерные композиционные материалы на основе углеродных и стеклянных волокон для изготовления деталей беспилотных летательных аппаратов и перспективы их развития

Защитные и функциональные покрытия

Козлов И.А., Фомина М.А., Демин С.А., Васильев А.С. Тенденции развития порошковых материалов для нанесения защитных и функциональных покрытий методом ХГН

Испытания материалов

Велигодский И.М., Коваль Т.В., Гуляев И.Н. Влияние климатических условий на углепластик ВКУ-39 после трех лет натурной экспозиции в восьми климатических зонах

Мин П.Г., Якимович П.В., Алексеев А.В. Разработка комплекта стандартных образцов литейного жаропрочного сплава ВЖЛ718

Ермишев В.Ю., Лаптев А.Б., Старцев В.О. Особенности оценки стойкости полимерных материалов к биодеструкции в лабораторных условиях. Часть 2. Образцы и методы их анализа

Composite materials

74 Kuznetsova P.A., Tkachuk A.I., Karavaev R.Yu., Donetskiy K.I. The use of semi-pregs for the manufacture of panels of housing structures from polymer composite materials by vacuum bag only

85 Putilina P.M., Kutsevich K.E., Isaev A.Yu. Carbon fiber-reinforced and glass fiber-reinforced polymer composites for the manufacture of components for unmanned aerial vehicles and their developing prospects

Protective and functional coatings

100 Kozlov I.A., Fomina M.A., Demin S.A., Vasiliev A.S. Tendencies in the development of powder materials for the application of protective and functional coatings by the CGN method

Material tests

113 Veligodskiy I.M., Koval T.V., Gulyaev I.N. Influence of climatic conditions on CFRP VKU-39 after three year outdoor exposition in eight climatic zones

129 Min P.G., Yakimovich P.V., Alekseev A.V. Development of a set of reference samples of casting heat-resistant alloy VZhL718

138 Ermishev V.Yu., Laptev A.B., Startsev V.O. Peculiarities of assessing the resistance of polymeric materials to biodegradation in laboratory conditions. Part 2. Samples and methods for their analysis

Научная статья

УДК 620.172

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-3-12

**МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА КОРРОЗИОННОСТОЙКОГО
ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА ВЖЛ23***Н.В. Петрушин¹, С.А. Голынец¹, Э.Г. Римша¹, П.В. Рыжков¹*

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

Аннотация. Представлены результаты экспериментальных исследований кратковременной и длительной прочности, ползучести, многоциклового и малоциклового усталости литейного коррозионностойкого жаропрочного никелевого сплава ВЖЛ23 для турбинных лопаток ГТУ и ГТД.

Проведен сравнительный анализ полученных значений характеристик длительной прочности, многоциклового и малоциклового усталости сплава ВЖЛ23 с наиболее жаропрочным зарубежным сплавом-аналогом IN-792. Установлено, что по комплексу механических свойств сплав ВЖЛ23 не уступает сплаву IN-792.

Ключевые слова: литейные коррозионностойкие жаропрочные никелевые сплавы, механические свойства, микроструктура, температура испытания, характеристики прочности, усталость

Для цитирования: Петрушин Н.В., Голынец С.А., Римша Э.Г., Рыжков П.В. Механические свойства коррозионностойкого жаропрочного никелевого сплава ВЖЛ23 // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-3-12.

Scientific article

**MECHANICAL PROPERTIES OF CORROSION-RESISTANT
NICKEL-BASED SUPERALLOY VZhL23***N.V. Petrushin¹, S.A. Golynets¹, E.G. Rimsha¹, 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. The results of experimental studies of short-term strength, long-term strength, multi-cycle fatigue and low-cycle fatigue of the castable corrosion-resistant nickel-based superalloy VZhL23 for turbine blades of GTI and GTE are presented.

Comparative analysis of the obtained values of long-term strength, multi-cycle fatigue and low-cycle fatigue of VZhL23 with the most heat-resistant foreign alloy IN-792 is carried out. It has been established that according to the set of mechanical properties VZhL23 is not inferior to IN-792.

Keywords: castable corrosion-resistant nickel-based superalloys, mechanical properties, microstructure, testing temperature, strength characteristics, fatigue

For citation: Petrushin N.V., Golynets S.A., Rimsha E.G., Ryzhkov P.V. Mechanical properties of corrosion-resistant nickel-based superalloy VZhL23. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-3-12.

Введение

Развитие современных газотурбинных двигателей (ГТД) и газотурбинных установок (ГТУ) направлено на существенное повышение их мощности, ресурса и надежности при одновременном снижении массы. Для этого требуется создание сплавов с высоким

уровнем температурной работоспособности, обеспечивающих постоянство свойств в течение заданного ресурса при воздействии высоких температур и напряжений.

В отечественной промышленности для литья поликристаллических лопаток ГТУ широко используются литейные коррозионностойкие жаропрочные никелевые сплавы марок ЧС70-ВИ, ЧС70У-ВИ, ЧС88У-ВИ и ЦНК-7П [1–3]. Однако эти сплавы по своим механическим характеристикам не обеспечивают требования, предъявляемые к материалам турбинных лопаток перспективных ГТУ.

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработан сплав ЖСКС-1РК для литья рабочих лопаток с поликристаллической равноосной структурой стационарных энергетических и газоперекачивающих ГТУ с пределом длительной прочности $\sigma_{100}^{900} = 305$ МПа. Однако в связи с фазовой нестабильностью сплава ЖСКС-1РК, проявляющейся в склонности к образованию вредных топологически плотноупакованных фаз, лопатки из этого сплава будут иметь недостаточно высокий ресурс.

Зарубежные фирмы-производители стационарных ГТУ, которые широко эксплуатируются на территории Российской Федерации, для литья турбинных лопаток с поликристаллической равноосной структурой используют литейные коррозионностойкие жаропрочные никелевые сплавы марок IN-738, IN-792 и IN-939 [4]. По своим физико-механическим характеристикам эти сплавы близки к сплавам типа ЧС. В связи с этим в настоящее время весьма актуальной является проблема импортозамещения зарубежных литейных сплавов в составе ГТУ отечественными сплавами-аналогами, производимыми в Российской Федерации по российским технологиям с обеспечением эксплуатационных свойств не хуже, чем у зарубежных сплавов [5–9]. Отсутствие такого класса отечественных сплавов нового поколения и невозможность использования импортных материалов значительно усложняет решение задач по созданию высокоэффективных мощных и экологически «чистых» отечественных ГТУ.

Разработанный сплав марки ВЖЛ23 с поликристаллической структурой может применяться для изготовления рабочих и сопловых лопаток стационарных энергетических газовых турбин перспективных высокоресурсных ГТУ и морских ГТД, работающих длительное время при температурах до 900 °С [10].

Лопатки турбин эксплуатируются в условиях активного воздействия статических, термических и усталостных нагрузок и подвержены комплексу различных видов повреждений. Воздействие высоких температур и больших нагрузок приводит к возникновению ползучести, которая становится одним из важных факторов выбора материала для лопаток турбин. Статическое разрушение лопаток вследствие недостаточной длительной прочности может наблюдаться в результате повышения температуры газа, снижения свойств материала из-за отклонения от регламентированных режимов термической и механической обработки. В процессе длительных испытаний встречаются разрушения и повреждения замков лопаток вследствие недостаточной длительной прочности и сопротивления усталости.

Механические свойства жаропрочных сплавов в диапазоне температурно-силовых условий эксплуатации турбинных лопаток определяют на образцах, заготовки которых получают по технологии производства лопаток, а изготовление образцов и их испытания осуществляют согласно требованиям государственных стандартов [11, 12].

Цель данной работы – исследование комплекса механических свойств литейного коррозионностойкого жаропрочного никелевого сплава ВЖЛ23 системы легирования Ni–Al–Ti–Ta–Cr–Co–Mo–W–C–B–Zr.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Материалы и методы

Объектами исследования являлись поликристаллические образцы из сплава ВЖЛ23, полученные по технологии равноосного литья [13]. Выплавку проводили в промышленной вакуумной индукционной печи с номинальной емкостью керамического плавильного тигля 350 кг [14]. Отливку поликристаллических образцов (длина 70, диаметр 16 мм) из литых прутковых (шихтовых) заготовок осуществляли в вакуумной установке для равноосного литья.

С целью снижения ликвационной химической неоднородности и литейной микропористости, а также формирования кубоидных микрочастиц γ' -фазы оптимального размера, полученные литые отливки подвергали горячему изостатическому прессованию (ГИП) и термической обработке. Технологический процесс ГИП состоял из газостатирования под давлением инертного газа аргона выше температуры растворения γ' -фазы, которая для исследуемого сплава составляет 1200 °С. После процесса ГИП отливки подвергали термической обработке, состоящей из гомогенизирующего отжига и двухступенчатого старения, из которых затем были изготовлены образцы для испытаний.

На рис. 1 представлена микроструктура исследуемых образцов. Видно, что материал образцов имеет дендритно-ячеистое строение и состоит из дендритов и междендритных областей γ -матрицы, в которой сформировались кубоидные выделения микрочастиц γ' -фазы размером 0,3–0,5 мкм. В междендритных областях γ -матрицы расположены выделения частиц на основе монокарбида (Ti, Ta)C и эвтектики $\gamma + \gamma'$. Распределение микрочастиц γ' -фазы в γ -матрице зерна приобрело псевдорегулярный характер, а их огранка близка к оптимальной кубической. Избыточных фаз в структуре материала не обнаружено.

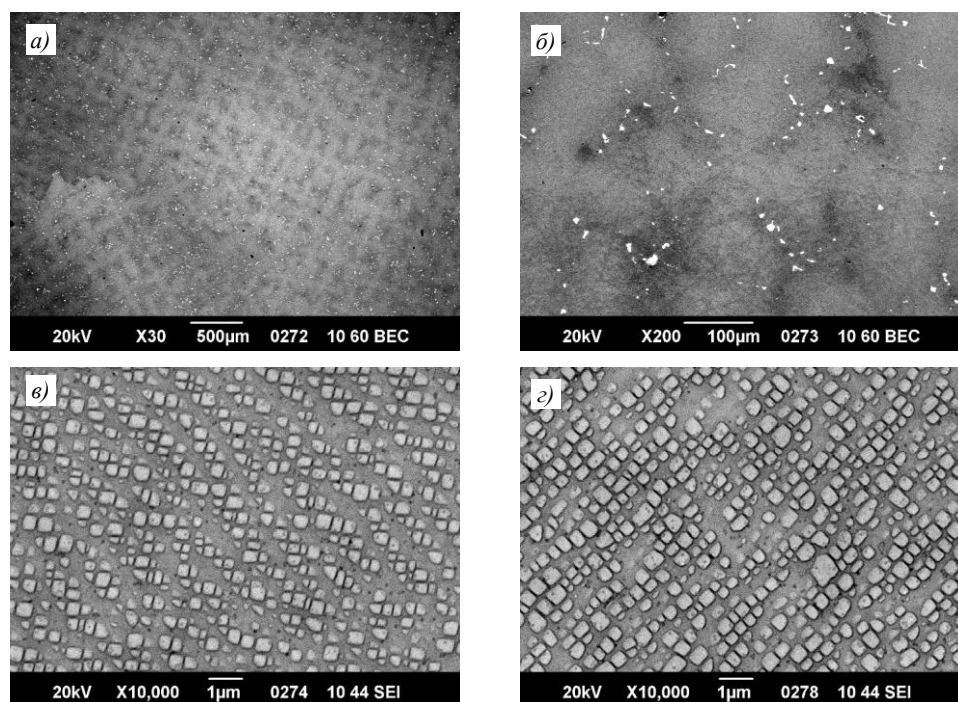


Рис. 1. Микроструктура материала образцов из сплава ВЖЛ23 после горячего изостатического прессования и термообработки: *а* – дендритно-ячеистая структура; *б* – распределение карбидных частиц (светлые выделения) и эвтектических фаз $\gamma + \gamma'$ (темные выделения) в междендритных участках; *в*, *г* – микрочастицы γ' -фазы в γ -матрице в осях дендритов первого порядка (*в*) и междендритных участках (*г*)

Испытания образцов на растяжение, длительную прочность, ползучесть, многоцикловую усталость (МнЦУ) при чистом изгибе с вращением с частотой 50 Гц при цикле нагружения $R_\sigma = -1$ синусоидальной формы и малоцикловую усталость (МЦУ) при «жестком» цикле нагружения с частотой 1 Гц при отнулевом цикле нагружения $R_\varepsilon = 0$ синусоидальной формы проводили на гладких образцах в соответствии с требованиями стандартов [15–19].

Результаты и обсуждение

Механические свойства при растяжении

Проведены испытания на растяжение, при каждой температуре испытывали по 5 образцов (табл. 1).

Таблица 1

Механические свойства сплава ВЖЛ23

Температура испытания, °С	E, ГПа	$\sigma_{0,2}$	σ_B	δ_5	ψ
		МПа		%	
20	188	920	1020	5,3	10
700	168	760	1010	6,4	14
800	157	840	980	10,5	31
900	141	580	690	13	29
950	140	430	550	12	20,5

Видно, что в интервале температур 20–950 °С модуль упругости монотонно снижается, предел прочности при растяжении при температуре до 700 °С практически не изменяется. Это может быть обусловлено тем, что в структуре материала не происходит термически активируемых структурно-фазовых превращений, а пластическая деформация осуществляется путем скольжения дислокаций в прослойках γ -твердого раствора с образованием высокоэнергетичной антифазной границы в упорядоченной кристаллической решетке γ' -фазы [20]. С повышением температуры в сплаве протекают диффузионные процессы растворения частиц γ' -фазы в матричном γ -твердом растворе, приводящие к разупрочнению сплава и, следовательно, к снижению предела прочности и увеличению пластичности, которая характеризуется относительным удлинением. Наиболее интенсивное разупрочнение материала наблюдается при температуре 950 °С.

Температурная зависимость условного предела текучести является типичной для литейных жаропрочных никелевых сплавов с объемной долей γ' -фазы ~50 % и объясняется аномальной температурной зависимостью условного предела текучести интерметаллидной γ' -фазы [21].

Длительная прочность и ползучесть

Проведены испытания на длительную прочность и ползучесть при разных уровнях напряжений с долговечностями при каждой температуре испытания от 10 до 1000 ч. На каждый температурный уровень (T) испытывалось по 12 образцов, по 4 образца на каждую базу испытаний.

Для обработки результатов испытаний используют функциональные зависимости между напряжением и временем до разрушения τ_p^T при $T = \text{const}$ и временем накопления деформации ползучести τ_ε^T при $T = \text{const}$ в виде уравнений [22, 23]:

$$\tau_p^T = \exp(A) \cdot \sigma^{-N} \cdot \exp(-B \cdot \sigma); \quad (1)$$

$$\tau_\varepsilon^T = \exp(C) \cdot \sigma^{-E} \cdot \exp(-D \cdot \sigma). \quad (2)$$

где τ_p и τ_ε – время до разрушения и время накопления деформации ползучести при $T = \text{const}$; σ – напряжение; A, B, N, C, D, E – коэффициенты, которые определяются обработкой выборки результатов испытаний образцов методом наименьших квадратов.

Определены численные значения коэффициентов уравнений температурно-силовой зависимости времени до разрушения и времени накопления заданной деформации ползучести $\varepsilon = 0,2\%$:

– для температуры 700 °С

$$\tau_p = \exp(73,15677) \cdot \sigma^{-10} \cdot \exp(-8,41625 \cdot 10^{-4} \cdot \sigma); \quad (3)$$

$$\tau_\varepsilon = \exp(71,335) \cdot \sigma^{-10} \cdot \exp(-2,411961 \cdot 10^{-3} \cdot \sigma); \quad (4)$$

– для температуры 800 °С

$$\tau_p = \exp(19,4315) \cdot \sigma^{-1} \cdot \exp(-1,562399 \cdot 10^{-2} \cdot \sigma); \quad (5)$$

$$\tau_\varepsilon = \exp(22,4965) \cdot \sigma^{-1} \cdot \exp(-3,095398 \cdot 10^{-2} \cdot \sigma); \quad (6)$$

– для температуры 900 °С

$$\tau_p = \exp(15,00262) \cdot \sigma^{-1} \cdot \exp(-1,567812 \cdot 10^{-2} \cdot \sigma); \quad (7)$$

$$\tau_\varepsilon = \exp(45,32265) \cdot \sigma^{-8} \cdot \exp(-1,015944 \cdot 10^{-2} \cdot \sigma). \quad (8)$$

С использованием уравнений (3–8) рассчитаны средние значения пределов длительной прочности и ползучести в интервале температур 700–900 °С и долговечностей от 10 до 1000 ч (табл. 2).

Таблица 2

Значения пределов длительной прочности и ползучести сплава ВЖЛ23

Температура, °С	σ_{100}	σ_{500}	σ_{1000}	$\sigma_{0,2/10}$	$\sigma_{0,2/100}$	$\sigma_{0,2/500}$
	МПа			МПа		
700	860	750	710	800	670	585
800	535	450	410	465	385	330
900	300	215	180	300	220	160

На рис. 2 представлены пределы длительной прочности при температуре 900 °С исследуемого сплава ВЖЛ23 и зарубежного сплава-аналога IN-792 [24].

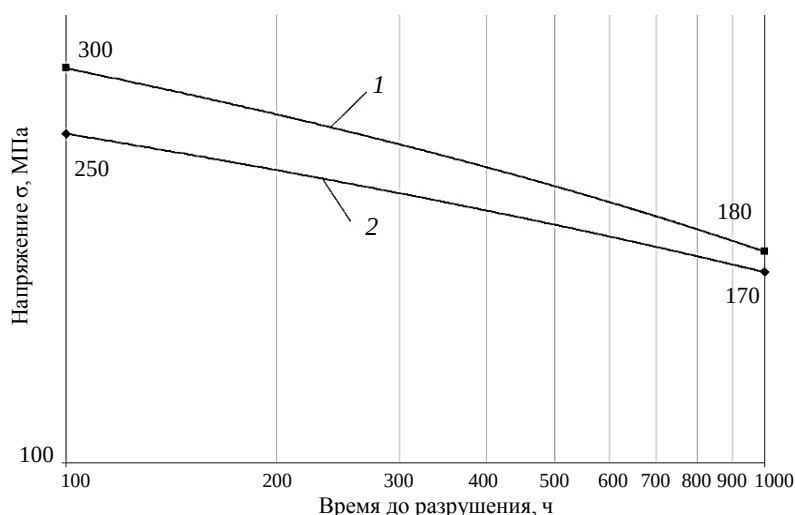


Рис. 2. Кривые длительной прочности сплавов ВЖЛ23 (1) и IN-792 (2) при температуре 900 °С

Сплав ВЖЛ23 имеет более высокие значения пределов длительной прочности, чем сплав IN-792, при долговечностях до 1000 ч.

Повышенный уровень длительной прочности обеспечивается благодаря сбалансированному содержанию в сплаве и соответственно в γ' - и γ -фазах сплава тугоплавких (Cr, Mo, W, Ta) и γ' -образующих (Al, Ta, Ti) металлов, а также высокими показателями фазовой стабильности.

Многоцикловая (МнЦУ) и малоцикловая (МЦУ) усталость

Проведены испытания на МнЦУ на базах до $N = 2 \cdot 10^7$ циклов при температуре 900 °С и на МЦУ на базах до $N = 1 \cdot 10^4$ циклов при температуре 700 °С. На каждом температурном уровне испытывали по 20 образцов.

По медианной (σ – N)-кривой определены средние значения предела выносливости в упругой области нагружения на базе $N = 2 \cdot 10^7$ циклов. Значение вероятности разрушения 50 % на установленной базе составило 240 МПа по параметру контролируемой амплитуды напряжений. По медианной (ε – N)-кривой определены средние значения предела выносливости в упругопластической области нагружения на базе $N = 1 \cdot 10^4$ циклов. Значение вероятности разрушения 50 % на установленной базе составило 0,4 % по параметру контролируемого размаха деформаций.

При многоцикловом нагружении чаще всего используется силовой подход, в котором предельное состояние материала может оцениваться амплитудными значениями контролируемой нагрузки при симметричном цикле:

$$\Delta\sigma/2 = \sigma_f N_f^b, \quad (9)$$

где $\Delta\sigma/2$ – амплитуда напряжения; σ_f – коэффициент усталостной прочности; N_f – число циклов до разрушения; b – показатель сопротивления усталости.

При помощи медианной кривой σ – N , полученной нелинейной аппроксимацией экспериментальных данных по МнЦУ сплава ВЖЛ23 при температуре 900 °С (режим нагружения – изгиб при вращении) и представленной на рис. 3, проведено сравнение с кривой усталости (режим нагружения – осевое «растяжение–сжатие») сплава IN-792 [25].

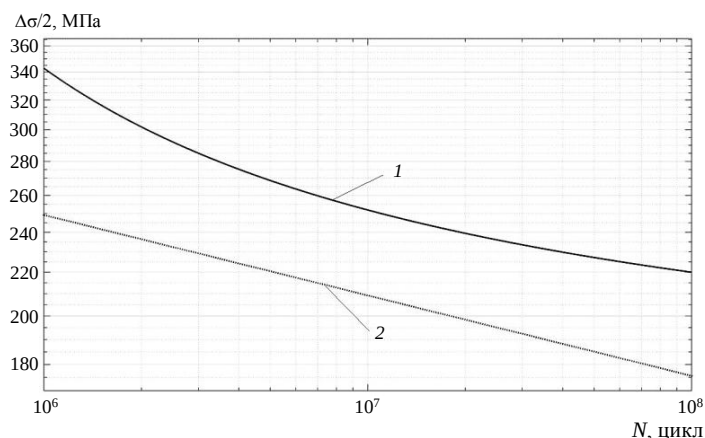


Рис. 3. Кривые многоцикловой усталости сплавов ВЖЛ23 (1; изгиб при вращении) и IN-792 (2; осевое «растяжение–сжатие») при температуре 900 °С ($R_\sigma = -1$)

Видно, что различие напряжений в интервале долговечности от 10^6 до 10^8 циклов при одноосном нагружении сплава IN-792 относительно чистого изгиба при вращении сплава ВЖЛ23 обусловлено различием напряженно-деформированного состояния образцов сплавов в процессе испытания на МнЦУ. При чистом изгибе при вращении максимальные напряжения распределены на поверхности, которые монотонно убывают к центру, а при одноосном «растяжении–сжатии» реализуется однородное поле максимальных напряжений, распределенное по всему объему. Очевидным становится тот факт, что поиск дефектного микрообъема материала при многоцикловом нагружении по схеме «изгиб при вращении» будет происходить на меньшем объеме материала, чем по схеме осевое «растяжение–сжатие». В работе [26] применительно к литейным жаропрочным сплавам установлено, что такое различие напряжений в объеме испытываемых образцов вызывает снижение предела выносливости на 12 %.

При сравнении напряжений на базе $1 \cdot 10^7$ циклов для исследуемого сплава ВЖЛ23 и зарубежного сплава-аналога IN-792 различие составляет 19 %.

При «жестком» нагружении при испытаниях на МЦУ чаще всего используется деформационный подход, в котором предельное состояние материала может оцениваться амплитудными значениями полной деформации, описываемой уравнением Мэнсона–Коффина [27]:

$$\Delta \varepsilon / 2 = \frac{\sigma'_f}{E} N_f^b + \varepsilon'_f N_f^c, \quad (10)$$

где $\Delta \varepsilon / 2$ – амплитуда полной деформации; σ'_f – коэффициент сопротивления усталости; b – экспонента сопротивления усталости; ε'_f , c – коэффициенты усталостной пластичности; N_f – число циклов до разрушения.

При помощи медианной кривой МЦУ ($\varepsilon'_f - N_f$) для сплава ВЖЛ23 с использованием полученных коэффициентов уравнения Мэнсона–Коффина проведено сравнение с кривой МЦУ сплава IN-792 (рис. 4).

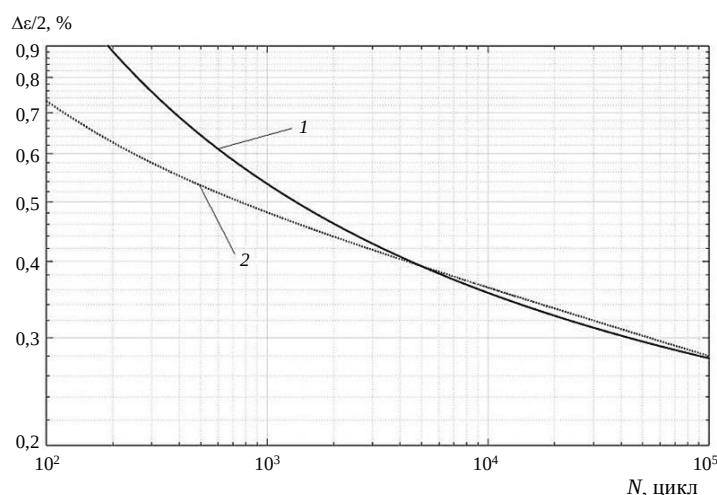


Рис. 4. Кривые малоциклового сопротивления усталости («жесткий» цикл нагружения) сплавов ВЖЛ23 (1; $R_e = 0$) и IN-792 (2; $R_e = -1$) при температуре 700 °C

Наблюдаемое на рис. 4 различие ($\varepsilon'_f - N_f$)-кривых сопротивления усталости сплавов ВЖЛ23 и IN-792 в области малых долговечностей и высоких нагрузок объясняется влиянием средней компоненты цикла деформации. Испытания на МЦУ сплава IN-792 проводили при симметричном цикле нагружения, в котором среднее значение деформации равно нулю. Отнулевой цикл деформации при испытании сплава ВЖЛ23 подразумевает наличие статической составляющей цикла деформации, влияющей на усталостную долговечность. Хорошо известно, что влияние растягивающей средней деформации цикла наиболее существенно при условии преобладания пластической деформации, которое реализуется на интервале менее $1 \cdot 10^3$ циклов [26]. В области преобладания упругой деформации и малых нагрузок при долговечности $1 \cdot 10^4$ циклов поведение двух жаропрочных сплавов становится идентичным.

Таким образом, сплав ВЖЛ23 в области МнЦУ и МЦУ при рабочих температурах не уступает наиболее жаропрочному зарубежному коррозионностойкому никелевому сплаву-аналогу IN-792.

Заключения

Определены характеристики прочности сплава ВЖЛ23 при рабочих температурах. Проведен сравнительный анализ полученных значений характеристик длительной прочности, многоциклового и малоциклового усталости сплава ВЖЛ23 с наиболее жаропрочным зарубежным сплавом-аналогом IN-792. Установлено, что по комплексу механических свойств сплав ВЖЛ23 не уступает сплаву IN-792.

Разработанный новый литейный коррозионностойкий жаропрочный никелевый сплав марки ВЖЛ23 может быть использован для изготовления рабочих и сопловых лопаток с поликристаллической равноосной структурой для стационарных энергетических газовых турбин перспективных высокоресурсных ГТУ и морских газотурбинных двигателей (ГТД), работающих длительное время при температурах до 900 °С.

Список источников

1. Гецов Л.Б. Материалы и прочность деталей газовых турбин: в 2-х кн. Кн. 1. Рыбинск: Газотурбинные технологии, 2010. 605 с.
2. Гецов Л.Б. Материалы и прочность деталей газовых турбин: в 2-х кн. Кн. 2. Рыбинск: Газотурбинные технологии, 2011. 493 с.
3. Логунов А.В. Жаропрочные никелевые сплавы для лопаток и дисков газовых турбин. Рыбинск: Газотурбинные технологии, 2017. 854 с.
4. Суперсплавы II. Жаропрочные материалы для аэрокосмических и промышленных энергоустановок: в 2 кн. /под ред. Ч.Т. Симса, Н.С. Столоффа, У.К. Хагеля; пер. с англ. М.: Металлургия, 1995. Кн. 2. 384 с.
5. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. №2 (14). С. 16–21.
6. Базылева О.А., Оспенникова О.Г., Аргинбаева Э.Г., Летникова Е.Ю., Шестаков А.В. Тенденции развития интерметаллидных сплавов на основе никеля // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 104–115. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-104-115.
7. Каблов Е.Н. Материалы и технологии ВИАМ для «Авиадвигателя» // Пермские авиационные двигатели. 2014. № 31. С. 43–47.
8. Громов В.И., Якушева Н.А., Востриков А.В., Черкашнев Н.Н. Высокопрочные конструкционные стали для валов газотурбинных двигателей (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). Ст. 01. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 06.12.2022). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.
9. 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.
10. Литейный жаропрочный сплав на никелевой основе и изделие, выполненное из него: пат. RU 2633679 С1; заявл. 20.12.16; опубл. 16.10.17.
11. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Рыжков П.В. Малоцикловая усталость при высоких температурах жаропрочного никелевого сплава, полученного селективным лазерным сплавлением // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4 (57). С. 65–73. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-65-73.
12. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Монин С.А. Влияние среднего напряжения цикла на характеристики малоциклового усталости жаропрочного никелевого сплава ВЖ175 // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 1 (70). Ст. 10. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 07.04.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-126-136.
13. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия. 2-е изд. / Под общ. ред. Е.Н Каблова. М.: Наука, 2006. 632 с.
14. Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов: технология и оборудование. М.: ВИАМ, 2016. 368 с.
15. ГОСТ 10145–81. Металлы. Метод испытания на длительную прочность. М.: Изд-во стандартов, 1981. 9 с.
16. ГОСТ 3248–81. Металлы. Метод испытания на ползучесть. М.: Изд-во стандартов, 1981. 11 с.

17. ГОСТ 25.502–79. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость. Москва. 1981. М.: Изд-во стандартов, 1986. 25 с.
18. Соловьев А.Е., Голынец С.А., Хвацкий К.К., Асланян И.Р. Проведение статических испытаний при растяжении на машинах фирмы Zwick/Roell // Труды ВИАМ. 2015. № 8. Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-8-12-12.
19. Школьник Л.М. Методика усталостных испытаний: справочник. М.: Металлургия, 1978. 304 с.
20. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 1 // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 1 (70). Ст. 03. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 07.04.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
21. Reed R.C. The Superalloys. Fundamentals and Applications. Cambridge: United Kingdom at University Press. 2006. 372 p.
22. Ковпак В.И. Прогнозирование жаропрочности металлических материалов. Киев: Наукова думка, 1981. 240 с.
23. Каблов Е.Н., Голубовский Е.Р. Жаропрочность никелевых сплавов. М.: Машиностроение, 1998. 463 с.
24. Donachie M.J., Donachie S.J. Selection of superalloys for design // Mechanical Engineers Handbook. Third Edition. John Wiley & Sons, Inc, 2006. P. 287–334.
25. Du B., Yang J., Cui C., Sun X. Effects of grain size on the high-cycle fatigue behavior of IN792 superalloy // Materials & Design. 2015. Vol. 65. P. 57–64. DOI: 10.1016/j.matdes.2014.08.059.
26. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Каранов В.А., Юшин В.Д. Влияние вида нагружения на многоцикловую усталость жаропрочных сплавов // Труды ВИАМ. 2019. № 3 (75). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.12.2022) DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-96-104.
27. Коллинз Дж. Повреждение материалов в конструкциях. Анализ, предсказание, предотвращение. М.: Мир, 1984. 624 с.

References

1. Getsov L.B. *Materials and strength of gas turbines*: in 2 books. Rybinsk: Gas turbine technologies, 2010, book 1, 605 p.
2. Getsov L.B. *Materials and strength of gas turbines*: in 2 books. Rybinsk: Gas turbine technologies, 2011, books 2, 493 p.
3. Logunov A.V. *Heat-resistant nickel alloys for shoulder blades and disks of gas turbines*. Rybinsk: Gas turbine technologies, 2017, 854 p.
4. *Superplanes II. Heat-resistant materials for aerospace and industrial power plants*: in 2 book. Eds. Ch.T. Sims, N.S. Stoloff, U.K. Hagel; Moscow: Metallurgiya, 1995, book 2, 384 p.
5. Kablov E.N. Materials of the new generation – the basis of innovation of technological leadership and national security of Russia // *Intelлект i tekhnologii*, 2016, no. 2 (14), pp. 16–21.
6. Bazyleva O.A., Ospennikova O.G., Arginbaeva E.G., Letnikova E.Yu., Shestakov A.V. Development trends of nickel-based intermetallic alloys. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2017, no. S, pp. 104–115. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-104-115.
7. Kablov E.N. Materials and technologies of the VIAM for the "Aviator" // *Permskiye aviatsionnye dvigateli*, 2014, no. 31, pp. 43–47.
8. Gromov V.I., Yakusheva N.A., Vostrikov A.V., Cherkashneva N.N. High strength structural steels for gas-turbine engine shafts (review). *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), paper no. 01. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 06, 2022). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.
9. 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 tekhnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
10. *Foundry of a nickel-based heat-resistant alloy and a product made from it*: pat. RU 2633679 C1; appl. 20.12.16; publ. 16.10.17.
11. Gorbovets M.A., Hodinev I.A., Ryzhkov P.V. Low-cycle fatigue at high temperatures of heat-resistant nickel-based alloy manufactured by selective laser melting. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 65–73. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-65-73.

12. Gorbovets M.A., Khodinev I.A., Monin S.A. Influence of average cycle stress on characteristics of low-cycle fatigue of high-temperature nickel alloy VZh175. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), paper no. 10. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 07, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-126-136.
13. *Casting shoulder blades of gas turbine engines: alloys, technologies, coating*. 2nd ed. Ed. E.N. Kablov. Moscow: Nauka, 2006, 632 p.
14. Sidorov V.V., Kablov D.E., Rigin V.E. *Metallurgy of foundry heat-resistant alloys: technology and equipment*. Moscow: VIAM, 2016, 368 p.
15. State Standard 10145–81. *Metals. The method of testing long-term strength*. Moscow: Publishing house of standards, 1981, 9 p.
16. State Standard 3248–81. *Metals. The testing method for creep*. Moscow: Publishing house of standards, 1981, 11 p.
17. State Standard 25.502–79. *Methods of mechanical testing of metals. Fatigue test methods*. Moscow: Publishing house of standards, 1986, 25 p.
18. Solovyev A.E., Golynets S.A., Khvatsky K.K., Aslanyan I.R. Performing of static tensile tests on Zwick/Roell machines. *Trudy VIAM*, 2015, no. 8, paper no. 12. Available at: <http://viam-works.ru> (accessed: December 05, 2022).
19. Shkolnik L.M. *Forest test methodology: reference*. Moscow: Metallurgiya, 1978, 304 p.
20. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaev M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 1. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), paper no. 03. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 04, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
21. Reed R.C. *The Superalloys. Fundamentals and Applications*. Cambridge: United Kingdom at University Press. 2006, 372 p.
22. Kovpak V.I. *Prediction of heat resistance of metal materials*. Kyiv: Naukova Dumka, 1981, 240 p.
23. Kablov E.N., Golubovsky E.R. *The heat resistance of nickel alloys*. Moscow: Mechanical Engineering, 1998, 463 p.
24. Donachie M.J., Donachie S.J. Selection of superalloys for design // *Mechanical Engineers Handbook*. Third Ed. John Wiley & Sons, Inc, 2006, pp. 287–334.
25. Du B., Yang J., Cui C., Sun X. Effects of grain size on the high-cycle fatigue behavior of IN792 superalloy // *Materials & Design*, 2015, vol. 65, pp. 57–64. DOI: 10.1016/j.matdes.2014.08.059.
26. Gorbovets M.A., Khodinev I.A., Karanov V.A., Yushin V.D. Influence of the type of loading on high-cycle fatigue of heat-resistant alloys. *Trudy VIAM*, 2019, no. 3 (75), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 06, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-96-104.
27. Collins J. *Damage to materials in structures. Analysis, prediction, prevention*. Moscow: Mir, 1984, 624 p.

Информация об авторах

Петрушин Николай Васильевич, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Римша Эльвира Гайсаевна, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Рыжков Петр Валерьевич, научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Nikolay V. Petrushin, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Elvira G. Rimsha, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Petr V. Ryzhkov, Researcher, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 26.05.2023; получена после доработки 07.06.2023;
одобрена и принята к публикации после рецензирования 07.06.2023.
The article was submitted 26.05.2023; received in revised form 07.06.2023;
approved and accepted for publication after reviewing 07.06.2023.

Научная статья

УДК 669.018.44

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-13-24

**НОВЫЕ РАЗРАБОТКИ НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» – ВИАМ
В ОБЛАСТИ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ЛИТЕЙНЫХ ПРОЦЕССОВ
ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ***А.Б. Ечин¹, Г.И. Дейнега¹, А.Р. Нарский¹*

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

Аннотация. Рассмотрены основные результаты научно-исследовательских работ, проведенных в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в период с 2015 г. по настоящее время, в области создания новых материалов для литейных процессов жаропрочных никелевых сплавов. Налажено серийное производство и поставка на машиностроительные предприятия ряда материалов. Перспективной задачей становится организация малотоннажного производства лопаток для энергетических турбинных установок с целью решения проблемы импортозамещения и расширения отечественного производства.

Ключевые слова: лопатки газотурбинных двигателей, алюминат кобальта, поверхностное модифицирование, авиационное материаловедение, жаропрочные сплавы, равноосное литье, направленная кристаллизация

Для цитирования: Ечин А.Б., Дейнега Г.И., Нарский А.Р. Новые разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в области материалов для литейных процессов жаропрочных сплавов // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-13-24.

Scientific article

**NEW DEVELOPMENTS OF NRC «KURCHATOV INSTITUTE» – VIAM
IN THE FIELD OF MATERIALS FOR CASTING PROCESSES
OF SUPERALLOYS***A.B. Echin¹, G.I. Deynega¹, A.R. Narsky¹*

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 main results of the research work carried out at the NRC "Kurchatov Institute" – VIAM in the period from 2015 to the present in the field of creating new materials for casting processes of nickel superalloys are considered. Serial production and supply of a number of materials to machine-building enterprises has been established. A promising task is the organization of low-tonnage production of blades for power turbine installations in order to solve the problem of import substitution and expansion of domestic production.

Keywords: blades of gas turbine engines, cobalt aluminate, surface modification, aviation materials science, superalloys, equiaxial casting, directional crystallization

For citation: Echin A.B., Deynega G.I., Narsky A.R. New developments of NRC «Kurchatov Institute» – VIAM in the field of materials for casting processes of superalloys. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 02. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-13-24.

Введение

В настоящее время одним из приоритетных направлений развития авиационного материаловедения в области совершенствования технологических процессов литья жаропрочных сплавов в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ является разработка перспективных материалов для литейных процессов, а также технологий их изготовления. Следует отметить особую актуальность работ, связанных со значительным вкладом в решение задач импортозамещения материалов и технологий в отечественной авиапромышленности.

Далее рассмотрены основные современные достижения в названной области. Они связаны с разработкой технологии изготовления керамических форм с использованием модификатора – алюмината кобальта, изготовленного из отечественных материалов, для получения лопаток из жаропрочных сплавов методом равноосного литья; новых составов модельных композиций; технологии изготовления пенокерамических фильтров с использованием отечественных материалов для очистки расплава от неметаллических включений при переплаве и разливке жаропрочных никелевых сплавов, а также исследованиями в области изготовления монокристаллических затравок и технологии изготовления керамических стержней на основе плавленного кварца. Разработаны также директивные технологические процессы для литья рабочих и сопловых лопаток с равноосной, направленной и монокристаллической структурами из жаропрочных сплавов.

Начало исследований в области материалов для литейных процессов жаропрочных сплавов в ВИАМ

Освоение целого комплекса как научно-теоретических, так и технологических основ литья по выплавляемым моделям (или точного литья) во Всесоюзном (ныне – Всероссийском) научно-исследовательском институте авиационных материалов (ВИАМ) началось в 1960-х гг. Тогда в металлургической лаборатории и в лаборатории литья были разработаны связующие на основе этилсиликата для изготовления керамических оболочковых форм, а также воскообразные выплавляемые модельные составы на основе парафина и стеарина (типа ПС50-50). В те же годы проведены исследования в области точного литья деталей из высокопрочных сталей.

Возглавил направление работ по проблемам керамических стержней И.Д. Абрамсон, под его руководством были разработаны и впервые внедрены на моторостроительных заводах СССР технологические процессы изготовления обжиговых керамических стержней при литье лопаток газотурбинных двигателей (ГТД). В работе принимали участие В.В. Князева, В.С. Шипилевская, З.С. Салибекова, И.В. Гордон и И.М. Демонис.

В лаборатории «Точного литья жаропрочных сплавов и сталей», организованной на основе сектора литья металлургической лаборатории, проводили разработку и внедрение жаропрочных сплавов, коррозионностойких и конструкционных сталей для точнолитых крупногабаритных деталей ответственного назначения в изделиях генеральных конструкторов: Н.Д. Кузнецова, С.П. Королева, А.М. Люльки, В.П. Глушко, А.Н. Туполева, С.В. Ильюшина и др.

Сотрудники лаборатории занимались также выплавкой сплавов в вакуумных индукционных литейных установках, разрабатывали составы моделей, оболочковых форм, связующих для изготовления суспензии. Первые работы проводили сотрудники: М.В. Сладкова, Е.П. Прозорова, М.Ф. Максимова, Н.И. Алексеева, Г.М. Ахrameева [1].

Поверхностное модифицирование сплавов

В середине 1970-х гг. при освоении в опытном и серийном производстве авиационных турбинных двигателей IV поколения возникла проблема термоусталостного разрушения рабочих лопаток турбины высокого давления по причине низких значений

предела выносливости и термостойкости литейных жаропрочных сплавов [1]. В результате теоретического и экспериментального изучения процессов структурообразования при равноосной кристаллизации Е.Н. Кабловым был разработан оригинальный способ формирования однородной мелкозернистой структуры в поверхностных слоях охлаждаемой лопатки – поверхностное модифицирование сплавов [2]. Способ основан на введении в керамическую форму модификатора – алюмината кобальта, специально синтезированного для этих целей. Его применение, как подтвердили эксперименты, способствует изменению энергетического состояния поверхности оболочковой формы, приводящему к уменьшению угла смачиваемости в системе «керамика–расплав», снижению работы гетерогенного зародышеобразования, возрастанию скорости образования центров кристаллизации и, соответственно, увеличению их числа. Таким образом, на поверхности литейной формы формируются кристаллические соединения с кристаллографической структурой, близкой к структуре заливаемого металла. В результате в процессе кристаллизации сплава в отливке лопатки создается мелкозернистая структура [3].

Применение процесса поверхностного модифицирования с использованием алюмината кобальта дало возможность существенно повысить и стабилизировать уровень основных характеристик жаропрочных никелевых сплавов, в том числе предела выносливости и термостойкости, что обеспечило увеличение ресурса лопаток в 3–5 раз. Лопатки с поверхностным модифицированием позволили изготовить более пятнадцати типов авиадвигателей: Р-29-300, Р-35, РД-33, АЛ-21Ф-3, ПС-90, Р-79-300 и других для самолетов военного и гражданского назначения [1].

В технологическом процессе производства рабочих лопаток и сопловых секций с равноосной структурой ряда машино- и двигателестроительных промышленных предприятий Российской Федерации внедрено использование модификатора – алюмината кобальта. Особенную актуальность это имеет при литье турбинных лопаток стационарных газотурбинных установок. Практически единственным поставщиком алюмината кобальта является НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ (далее – ВИАМ), где организовано малотоннажное производство модификатора трех различных марок (АК-1, АК-2, АК-3), различающихся величиной площади удельной поверхности, соответственно: 4,5–6; 8–10 и 10–12 тыс. см²/г. Таким образом, названный модификатор является материалом стратегического назначения. Алюминат кобальта синтезируют из трех основных компонентов – электрокорунда (оксида алюминия Al_2O_3), оксида кобальта (II, III) $CoO \cdot Co_2O_3$ и кобальта углекислого основного водного $CoCO_3 \cdot mCo(OH)_2 \cdot nH_2O$.

Производимый в ВИАМ высокочистый алюминат кобальта (рис. 1) отличается высоким качеством, имеет минимальное содержание щелочных примесей; свободного кобальта в порошке – не более 2 %, что позволяет исключить его взаимодействие с расплавленным металлом и получить отливку без поверхностных дефектов. Следует добавить, что в технологии изготовления модификатора используются исходные материалы с низким (<0,0008 %) содержанием щелочных металлов, что приводит к увеличению продолжительности жизненного цикла суспензии при изготовлении керамических форм. Основными потребителями модификатора – алюмината кобальта – в настоящее время являются следующие предприятия: ПАО «ОДК-Сатурн», ПАО «УМПО», АО «ММП имени В.В. Чернышева», ПАО «КАДВИ», АО «КМПО», АО «ОМКБ», ООО «Точка плавления», филиал АО «Газэнергосервис» – завод «Турбодеталь» имени И.И. Соколовского, АО «Протон-ПМ»; корпорация АО «ОДК». По данным 2022 г., потребность в алюминате кобальта в среднем по отрасли составляет порядка трех тонн в год.



Рис. 1. Модификатор – алюминат кобальта

В 2021 г. потребовалось оперативное решение проблемы импортозамещения, обусловленное тем, что один из исходных компонентов (оксид кобальта) имел импортное происхождение – его изготавливает фирма Freeport Cobalt Oy (Финляндия). В результате разработана технология изготовления литейных форм с использованием алюмината кобальта, полученного из отечественных материалов. При этом использовали оксид кобальта, производимый в РФ предприятиями: ООО НПФ «Балтийская мануфактура» и ООО «УНИХИМ».

Керамические формы во время экспериментальных исследований изготавливали с применением готовых связующих на водной основе Армосил KS и Армосил АМ. Первое из них использовалось исключительно для лицевого слоя: обладая высокими адгезионными свойствами к модельным составам, оно обеспечивало высокий класс чистоты поверхности отливок и снижало вероятность пригара. Второе – сообщало хорошие прочностные характеристики керамике и применялось для последующих слоев оболочковой формы. Названные связующие, наряду с экологической безопасностью, обеспечивают такие преимущества, как длительная живучесть и седиментационная устойчивость суспензий [4].

Проведенный после обработки в бойлерклаве и прокалки визуальный контроль качества керамических форм показал полное отсутствие дефектов в виде трещин и отслоений.

Затем на плавильно-заливочной установке УППФ-У проводили заливку форм жаропрочным сплавом ЖС6У-ВИ для получения лопаток ГТД с равноосной структурой, а затем оценивали макроструктуру лопаток.

Результаты исследования предела прочности сплава ЖС6У-ВИ при растяжении при температуре 20 °С и длительной прочности на базе 40 ч показали полное соответствие ОСТ 1 90126–85.

При визуальной проверке на всех отлитых и протравленных лопатках макроструктура оказалась разнотернистой с ориентировочным размером макрозерна от 0,5 до 5 мм, что является вполне характерным для равноосного литья по выплавляемым моделям.

Таким образом, установлена возможность применения отечественного оксида кобальта вместо импортного (финского производства). Разработана новая технологическая инструкция «Изготовление керамических форм с применением модификатора алюмината кобальта для литья отливок с равноосной структурой».

Внедрение результатов работы в технологию производства алюмината кобальта в ВИАМ привело к снижению себестоимости продукции [5].

Модельные композиции

В Советском Союзе в промышленности при литье по выплавляемым моделям находили применение воскообразные выплавляемые модельные составы на основе парафина и стеарина, такие как ПС50-50 и ПС70-30. Несмотря на хорошие реологические свойства в пастообразном состоянии, эти составы отличались небольшой

теплостойкостью. Более того, стеарин мог вступать в реакцию с растворителями этил-силикатного связующего.

Применение новых составов, включавших синтетические полимеры и полиэтиленовые воски (например, ПВ-200), обеспечивало получение более точных моделей, не взаимодействующих с компонентами суспензии и водой при их удалении из оболочковой формы. Один из самых известных составов – ВИАМ-102 [6].

Значительное усложнение геометрической конфигурации отливок деталей ответственного назначения, повышение требований к размерной точности и качеству литой поверхности детали требовали совершенствования технологии литья по выплавляемым моделям, в том числе улучшения технологических возможностей и оптимизации составов модельных композиций, на что и были направлены научно-исследовательские работы ВИАМ [7]. Были выработаны требования к свойствам модельных композиций; отработана методика определения текучести (или ее обратной величины – вязкости), характеризующей, в частности, полноту удаления из формы: чем быстрее плавится модельная композиция, тем лучше заполняется пресс-форма и легче происходит удаление модельного состава из формы; установлены допустимые температурные режимы запрессовки модельных композиций [8]; изучено влияние количества составляющих компонентов на технологические свойства модельных композиций [9]; исследовано влияние наполнителей на стабильность модельных композиций, проведен анализ влияния терефталевой кислоты на физико-механические характеристики композиций [10].

Применение современных модельных композиций направлено на замену иностранных, все еще используемых на металлургических заводах. Более того, отечественные композиции обладают относительно невысокой температурой плавления, хорошей текучестью, минимальными усадкой и зольностью, инертностью к материалам керамической формы, достаточно высокой прочностью при статическом изгибе, теплоустойчивостью, устойчивостью к образованию трещин, экологической безопасностью и отсутствием специфического запаха.

В настоящее время модельные композиции нового поколения (общего состава: воски, полимеры, смолы с улучшенными и стабильными характеристиками) позволяют изготавливать выплавляемые модели для деталей сложной конфигурации, обеспечивают импортнезависимость и технологическую безопасность. В 2015 г. в ВИАМ был организован участок мощностью 60 тонн в год по изготовлению модельных композиций, таких как Салют-1, Салют-2, Салют-3 и Салют-4, а также более совершенных составов: ВИАМ МК-1, ВИАМ МК-2, ВИАМ МК-4, ВИАМ МК-Л – на основе отечественного сырья (рис. 2).



Рис. 2. Фрагмент линии изготовления модельных композиций

Осуществление поставок возможно как в брикетах, так и в гранулах, для чего введена в эксплуатацию линия гранулирования для модельных композиций STP-WGL-1 (рис. 3 и 4).



Рис. 3. Линия гранулирования STP-WGL-1

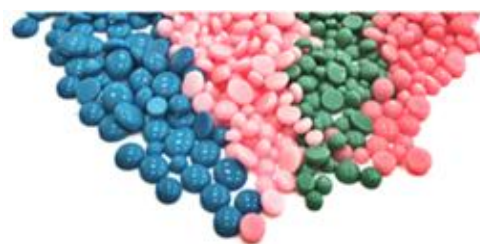


Рис. 4. Гранулы модельных композиций

Композиции серии ВИАМ, характеристики которых приведены в таблице, легко поддаются корректировке параметров прессования – изменение температуры, давления, скорости запрессовки не влечет за собой ухудшения технологических свойств воска.

Физико-механические свойства модельных композиций серии ВИАМ

Свойства модельных композиций	Значения свойств для модельных композиций			
	ВИАМ МК-Л	ВИАМ МК-1	ВИАМ МК-2	ВИАМ МК-4
Предел прочности при статическом изгибе, МПа, при температуре 20 ± 1 °С (не менее)	4,5	7	8	4
Теплоустойчивость, °С (не менее)	35	42	48	40
Температура каплепадения, °С	60–70	80–90	85–95	50–70
Массовая доля золы, % (не менее)	0,05	0,05	0,05	0,05

Основными потребителями модельных композиций производства НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ являются следующие предприятия: ПАО «УМПО», АО «КМПО», АО «МПО «Металлист», филиал ПАО «ОДК-Сатурн» – ОМКБ, ООО «Башполимерхим», ФГУП «ВНИИА».

Серийное изготовление монокристаллических затравок

В современных авиационных двигателях рабочие лопатки турбины находятся при максимально высоких температурах и испытывают наибольшее напряжение [11]. Лопатки изготавливают из никелевых жаропрочных сплавов методами точного литья по выплавляемым моделям.

Преимущество по рабочим характеристикам имеют лопатки с монокристаллической структурой, для получения которых в ВИАМ разработана технология направленной кристаллизации и формирования структуры отливки с помощью затравки. В 1970-х гг. в ВИАМ разработана затравочная технология монокристаллического литья жаропрочных сплавов. Для турбинных лопаток В.Н. Толорайя разработал тугоплавкую затравку на основе бинарного сплава никель-вольфрам с температурой ликвидус на $120\text{--}140$ °С выше, чем у никелевого жаропрочного сплава с традиционным легированием [1, 12].

Проведены исследования [13] по составу затравочного сплава, температурно-скоростным параметрам направленной кристаллизации затравочных заготовок, разработан модельный блок под заливку на установке направленной кристаллизации с жидкометаллическим кристаллизатором, проведены исследования по травлению затравок и затравочных заготовок для выявления их структуры и разбраковки, рентгеноструктурному и металлографическому анализу кристаллографической ориентации затравочных заготовок для их разметки под ориентированную вырезку затравок, рентгеноструктурному анализу для аттестации затравок от одной затравочной заготовки, металлографическому анализу структуры затравки с целью определения и разметки азимутального направления [100] на рабочей поверхности монокристаллических затравок [001].

Установлены и опробованы максимально допустимые отклонения от заданной кристаллографической ориентации на монокристаллических затравках и затравочных заготовках, которые составляют: на затравочных заготовках – не более 25 градусов, на затравках – не более 5 градусов. Указанные параметры определяются рентгеноструктурным методом на дифрактометрах типа ДРОН с использованием гониометрической приставки для исследования кристаллографических текстур [14, 15].

Проводились также исследования по введению в состав затравочного сплава углерода до 0,08 % (по массе) для повышения структурной стабильности материала относительно возникновения дефекта полосчатости на монокристаллических отливках.

В настоящее время по затравочной технологии разработаны производственные и технологические инструкции на изготовление монокристаллических затравок из сплавов систем «никель–вольфрам» (Ni–W) и «никель–вольфрам–углерод» (Ni–W–C), а также технические условия на монокристаллические затравки из сплава системы Ni–W.

Применение тугоплавких затравок из сплава системы Ni–W упрощает проведение процесса литья, повышает его надежность как в проходных печах типа ПМП-2, так и в высокоградиентных установках типа УВНК-9А, применяемых на отечественных заводах.

В 2019 г. в ВИАМ организовано изготовление и поставка на предприятия отрасли монокристаллических затравок с кристаллографической ориентацией [001] из сплава системы Ni–W для получения монокристаллических лопаток из современных жаропрочных никелевых сплавов (рис. 5).

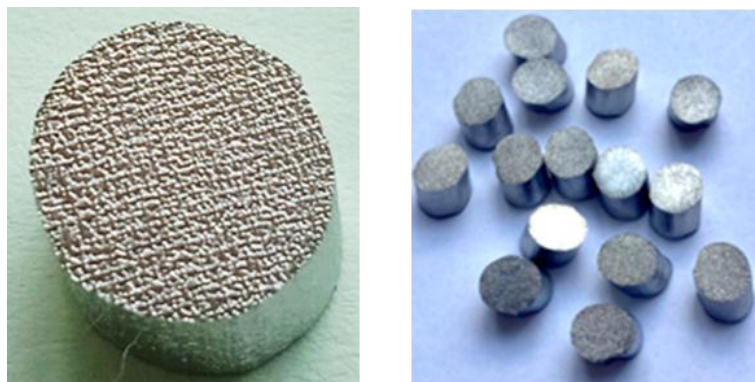


Рис. 5. Монокристаллические затравки из сплава системы Ni–W

Фильтрация жаропрочных сплавов от неметаллических включений

В 2022 г. в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана технология изготовления пенокерамических фильтров на основе отечественных огнеупорных материалов: оксидов алюминия (III) Al_2O_3 и циркония (IV) ZrO_2 . Оксид циркония (IV) – это особо перспективный материал, имеющий высокие прочностные характеристики и огнеупорность [16].

Ранее для фильтрации расплава от неметаллических включений при переплаве и разливке жаропрочных никелевых сплавов типа ЖС6У-ВИ и ВХ4Л-ВИ в серийном производстве применяли импортные фильтры STELEX ZR (Германия).

Проведенный анализ специализированной и патентной научно-технической литературы, изучение и подбор методов изготовления фильтров, выбор исходных материалов и спекающих добавок позволили отработать технологические параметры нанесения суспензии из микропорошков Al_2O_3 и ZrO_2 и связующих на водной основе на полиуретановую пористую модель с заданным размером ячейки.

Разработаны технологические параметры изготовления пенокерамических фильтров с использованием отечественных материалов, изготовлены экспериментальные образцы и определен ряд их физико-механических свойств. Пенокерамические фильтры нескольких типов полностью соответствовали требованиям технического задания на научно-исследовательскую работу.

Образцы созданных пенокерамических фильтров опробованы при переплаве и разливке сплавов ЖС6У-ВИ и ВХ4Л-ВИ с помощью специальной вакуумной печи. Все фильтры выдержали термический удар без разрушения и сохранили пропускную способность.

Оценена загрязненность сплавов неметаллическими включениями, проведен анализ химического состава сплавов, включая определение содержания кислорода, азота и циркония до и после фильтрации, проведены испытания на определение механических свойств и длительную прочность сплавов.

Установлено, что переплавы жаропрочных сплавов ЖС6У-ВИ и ВХ4Л-ВИ, полученные с применением разработанных пенокерамических фильтров на основе отечественных огнеупорных оксидных материалов, полностью соответствуют требованиям ОСТ 1 90126–85.

Основными потенциальными потребителями разработанной технологии являются моторостроительные предприятия АО «ОДК», машиностроительные предприятия топливно-энергетического комплекса России, предприятия космической отрасли Госкорпорации «Роскосмос» и другие.

Разработанная технология изготовления пенокерамических фильтров позволяет провести импортозамещение фильтров VESUVIUS UK (Великобритания), применяемых при выплавке литой прутковой заготовки из жаропрочных никелевых сплавов в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Керамические стержни на основе плавленного кварца

Керамические стержни применяют для получения в отливках протяженных узких сложных полостей или отверстий, в том числе в полых охлаждаемых лопатках [6, 17]. Для отливки деталей из никелевых жаропрочных сплавов чаще всего используют спеченные стержни на основе оксидов алюминия (III), кремния (IV) и циркония (IV).

К стержням предъявляют высокие требования по геометрической точности, огнеупорности, термодинамической устойчивости в диапазоне температур расплава сплава, механическим и теплофизическим свойствам (высокая прочность, в том числе при высокой температуре, стойкость к термическим ударам при заливке сплава в форму, легкоудаляемость из внутренней полости отливок, химическая инертность к жаропрочным сплавам и к керамическим материалам).

В настоящее время разработка составов и технологий изготовления керамических стержней для обеспечения высокоэффективной системы охлаждения представляет сложную задачу. При использовании стержней на основе электрокорунда существует проблема удаления керамического стержня из внутренней полости отливки.

Так, в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ проведено исследование по изучению возможности изготовления керамических стержней на основе плавленного кварца (SiO_2) для равноосной кристаллизации отливок лопаток ГТД (рис. 6 и 7) [18].



Рис. 6. Отливка лопатки, содержащая керамический стержень из плавленного кварца



Рис. 7. Прокаленные керамические стержни

Разработаны состав и технология изготовления керамических стержней на основе плавленного кварца. Изготовлена опытная партия керамических стержней. Технология опробована в производстве отливок лопаток с равноосной кристаллизацией из жаропрочного никелевого сплава ВЖЛ21-ВИ.

Одним из преимуществ стержневых составов на основе плавленного кварца является их легкоудаляемость в водных растворах щелочей (гидроксида калия КОН) с последующей промывкой внутренней полости отливок лопаток струей воды.

Керамические стержни удалялись из внутренней полости отливок лопаток в реакторе высокого давления Premex. Визуальный и рентгенографический контроль показал 100%-ное удаление стержней [19].

Таким образом, применение керамических стержней на основе плавленного кварца в серийном производстве для изготовления отливок лопаток из жаропрочных сплавов методом равноосной кристаллизации является перспективным направлением.

Директивные технологические процессы

В 2018–2019 гг. проведен анализ действующей нормативной документации получения отливок рабочих и сопловых лопаток с равноосной, направленной и монокристаллической структурами из жаропрочных никелевых сплавов на моторостроительных предприятиях АО «ОДК», в 2019–2020 гг. разработаны требования к материалам и технологическим процессам изготовления литых лопаток турбин на каждой стадии производства.

На основе анализа разработаны два директивных технологических (базовых) процесса: «Литье лопаток газотурбинных двигателей с монокристаллической и направленной структурами из жаропрочных никелевых сплавов» и «Литье лопаток газотурбинных двигателей с равноосной структурой из жаропрочных никелевых сплавов». Они являются единой технической документацией при производстве литых охлаждаемых лопаток. Создание на основе директивных технологических процессов технологий в действующих литейных цехах, при модернизации цехов, а также при проектировании новых цехов литья лопаток ГТД позволит строго регламентировать последовательность изготовления и контроля по всему процессу изготовления литых деталей ГТД, осуществлять централизованно закупку оборудования и материалов схожей номенклатуры для отработанных технологических процессов.

Заключения

Рассмотрены результаты приоритетных исследовательских работ, проведенных в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, в области материалов для литейных процессов жаропрочных сплавов: поверхностное модифицирование структуры отливок из жаропрочных сплавов, модельные композиции для литья по выплавляемым моделям, монокристаллические затравки, пенокерамические фильтры, керамические стержни на основе плавляемого кварца, разработка директивных технологических процессов литья лопаток ГТД.

Исследования проводятся в рамках реализации комплексных научных проблем 9.5. «Направленная кристаллизация (с переменным управляемым градиентом) высокотемпературных жаропрочных сплавов» и 9.6. «Технологии изготовления лопаток ГТД с высокоэффективным охлаждением, включая керамические формы и стержни для лопаток из новых перспективных сплавов» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [20].

В настоящее время первостепенной задачей становится необходимость организации малотоннажного производства и трансфера технологий изготовления лопаток энергетических турбинных установок с целью импортозамещения и расширения выпуска отечественной продукции.

Работа выполнена при поддержке оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Список источников

1. История авиационного материаловедения. ВИАМ – 80 лет: годы и люди / Под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ. 2012. 520 с.
2. Каблов Е.Н. Повышение эксплуатационных характеристик литых лопаток газотурбинных двигателей из жаропрочных никелевых сплавов путем управления процессом структурообразования при кристаллизации: автореф. дисс. ... докт. техн. наук. М.: МГАТУ им. К.Э. Циолковского, 1995. 60 с.
3. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия / Под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
4. Нарский А.Р., Дейнега Г.И., Кузьмина И.Г. Применение модификатора – алюмината кобальта при литье лопаток газотурбинных двигателей. Часть 1 // Литейное производство. 2022. № 3. С. 15–19.
5. Нарский А.Р., Дейнега Г.И., Кузьмина И.Г. Получение мелкозернистой структуры отливок из жаропрочных никелевых сплавов при использовании модификатора – алюмината кобальта // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 3 (72). Ст. 01. URL: <http://www.journal.viam.ru>. DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-3-14.
6. Литье по выплавляемым моделям / Под общ. ред. Я.И. Шкленника, В.А. Озерова. Изд. 3-е. М.: Машиностроение, 1984. 408 с.
7. Оспенникова О.Г., Каблов Е.Н., Шункин В.Н. Разработка и исследование пластификатора для модельных композиций на основе природных восков // Авиационные материалы и технологии. 2002. № 3. С. 68–70.
8. Оспенникова О.Г. Исследование и разработка параметров технологического процесса изготовления моделей из модельных композиций на основе синтетических восков // Авиационные материалы и технологии. 2014. № 3. С. 18–21. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-18-21.
9. Асланян И.Р., Рассохина Л.И., Оспенникова О.Г. Определение количественных факторов, существенно влияющих на технологические характеристики модельных композиций // Труды ВИАМ. 2018. № 12 (72). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.05.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-12-3-13.
10. Оспенникова О.Г. Исследование влияния наполнителей на свойства и стабильность модельных композиций, выбор оптимальных составов // Авиационные материалы и технологии. 2014. № 3. С. 14–17. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-14-17.
11. Бондаренко Ю.А. Тенденции развития высокотемпературных металлических материалов и технологий при создании современных авиационных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 2 (55). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.

12. Толорайя В.Н., Остроухова Г.А. Изучение механизма зарождения монокристаллов из Re-Ru-содержащих никелевых жаропрочных сплавов с заданной пространственной кристаллографической ориентацией от затравок системы Ni-W-Re-C с температурой ликвидуса 1550–1600 °C // Вопросы материаловедения. 2023. (в печати).
13. Толорайя В.Н., Остроухова Г.А. Получение монокристалльных затравок [001] из сплавов системы Ni-W методом направленной кристаллизации // Вопросы материаловедения. 2021. № 2 (106). С. 55–65.
14. Висик Е.М., Герасимов В.В., Колядов Е.В., Кузьмина Н.А. Влияние технологических режимов литья на параметры структуры монокристаллов новых жаропрочных сплавов // Металлургия машиностроения. 2016. № 5. С. 27–31.
15. Кузьмина Н.А. Ростовые структурные дефекты в монокристаллах никелевых жаропрочных сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). Ст. 02. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 22.05.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-15-26.
16. Соколов А.В., Дейнега Г.И., Кузьмина Н.А., Кузьмина И.Г. Структурно-механические свойства композиционного материала на основе частично стабилизированного диоксида циркония, допированного алюмомagneзиевой шпинелью // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 3 (64). Ст. 07. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 18.05.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-78-85.
17. Фоломейкин Ю.И., Каблов Е.Н., Демонис И.М. Высокоогнеупорные керамические стержни и формы для литья лопаток методом направленной кристаллизации // Авиационные материалы и технологии. 2003. № 1. С. 33–44.
18. Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н., Гамазина М.В., Авдеев В.В. Исследование составов керамических стержней на основе плавленого кварца и технологии их изготовления // Труды ВИАМ. 2021. № 1 (95). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.05.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-34-42.
19. Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н., Гамазина М.В., Авдеев В.В. Исследование основных характеристик керамических стержней на основе плавленого кварца для изготовления отливок лопаток авиационных двигателей // Литейное производство. 2022. № 10. С. 26–30.
20. 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.

References

1. *History of aviation materials science. VIAM – 80 years: years and people*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2012, 520 p.
2. Kablov E.N. *Improving the performance of cast blades of gas turbine engines from heat-resistant nickel alloys by controlling the process of structure formation during crystallization*: thesis, Dr. Sc. (Tech.). Moscow: MGATU im. K.E. Tsiolkovsky, 1995, 60 p.
3. *Cast blades of gas turbine engines: alloys, technologies, coatings*. Ed. E.N. Kablov. 2nd ed. Moscow: Nauka, 2006, 632 p.
4. Narsky A.R., Deinega G.I., Kuzmina I.G. The use of a modifier - cobalt aluminate in the casting of blades of gas turbine engines. Part 1. *Liteynoye proizvodstvo*, 2022, no. 3, pp. 15–19.
5. Narsky A.R., Deinega G.I., Kuzmina I.G. Obtaining a fine-grained structure of castings from nickel superalloys using a cobalt aluminate modifier. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), paper no. 01. Available at: <http://www.journal.viam.ru>. DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-3-14.
6. *Lost wax casting*. Eds. Ya.I. Shklennik, V.A. Ozerov. 3Rd ed. Moscow: Mashinostroenie, 1984, 408 p.
7. Ospennikova O.G., Kablov E.N., Shunkin V.N. Development and research of a plasticizer for model compositions based on natural waxes. *Aviation materials and technologies*, 2002, no. 3, pp. 68–70.
8. Ospennikova O.G. Research and working out of parameters of technological process of manufacturing of models from modelling compositions on the basis of synthetic waxes. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2014, no. 3, pp. 18–21. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-18-21.

9. Aslanyan I.R., Rassokhina L.I., Ospennikova O.G. Definition of quantitative factors, significantly influencing on technological characteristics of model compositions). *Trudy VIAM*, 2018, no. 12 (72), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 14, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-12-3-13.
10. Ospennikova O.G. Influence research of fillers on properties and stability of modelling compositions, a choice of optimum structures. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2014, no. 3, pp. 14–17. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-14-17.
11. Bondarenko Yu.A. Trends in the development of high-temperature metal materials and technologies in the production of modern aircraft gas turbine engines. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 2 (55), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
12. Toloraya V.N., Ostroukhova G.A. Studying of the mechanism of origin of monocrystals from Re–Ru-containing nickel heat resisting alloys with the set spatial crystallographic orientation from Ni–W–Re–C system primings with a temperature likvidusa 1550–1600 °C. *Voprosy materialovedeniya*, 2023 (in print).
13. Toloraya V.N., Ostroukhova G.A. Obtaining single-crystal seeds [001] from alloys of the Ni–W system by the method of directed crystallization. *Voprosy materialovedeniya*, 2021, no. 2 (106), pp. 55–65.
14. Visik E.M., Gerasimov V.V., Kolyadov E.V., Kuzmina N.A. Influence of technological modes of casting on the parameters of the structure of single crystals of new heat-resistant alloys. *Metallurgiya mashinostroyeniya*, 2016, no. 5, pp. 27–31.
15. Kuzmina N.A. Growth structural defects in single crystals of nickel heat-resistant alloys. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), paper no. 02. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 22, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-15-26.
16. Sokolov A.V., Deynaga G.I., Kuzmina N.A., Kuzmina I.G. Structural and mechanical properties of a composite material based on partially stabilized zirconium dioxide doped with magnesium aluminate spinel. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), paper no. 07. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 18, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-78-85.
17. Folomeikin Yu.I., Kablov E.N., Demonis I.M. Highly refractory ceramic rods and molds for casting blades by directional crystallization. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*, 2003, no. 1, pp. 33–44.
18. Rassokhina L.I., Bityutskaya O.N., Gamazina M.V., Avdeev V.V. Research of compositions of ceramic rods based on fused quartz and their manufacturing technology. *Trudy VIAM*, 2021, no. 1 (95), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 14, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-34-42.
19. Rassokhina L.I., Bityutskaya O.N., Gamazina M.V., Avdeev V.V. Investigation of the main characteristics of ceramic rods based on fused quartz for the manufacture of castings for aircraft engine blades. *Liteynoye proizvodstvo*, 2022, no. 10, pp. 26–30.
20. 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.

Информация об авторах

Ечин Александр Борисович, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Дейнега Григорий Иванович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Нарский Андрей Ростиславович, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Alexander B. Echin, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Andrey R. Narsky, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 26.05.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 01.06.2023.
The article was submitted 26.05.2023; approved and accepted for publication after reviewing 01.06.2023.

Научная статья

УДК 669.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-25-34

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ В β -ОБЛАСТИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ СПЛАВА VT22M

В.А. Крохина¹, А.А. Арисланов¹, С.В. Путырский¹, С.А. Наприенко¹

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

Аннотация. Представлены результаты исследования структуры и механических свойств полуфабрикатов из сплава VT22M после различных режимов термической обработки с нагревом в β -области. Режимы отличались скоростью охлаждения из β -области и наличием промежуточных выдержек. Проведены исследования механических свойств при растяжении, ударной вязкости и вязкости разрушения, выполнен анализ макро- и микроструктуры. После испытаний на вязкость разрушения выполнены фрактографические исследования для оценки характера разрушения образцов. Показано влияние режимов термической обработки в β -области на структуру и механические свойства полуфабрикатов из сплава VT22M.

Ключевые слова: титановый сплав VT22M, термическая обработка в β -области, микроструктура, механические свойства, фрактографический анализ

Для цитирования: Крохина В.А., Арисланов А.А., Путырский С.В., Наприенко С.А. Исследование влияния режимов термической обработки в β -области на структуру и механические свойства полуфабрикатов из сплава VT22M // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-25-34.

Scientific article

INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF HEAT TREATMENT MODES IN THE β -REGION ON THE STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF SEMI-FINISHED PRODUCTS FROM THE VT22M ALLOY

V.A. Krokhina¹, A.A. Arislanov¹, S.V. Putyrskiy¹, S.A. Naprienko¹

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

Abstract. Presents the results of a study of the structure and mechanical properties of semi-finished products from the VT22M alloy after various modes of heat treatment with heating in the β -region. The regimes differed in the rate of cooling from the β -region and the presence of intermediate exposures. The study of mechanical properties in tension, impact strength and fracture toughness was carried out, the analysis of macrostructure and microstructure was carried out. After testing for fracture toughness, fractographic studies were performed to assess the nature of the fracture of the samples. The effect of heat treatment modes in the β -region on the structure and mechanical properties of semi-finished products from the VT22M alloy is shown.

Keywords: titanium alloy VT22M, heat treatment in the β -region, microstructure, mechanical properties, fractographic analysis of fractures

For citation: Krokhina V.A., Arislanov A.A., Putyrskiy S.V., Naprienko S.A. Investigation of the influence of heat treatment modes in the β -region on the structure and mechanical properties of semi-finished products from the VT22M alloy. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-25-34.

Введение

Термическая обработка титановых сплавов с нагревом в β -области представляет большой интерес, поскольку благодаря структуре, сформированной в результате такой обработки, возможно получить повышенные значения характеристик вязкости разрушения [1–5]. Но при этом ее применение требует подбора режимов, не допускающих формирования грубой структуры, образование которой приводит к снижению прочностных и пластических характеристик.

Помимо типа структуры, формирующейся при термообработке в β -области, на уровень вязкости разрушения влияют также размеры и форма различных структурных составляющих. Так, для наиболее высоких значений вязкости разрушения, α -пластины, формирующиеся в β -зерне, должны располагаться близко друг к другу и быть короткими для обеспечения изменения направления движения растущей трещины. Зарубежные исследователи отмечают, что для оптимизации механических свойств путем регулирования микроструктуры в процессе термомеханической обработки одной из важнейших задач является предотвращение или ограничение образования α -фазы вдоль границ зерен β -фазы. Это связано с тем, что указанная морфология оказывает негативное влияние на некоторые механические свойства (прочность при растяжении, пластичность, вязкость разрушения), особенно в случае образования больших равноосных зерен β -фазы [4–10].

Проведенные ранее исследования (на полуфабрикатах из сплава ВТ22М) показали, что структура, полученная после деформации с заключительной ступенью в β -области, обеспечивает высокие значения вязкости разрушения. Однако для формирования структуры, обеспечивающей достижение требуемых значений комплекса характеристик, необходима высокая степень деформации в β -области, что ограничивает применение данного метода для изготовления полуфабрикатов [5, 11].

Перспективность изготовления деталей и узлов из титановых сплавов с β -структурой, полученной при термической обработке, подтверждается опытом их успешного внедрения в авиационной технике. Например, для сплавов составов Ti–6Al–4V и Ti–10V–2Fe–3Al используется β -отжиг. Термическая обработка в β -области широко применяется к ответственным элементам конструкции планера и шасси для изготовления деталей новых серийных самолетов компании Boeing (стойки пилона, узел кессона крыла и др. из сплава состава Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr) [4, 9, 10, 12].

Для получения β -структуры с помощью термической обработки необходимым условием достижения высоких значений комплекса механических свойств полуфабрикатов из титановых сплавов является формирование мелкозернистой структуры деформированного полуфабриката, что достигается путем последовательного применения приемов термомеханической обработки, включающих фазовую перекристаллизацию, контроль степени деформации и т. д. – отковки слитка до непосредственно штамповки с заключительной стадией в $(\alpha + \beta)$ -области. Последнее связано с тем, что при изготовлении полуфабрикатов, деформированных в β -области, повышение температуры отжига до температур, соответствующих β -области, резко ускоряет рост рекристаллизованных зерен за счет деформированных. Независимо от скорости нагрева мелкие рекристаллизованные зерна вырастают до соприкосновения, и далее идет собирательная рекристаллизация, приводящая к образованию полиэдрической крупнозернистой структуры. Из-за интенсивного роста β -зерна структура отожженных в β -области сплавов почти всегда крупнозернистая, с размером зерна в несколько сотен микрометров. Сравнительно мелкое β -зерно можно получить используя скоростной нагрев, позволяющий сократить время пребывания металла в β -области до нескольких секунд. Однако в промышленном производстве данный метод трудозатратен и малоосуществим [6–8, 13–17].

В данной статье приведены результаты исследования механических свойств полуфабрикатов из высокопрочного титанового сплава BT22M после различных режимов термической обработки в β -области.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в рамках реализации комплексного научного направления 8. «Легкие, высокопрочные коррозионностойкие свариваемые сплавы и стали, в том числе с высокой вязкостью разрушения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [18, 19].

Материалы и методы

Для изготовления заготовок и проведения исследований в вакуумно-дуговой печи VAR-L200 выплавлены слитки из сплава BT22M, которые подвергали механической обработке и исследованию химического состава. Содержание основных легирующих элементов (кислорода, азота и водорода) слитков соответствовало требованиям ОСТ 1 90013–81 для титанового сплава BT22M. Исследования механических свойств и структуры заготовок из сплава BT22M проводили после деформации с чередованием нагревов в β - и $(\alpha + \beta)$ -областях. Заключительная деформация проведена в $(\alpha + \beta)$ -области. После деформации заготовки подвергали термической обработке в β -области по следующим режимам ($T_{п.п}$ – температура полиморфного превращения):

- режим 1 – нагрев до $(T_{п.п} + 30)^\circ\text{C}$, выдержка, медленное охлаждение с печью до 750°C , выдержка и охлаждение на воздухе (первая ступень ступенчатого отжига с нагревом в β -области);

- режим 2 – нагрев до $(T_{п.п} + 30)^\circ\text{C}$, выдержка, охлаждение с контролируемой скоростью в печи с вентилятором до 750°C , выдержка и охлаждение на воздухе (первая ступень ступенчатого отжига с высокой скоростью охлаждения из β -области);

- режим 3 – нагрев до $(T_{п.п} + 30)^\circ\text{C}$, выдержка, медленное охлаждение с печью до 750°C , выдержка и охлаждение на воздухе; нагрев до 580°C , выдержка и охлаждение на воздухе (ступенчатый режим);

- режим 4 – нагрев до $(T_{п.п} + 30)^\circ\text{C}$, выдержка, охлаждение с контролируемой скоростью в печи с вентилятором до 750°C , выдержка и охлаждение на воздухе; нагрев до 580°C , выдержка и охлаждение на воздухе (ступенчатый режим с высокой скоростью охлаждения из β -области);

- режим 5 – нагрев до $(T_{п.п} + 30)^\circ\text{C}$, выдержка и медленное охлаждение с печью; нагрев до 580°C , выдержка и охлаждение на воздухе (режим двойного отжига с медленным охлаждением из β -области);

- режим 6 – нагрев до $(T_{п.п} + 30)^\circ\text{C}$, выдержка и охлаждение с контролируемой скоростью в печи с вентилятором; нагрев до 580°C , выдержка и охлаждение на воздухе (режим двойного отжига с быстрым охлаждением в печи из β -области).

Режимы 1 и 2 относятся к неполной термической обработке и проводятся с целью исследования влияния скорости охлаждения из β -области на структуру и свойства сплава.

Исследования микроструктуры выполняли на анализаторе фрагментов твердых частиц на базе металлографического микроскопа Olympus GX51. Анализ проводили на подготовленном поперечном срезе разрушенной половинки образца для определения ударной вязкости KCU.

Испытания на растяжение образцов из титанового сплава BT22M проводили по ГОСТ 1497–84.

Испытания на ударную вязкость KCU образцов проводились по ГОСТ 9754–2020. Испытания на определение вязкости разрушения выполняли по ГОСТ 25.506–85.

Фрактографические исследования проводили на разрушенных образцах методом растровой электронной микроскопии на электронном микроскопе Zeiss EVO MA10 после испытаний на определение вязкости разрушения.

Результаты и обсуждение

Проведенный визуальный анализ макроструктуры образцов после всех режимов термической обработки показал, что общий фон макроструктуры основного металла характеризуется блестящей тональностью, области с отличающимся фоном травимости отсутствуют, структура материала равномерная.

На рис. 1 приведены изображения микроструктуры образцов из заготовок сплава BT22M после различных режимов термической обработки в β -области.

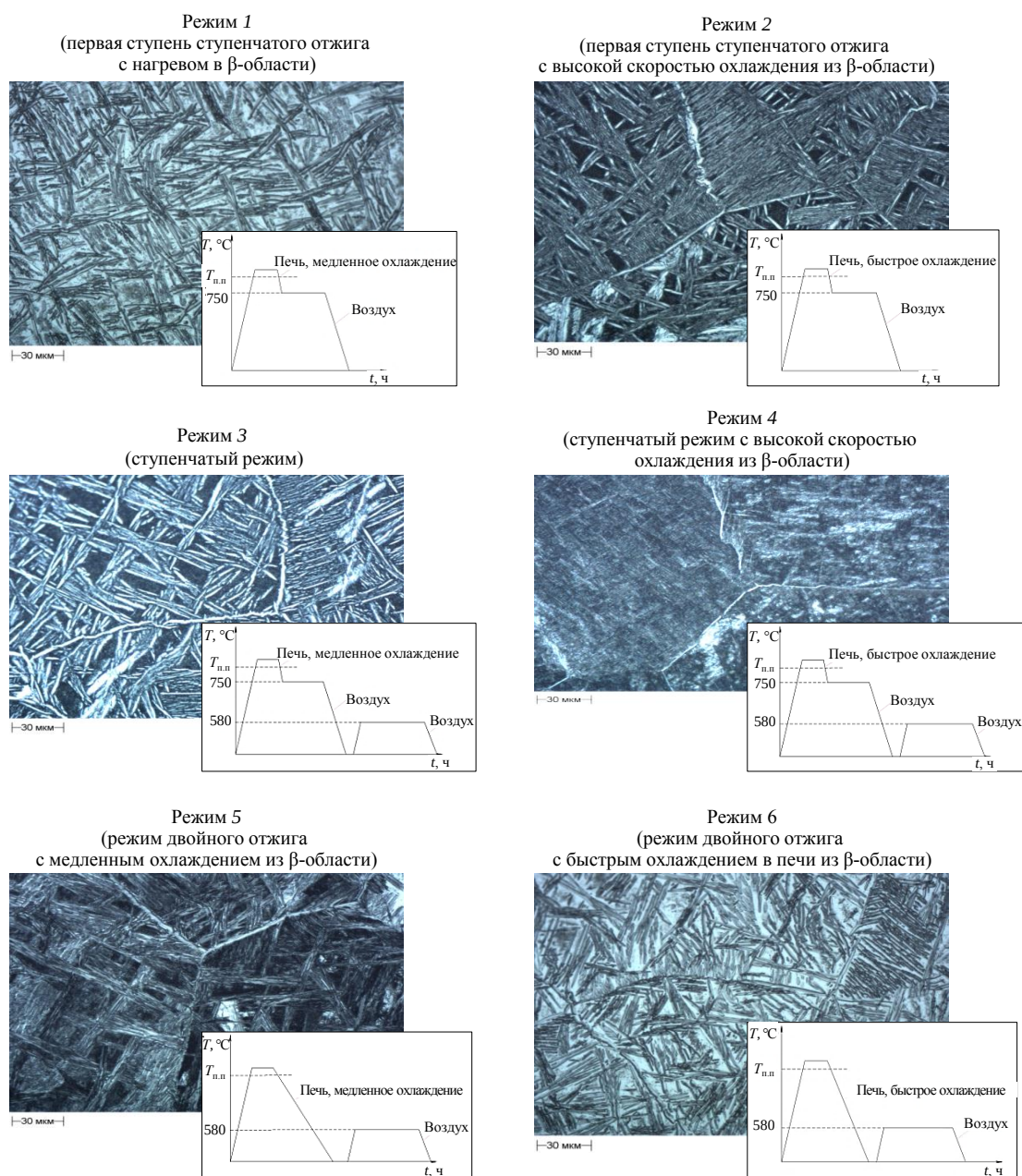


Рис. 1. Микроструктура заготовок из титанового сплава BT22M после различных режимов термической обработки

Микроструктура исследованных образцов из сплава ВТ22М в общем виде представлена крупными β -зернами и α -фазой пластинчатой морфологии. Микроструктура после первой ступени ступенчатого отжига с медленным охлаждением до температуры 750 °С (режим 1) представлена преимущественно длинными α -пластинами по всему объему β -зерен, обладающих тонкими границами. На границах β -зерен образуется незначительное количество колоний α -пластин. При высокой скорости охлаждения из β -области (режим 2) наблюдаются участки, свободные от выделения α -пластин, по границам β -зерен образуется большее количество колоний пластин α -фазы по сравнению с режимом 1.

После проведения второй ступени отжига при медленном охлаждении из β -области (режим 3) границы β -зерен становятся ярко выраженными, α -пластины становятся более тонкими и короткими, между колониями образуются зоны без α -пластин. На границах β -зерен сохраняется незначительное количество α -колоний. После ступенчатого режима отжига с высокой скоростью охлаждения из β -области (режим 4) также наблюдается уменьшение размеров α -пластин с сохранением колоний пластин α -фазы на границах β -зерен.

Микроструктура, полученная после режима двойного отжига с медленным охлаждением из β -области (режим 5), близка к микроструктуре, полученной после режима 3. Однако после режима 5 получены еще более тонкие пластины α -фазы и большее количество свободных от выделения α -пластин участков. По границам β -зерен расположено больше колоний α -пластин, однако их размеры гораздо меньше, чем размеры пластин в β -зернах. После режима двойного отжига с быстрым охлаждением в печи из β -области (режим 6) образуются α -пластины различной толщины и размеров по всему объему β -зерен, граница которых слабо выражена. На границах β -зерен присутствует большое количество колоний α -пластин.

Результаты испытаний на определение механических свойств при растяжении, ударную вязкость и вязкость разрушения образцов из сплава ВТ22М после термообработки по представленным режимам приведены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства заготовок из сплава ВТ22М после различных режимов термической обработки (средние значения)

Условный номер режима	$\sigma_{\text{в}}$	$\sigma_{0,2}$	Модуль упру- гости, ГПа	δ	ψ	КСУ, кДж/м ²	$K_{1с}$, МПа $\sqrt{м}$
	МПа			%			
1 (первая ступень ступенчатого отжига с нагревом в β -области)	927	903	101	19,5	37,0	623	109
2 (первая ступень ступенчатого отжи- га с высокой скоростью охлаждения из β -области)	1180	1090	116	7,4	13,5	363	82
3 (ступенчатый режим)	1170	1083	117	8,5	12,5	300	114
4 (ступенчатый режим с высокой ско- ростью охлаждения из β -области)	1113	1040	117	11,5	20,5	340	90
5 (режим двойного отжига с медлен- ным охлаждением из β -области)	1053	990	114	14,5	24,0	490	115
6 (режим двойного отжига с быстрым охлаждением в печи из β -области)	937	910	102	18,5	40,0	647	112

Результаты испытаний показывают, что наибольшим пределом прочности при растяжении обладают образцы после режимов 2 (первая ступень ступенчатого отжига с высокой скоростью охлаждения из β -области), 3 (ступенчатый режим) и 4 (ступенчатый режим с высокой скоростью охлаждения из β -области). Из них наилучшие характеристики пластичности обеспечиваются после режима 4 (ступенчатый режим с высокой скоростью охлаждения из β -области). Высокая ударная вязкость при наибольшей прочности также получена после режимов 2 (первая ступень ступенчатого отжига с высокой скоростью охлаждения из β -области) и 4 (ступенчатый режим с высокой скоростью охлаждения из β -области). Высокими значениями вязкости разрушения обладают все образцы, однако после режима 5 (режим двойного отжига с медленным охлаждением из β -области) получены наивысшие значения.

Исследовано влияние продолжительности выдержки при температурах нагрева в β -области при ступенчатом режиме 3. Изображения микроструктуры после термообработки представлены на рис. 2, результаты испытаний приведены в табл. 2.



Рис. 2. Микроструктура заготовок из титанового сплава BT22M после ступенчатой термической обработки (по режиму 3) с различной продолжительностью выдержки в β -области

Микроструктура представлена крупными β -зернами и неравномерно распределенными α -пластинами. С уменьшением времени выдержки неравномерность увеличивается, свободных от выделения α -пластин участков становится больше.

Таблица 2

Свойства заготовок из сплава BT22M после ступенчатой термической обработки (режим 3) с различным временем выдержки в β -области (средние значения)

Условный номер режима	$\sigma_{\text{в}}$	$\sigma_{0,2}$	Модуль упру- гости, ГПа	δ	ψ	КСУ, кДж/м ²	$K_{1с}$, МПа $\sqrt{\text{м}}$
	МПа			%			
3.1 (ступенчатый режим с выдержкой в β -области 45 мин)	1180	1100	117	8,2	10,5	260	72
3.2 (ступенчатый режим с выдержкой в β -области 30 мин)	1190	1120	117	6,6	8,3	250	73

Результаты механических испытаний показывают, что уменьшение времени выдержки приводит к снижению характеристик пластичности и ударной вязкости.

Для оценки характера разрушения образцов после испытаний на вязкость разрушения проведены фрактографические исследования после режимов 1 (первая ступень ступенчатого отжига с нагревом в β -области), 3 (ступенчатый режим) и 5 (режим двойного отжига с медленным охлаждением из β -области).

Характер изломов образцов после испытаний на вязкость разрушения представлен на рис. 3.

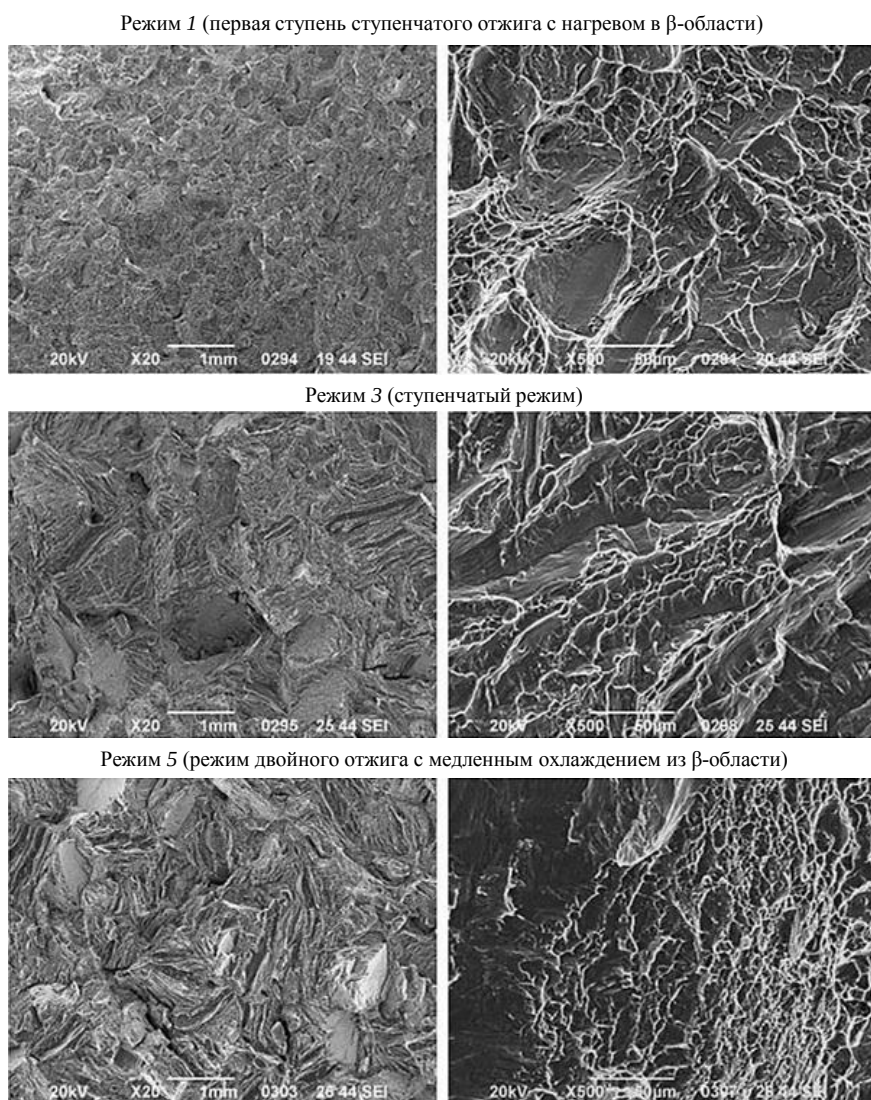


Рис. 3. Строение изломов после режимов термической обработки 1, 3 и 5

Разрушение во всех случаях развивалось с формированием пластичного ямочно-го микрорельефа. При этом ямки после первой ступени ступенчатого отжига с нагревом в β -области имеют равноосную морфологию, в то время как на образцах после ступенчатого режима и режима двойного отжига с медленным охлаждением из β -области наблюдаются вытянутые пластичные участки, имеющие различную ориентацию по отношению к поверхности и направлению разрушения. Данные фрактографические особенности связаны с разрушением оторочек α -фазы на границах β -зерен и однонаправленных колоний пластин α -фазы внутри зерен.

Заключения

Исследования микроструктуры показали, что скорость охлаждения из β -области (режимы 1 и 2) сильно влияет на количество и форму α -пластин. С увеличением скорости охлаждения объем образовавшихся α -колоний по границам β -зерен увеличивается, что, по-видимому, приводит к снижению значений вязкости разрушения (режимы ступенчатой обработки 3 и 4). После режимов двойного отжига (режимы 5 и 6) из-за высокой

скорости охлаждения также наблюдается увеличение размеров α -пластин и снижение прочности.

Результаты испытаний по определению механических свойств показали, что для сплава ВТ22М (с учетом области его применения) оптимальным уровнем свойств обладают заготовки после ступенчатого режима (режим 3) и режима двойного отжига с медленным охлаждением из β -области (режим 5). Однако наилучший комплекс свойств с учетом результатов определения вязкости разрушения получен после ступенчатого режима (режим 3). Проведенные для данного режима исследования по определению оптимальной продолжительности выдержки при температурах β -области показали, что с уменьшением времени выдержки увеличивается неравномерность распределения α -пластин в β -зернах, что приводит к снижению характеристик пластичности и ударной вязкости.

Фрактографические исследования также подтверждают то, что высокие значения вязкости разрушения обеспечиваются благодаря частицам α -фазы пластинчатой морфологии, меняющей направление движения трещин (рис. 3). Такая микроструктура получена после режимов 3 и 5. Идентичный характер разрушения после этих режимов может свидетельствовать о том, что микроструктура должна обладать тонкими и короткими пластинами α -фазы, равномерно распределенными внутри первичного β -зерна.

Исходя из полученных результатов исследований, можно сделать вывод, что для обеспечения высоких значений вязкости разрушения в микроструктуре должны быть равномерно распределенные небольшие α -пластины внутри β -зерна с наименьшим количеством колоний по границам зерен (что подтверждает зарубежные исследования титановых сплавов в данной области [4, 9]). Увеличение скорости охлаждения из β -области приводит к снижению вязкости разрушения ввиду формирования зон, свободных от выделения α -фазы пластинчатой морфологии. После режима двойного отжига с медленным охлаждением из β -области (режим 5) получены максимальные значения вязкости разрушения при удовлетворительных значениях механических свойств для сплава ВТ22М.

Таким образом, термическая обработка сплава ВТ22М с нагревом в β -области обеспечивает высокие значения вязкости разрушения с сохранением значений комплекса свойств на удовлетворительном уровне при формировании микроструктуры описанной ранее морфологии, что достигается выбором режима термической обработки. Для обеспечения возможности применения разработанных режимов для термической обработки заготовок деталей необходима их отработка в опытно-промышленных условиях на крупногабаритных полуфабрикатах.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России: сб. науч.-инф. материалов. 3-е изд., перераб. и доп. М.: ВИАМ, 2015. 720 с.
2. Каблов Е.Н. Из чего сделать будущее? Материалы нового поколения, технологии их создания и переработки – основа инноваций // Крылья Родины. 2016. № 5. С. 8–18.
3. Каблов Е.Н. Что такое инновации // Наука и жизнь. 2011. № 5. С. 2–6.
4. Demakov S.T., Gadeev D.V., Illarionov A.G., Ivasishin O.M. Effect of heat treatment in the structure and fracture behavior of titanium alloy VST5553 // Metal Science and Heat Treatment. 2015. Vol. 57. No. 7–8. P. 473–479.
5. Каблов Е.Н., Путырский С.В., Яковлев А.Л., Крохина В.А., Наприенко С.А. Исследование сопротивления усталостному разрушению штамповок из высокопрочного титанового сплава ВТ22М, изготовленных с заключительной деформацией в ($\alpha + \beta$)- и β -областях // Титан. 2021. № 1 (70). С. 473–479. DOI: 10.1007/s11041-015-9907-1.
6. Глазунов С.Г., Моисеев В.Н. Конструкционные титановые сплавы. М.: Металлургия, 1974. 368 с.

7. Хорев А.И. Фундаментальные и прикладные работы по конструкционным титановым сплавам и перспективные направления их развития // Труды ВИАМ. 2013. № 2. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.12.2022).
8. Аношкин Н.Ф., Бочвар Г.А., Ливанов В.А. Титановые сплавы. Металлография титановых сплавов. М.: Металлургия, 1980. 464 с.
9. Peters M., Kumpfert J., Ward C.H., Leyens C. Titanium Alloys for Aerospace Applications // Advanced Engineering Materials. 2003. Vol. 5. P. 419–427.
10. Тетюхин В.В., Левин И.В., Ледер М.О., Шибанов А.С. Разработка нового высокопрочного сплава: Ti 5Al–5Mo–5V–3Cr // Современные научные проблемы и технологии в гражданской авиации. М.: Наука, 2013. С. 240–251.
11. Крохина В.А., Путырский С.В., Яковлев А.Л., Ночовная Н.А. Перспективы применения β -деформации для высокопрочного титанового сплава переходного класса VT22M // Титан. 2019. № 3 (65). С. 42–47.
12. Inagaki I., Shirai Y., Takechi T., Ariyasu N. Application and Features of Titanium for the Aerospace Industry. Osaka: Nippon Steel & Sumitomo Metal, 2014. P. 22–27.
13. Каблов Е.Н., Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Давыдова Е.А. Исследование структурно-фазовых превращений в псевдо- β -титановых сплавах и влияния скорости охлаждения с температуры гомогенизации на структуру и свойства сплава VT47. Часть 2 // Труды ВИАМ. 2020. № 8 (90). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 08.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-11-19.
14. Дзунович Д.А., Панин П.В., Лукина Е.А., Ширяев А.А. Влияние режимов термической обработки на структуру и свойства сварных крупногабаритных полуфабрикатов из титанового сплава VT23 // Труды ВИАМ. 2018. № 1 (61). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.06.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-1-7-7.
15. Калашников В.С., Решетило Л.П., Чучман О.В., Наприенко С.А. Характеристики прочности и выносливости прутков и штамповок лопаток из серийных жаропрочных титановых сплавов и нового титанового сплава псевдо- α -класса // Труды ВИАМ. 2022. № 2 (108). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 08.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-13-31.
16. Ночовная Н.А., Ширяев А.А. Влияние режимов термической обработки на механические свойства и структуру экспериментальной композиции высокопрочного псевдо- β -титанового сплава // Труды ВИАМ. 2018. № 6 (66). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-22-29.
17. Панин П.В., Ночовная Н.А., Каблов Д.Е., Алексеев Е.Б., Ширяев А.А., Новак А.В. Практическое руководство по металлографии сплавов на основе титана и его интерметаллидов: учеб. пособие / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2020. 200 с.
18. 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.
19. Каблов Е.Н. ВИАМ: продолжение пути // Наука в России. 2012. № 4. С. 7–11.

References

1. Kablov E.N. *Trends and guidelines for Russia's innovative development*. 3rd ed., rev. and add. Moscow: VIAM, 2015, 720 p.
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. What is innovation. *Nauka i zhizn*, 2011, no. 5, pp. 2–6.
4. Demakov S.T., Gadeev D.V., Illarionov A.G., Ivasishin O.M. Effect of heat treatment in the structure and fracture behavior of titanium alloy VST5553. *Metal Science and Heat Treatment*, 2015, vol. 57, no. 7–8, pp. 473–479.
5. Kablov E.N., Putyrsky S.V., Yakovlev A.L., Krokhina V.A., Naprienko S.A. Investigation of resistance to fatigue failure of forgings from high-strength titanium alloy VT22M, manufactured with final deformation in ($\alpha + \beta$)- and β -regions. *Titan*, 2021, no. 1 (70), pp. 473–479. DOI: 10.1007/s11041-015-9907-1.
6. Glazunov S.G., Moiseev V.N. *Structural titanium alloys*. Moscow: Metallurgiya, 1974, 368 p.

7. Horev A.I. Fundamental and applied works on structural titanium alloys and perspective directions of their development. *Trudy VIAM*, 2013, no. 2, paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 15, 2022).
8. Anoshkin N.F., Bochvar G.A., Livanov V.A. *Titanium alloys. Metallography of titanium alloys*. Moscow: Metallurgiya, 1980, 464 p.
9. Peters M., Kumpfert J., Ward C.H., Leyens C. Titanium Alloys for Aerospace Applications. *Advanced Engineering Materials*, 2003, vol. 5, pp. 419–427.
10. Tetyukhin V.V., Levin I.V., Leder M.O., Shibano A.S. Development of a new high-strength alloy: Ti 5Al–5Mo–5V–3Cr. *Sovremennye nauchnyye problemy i tekhnologii v grazhdanskoy aviatsii*, Moscow: Nauka, 2013, pp. 240–251.
11. Krokhnina V.A., Putyrsky S.V., Yakovlev A.L., Nochovnaya N.A. Prospects for the use of β -deformation for a high-strength titanium alloy of the transition class VT22M. *Titan*, 2019, no. 3 (65), pp. 42–47.
12. Inagaki I., Shirai Y., Takechi T., Ariyasu N. *Application and Features of Titanium for the Aerospace Industry*. Osaka: Nippon Steel & Sumitomo Metal, 2014, pp. 22–27.
13. Kablov E.N., Nochovnaya N.A., Shiryayev A.A., Davydova E.A. Investigation of structural and phase transformations in metastable β -titanium alloys and effect of cooling rate from homogenization temperature on structure and properties of VT47 alloy. Part 2. *Trudy VIAM*, 2020, no. 8 (90), paper no. 02. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 08, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-11-19.
14. Dzunovich D.A., Panin P.V., Lukina E.A., Shiryayev A.A. Heat treatment effect on structure and properties of welded large-dimensioned semi-finished products from VT23 titanium alloy. *Trudy VIAM*, 2018, no. 1 (61), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: June 20, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-1-7-7.
15. Kalashnikov V.S., Reshetilo L.P., Chuchman O.V., Naprienko S.A. Strength and reliability of rods and rotor blade stamps made of heat-resistant industrial titanium alloys and modern pseudo- α -titanium alloy. *Trudy VIAM*, 2022, no. 2 (108), paper no. 02. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 08, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-13-31.
16. Nochovnaya N.A., Shiryayev A.A. Effect of heat treatment on mechanical properties and structure of high-strength metastable β -titanium alloy with experimental composition. *Trudy VIAM*, 2018, no. 6 (66), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 13, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-22-29.
17. Panin P.V., Nochovnaya N.A., Kablov D.E., Alekseev E.B., Shiryayev A.A., Novak A.V. *A practical guide to the metallography of alloys based on titanium and its intermetallic compounds: textbook*. allowance. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2020, 200 p.
18. 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 tekhnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
19. Kablov E.N. VIAM: continuation of the path. *Nauka v Rossii*, 2012, no. 4, pp. 7–11.

Информация об авторах

Крохина Виктория Александровна, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Арисланов Аскаджон Абдурасулович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Путирский Станислав Владимирович, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Information about the authors

Viktoriya A. Krokhnina, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Stanislav V. Putyrskiy, Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 19.01.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 24.01.2023.
The article was submitted 19.01.2023; approved and accepted for publication after reviewing 24.01.2023.

Научная статья

УДК 669.295

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-35-51

СОВРЕМЕННЫЕ ТЕНДЕНЦИИ В ОБЛАСТИ ТЕХНОЛОГИЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ТИТАНОВЫХ ПСЕВДО- β -СПЛАВОВ

А.А. Ширяев¹, Н.А. Ночовная¹

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

Аннотация. Представлена классификация и особенности различных подгрупп титановых псевдо- β -сплавов, рассмотрены типовые подходы к их термической и термомеханической обработке. Представлены результаты исследований, проведенных в последнее время и формирующих тенденции дальнейшего развития в области технологий термической и термомеханической обработки титановых псевдо- β -сплавов. Отмечено, что основным трендом большинства публикаций является применение современных высокотехнологичных методов исследования: SEM, HRTEM, EBSD. Среди наиболее важных тенденций в исследуемой области можно выделить работы, связанные с получением и управлением характеристиками структуры бимодального и мультимодального типов для повышения уровня и обеспечения сбалансированности комплекса механических и эксплуатационных свойств.

Ключевые слова: титановые псевдо- β -сплавы, изготовление полуфабрикатов, термическая обработка, термомеханическая обработка, микроструктура, механические свойства

Для цитирования: Ширяев А.А., Ночовная Н.А. Современные тенденции в области технологий термической и термомеханической обработки титановых псевдо- β -сплавов // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-35-51.

Scientific article

MODERN TRENDS IN THE FIELD OF HEAT TREATMENT AND THERMOMECHANICAL PROCESSING OF METASTABLE β -TITANIUM ALLOYS

A.A. Shiryayev¹, N.A. Nochovnaya¹

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

Abstract. Presents the classification and features of various subgroups of metastable β -titanium alloys, considers typical approaches for their heat treatment and thermomechanical processing. The results of recent studies that form trends for further development in the field of heat treatment and thermomechanical processing technologies for metastable β -titanium alloys are presented. It is noted that the main trend of most publications is the use of modern high-tech research methods: SEM, HRTEM, EBSD. Among the most important trends in the study area, one can single out works related to obtaining and controlling the characteristics of a bimodal and multimodal structure in order to increase the level and ensure a balance of the complex of mechanical and operational properties.

Keywords: metastable β -titanium alloys, manufacturing of semi-finished products, heat treatment, thermomechanical processing, microstructure, mechanical properties

For citation: Shiryayev A.A., Nochovnaya N.A. Modern trends in the field of heat treatment and thermomechanical processing of metastable β -titanium alloys. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-35-51.

Введение

Титановые сплавы широко применяются в конструкциях изделий авиационной, ракетной и космической техники благодаря низкой плотности, высокому уровню прочностных и ресурсных характеристик, удельной прочности, достаточно высоким рабочим температурам и хорошей коррозионной стойкости в различных средах. В связи с увеличением удельных нагрузок и повышением скоростей полетов ожидается, что объем применения титановых сплавов и в дальнейшем будет возрастать.

Традиционно в самолетах детали планера, двигателя и мотогондолы изготавливают из титановых сплавов, при этом в этих конструкциях наблюдается большая номенклатура деталей, в том числе крупногабаритных, с высокими требованиями по уровню прочностных и эксплуатационных характеристик, а также стоимости их изготовления. Для ряда сложнопрофильных высокопрочных деталей, предпочтительно изготавливаемых посредством листовой штамповки, существует потребность в производстве таких полуфабрикатов, как тонкие листы, проволока, лента и фольга [1].

Данному комплексу условий и требований в наибольшей степени соответствуют псевдо- β -титановые сплавы. Относительно малолегированные сплавы данного класса (типа BT22) в большей степени подходят для изготовления крупногабаритных высокопрочных изделий с высоким комплексом ресурсных характеристик. Более легированные псевдо- β -сплавы типа Ti-15-3 и β -21S, закаливающиеся на механически стабильную β -фазу, благодаря высокой технологической пластичности в наибольшей степени подходят для изготовления путем холодной прокатки и штамповки различных сложнопрофильных деталей и сотовых конструкций [2].

Для псевдо- β -сплавов также характерны свойства, позволяющие эффективно применять их не только в авиационно-космической [3], но и в автомобильной промышленности (высокий уровень упругих свойств и энергоемкости пружин [4, 5]), судостроении, нефте- и газодобывающей промышленности (хорошая коррозионная стойкость в морской воде и многих других агрессивных средах), медицине (биосовместимость, коррозионная стойкость в биологически активных средах, возможность обеспечить значения модуля упругости имплантата, наиболее близкие к костной ткани).

Несмотря на достигнутые успехи, разработка новых композиций и исследования в области псевдо- β -титановых сплавов продолжают и в настоящее время [6–8], что обусловлено необходимостью повышения комплекса механических, эксплуатационных и специальных свойств псевдо- β -титановых сплавов при растущей потребности снижения стоимости изготовления изделий.

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ [9–11] в рамках реализации комплексного научного направления 9.2. «Материалы на основе титана с регламентированной β структурой» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Классификация высоколегированных титановых сплавов

К настоящему времени в отечественном и зарубежном металловедении для титановых сплавов сложились и достаточно давно устоялись свои несколько отличающиеся системы классификации гетерофазных титановых сплавов и особенности методики оценки степени их легирования посредством молибденового эквивалента.

Согласно ранней отечественной классификации титановых сплавов, по типу структуры среди высоколегированных титановых сплавов выделяли $(\alpha + \beta)$ -сплавы переходного класса (с коэффициентом β -стабилизации $K_\beta = 1,0-1,4$), псевдо- β -сплавы ($K_\beta = 1,6-2,4$) и β -сплавы ($K_\beta \geq 2,5$) [12]. При этом к сплавам переходного класса относят сплавы, содержащие в стабильном состоянии от 25 до 50 % β -фазы, а при резком охлаждении с температур β -области сохраняющие β - или $(\beta + \omega)$ -структуру. Позднее, согласно классификации титановых сплавов по структуре в закаленном состоянии, предложенной Б.А. Колачевым и В.А. Ливановым, сплавы переходного класса имеют $(\alpha' + \beta)$ - или $(\alpha'' + \beta)$ -структуру, а псевдо- β -сплавы – только β - или $\beta(\omega)$ -структуру [13].

Преимущественно для оценки принадлежности сплава к той или иной группе используют понятие молибденового эквивалента $[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}}$, связанного с K_β следующим соотношением:

$$K_\beta = \frac{[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}}}{C_{\text{кр Mo}}^{\text{II}}} = \frac{[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}}}{11},$$

где $C_{\text{кр Mo}}^{\text{II}}$ – критическая концентрация β -стабилизатора.

Переходные $(\alpha + \beta)$ -сплавы не всеми авторами выделяются в качестве отдельного класса, а в зарубежных работах такой класс, как правило, отсутствует и принимается, что для α -сплавов – $[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} = 0$; для псевдо- α -сплавов – $[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} \leq (2-2,5)$; для $(\alpha + \beta)$ -сплавов – $[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} = 2,5-10$; для β -сплавов $[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} > 10$ [14].

В зарубежной практике титановые сплавы делят на классы (α -, $(\alpha + \beta)$ - и β -сплавы) с подразделением на подклассы: α -сплавы (α alloys), псевдо- α -сплавы (near- α alloys), $(\alpha + \beta)$ -сплавы ($\alpha + \beta$ alloys), метастабильные β -сплавы (metastable β alloys) и β -сплавы (β alloys) [15].

Ряд авторов делят общий класс β -сплавов (согласно зарубежной классификации) на четыре подкласса: beta-rich ($[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} \lesssim 5$), near- β ($[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} \approx 5-10$), metastable β ($[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} \approx 10-30$) и stable (стабильные) β alloys ($[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}} \gtrsim 30$) [16].

Необходимо отметить, что существуют некоторые отличия в применяемых различными исследователями формулах оценки молибденового эквивалента $[\text{Mo}]_{\text{ЭКВ}}$ как в значениях коэффициентов, так и в том, учитывается ли влияние алюминия на него [16, 17].

С учетом влияния содержания алюминия на значение молибденового эквивалента нижняя граница подкласса метастабильных β -сплавов может начинаться со значений $\sim(8-10)$ [16, 18].

Необходимо также отметить, что класс псевдо- β -титановых сплавов в свою очередь разделяется на сплавы с механически стабильной $\beta_{\text{м}}$ -фазой ($K_\beta \gtrsim 1,7$) и механически нестабильной фазой (по отношению к напряжению ($K_\beta \approx 1-1,25$) или деформации ($K_\beta \approx 1,25-1,7$)), склонной к протеканию фазовых превращений в процессе деформирования [19].

История создания псевдо- β -титановых сплавов

За рубежом история создания β -сплавов началась в 1950-х гг. с разработки и патентования коррозионностойких сплавов Ti-30Mo и Ti-40Mo со стабильной β -структурой. Затем последовала разработка и внедрение псевдо- β -титановых сплавов с термически нестабильной β -фазой – B120VCA (США) и BT15 (СССР). Сплав B120VCA нашел коммерческое применение в авиационно-космической отрасли: значительная часть деталей планера дальнего разведывательного самолета Lockheed SR-71

«Blackbird» была изготовлена из титановых сплавов – преимущественно из сплава B120VCA [16]. Несмотря на выявленные при его изготовлении и эксплуатации недостатки, сплав благодаря высокой стабильности закаленной β -структуры мог применяться в термически неупрочненном состоянии до температуры 288 °С.

В последующем были разработаны псевдо- β -титановые сплавы (Ti-15-3, Ti-8823, Beta-C, Beta 21S и др.), во многом лишенные большинства недостатков сплава B120VCA и его аналогов. Это привело с середины 1980-х гг. к значительному росту объемов потребления сплавов данного класса и расширению областей их применения как в военной, так и гражданской авиации [16, 20, 21].

Необходимо отметить, что начиная с 1990-х гг. разработка псевдо- β -титановых сплавов благодаря комплексу свойств (биосовместимость, коррозионная стойкость, более низкие значения модуля упругости и возможность управлять им) также была нацелена и на их применение в медицине, преимущественно для изготовления ортопедических имплантатов.

Современные подходы и тенденции в области термической и термомеханической обработки псевдо- β -титановых сплавов

Особенности структурно-фазовых превращений различных подклассов псевдо- β -титановых сплавов

Псевдо- β -титановые сплавы (metastable β titanium alloys) в целом обладают серьезными преимуществами по сравнению с остальными классами титановых сплавов: конкурентным комплексом прочностных и пластических характеристик, высокой технологичностью изготовления полуфабрикатов, коррозионной стойкостью, биосовместимостью при высоком уровне эксплуатационных характеристик и свариваемости. При этом, согласно международной классификации, к категории псевдо- β -титановых относятся сплавы с различной комбинацией характеристик. Для более легированных сплавов с $[\text{Mo}]_{\text{экв}} \geq 14$ основными преимуществами являются достаточно высокая стабильность β -фазы и большая глубина прокаливаемости, а также низкая критическая скорость охлаждения, обеспечивающая фиксацию механически стабильной β -фазы. Сплавы с $[\text{Mo}]_{\text{экв}}$ от 10 до 14 в зависимости от химического состава характеризуются высокой пластичностью в закаленном состоянии, обусловленной склонностью к протеканию деформации одновременно путем скольжения и двойникования, протеканию фазовых превращений в условиях напряженного состояния, а также сокращенным циклом упрочняющей термической обработки и, как правило, хорошей свариваемостью.

Как отмечено ранее, псевдо- β -титановые сплавы из однофазной β -области закаливаются на β - или $\beta(\omega)$ -структуру, которая в зависимости от степени легирования сплава характеризуется различной степенью стабильности. В сплавах со степенью легирования более C_2 закаленная β -фаза не распадается под воздействием деформации и считается механически стабильной. Сплавы со степенью легирования от $\text{C}_{\text{кр}}^{\text{III}}$ до C_2 закаливаются на полностью β -структуру, но она не является стабильной по отношению к напряжению и деформации и распадается с образованием мартенситных α' -, α'' - и ω -фаз. Отмечено, что по мере увеличения степени легирования псевдо- β -титановых сплавов с механически нестабильной β -фазой (и повышения ее стабильности) индуцированное деформацией превращение с образованием α' - и α'' -фаз сменяется на образование преимущественно ω -фазы и развитие процессов двойникования [22]. Для сплавов с механически стабильной β -фазой более характерен либо смешанный характер деформации путем скольжения и двойникования, либо (для сплавов с большей степенью стабилизации β -твердого раствора) преимущественно путем скольжения [16].

Вследствие различий в особенностях протекания структурно-фазовых превращений и реализации преимущественных механизмов деформации для псевдо- β -сплавов различной степени легирования зачастую отличаются и подходы к их деформационной и термической обработке.

Термическая и термомеханическая обработки

Согласно классификации видов термической обработки, предложенной А.А. Бочваром, применительно к псевдо- β -титановым сплавам могут применяться отжиг первого рода (возврат, отжиг для снятия напряжений и рекристаллизационный отжиг), отжиг второго рода (полный отжиг), закалка без полиморфного превращения и старение [23].

Отжиг для снятия напряжений проводится, как правило, в интервале температур 650–750 °С с охлаждением на воздухе [24]. Для большинства псевдо- β -сплавов его проведение может быть частично совмещено с упрочняющей термической обработкой. Для обеспечения высокой технологической пластичности для сплавов данного класса применяют $(\alpha + \beta)$ -отжиг или β -закалку. При этом $(\alpha + \beta)$ -отжиг вблизи температуры полиморфного превращения $T_{\text{п.п}}$ целесообразно применять для большинства псевдо- β -сплавов перед проведением горячей деформации в $(\alpha + \beta)$ -области. Для повышения технологической пластичности при деформации в холодном состоянии применяют β -закалку или β -отжиг, а для сплавов с большим содержанием в закаленной структуре ω -фазы, снижающей пластичность, возможно применение $(\alpha + \beta)$ -отжига. Однако для многих малолегированных псевдо- β -сплавов запас пластичности при холодной деформации ограничен вследствие интенсивной нагартовки, больших напряжений внутри β -зерна, обусловленных образованием многокомпонентной текстуры и протеканием фазовых превращений в процессе деформации [16].

Необходимо отметить, что температура и скорость охлаждения псевдо- β -сплавов после отжига оказывают значительное влияние на их структуру и механические свойства. Например, для сплавов со степенью легирования вблизи $C_{\text{кр}}^{\text{II}}$ применяется преимущественно $(\alpha + \beta)$ -отжиг, вследствие того, что при охлаждении из β -области происходит выделение охрупчивающей сплав атермической ω -фазы. Для сплавов со степенью легирования больше $C_{\text{кр}}^{\text{III}}$ вследствие высокой стабильности β -фазы для реализации максимальной пластичности целесообразно проведение β -отжига.

Изотермический и двойной отжиг, широко применяемый для псевдо- β -сплавов, в зависимости от температуры выдержки и скорости охлаждения на первой ступени может быть как традиционной разупрочняющей, так и упрочняющей термической обработкой. Уровень механических свойств псевдо- β -титанового сплава после двойного отжига (при условии, что температура первой ступени выше температуры $T_{\text{п.п}}$) может практически не отличаться от значений, полученных путем закалки на β -структуру и старения. Такая зависимость в наибольшей степени характерна для высоколегированных псевдо- β -титановых сплавов типа ВТ47 и ВТ32, имеющих низкую критическую скорость охлаждения с температур β -области, необходимую для фиксации полностью метастабильного структурного состояния (табл. 1). Для подобных сплавов закалка может быть осуществлена при низких скоростях охлаждения, реализуемых в вакуумных печах среднего размера, а для выделения значимого количества первичной α -фазы охлаждение с температуры β -отжига должно быть очень медленным ($\geq (2-4) \text{ ч}$).

Таким образом, для псевдо- β -сплавов упрочняющая термическая обработка может проводиться как по классической схеме, включающей в себя закалку из β -области и последующее старение, так и посредством двойного (изотермического) отжига с выдержкой в β - или $(\alpha + \beta)$ -области на первой его ступени. При этом разграничительным

критерием между типами упрочняющей термической обработки (УТО) является скорость охлаждения материала с температуры выдержки в β -области. Охлаждение из β -области со скоростью выше критической скорости «самозакаливания» ($v_{\text{охл}} \geq v_{\text{охл.кр}}$) является закалкой, а ниже – отжигом.

Таблица 1

Механические свойства тонких листов (0,5–1,0 мм) из псевдо- β -сплавов ВТ47 (d – плотность) после упрочняющей термической обработки различного вида

Вид термической обработки	Скорость охлаждения $v_{T_{\text{пл}} + 20 \dots 400}^{\circ\text{C}}, \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{мин},$ после первой ступени	Механические свойства продольных образцов			
		$\sigma_{\text{в}},$ МПа	$\sigma_{0,2},$ МПа	$\delta_5,$ %	$\sigma_{\text{в}}/d,$ кМ (усл. ед.)
Температура испытания 20 °С					
β-закалка и старение	8	1260	1190	11,0	26,9
Двойной отжиг	2	1260	1190	12,0	26,9
Температура испытания 350 °С					
β-закалка и старение	8	1090	970	12,0	—
Двойной отжиг	2	1090	970	11,5	—

Степень различия в структуре и свойствах псевдо- β -сплавов непосредственно после закалки по сравнению с отжигом в первую очередь зависит от степени легирования сплава и стабильности β -фазы, а также особенностей протекающих при охлаждении структурно-фазовых превращений [25], в том числе от того, насколько подавлен процесс выделения атермической ω -фазы. Для высоколегированных сплавов при медленном охлаждении с температур β -области более характерно выделение незначительного количества первичной α -фазы в виде «оторочек» по границам зерен или небольших зарождающихся внутризеренных частиц. Возможно также выделение кластеров β' -фазы. Например, в структуре сплава состава Ti–6Cr–5Mo–5V–4Al даже при быстром охлаждении в воде после гомогенизации в β -области с температуры $T_{\text{п.п}} + 40$ $^\circ\text{C}$ происходит объемный спинодальный распад $\beta_m \rightarrow \beta_1 + \beta_2$ с образованием полосчатой периодической субструктуры (с толщиной пластин ~ 30 нм), оказывающий влияние на равномерность протекания и механизмы деформации [26]. Прочностные свойства подобной структуры незначительно отличаются от закаленной структуры, а степень снижения характеристик пластичности зависит от объемной доли и структурных особенностей β' -фазы и также может быть незначительной. Изменение комплекса свойств менее легированных сплавов, в большей степени склонных к выделению ω -фазы, может быть более существенным и проявляться в значительном снижении пластичности отоженной из β -области микроструктуры.

Типичной структурой в термически упрочненном состоянии для высоколегированных псевдо- β -сплавов (Ti-15-3, Beta-C, ВТ35, ВТ47) является матричная средне- или крупнозернистая полиэдрическая β -структура ($\sim (20\text{--}200)$ мкм), заполненная частицами вторичной α -фазы пластинчатой или игольчатой морфологии. После закалки на полностью β -структуру и последующего старения данные сплавы проявляют преимущественную склонность к формированию пластинчатых выделений α -фазы зернограничной (α_{GRB}), приграничной (widmenstätten side plates, α_{wSP}) и внутризеренной (intragranular alpha plates, α_{IG}) топологии.

Такая структура обусловлена типовой для данных сплавов УТО, состоящей из β -закалки и последующего одно- или двухступенчатого старения. Для листов, ленты и фольги целесообразность проведения такой термической обработки вызвана необходимостью реализации максимально высоких характеристик штампуемости в закаленном состоянии. Выдержка при температурах гомогенизации вблизи температуры $T_{\text{п.п}}$ зачастую

не приводит к полному протеканию процессов рекристаллизации, а оставшиеся нерекристаллизованными зерна и их развитая субструктура, как показано на сплавах Ti-15-3 и Beta-C, приводят к локализованному неоднородному выделению вторичной α -фазы при старении [27, 28]. Для того чтобы избежать такого нежелательного дефекта, увеличивают степень предшествующей деформации и повышают температуру закалки в β -области ($T \geq T_{п.п} + 50$ °C). Однако крупнозернистая β -структура при последующем старении более склонна к формированию структурного дефекта в виде зон, свободных от выделений вторичной α -фазы, расположенных в объеме исходных β -зерен и представляющих собой практически полностью нераспавшийся β_m -твердый раствор с пониженным уровнем твердости. Наличие таких структурных дефектов требует существенного увеличения длительности старения и приводит к снижению эксплуатационных характеристик и, в частности, сопротивления усталостному разрушению. Для предупреждения образования подобных зон эффективным методом является применение двухступенчатого старения, первая ступень которого направлена на создание равномерно распределенной по объему сплава дисперсии фаз-прекурсоров (ω или β'), выступающих в качестве центров зарождения частиц вторичной α -фазы [29], а вторая – на обеспечение требуемых размеров α -фазы и соотношения прочностных и пластических свойств [30]. Двухступенчатое старение в совокупности с более крупнозернистой и полностью рекристаллизованной β -структурой также существенно снижает количество нежелательной зернограницной α -фазы, выделяющейся в виде так называемой «оторочки» и снижающей уровень эксплуатационных свойств. Однако длительность двухступенчатого старения может быть довольно большой [31, 32]. При этом, как отмечено для сплава Ti-15-3, двухступенчатое старение (наравне с повышением комплекса прочностных и пластических свойств) повышает скорость роста трещины усталости (СРТУ) [33]. Для псевдо- β -сплава Beta 21S путем УТО с двухступенчатым старением, включающим очень длительную первую стадию (до 150 ч выдержки), удалось получить сверхвысокий уровень прочности (σ_b – до 1820 МПа) на нестандартных образцах (с укороченной рабочей частью длиной 3 мм, шириной 1 мм и толщиной 0,4–0,6 мм) со скоростью растяжения при испытании 10^{-3} с $^{-1}$ [34].

Альтернативой двухступенчатого старения является одноступенчатое старение с регламентированным медленным нагревом перед изотермической выдержкой, также направленное на предварительное выделение фаз-прекурсоров [35].

Комплекс свойств псевдо- β -сплавов предопределяет широкий выбор возможностей применения различных схем термомеханической обработки (ТМО), в числе которых высокотемпературная (ВТМО) и низкотемпературная (НТМО) ТМО, в том числе с применением холодной деформации, а также всевозможные комбинированные схемы ТМО. Возможность применения большого разнообразия методов ТМО открывает значительные возможности для получения вариативности структурных составляющих титановых псевдо- β -сплавов, более гибкого управления уровнем механических и эксплуатационных свойств, а также существенного уменьшения длительности старения, в особенности направленного на достижение высокого уровня прочности. Для малолегированных сплавов данного класса и сплавов с небольшим запасом технологической пластичности при комнатных температурах наиболее целесообразно применение ВТМО и НТМО при температурах вблизи температуры $T_{п.п.}$, а для сплавов со стабильной β -фазой – еще и НТМО, включающей деформацию при комнатной температуре и комбинированные схемы на ее основе.

Высокая плотность дефектов кристаллического строения, обусловленная холодной деформацией (в том числе дислокаций, выступающих в качестве мест предпочтительного зарождения), после старения, по сравнению с традиционной УТО, приводит к формированию более однородной и мелкодисперсной смеси вторичной α -фазы в объеме

исходных β -зерен, что снижает склонность к формированию «оторочек» α -фазы по их границам. Такая структура благодаря значительной микродеформации кристаллических решеток фаз, т. е. фазовому наклепу, обеспечивает высокий уровень прочностных свойств.

Однако необходимо отметить, что развитая текстура деформации и, как следствие, текстура частиц вторичной α -фазы, а также возникающая в ряде случаев локальная неоднородность плотности распределения частиц в объеме β -зерна заметно снижают уровень пластичности псевдо- β -сплавов после НТМО. Это обусловлено более высокой плотностью дислокаций в области полос скольжения, образующихся при холодной прокатке исходной β -структуры [36]. Проведение на холоднокатаном полуфабрикате из сплава Ti-15-3 в составе НТМО перед окончательным старением дополнительной ступени ТО (быстрый нагрев и кратковременный β -отжиг при температуре 750 °C), направленной на развитие процессов возврата (или, как показано на сплаве состава Ti-4,5Fe-7,2Cr-3,0Al, неполной рекристаллизации [37]), позволяет, по сравнению с традиционной схемой НТМО, обеспечить преимущество по уровню пластичности за счет более однородного выделения разнонаправленных частиц вторичной α -фазы на границах субзерен [38] либо при выборе технологических параметров обеспечить существенно более высокий уровень прочностных свойств при низком уровне пластичности за счет выделения большого количества мелкодисперсной вторичной α -фазы (толщиной $\sim(2-5)$ нм) [39].

Применительно к высоколегированным псевдо- β -сплавам возможно использование различных схем традиционной и комбинированной ТМО. На примере сравнительного исследования сплавов Ti-15-3, Ti-13-11-3 и Beta-C показано, что с изменением степени легирования эффективность (по сравнению с традиционной упрочняющей обработкой) одних схем снижается, а других – возрастает. Так, для наиболее легированного сплава Ti-13-11-3 традиционная схема НТМО с низкотемпературным старением обеспечивает наилучший баланс прочностных и пластических свойств. Для сплава Ti-15-3 с позиции обеспечения комплекса прочностных и пластических свойств наилучшие результаты обеспечивают схемы традиционной НТМО и схемы с последующим двухступенчатым старением с понижением температуры после первой ступени [40]. Длительность двухступенчатого старения, применяемого в составе НТМО, может быть значительно сокращена по сравнению с УТО, включающей двойное старение и обеспечивающей близкий уровень прочностных свойств [41].

Для сплава Ti-15-3 показано, что комбинированная схема ТМО, состоящая из высокотемпературного старения, последующей холодной прокатки и низкотемпературного старения, позволяет также обеспечить более высокий комплекс прочностных и пластических характеристик, а также сопротивления усталости по сравнению с традиционной схемой УТО (β -закалка и старение). Данная комбинированная схема ТМО, несмотря на более низкий уровень прочности сплава, также обеспечивает существенное сокращение времени обработки по сравнению с длительной двухступенчатой УТО [32].

Исходя из ранее приведенных сведений видно, что в настоящее время для наиболее широко применяемых псевдо- β -титановых сплавов типа Ti-15-3 опробовано значительное количество различных подходов к термической и термомеханической обработке, что по крайней мере в лабораторных условиях позволяет обеспечить высокий комплекс прочностных свойств при удовлетворительной пластичности и приемлемом уровне эксплуатационных характеристик. При этом реализация значительной части представленных режимов в условиях промышленного производства затруднено вследствие повышенных требований к применяемому оборудованию, влияния масштабного фактора, нерационально больших временных затрат на проведение упрочняющей обработки сплава и возникающих сложностей при достижении стабильного уровня свойств.

В последние годы для обеспечения сбалансированно высокого комплекса механических и эксплуатационных свойств (прочности, пластичности, СРТУ, сопротивления усталостному разрушению) исследователи все больше внимания обращают на получение и оптимизацию бимодальных и мультимодальных структур с различной морфологией.

Необходимо учитывать, что получение широко применяемых для оптимизации свойств сплавов ($\alpha + \beta$)-класса бимодальных глобулярно-пластинчатых структур применительно к ряду псевдо- β -сплавов существенно осложнено.

Для большинства высоколегированных псевдо- β -сплавов с высокой стабильностью β_m -фазы морфология первичной α -фазы после УТО является пластинчатой либо грубопластинчатой. Частицы первичной α -фазы, как правило, располагаются преимущественно по границам исходных зерен в виде сплошной или прерывистой «оторочки» (в случае ($\alpha + \beta$)-отжига исходно закаленной структуры) либо внутри зерна, сформировавшись на дефектах кристаллического строения: скоплениях дислокаций и границах субзерен (в случае ($\alpha + \beta$)-отжига исходно деформированного материала).

Формирование частиц первичной α -фазы глобулярной (или приближенной к ней) морфологии характерно для малолегированных псевдо- β -сплавов (BT22 состава Ti–5Al–5Mo–5V–1Cr–1Fe и Ti-5553 состава Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr) [42–44] и псевдо- β -сплавов, легированных элементами с высокой диффузионной подвижностью (Timet LCB состава Ti–6,8Mo–4,5Fe–1,5Al). Таким образом, после старения возможно получить бимодальную глобулярно-пластинчатую структуру, аналогичную структурам ($\alpha + \beta$)-сплавов.

На примере сплава Timet LCB показано, что частицы первичной α -фазы имеют сравнительно небольшой размер, который зачастую не превышает 2–4 мкм. При этом проведение перед ($\alpha + \beta$)-отжигом β -закалки, устраняющей несовершенства кристаллической структуры сплава, приводит к преимущественному формированию первичной α -фазы пластинчатой морфологии [45].

Формирование вторичных мелкодисперсных (~1 мкм) выделений глобулярной (или приближенной к ней) морфологии для псевдо- β -сплавов в большинстве случаев возможно лишь путем применения ТМО [46].

В ряде работ для сплавов составов Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al и Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr отмечена взаимосвязь между наличием так называемой треугольной морфологии α -фазы (triangular α -phase) в структуре сплава и высоким уровнем механических свойств [47, 48]. В структуре сплава Ti–4Al–6Mo–2V–5Cr–2Zr ($[Mo]_{\text{экв}} = 11,3$) в термически упрочненном состоянии (помимо преобладающей в структуре вторичной α -фазы игольчатой и пластинчатой морфологии) отмечено также образование частиц треугольной морфологии в интервале температур старения от 520 до 600 °C [49]. Исследованиями показано, что частицы треугольной морфологии в процессе деформирования сплава при растяжении являются более эффективным барьером для движения зарождающихся в β -фазе дислокаций (рис. 1). В результате наличие данных частиц в совокупности с увеличением объемной доли и уменьшением размера частиц вторичной α -фазы различной морфологии обуславливает более высокие прочностные свойства сплава при некотором снижении пластических характеристик.

При исследованиях влияния УТО с двухступенчатым старением по схеме « β -закалка → низкая → высокая температура старения» на свойства сплава BT47 показано существенное преимущество в уровне его прочностных характеристик и пластичности по сравнению с режимами традиционной УТО с одноступенчатым старением (табл. 2).

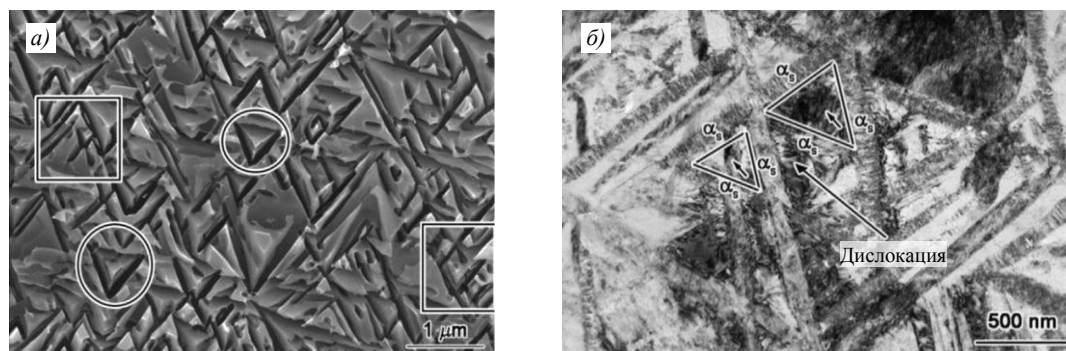


Рис. 1. Микроструктура (*a* – РЭМ; *б* – ПЭМ) сплава состава Ti–4Al–6Mo–2V–5Cr–2Zr в термически упрочненном состоянии: закалка на β -фазу и последующее старение при температуре 600 °С в течение 6 ч [49]

Таблица 2

**Механические свойства листов толщиной 1–2 мм из сплава ВТ47
после упрочняющей термической обработки (УТО)**

Шифр термообработки (ТО)	Режим УТО – первая ступень: $T_{\text{п.п}} + 20$ °С, 40 мин, охлаждение со скоростью $v_{T_{\text{п.п.}}+20 \dots 400^\circ\text{C}} = 16\text{--}18$ °С/мин	Механические свойства при растяжении при 20°С (средние значения)			Ударная вязкость КСУ, Дж/см ²
		$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %	
ТО26В	Вторая ступень: $T_{\text{п.п}} - 190$, 16 ч, охлаждение до $T_{\text{к}}^*$	1260	1180	11,0	–
ТО28В	Вторая ступень: $T_{\text{п.п}} - 215$, 16 ч, охлаждение до $T_{\text{к}}$	1380	1300	9,6	–
ТО21В-0	Вторая ступень: $T_{\text{п.п}} - 355$, 10 ч, охлаждение до $T_{\text{к}} +$ + третья ступень: $T_{\text{п.п}} - 220$, 16 ч, охлаждение до $T_{\text{к}}$	1330	1260	14,5	33,1

* Комнатная температура.

В структуре сплава за счет дополнительно проведенной первой низкотемпературной ступени старения реализуется процесс более гомогенного зарождения частиц вторичной α -фазы, более полного и равномерного распада, а также формируется α -фаза треугольной морфологии (рис. 2). Размер образований в виде трехгранной пирамиды, сформированной из трех частиц α -фазы пластинчатой морфологии, так же как и для сплава состава Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al, составляет порядка 1–2 мкм.

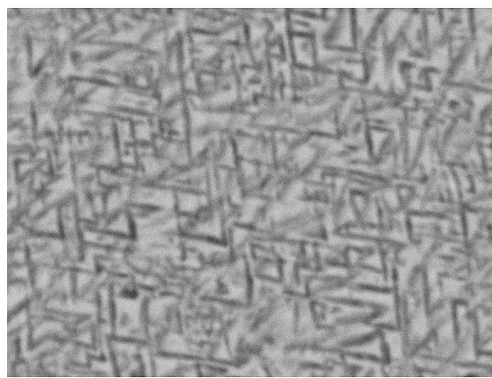
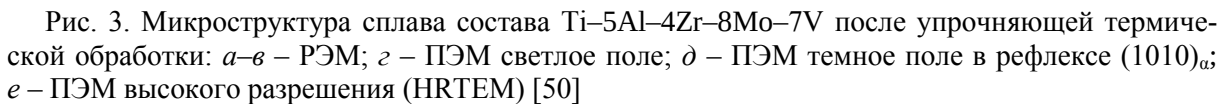


Рис. 2. Микроструктура (РЭМ; $\times 40000$) листов из сплава ВТ47 после упрочняющей термической обработки с двухступенчатым старением по режиму ТО21В-0

В работе [50] на малолегированном псевдо- β -сплаве состава Ti–5Al–4Zr–8Mo–7V ($[\text{Mo}]_{\text{экв}} = 12,7$) показано, что мультимодальная структура позволяет обеспечить высокий уровень механических свойств ($\sigma_{\text{в}} \approx 1460$ МПа; $\delta_5 \approx 10$ %). Данный тип структуры получен в сплаве посредством деформации в β -области с понижением температуры до $(\alpha + \beta)$ -области, $(\alpha + \beta)$ -отжига и старения. Мультимодальная структура состоит из матричной β -фазы, частиц первичной α -фазы вытянутой грубопластинчатой морфологии, вторичной α -фазы субмикронных размеров стержнеподобной морфологии и частиц вторичной α -фазы наноразмерного диапазона пластинчатой морфологии (рис. 3).



Применительно к новому псевдо- β -титановому сплаву состава Ti–5Al–4Zr–10Mo–3Cr ($[Mo]_{\text{ЭКВ}} = 13,75$) также показана возможность получения посредством деформационной и термической обработки мультимодальной структуры с высоким комплексом механических свойств ($\sigma_B = 1410$ МПа; $\delta_5 = 13,4$ %). Установлено, что в частицах первичной α -фазы, а также вторичной α -фазы стержнеподобной морфологии в термически упрочненном состоянии наблюдается формирование субструктуры в виде пластин, имеющих, по утверждению авторов работы [51], гранецентрированную кубическую решетку (рис. 4).

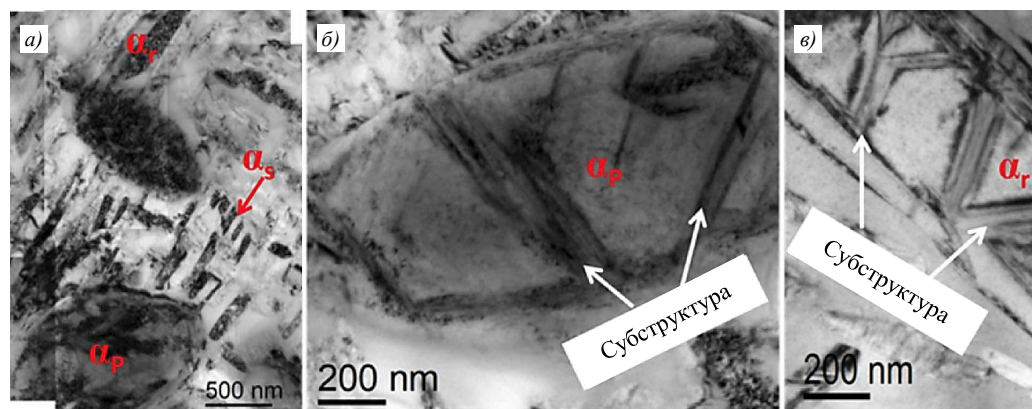


Рис. 4. Микроструктура (ПЭМ) сплава состава Ti–5Al–4Zr–10Mo–3Cr в термически упрочненном состоянии: *а* – общий вид мультимодальной структуры; *б* – пластинчатая субструктура в частице первичной α -фазы; *в* – пластинчатая субструктура в частице вторичной α -фазы стержнеподобной морфологии [51]

Заключения

В настоящее время, несмотря на достигнутые успехи, разработка новых композиций и исследования в области деформационной, термической и термомеханической обработок продолжаются, что обусловлено необходимостью повышения комплекса механических, эксплуатационных и специальных свойств псевдо- β -титановых сплавов при растущей потребности снижения стоимости изготовления изделий.

Активно проводятся работы, направленные на создание новых схем и оптимизацию разработанных режимов УТО и ТМО с целью обеспечения более однородного структурно-фазового состава, в том числе за счет формирования требуемой дисперсии фаз-прекурсоров и зарождения упрочняющих частиц α -фазы на дефектах кристаллического строения. Проводятся более детальные исследования взаимосвязи морфологических и топологических особенностей упрочняющей α -фазы (в частности, так называемой треугольной морфологии) с уровнем механических и эксплуатационных свойств псевдо- β -сплавов.

Среди наиболее важных направлений в области термомеханической обработки псевдо- β -сплавов можно выделить работы, связанные с получением и управлением характеристиками структуры бимодального и мультимодального типов, направленные на обеспечение более высокого и сбалансированного комплекса механических и эксплуатационных свойств.

Список источников

1. Дзунович Д.А., Лукина Е.А., Яковлев А.Л. Влияние режимов термической обработки на технологичность и механические свойства листов из высокопрочного титанового сплава BT23 // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 3 (52). С. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-3-10.
2. Моисеев В.Н. Бета-титановые сплавы и перспективы их развития // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 1998. № 12. С. 11–14.
3. Bania P.J. Beta Titanium Alloys and Their Role in the Titanium Industry// *JOM*. 1994. No. 7. P. 16–19.
4. Белогур В.П. Упругие элементы из титановых сплавов // *Пружины*. 2016. № 1. С. 12–14.
5. Шаболдо О.П., Виторский Я.М., Караштин Е.А. и др. Пружинные материалы со специальными свойствами из труднодеформируемых высоколегированных, термомеханически упрочняемых сплавов на основе титана, никеля и ниобия // *Металлообработка*. 2011. № 2 (62). С. 28–35.
6. Nyakana S.L., Fanning J.C., Boyer R.R. Quick Reference Guide for β Titanium Alloys in the 00s // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2005. Vol. 14 (6). P. 799–811.

7. Boyer R.R., Briggs R.D. The Use of β Titanium Alloys in the Aerospace Industry // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2005. Vol. 14 (6). P. 681–685.
8. Дуюнова В.А., Путьрский С.В., Арисланов А.А., Крохина В.А., Ширяев А.А. Исследование влияния режимов термической обработки на структуру и механические свойства прутков из сплава ВТ47 // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 4 (65). Ст. 03. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.04.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-26-34.
9. Дзунович Д.А., Алексеев Е.Б., Панин П.В., Лукина Е.А., Новак А.В. Структура и свойства листовых полуфабрикатов из деформируемых интерметаллидных титановых сплавов разных классов // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. №2 (51). С. 17–25. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-17-25.
10. 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.
11. Щетинина Н.Д., Рудченко А.С., Селиванов А.А. Применение методов математического моделирования при разработке режимов деформации алюминий-литиевых сплавов (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. № 8 (90). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.04.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-20-34.
12. Титановые сплавы. Металлография титановых сплавов / под ред. Н.Ф. Аношкина, А.Ф. Белова, С.Г. Глазунова, В.И. Добаткина. М.: Металлургия, 1980. 464 с.
13. Лясоцкая В.С. Термическая обработка сварных соединений титановых сплавов. М.: Экомет, 2003. 352 с.
14. Ильин А.А., Колачев Б.А., Полькин И.С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справочник. М.: ВИАМ; МАТИ, 2009. 520 с.
15. Titanium and titanium alloys. Fundamentals and applications / ed. C. Leyens, Peters M. Wiley–VCH, 2003. 513 p.
16. Kolli R.P., Devaraj A. A review of metastable beta titanium alloys // *Metals*. 2018. Vol. 8. P. 1–41.
17. Lütjering G., Williams J.C. Titanium. Engineering Materials Processes. Second ed. Springer Berlin, Heidelberg, 2007. 442 p.
18. Weiss I., Semiatin S.L. Thermomechanical processing of beta titanium alloys – an overview // *Material Science and Engineering: A*. 1998. Vol. 243. P. 46–65.
19. Ильин А.А. Механизм и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах. М.: Наука, 1994. 304 с.
20. Boyer R. Aerospace applications of beta titanium alloys // *JOM*. 1994. No. 6. P. 20–23.
21. Cotton J.D., Briggs R.D., Boyer R.R. et al. State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications // *JOM*. 2015. Vol. 67. No. 6. P. 1281–1303.
22. Zhao X., Niinomi M., Nakai M., Hieda J. Effect of Deformation-Induced ω Phase on the Mechanical Properties of Metastable β -Type Ti–V Alloys // *Materials Transactions*. 2012. Vol. 53. No. 8. P. 1379–1384.
23. Панин П.В., Ночовная Н.А., Каблов Д.Е., Алексеев Е.Б., Ширяев А.А., Новак А.В. Практическое руководство по металлографии сплавов на основе титана и его интерметаллидов: учеб. пособие / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2020. 200 с.
24. Donachie M.J. Titanium: A Technical Guide. 2nd ed. ASM International: Materials Park, OH, USA. 2000. 367 p.
25. Каблов Е.Н., Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Давыдова Е.А. Исследование структурно-фазовых превращений в псевдо- β -титановых сплавах и влияния скорости охлаждения с температуры гомогенизации на структуру и свойства сплава ВТ47. Часть 1 // *Труды ВИАМ*. 2020. № 6–7 (89). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.04.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-3-10.
26. Chen W., Yu G., Li K. et al. Plastic instability in Ti–6Cr–5Mo–5V–4Al metastable β -Ti alloy containing the β -spinodal decomposition structures // *Materials Science & Engineering A*. 2021. Vol. 811. Art. 141052. DOI: 10.1016/j.msea.2021.141052.
27. Bania P.A., Lenning G.A., Hall J.A. Development and Properties of Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al (Ti15-3) // *Beta Titanium Alloys in the 80's* / eds. R.R. Boyer, H.W. Rosenberg. TMS Warrendale, PA, 1984. P. 209–228.
28. Schmidt P., El-Chaikh A., Christ H.-J. Effect of Duplex Aging on the Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in the Solute-rich Metastable β Titanium Alloy Ti 38-644 // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2011. Vol. 42A. P. 2652–2667.

29. Zhanga Y., Xiang S., Tana Y.B., Jia X.M. Study on ω -assisted α nucleation behavior of metastable β -Ti alloys from phase transformation mechanism // *Journal of Alloys and Compounds*. 2021. Vol. 890. Art. 161686 DOI: 10.1016/j.jallcom.2021.161686.
30. Poulose P.K., Imam M.A. The effect of microstructure on tensile properties and fracture toughness of Ti-15-3 Alloy // *Titanium '95: Science and Technology* / eds. P.A. Blenkinsop, W.J. Evans, H.M. Flower. London: Institute of Metals, 1996. P. 988–995.
31. Ширяев А.А., Ночовная Н.А. Повышение характеристик усталости псевдо- β -титанового сплава BT47 посредством усовершенствования режима упрочняющей термической обработки // *Новые материалы и технологии глубокой переработки сырья – основа инновационного развития экономики России: материалы III Междунар. науч.-техн. конф. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2022. С. 411–429.*
32. Boyer R.R., Rack H.J., Venkatesh V. The influence of thermomechanical processing on the smooth fatigue properties of Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn // *Materials Science and Engineering A*. 1998. Vol. 243. P. 97–102.
33. Yumak N., Aslantas K. Effect of Heat Treatment Procedure on Mechanical Properties of Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr Metastable β Titanium Alloy // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2021. Vol. 30. P. 1066–1074.
34. Mantri S.A., Choudhuri D., Alam T. et al. Tuning the scale of α precipitates in β -titanium alloys for achieving high strength // *Scripta Materialia*. 2018. Vol. 154. P. 139–144.
35. Gao J., Rainforth W.M. The Effect of Heating Rate on Discontinuous Grain Boundary Alpha Formation in a Metastable Beta Titanium Alloy // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2020. Vol. 51A. P. 3766–3771.
36. Furuha T., Maki T., Makino T. Microstructure control by thermomechanical processing in β -Ti-15-3 alloy // *Journal of Materials Processing Technology*. 2001. Vol. 117. P. 318–323.
37. Markovsky P.E., Ikeda M. Balancing of mechanical properties of Ti-4.5Fe-7.2Cr-3.0Al using thermomechanical processing and rapid heat treatment // *Materials Transactions*. 2005. Vol. 46. No. 7. P. 1515–1524.
38. Furuha T. Role of Defects on Microstructure Development of Beta Titanium Alloys // *Metals and materials*. 2000. Vol. 6. No. 3. P. 221–224.
39. Okada M. Strengthening of Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al by Thermo-mechanical Treatments // *ISIJ International*. 1991. Vol. 31. No. 8. P. 834–839.
40. Suzuki T., Niwa N., Goto K., Kobayashi M., Moroyama T., Takatori H. Effect of aging on mechanical properties of beta titanium alloys of Ti-13V-11Cr-3Al, Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al and Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr // *Titanium '95: Science and Technology*. London: Institute of Metals, 1996. P. 1294–1301.
41. Nochovnaya N.A., Shiryayev A.A., Davydova E.A. Influence of manufacturing parameters on pseudo- β -titanium alloy VT47 sheet structural state and mechanical property anisotropy // *Metallurgist*. 2023. Vol. 66. No. 9–10. P. 1216–1224.
42. Zhua W., Tanb C., Xiaoa R., Suna Q., Sun J. Slip behavior of Bi-modal structure in a metastable titanium alloy during tensile deformation // *Journal of Materials Science & Technology*. 2020. Vol. 57. P. 188–196.
43. Путырский С.В., Яковлев А.Л., Ночовная Н.А., Крохина В.А. Исследование влияния различных режимов термической обработки на свойства полуфабрикатов и сварных соединений из сплава BT22M // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 1 (54). С. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-3-10.
44. Крохина В.А., Путырский С.В., Грибков М.С. Исследование структуры и механических свойств сварных соединений из титанового сплава BT22M // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 2 (67). Ст. 05. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.04.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-52-62.
45. Basak K. The role of crystallographic relationships between α and β phases on the elevated temperature isothermal phase transformation kinetics in Timetal LCB (Ti-6.5Mo-4.5Fe-1.5Al). 2008. URL: https://tigerprints.clemson.edu/all_theses/429 (дата обращения: 07.04.2023).
46. Jha S.K., Ravichandran K.S. High-cycle fatigue resistance in beta-titanium alloys // *JOM*. 2000. No. 3. P. 30–35.
47. Miyano N., Norimura T., Inaba T., Ameyama K. Reasons for Formation of Triangular Precipitates in Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al Titanium Alloy // *Materials Transactions*. 2006. Vol. 47. No. 2. P. 341–347.

48. Dehghan-Manshadi A., Dippenaar R.J. Development of α -phase morphologies during low temperature isothermal heat treatment of a Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr alloy // *Materials Science and Engineering A*. 2011. Vol. 528. P. 1833–1839.
49. Wang S., Chen L., Chen X.B. et al. Effect of aging treatment on microstructure and tensile properties of Ti–4Al–6Mo–2V–5Cr–2Zr // *Journal of materials research and technology*. 2023. Vol. 22. P. 2008–2016.
50. Zhu W., Lei J., Tan C. et al. A novel high-strength β -Ti alloy with hierarchical distribution of α -phase: The superior combination of strength and ductility // *Materials and Design*. 2019. Vol. 168. P. 1–8.
51. Zhu W., Kou W., Tan C. et al. Face centered cubic substructure and improved tensile property in a novel β titanium alloy Ti–5Al–4Zr–10Mo–3Cr // *Materials Science & Engineering A*. 2020. Vol. 771. Art. 138611. DOI: 10.1016/j.msea.2019.138611.

References

1. Dzunovich D.A., Lukina E.A., Yakovlev A.L. Influence of heat treatment parameters on producibility and mechanical properties of sheets made from high-strength titanium alloy VT23. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3 (52), pp. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-3-10.
2. Moiseev V.N. Beta-titan alloys and prospects for their development. *Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallov*, 1998, no. 12, pp. 11–14.
3. Bania P.J. Beta Titanium Alloys and Their Role in the Titanium Industry// *JOM*, 1994, no. 7, pp. 16–19.
4. Belogur V.P. Elastic elements of titanium alloys. *Pruzhiny*, 2016, no. 1, pp. 12–14
5. Shaboldo O.P., Vitorsky Y.M., Karashtin E.A. et al. Spring materials with special properties from hard to and formed highly alloyed, thermomechanically strengthened alloys based on titanium, nickel and niobium. *Metalloobrabotka*, 2011, no. 2 (62), pp. 28–35.
6. Nyakana S.L., Fanning J.C., Boyer R.R. Quick Reference Guide for β Titanium Alloys in the 00s. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2005, vol. 14 (6), pp. 799–811.
7. Boyer R.R., Briggs R.D. The Use of β Titanium Alloys in the Aerospace Industry. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2005, vol. 14 (6), pp. 681–685.
8. Duyunova V.A., Putyrskiy S.V., Arislanov A.A., Krokhina V.A., Shiryaev A.A. Analysis of the effect of heat treatment on the structure and mechanical properties of bars made of VT47 titanium alloy. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), paper no. 03. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 15, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-26-34.
9. Dzunovich D.A., Alekseyev E.B., Panin P.V., Lukina E.A., Novak A.V. Structure and properties of sheet semi-finished products from various wrought intermetallic titanium alloys. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 2 (51), pp. 17–25. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-17-25.
10. 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.
11. Shchetinina N.D., Rudchenko A.S., Selivanov A.A. The approaches that are used for developed of optimal strain modes of aluminum-lithium alloys (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 8 (90), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 04, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-20-34.
12. *Titanium alloys. Metallography of titanium alloys*. Ed. N.F. Anoshkin, A.F. Belov, S.G. Glazunov, V.I. Slutkin. Moscow: Metallurgiya, 1980, 464 p.
13. Lyasotskaya V.S. *Thermal processing of welded joints of titanium alloys*. Moscow: Ekomet, 2003. 352 p.
14. Ilyin A.A., Kolachev B.A., Polkin I.S. *Titanium alloys. Composition, structure, properties: reference*. Moscow: VILS; MATI, 2009, 520 p.
15. *Titanium and titanium alloys. Fundamentals and applications*. Ed. C. Leyens, Peters M. Wiley–VCH, 2003, 513 p.
16. Kolli R.P., Devaraj A. A review of metastable beta titanium alloys. *Metals*, 2018, vol. 8, pp. 1–41.
17. Lütjering G., Williams J.C. *Titanium. Engineering Materials Processes*. Second ed. Springer Berlin, Heidelberg, 2007, 442 p.
18. Weiss I., Semiatin S.L. Thermomechanical processing of beta titanium alloys – an overview. *Material Science and Engineering: A*, 1998, vol. 243, pp. 46–65.

19. Ilyin A.A. The mechanism and kinetics of phase and structural transformations in titanium alloys. Moscow: Nauka, 1994, 304 p.
20. Boyer R. Aerospace applications of beta titanium alloys. *JOM*, 1994, no. 6, pp. 20–23.
21. Cotton J.D., Briggs R.D., Boyer R.R. et al. State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications. *JOM*, 2015, vol. 67, no. 6, pp. 1281–1303.
22. Zhao X., Niinomi M., Nakai M., Hieda J. Effect of Deformation-Induced ω Phase on the Mechanical Properties of Metastable β -Type Ti–V Alloys. *Materials Transactions*, 2012, vol. 53, no. 8, pp. 1379–1384.
23. Panin P.V., Nochovnaya N.A., Kablov D.E., Alekseev E.B., Shiryaev A.A., Novak A.V. *Practical guide for metallography of alloys based on titanium and its intermetallids*: textbook. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2020, 200 p.
24. Donachie M.J. *Titanium: A Technical Guide*. 2nd ed. ASM International: Materials Park, OH, USA. 2000, 367 p.
25. Kablov E.N., Nochovnaya N.A., Shiryaev A.A., Davydova E.A. Investigation of structural and phase transformations in metastable β -titanium alloys and effect of cooling rate from homogenization temperature on structure and properties of VT47 alloy. Part 1. *Trudy VIAM*, 2020, no. 6–7 (89), paper no. 01. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 15, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-67-3-10.
26. Chen W., Yu G., Li K. et al. Plastic instability in Ti–6Cr–5Mo–5V–4Al metastable β -Ti alloy containing the β -spinodal decomposition structures. *Materials Science & Engineering A*, 2021, vol. 811, art. 141052. DOI: 10.1016/j.msea.2021.141052.
27. Bania P.A., Lenning G.A., Hall J.A. Development and Properties of Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al (Ti15-3). *Beta Titanium Alloys in the 80's*. Eds. R.R. Boyer, H.W. Rosenberg. TMS Warrendale, PA, 1984, pp. 209–228.
28. Schmidt P., El-Chaikh A., Christ H.-J. Effect of Duplex Aging on the Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in the Solute-rich Metastable β Titanium Alloy Ti 38-644. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2011, vol. 42A, pp. 2652–2667.
29. Zhanga Y., Xiang S., Tana Y.B., Jia X.M. Study on ω -assisted α nucleation behavior of metastable β -Ti alloys from phase transformation mechanism. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, vol. 890, art. 161686. DOI: 10.1016/j.jallcom.2021.161686.
30. Poulose P.K., Imam M.A. The effect of microstructure on tensile properties and fracture toughness of Ti-15-3 Alloy. *Titanium '95: Science and Technology*. Eds. P.A. Blenkinsop, W.J. Evans, H.M. Flower. London: Institute of Metals, 1996, pp. 988–995.
31. Shiryaev A.A., Nochovnaya N.A. Increasing the characteristics of the fatigue of the pseudo- β -titanium alloy VT47 by improving the regime of strengthening heat treatment. *New materials and technologies for deep processing of raw materials-the basis of innovative development of the Russian economy*: Materials of the III Intern. Sci.-tech. Conf. M.: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2022, pp. 411–429.
32. Boyer R.R., Rack H.J., Venkatesh V. The influence of thermomechanical processing on the smooth fatigue properties of Ti–15V–3Cr–3Al–3Sn. *Materials Science and Engineering A*, 1998, vol. 243, pp. 97–102.
33. Yumak N., Aslantas K. Effect of Heat Treatment Procedure on Mechanical Properties of Ti–15V–3Al–3Sn–3Cr Metastable β Titanium Alloy. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, vol. 30, pp. 1066–1074.
34. Mantri S.A., Choudhuri D., Alam T. et al. Tuning the scale of α precipitates in β -titanium alloys for achieving high strength. *Scripta Materialia*, 2018, vol. 154, pp. 139–144.
35. Gao J., Rainforth W.M. The Effect of Heating Rate on Discontinuous Grain Boundary Alpha Formation in a Metastable Beta Titanium Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2020, vol. 51A, pp. 3766–3771.
36. Furuhashi T., Maki T., Makino T. Microstructure control by thermomechanical processing in β -Ti-15-3 alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, vol. 117, pp. 318–323.
37. Markovsky P.E., Ikeda M. Balancing of mechanical properties of Ti–4.5Fe–7.2Cr–3.0Al using thermomechanical processing and rapid heat treatment. *Materials Transactions*, 2005, vol. 46, no. 7, pp. 1515–1524.
38. Furuhashi T. Role of Defects on Microstructure Development of Beta Titanium Alloys. *Metals and materials*, 2000, vol. 6, no. 3, pp. 221–224.

39. Okada M. Strengthening of Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al by Thermo-mechanical Treatments. *ISIJ International*, 1991, vol. 31, no. 8, pp. 834–839.
40. Suzuki T., Niwa N., Goto K., Kobayashi M., Moroyama T., Takatori H. Effect of aging on mechanical properties of beta titanium alloys of Ti–13V–11Cr–3Al, Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al and Ti–3Al–8V–6Cr–4Mo–4Zr. *Titanium '95: Science and Technology*. London: Institute of Metals, 1996, pp. 1294–1301.
41. Nochovnaya N.A., Shiryaev A.A., Davydova E.A. Influence of manufacturing parameters on pseudo- β -titanium alloy VT47 sheet structural state and mechanical property anisotropy. *Metalurgist*, 2023, vol. 66, no. 9–10, pp. 1216–1224.
42. Zhua W., Tanb C., Xiaoa R., Suna Q., Sun J. Slip behavior of Bi-modal structure in a metastable titanium alloy during tensile deformation. *Journal of Materials Science & Technology*, 2020, vol. 57, pp. 188–196.
43. Putyrskiy S.V., Yakovlev A.L., Nochovnaya N.A., Krokhina V.A. Research of different heat treatment modes influence on properties of semi-finished products and welded joints from titanium alloy BT22M. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-3-10.
44. Krokhina V.A., Putyrskiy S.V., Gribkov M.S. Analysis of structure and mechanical properties of welded joint from titanium alloy VT22M. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), paper no. 05. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 15, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-52-62.
45. Basak K. *The role of crystallographic relationships between $\alpha(\alpha)$ and $\beta(\beta)$ phases on the elevated temperature isothermal phase transformation kinetics in Timetal LCB (Ti–6.5Mo–4.5Fe–1.5Al)*, 2008. Available at: https://tigerprints.clemson.edu/all_theses/429 (accessed: April 15, 2023).
46. Jha S.K., Ravichandran K.S. High-cycle fatigue resistance in beta-titanium alloys. *JOM*, 2000, no. 3, pp. 30–35.
47. Miyano N., Norimura T., Inaba T., Ameyama K. Reasons for Formation of Triangular Precipitates in Ti–15V–3Cr–3Sn–3Al Titanium Alloy. *Materials Transactions*, 2006, vol. 47, no. 2, pp. 341–347.
48. Dehghan-Manshadi A., Dippenaar R.J. Development of α -phase morphologies during low temperature isothermal heat treatment of a Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr alloy. *Materials Science and Engineering A*, 2011, vol. 528, pp. 1833–1839.
49. Wang S., Chen L., Chen X.B. et al. Effect of aging treatment on microstructure and tensile properties of Ti–4Al–6Mo–2V–5Cr–2Zr. *Journal of materials research and technology*, 2023, vol. 22, pp. 2008–2016.
50. Zhu W., Lei J., Tan C. et al. A novel high-strength β -Ti alloy with hierarchical distribution of α -phase: The superior combination of strength and ductility. *Materials and Design*, 2019, vol. 168, pp. 1–8.
51. Zhu W., Kou W., Tan C. et al. Face centered cubic substructure and improved tensile property in a novel β titanium alloy Ti–5Al–4Zr–10Mo–3Cr. *Materials Science & Engineering A*, 2020, vol. 771, art. 138611. DOI: 10.1016/j.msea.2019.138611.

Информация об авторах

Ширяев Андрей Александрович, старший научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Ночовная Надежда Алексеевна, советник генерального директора, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Andrey A. Shiryaev, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Nadezhda A. Nochovnaya, Counselor to Director General, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 18.05.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 26.05.2023.
The article was submitted 18.05.2023; approved and accepted for publication after reviewing 26.05.2023.

Научная статья

УДК 621.7

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-52-63

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА VT3-1 ПРИМЕНИТЕЛЬНО К ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ШТАМПОВОК ДИСКОВ И ЛОПАТОК

М.С. Яшин¹, Д.В. Капитаненко¹

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

Аннотация. Изучены свойства и структуры поковок из титанового сплава VT3-1, полученные методом изотермической деформации в условиях НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Проведена осадка по схеме лопаток и дисков со степенью деформации 60 и 80 % соответственно. Штамповки подвергнуты низкотемпературному, изотермическому и двойному отжигу. Установлено, что сплав VT3-1 имеет высокую технологическую пластичность в интервале температур ниже границы полиморфного превращения. Штамповки показали требуемый уровень свойств при деформации в $(\alpha + \beta)$ -области.

Ключевые слова: титан, изотермическая деформация, отжиг, штамповка, титановый жаропрочный сплав VT3-1

Для цитирования: Яшин М.С., Капитаненко Д.В. Исследование структуры и свойств сплава VT3-1 применительно к технологии получения штамповок дисков и лопаток // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-52-63.

Scientific article

INVESTIGATION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE VT3-1 ALLOY IN RELATION TO THE TECHNOLOGY FOR OBTAINING STAMPINGS OF DISKS AND TURBINE BLADES

M.S. Yashin¹, D.V. Kapitanenko¹

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

Abstract. Properties and structure of forgings made of titanium alloy VT3-1, obtained by isothermal deformation under the conditions of the National Research Center «Kurchatov Institute» – VIAM presented in present paper. The draft was carried out according to the scheme of blades with a degree of deformation of 60 % and according to the scheme of disks with a degree of deformation of 80 %. The forgings were subjected to low-temperature, isothermal and double annealing. It has been investigated that the VT3-1 alloy has a high technological plasticity in the temperature range below the polymorphic transformation limit. Stampings show the required level of properties when deformed in the $(\alpha + \beta)$ -area.

Keywords: titanium, isothermal deformation, annealing, stamping, titanium heat resistant alloy VT3-1

For citation: Yashin M.S., Kapitanenko D.V. Investigation of the structure and properties of the VT3-1 alloy in relation to the technology for obtaining stampings of disks and turbine blades. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-52-63.

Введение

Изотермическая деформация – это процесс обработки давлением заготовки в штампе, который нагрет до температуры деформации. В отличие от сверхпластичности, при изотермической деформации отсутствуют регламентированный скоростной диапазон деформации и требования к структуре материала заготовки. Методом изотермической деформации возможно изготавливать точные штамповки большой сложности с широкими полотнами, высокими и тонкими ребрами, к которым предъявляются повышенные требования к структуре и механическим свойствам [1]. Изотермическая штамповка применяется для изготовления лопаток на различных стадиях, которые включают в себя предварительное перераспределение металла исходной цилиндрической заготовки, штамповку и правку-калибровку [2].

В настоящее время изотермическая штамповка титановых сплавов широко распространена на отечественных и зарубежных предприятиях [3]. Титановые сплавы обладают требуемыми механическими и эксплуатационными свойствами для применения в авиапромышленности [4]. Для изготовления штамповок из титановых сплавов применяются крупные литые штампы из никелевых сплавов типа ЖС6У [5, 6]. При деформации заготовок из титанового сплава в изотермических условиях изменение скорости деформации не оказывает существенного влияния на напряженно-деформированное состояние процесса штамповки [7].

Штамповка титановых сплавов методом изотермической деформации способствует равномерному протеканию процесса деформации по всему объему заготовки. Кроме того, благодаря такому методу обработки давлением возможно контролировать степень наклепа и формировать регламентированную структуру зерна на стадии первичной рекристаллизации [8].

Прохождение рекристаллизации с получением контролируемого размера зерна в сплаве обеспечивается путем обработки давлением в изотермических условиях по оптимальным режимам деформации. Структура с минимальным размером β -зерна (5–15 мкм) формируется в $(\alpha+\beta)$ -области при динамической рекристаллизации в процессе изотермической штамповки [8].

Исследования показали, что формирование подобной рекристаллизационной структуры, которая обеспечит контролируемый рост зерен, позволит получать штампованные полуфабрикаты с повышенными характеристиками вязкости разрушения [8].

Титановый сплав ВТ3-1 является одним из самых распространенных сплавов в авиационной промышленности России, поэтому его изучение представляет особый интерес. Сплав ВТ3-1 по ГОСТ 19807–91 имеет следующий химический состав, % (по массе):

Al	Mo	Cr	C	Fe	Si	N	Ti
5,5–7	2–3	0,8–2	До 0,1	0,2–0,7	0,15–0,4	До 0,05	85,95–91,05

Механические свойства сплава ВТ3-1 с различной структурой следующие:

σ_b , МПа	δ , %	ψ , %	KCU, кДж/м ²	Диаметр отпечатка, мм
1000–1200	Не менее 10	Не менее 30	Не менее 3	3,2–3,3

Статистика показала, что предел прочности штамповок из сплавов ВТ3-1 и ВТ6 может зависеть только от химического состава приблизительно в 25–65 % случаев. В то время как зависимость только от типа и подтипа структуры составляет ~20 %. При одновременном учете влияния состава и структуры различие может достигать 50–65 %. В случае определения пластичности и ударной вязкости это значение гораздо меньше – порядка 20–35 % [9].

Исследования поковок из сплава ВТЗ-1, которые имеют равноосную и переходную структуру, показали, что регрессионные зависимости для оценки среднего уровня механических свойств зависят от химического состава и структуры с вероятностью 0,95 [9].

Изучение химического состава в поковках из сплава ВТЗ-1 показало, что β -фаза становится более прочной, но менее пластичной из-за увеличения содержания хрома по сравнению с β -фазой, стабилизированной Мо. Увеличение содержания молибдена препятствует образованию химического соединения $TiCr_2$, которое охрупчивает сплав [10].

Увеличение содержания Сг и Мо способствует увеличению количества β -фазы, что оказывает влияние на прочностные характеристики сплава [10]. Выяснено, что при достижении предельных значений (допустимых ГОСТ) процентного содержания Сг и Мо следует осуществлять термообработку по схеме двойного отжига. Это уменьшит количество β -фазы, что способствует восстановлению пластичности [10].

При осуществлении изотермической штамповки с припуском 0,2 мм и менее на сторону при заключительных операциях, требующих более точной оснастки (П-переход и правка), наблюдается большой износ штампов. Это происходит под влиянием высокой температуры и значительных усилий штамповки [11]. Снижение температуры установки и усилий штамповки при приложении циклической нагрузки позволит уменьшить износ штамповки и увеличить съем штамповок.

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ рассмотрен процесс штамповки с минимальным припуском заготовок лопаток из титановых сплавов. Кроме того, изучены возможности повышения стойкости ковочного инструмента для изотермической штамповки лопаток газотурбинных двигателей. Для оптимизации режимов обработки давлением методом изотермической штамповки и повышения стойкости инструмента предварительно получена мелкозернистая структура заготовки под изотермическую штамповку. В результате изучения процесса изотермической деформации заготовок из титанового сплава ВТ6 обнаружено, что предел текучести снижается при температуре 820 °С. Это позволяет уменьшить температуру обработки давлением при штамповке полуфабриката. В результате стойкость штампов повышается [12].

Изотермическая деформация позволяет получать полуфабрикаты из титановых сплавов, трудоемкость изготовления которых меньше по сравнению с трудоемкостью изготовления деталей из поковок и плит по традиционной многопереходной технологии [13].

Изучение влияния режимов изотермической деформации и термообработки на структуру и свойства поковок из титановых сплавов показало, что значение относительного удлинения увеличивается до 14 % на конечной стадии обработки давлением при применении метода изотермической штамповки. Рекристаллизационный отжиг позволяет сформировать структуру, которая оптимальна для достижения значений кратковременной прочности не менее 995 МПа [13].

Изучение свойств на полуфабрикатах, полученных методом изотермической деформации по схемам штамповки лопаток и дисков, вызывает большой интерес на отечественных и зарубежных предприятиях [14].

Изучение процессов уменьшения размера зерен лучше проводить на исходной крупной структуре, именно такую структуру имеют заготовки под штамповку дисков из титановых сплавов. В качестве исходного материала использовали плавки с различными макро- (первого и шестого баллов) и микроструктурами (третьего и девятого типов). Крупная структура получена специальным отжигом в β -области в течение 1 ч [15, 16].

Основная цель данной работы – изучение свойств и структуры поковок из титанового сплава ВТЗ, полученных методом изотермической деформации в условиях НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Материалы и методы

Деформацию осуществляли на гидравлическом прессе усилием 630 тонн с использованием установки типа УИДИН (установка индукционного нагрева). В табл. 1 даны исходная структура, температура нагрева заготовок, температуры деформации и отжига. Проводили осадку со степенью деформации 60 % при штамповке лопаток и со степенью деформации 80 % за один проход при штамповке дисков на высокой заготовке.

Для термообработки лопаток выбран низкотемпературный отжиг при 600 °С и изотермический отжиг при 870 °С. Для дисков применяли изотермический отжиг при 870 °С и двойной отжиг при температурах 920 и 650 °С. Исследованию макро- и микроструктуры подвергали по одной штамповке от каждого режима штамповки и термообработки.

Таблица 1

Исходная структура, температура нагрева заготовок, температура деформации и отжига сплава ВТЗ-1

Свойства	Значения свойств по типу осадки штамповки					
	дисков			лопаток		
Балл исходной макро-структуры	1	6	6	1	6	6
Температура нагрева, °С	930	930	1050	930	930	1050
Температура в установке типа УИДИН, °С	900±10			900±10		
Термическая обработка	Низкотемпературный отжиг при температуре 600 °С			Изотермический отжиг при температуре 870 °С		
	Изотермический отжиг при температуре 870 °С			Двойной отжиг при температурах 920 и 650 °С		

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Результаты и обсуждение

Для определения температурного интервала горячего деформирования, в том числе и деформирования в изотермических условиях, изучена технологическая пластичность в интервале температур 600–1200 °С.

Установлено, что при обычных условиях деформации все титановые сплавы независимо от типа (α , $\alpha+\beta$ и β) имеют следующие особенности:

- ограниченную технологическую пластичность при температурах ниже границы полиморфного превращения, что затрудняет обработку при этих температурах;
- практически неограниченную технологическую пластичность (без учета хрупкого альфированного слоя) при температурах, соответствующих β -области;
- большое упрочнение при деформации в интервале температур, лежащих ниже границы полиморфного превращения, что повышает сопротивление обработки давлением и вызывает неравномерную деформацию;
- малую прочность и отсутствие упрочнения при температурах, соответствующих β -области, что объясняется полнотой протекания рекристаллизационных процессов при обработке давлением.

В отличие от испытаний технологической пластичности в обычных условиях, испытания в изотермических условиях показали, что двухфазный титановый сплав ВТЗ-1 имеет практически неограниченную технологическую пластичность при осадке лопаток в торец вплоть до температур на 250–300 °С ниже температур полиморфного превращения (табл. 2).

Таблица 2

Технологическая пластичность сплава ВТЗ-1 в изотермических условиях

Температура, °С	Степень деформации, %, для штамповки		σ_B , МПа
	дисков	лопаток	
600	30	70	450
700	70	80	220
800	70	80	100
900	80	80	50
1000	80	80	30
1100	—	—	30

На рис. 1–3 показаны макро- и микроструктуры заготовок из сплава ВТЗ-1 до и после обработки. Установлено, что нагрев и деформация в $(\alpha + \beta)$ -области заготовок с матовой макроструктурой первого балла обеспечивает в штамповках аналогичную матовую макроструктуру независимо от схемы осадки. Микроструктура значительно измельчается с 3–4 до 1–2 типа. Характер микроструктуры определяется термической обработкой. Наибольшее количество β -фазы (темный фон) дает двойной отжиг, затем низкотемпературный отжиг. Структура после такой термообработки напоминает по текстуре и количеству β -фазы структуру после высокотемпературной термомеханической обработки. Изотермический отжиг дает наименьшее количество β -фазы – равномерную $\alpha + \beta$ равноосную микроструктуру.

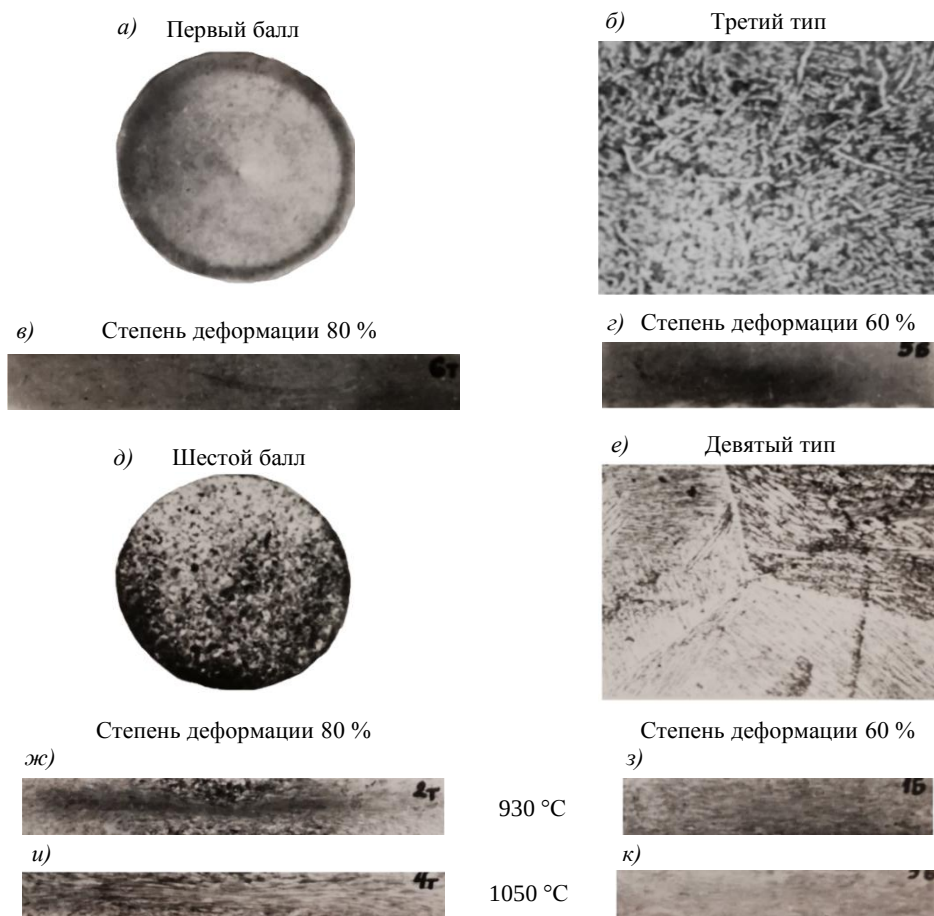


Рис. 1. Макро- (а, д) и микроструктура (б, е; $\times 300$) исходной заготовки и макроструктура осажденных образцов из сплава ВТЗ-1 в зависимости от исходной структуры, температуры нагрева (изотермические условия) и схем осадки штамповок дисков (в, г) и лопаток (ж–к)

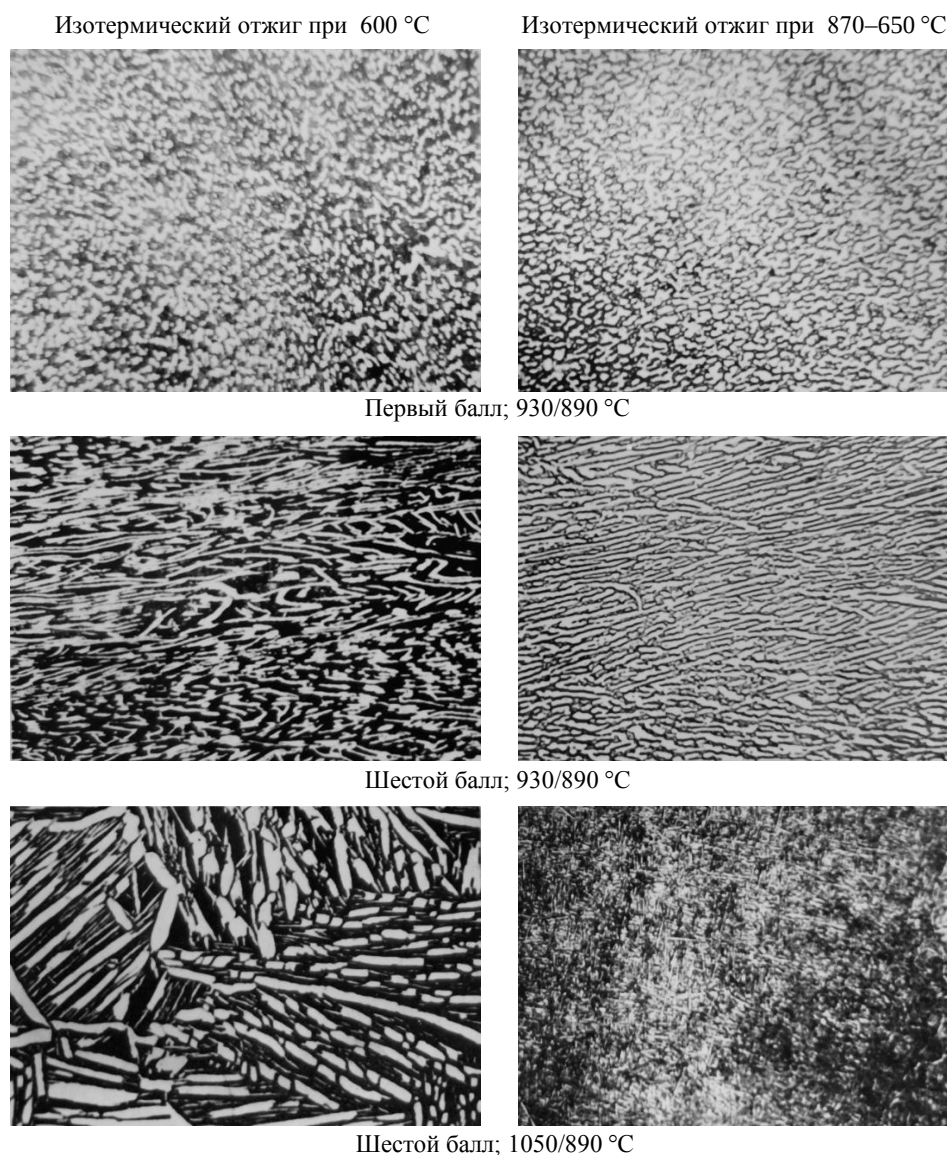


Рис. 2. Микроструктура сплава ВТЗ-1 в зависимости от исходной структуры, температуры нагрева (изотермические условия) и режимов отжига при осадке по схеме штамповки лопаток. Здесь и далее: в числителе – температура заготовки, в знаменателе – температура в установке типа УИДИН (см. табл. 1)

Исходная крупнозернистая макроструктура шестого балла и микроструктура девятого типа не обеспечивают равномерной микро- и макроструктуры по сечению штамповок. При штамповке лопаток практически отсутствует зона затрудненной деформации, в то время как при штамповке дисков наблюдаются слабдеформированные зоны, прилегающие к торцевым поверхностям заготовок.

По макроструктуре наибольшее отличие имеют заготовки, штампованные по схеме дисков с нагревом в $(\alpha + \beta)$ - и β -области. Так, при нагреве в $(\alpha + \beta)$ -области наблюдается широкая область с проработанной матовой макроструктурой первого балла. В то время как при нагреве в β -области эта зона состоит из вытянутых в направлении течения материала зерен, которые, как подтверждают микроисследования, не дробятся, как это имеет место при нагреве в $(\alpha + \beta)$ -области, а вытягиваются в направлении деформации с сохранением границ первичного β -зерна.

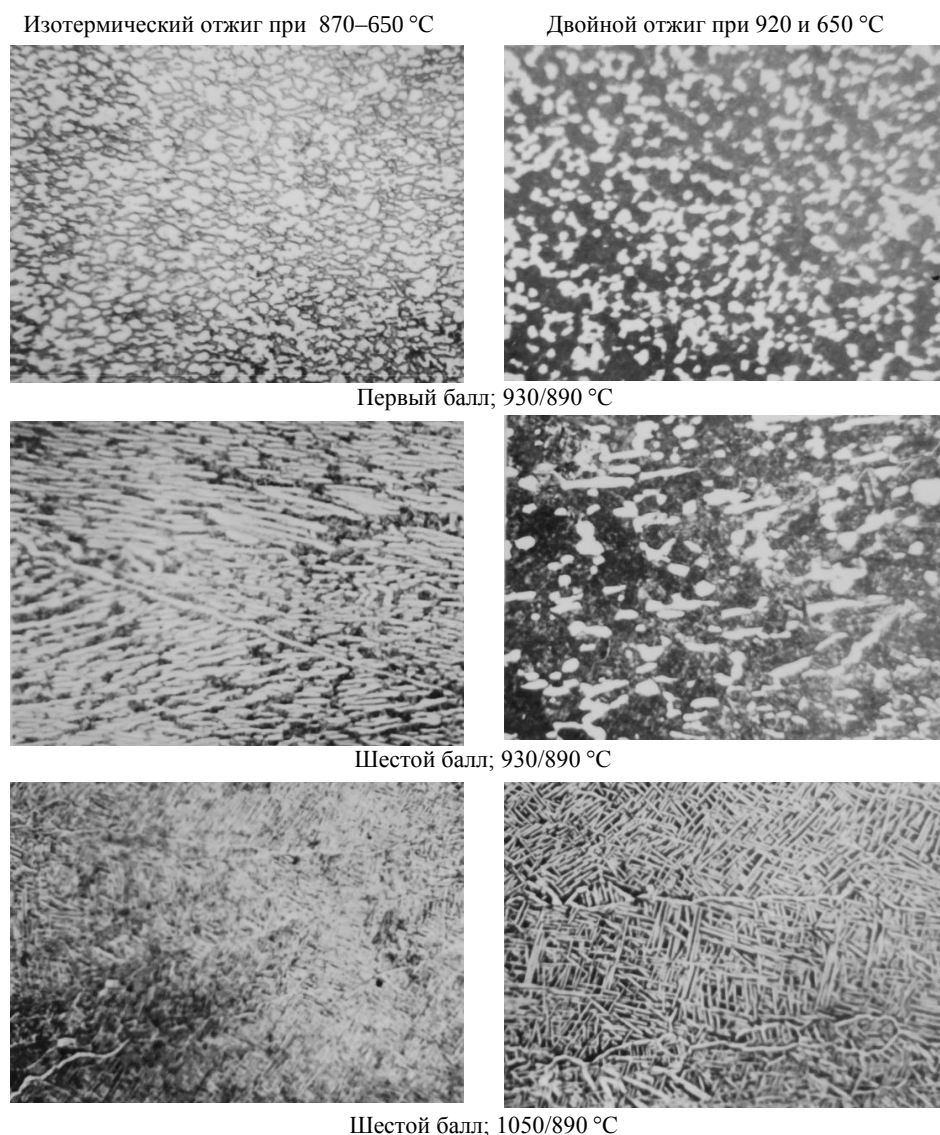


Рис. 3. Микроструктура сплава ВТЗ-1 в зависимости от исходной структуры, температуры нагрева (изотермические условия) и режимов отжига при осадке по схеме штамповки дисков

Изучение механических свойств штамповок, полученных по схеме лопаток (табл. 3), позволило установить:

- исходная структура, соответствующая первому баллу макрозерна и третьему типу микрозерна, независимо от отжига обеспечивает требуемый уровень прочностных и пластических характеристик;
- низкотемпературный отжиг дает более высокий уровень прочности (1250–1350 МПа) по сравнению с изотермическим отжигом, однако при этом пластичность значительно снижена и не обеспечивает требуемого уровня свойств при исходной крупнозернистой структуре;
- изотермический отжиг обеспечивает требуемый уровень свойств при штамповке из $(\alpha + \beta)$ -области заготовок даже с крупнозернистой структурой;
- уровень ударной вязкости при изотермическом отжиге на 50 кДж/м² больше, чем при низкотемпературном. Неравномерная структура, которая соответствует нагреву и деформации в β -области при исходной крупнозернистой структуре, дает наименьший уровень свойств.

Таблица 3

Влияние исходной структуры, температуры нагрева и режимов отжига на механические свойства сплава ВТЗ-1 при осадке по схеме штамповок лопаток ($\epsilon = 60\%$)

Свойства	Значения свойств при типе отжига					
	изотермическом			низкотемпературном		
	при температуре, °C					
	930		1050	930		1050
Балл макро-структуры	1	6	6	1	6	6
σ _в , МПа	1150	1160	1200	1350	1320	1250
δ, %	16	14	9	13	6	5
ψ, %	53	32	13	47	15	11
KCU, кДж/м ²	450	350	450	40	270	350

Результаты исследования механических свойств штамповок, полученных по схеме деформации дисков, показаны в табл. 4. Исследование позволило установить:

- полученные свойства при всех режимах штамповки и термообработки удовлетворяют требованиям технических условий;
- уровень пластичности, особенно поперечное сужение, при изотермическом отжиге снижается с 55 до 35 % при применении исходной крупной структуры по сравнению с мелкой и затем с 35 до 22 % – при повышении температуры нагрева с 930 до 1050 °C;
- ударная вязкость намного выше при нагреве под деформацию в β -области, что связано со степенью протекания рекристаллизационных процессов в материале.

Таким образом, исследования показали, что при нагреве и деформации в $(\alpha + \beta)$ -области даже при исходной крупнозернистой структуре в заготовках типа дисков можно получить уровень свойств, значительно превышающий требуемый.

Таблица 4

Влияние исходной структуры, температуры нагрева и режимов отжига на механические свойства сплава ВТЗ-1 при осадке по схеме штамповок дисков ($\epsilon = 80\%$)

Свойства	Значения свойств при типе отжига					
	изотермическом			низкотемпературном		
	при температуре, °C					
	930		1050	930		1050
Балл макро-структуры	1	6	6	1	6	6
$\sigma_{\text{в}}$, МПа	1100	1180	1230	1250	1230	1200
δ , %	16	12	10	14	13	12
ψ , %	55	35	20	52	40	22
KCU , кДж/м ²	350	40	50	40	350	50

В табл. 5 представлены результаты испытаний на кратковременную прочность, значения которой возрастают с увеличением балла макроструктуры в обоих случаях при температуре 930 °C. Для лопаток значения кратковременной прочности меньше в случае изотермического отжига вне зависимости от балла и температуры нагрева. Для дисков значения кратковременной прочности при изотермическом отжиге больше, чем при двойном отжиге для макроструктуры обоих баллов при температуре 930 °C. В случае образцов с шестым баллом макроструктуры при температуре 1050 °C значение кратковременной прочности больше при двойном отжиге.

Таблица 5

Кратковременная прочность (σ_b) сплава ВТЗ-1 при температуре 450 °С

Вид поковки	Режим штамповки и термообработки	σ_{B_2} , МПа, для образцов с макроструктурой, балл		
		1	6	
		при температуре нагрева, °C		
		930		1050
Лопатки	Низкотемпературный отжиг при 600 °C	930	995	980
	Изотермический отжиг при 870 °C	772	788	853
Диски	Изотермический отжиг при 870 °C	817	995	873
	Двойной отжиг при 920 и 650 °C	712	918	915

В табл. 6 представлены результаты испытаний на длительную прочность. В случае штамповок лопаток с низкотемпературным отжигом образцы как с первым, так и с шестым баллом макроструктуры разрушались при нагрузке 850 МПа. В остальных случаях образцы сняты без разрушения. После штамповки дисков с изотермическим отжигом с шестым баллом макроструктуры и нагревом до 930 °С разрушение образцов произошло при нагрузке 700 МПа. Кроме того, разрушились образцы с шестым баллом макроструктуры и нагревом до 930 °С при нагрузке 800 МПа при штамповке дисков с двойным отжигом.

Таблица 6

Длительная прочность (σ_{100}) сплава ВТЗ-1 при температуре 450 °С

Длительная прочность (σ_{100}) сплава ВТ5-1 при температуре 450 °С							
Вид поковки	Режим штамповки и термообработки	σ_{100} , МПа, для образцов с макроструктурой, балл					
		1		6			
		при температуре нагрева, °С					
		930				1050	
		Напряже- ние, МПа	Время до разруше- ния, ч	Напряже- ние, МПа	Время до разруше- ния, ч	Напряже- ние, МПа	Время до разруше- ния, ч
Лопатки	Низкотемпературный отжиг при 600 °С	60	232	60	298	60	256
		70	231	70	229	70	192
		85	9	85	78	85	63
	Изотермический отжиг при 870 °С	60	462	—	—	—	—
Диски	Изотермический отжиг при 870 °С	—	—	60	341	—	—
		—	—	70	126	70	261
	Двойной отжиг при 920 и 650 °С	60	330	60	462	—	—
		—	—	80	83	80	188

Таким образом, исследования длительной прочности показали, что указанный в технических условиях уровень свойств для сплава ВТЗ-1 (550 МПа за 100 ч) перекрывается более чем на 200 МПа независимо от схемы штамповки, структуры и термообработки.

Заключения

В данной работе изучена технологическая пластичность титанового сплава ВТЗ-1 в изотермических условиях при осадке по двум схемам в условиях НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Установлено, что двухфазный сплав ВТЗ-1 имеет высокую технологическую пластичность в интервале температур вплоть до температур на 150–250 °С ниже границы полиморфного превращения, причем при осадке лопаток температурный интервал деформации на 100 °С уже.

Изучение структуры и свойств штамповок из сплава ВТЗ-1, полученных по схемам деформации лопаток и дисков, показало, что штамповки, полученные по схеме деформации лопаток, обеспечивают требуемый уровень свойств при условии деформации в $(\alpha + \beta)$ -области и структуре исходного материала, соответствующей первому баллу макроструктуры и третьему типу микроструктуры. Штамповки, полученные по схеме деформации дисков, обеспечивают требуемый уровень свойств с достаточным запасом при условии исходной крупнозернистой структуры. Однако деформация должна осуществляться в $(\alpha + \beta)$ -области.

Полученные результаты исследования отражены в разработанной в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ производственной инструкции (ПИ 1.108–2011).

Список источников

1. Каблов Е.Н., Путырский С.В., Яковлев А.Л., Крохина В.А., Наприенко С.А. Исследование сопротивления усталостному разрушению штамповок из высокопрочного титанового сплава ВТ22М, изготовленных с заключительной деформацией в $(\alpha+\beta)$ - и β -областях // Титан. 2021. № 1 (70). С. 26–33.
2. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Ломберг Б.С. Комплексная инновационная технология изотермической штамповки на воздухе в режиме сверхпластичности дисков из супержаропрочных сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 129–141.
3. Каблов Е.Н., Бакрадзе М.М., Громов В.И., Вознесенская Н.М., Якушева Н.А. Новые высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали для аэрокосмической техники разработки ФГУП «ВИАМ» (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 1 (58). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-3-11.
4. Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Шарапкин Д.С. Комплекс механических и эксплуатационных свойств катаных заготовок из псевдо- β -титанового сплава ВТ47 // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). Ст. 05. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 16.05.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-50-59.
5. Пономаренко Д.А., Скугорев А.В., Сидоров С.А., Шпагин А.С. Влияние теплообмена между заготовкой и штампом на процесс штамповки заготовок деталей авиационно-космического назначения на специализированных изотермических прессах // Труды ВИАМ. 2016. № 10 (46). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.05.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-3-3.
6. Разуваев Е.И., Моисеев Н.В., Капитаненко Д.В., Бубнов М.В. Современные технологии обработки металлов давлением // Труды ВИАМ. 2015. № 2. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.05.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-3-3.
7. Путырский С.В., Арисланов А.А., Артеменко Н.И., Яковлев А.Л. Различные методы повышения износостойкости титановых сплавов и сравнительный анализ их эффективности применительно к титановому сплаву ВТ23М // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 1 (50). С. 19–24. DOI: 10.18577/2071-9240-2018-0-1-19-24.
8. Моисеев Н.В., Разуваев Е.И. Формирование рекристаллизованной структуры в деформированных полуфабрикатах из титановых сплавов переходного класса, полученных изотермической штамповкой // Металловедение и термическая обработка металлов. 2002. № 7. С. 43–47.
9. Егорова Ю.Б., Давыденко Л.В., Белова С.Б., Чибисова Е.В. Прогнозирование механических свойств поковок из титановых сплавов ВТ6 и ВТЗ-1 в зависимости от химического состава и структуры // Известия вузов. Цветная металлургия. 2018. № 1. С. 12–21.
10. Бургонова О.Ю., Пантюхова К.Н., Белозерова Е.П. Определение рационального режима термической обработки сплава ВТЗ-1 для повышения пластичности перед обработкой давлением // Омский научный вестник. 2017. № 3 (153). С. 44–48.
11. Скугорев А.В., Капитаненко Д.В., Шишков С.Ю., Мельникова Д.А. Формирование структуры и механических свойств высоколегированных титановых сплавов при изотермической штамповке на воздухе // Титан. 2021. № 3 (72). С. 34–40.

12. Головкин С.А., Первов М.Л., Воздвиженская М.В., Скобелева А.С. Изотермическая штамповка точных заготовок лопаток газотурбинных двигателей под безразмерную обработку профиля пера // Заготовительные производства в машиностроении (кузнечно-прессовое, литейное и другие производства). 2016. № 10. С. 24–27.
13. Яковлев А.Л., Арисланов А.А., Путырский С.В., Ночовная Н.А. Исследование механических свойств и структуры крупногабаритных полуфабрикатов из титанового сплава ВТ6ч // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 4 (61). С. 12–18. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-12-18.
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. Дзунович Д.А., Лукина Е.А., Яковлев А.Л. Влияние режимов термической обработки на технологичность и механические свойства листов из высокопрочного титанового сплава ВТ23 // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 3 (52). С. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-3-10.
16. Путырский С.В., Яковлев А.Л., Ночовная Н.А., Крохина В.А. Исследование влияния различных режимов термической обработки на свойства полуфабрикатов и сварных соединений из сплава ВТ22М // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 1 (54). С. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-3-10.

References

1. Kablov E.N., Putyrsky S.V., Yakovlev A.L., Krokhina V.A., Naprienko S.A. Investigation of resistance to fatigue failure of forgings from high-strength titanium alloy VT22M, manufactured with final deformation in ($\alpha + \beta$)- and β -regions. *Titan*, 2021, no. 1 (70), pp. 26–33.
2. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Lomberg B.S. Complex innovative technology of isothermal punching on air in mode of superplasticity of disks from superhot strength alloys. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. 5, pp. 129–141.
3. Kablov E.N., Bakradze M.M., Gromov V.I., Voznesenskaya N.M., Yakusheva N.A. New high strength structural and corrosion-resistant steels for aerospace equipment developed by FSUE «VIAM» (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 1 (58), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-3-11.
4. Nochovnaya N.A., Shiryaev A.A., Sharapkin D.S. Complex of mechanical and operational properties of rolled blanks from metastable- β -titanium alloy VT47. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), paper no. 05. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 16, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-50-59.
5. Ponomarenko D.A., Skugorev A.V., Sidorov S.A., Shpagin A.S. Influence of heat exchange between workpiece and die on forming process of aerospace parts by special isothermal presses). *Trudy VIAM*, 2016, no. 10, paper no. 3. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 12, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-3-3.
6. Razuvaev E.I., Moiseev N.V., Kapitanenko D.V., Bubnov M.V. Modern technologies of plastic working of metals. *Trudy VIAM*, 2015, no. 2, paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 12, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-3-3.
7. Putyrskij S.V., Arislanov A.A., Artemenko N.I., Yakovlev A.L. Different methods of wear resistance increase of titanium alloys and comparative analysis of their efficiency for VT23M titanium alloy. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 1, pp. 19–24. DOI: 10.18577/2071-9240-2018-0-1-19-24.
8. Moiseev N.V., Razuvaev E.I. Formation of a recrystallized structure in deformed semi-finished products from titanium alloys of a transitional class, obtained by isothermal stamping. *Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallov*, 2002, no. 7, pp. 43–47.
9. Egorova Yu.B., Davydenko L.V., Belova S.B., Chibisova E.V. Prediction of the mechanical properties of forgings from titanium alloys VT6 and VT3-1 depending on the chemical composition and structure. *Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya*, 2018, no. 1, pp. 12–21.

10. Burgonova O.Yu., Pantyukhova K.N., Belozerova E.P. Determination of the rational mode of heat treatment of the VT3-1 alloy to increase plasticity before pressure treatment. *Omskiy nauchnyy vestnik*, 2017, no. 3 (153), pp. 44–48.
11. Skugorev A.V., Kapitanenko D.V., Shishkov S.Yu., Melnikova D.A. Formation of the structure and mechanical properties of high-alloy titanium alloys during isothermal forging in air. *Titan*, 2021, no. 3 (72), pp. 34–40.
12. Golovkin S.A., Pervov M.L., Vozdvizhenskaya M.V., Skobeleva A.S. Isothermal stamping of precision blanks of gas turbine engine blades for dimensionless processing of the airfoil profile. *Zagotovitelnye proizvodstva v mashinostroyenii (kuznechno-pressovoye, liteynoye i drugiye proizvodstva)*, 2016, no. 10, pp. 24–27.
13. Yakovlev A.L., Arislanov A.A., Putyrsky S.V., Nochovnaya N.A. Study of mechanical properties and structure of large-sized semi-finished products made of VT6ch titanium alloy. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 12–18. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-12-18.
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. Dzunovich D.A., Lukina E.A., Yakovlev A.L. Influence of heat treatment parameters on producibility and mechanical properties of sheets made from high-strength titanium alloy VT23. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3 (52), pp. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-3-10.
16. Putyrskiy S.V., Yakovlev A.L., Nochovnaya N.A., Krokhina V.A. Research of different heat treatment modes influence on properties of semi-finished products and welded joints from titanium alloy BT22M. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 1 (54), pp. 3–10. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-3-10.

Информация об авторах

Яшин Максим Сергеевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Капитаненко Денис Владимирович, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Maksim S. Yashin, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Denis V. Kapitanenko Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 30.05.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 02.06.2026.
The article was submitted 30.05.2023; approved and accepted for publication after reviewing 02.06.2026.

Научная статья

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-64-73

ЭПОКСИБИСМАЛЕИМИДНЫЕ КОМПОЗИЦИИ: ОСОБЕННОСТИ И ПРЕИМУЩЕСТВА

Р.Р. Мухаметов¹, В.Н. Мосиюк², А.Л. Шошева¹, С.В. Бухаров³

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

²Акционерное общество «Обнинское научно-производственное предприятие «Технология» им. А.Г. Ромашина», г. Обнинск, Россия; info@technologiya.ru

³Федеральное государственное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)», Москва, Россия; mai@mai.ru

Аннотация. В данной работе на основании анализа отечественной и зарубежной научно-технической литературы, а также патентов на изобретения приведен обзор различных типов выпускаемых эпоксибисмалеимидных материалов: связующих и клеев. Представлены термо- и физико-механические характеристики полимерных матриц эпоксибисмалеимидных связующих и клеев. Модификация эпоксидной полимерной матрицы бисмалеимидами повышает теплостойкость, прочность и трещиностойкость полимерных композиционных материалов на их основе.

Ключевые слова: эпоксидные смолы, бисмалеимидные связующие, 4,4'-бисмалеимидодифенилметан, полимерные композиционные материалы, клеи

Для цитирования: Мухаметов Р.Р., Мосиюк В.Н., Шошева А.Л., Бухаров С.В. Эпоксибисмалеимидные композиции: особенности и преимущества // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-64-73.

Scientific article

EPOXYBISMALEIMIDE RESINS: FEATURES AND ADVANTAGES

R.R. Mukhametov¹, V.N. Mosiyuk², A.L. Shosheva¹, S.V. Bukharov³

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

²Joint-Stock Company «Obninsk Research and Production Enterprise «Technologiya» named after A.G. Romashin», Obninsk, Russia; info@technologiya.ru

³Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, Russia; mai@mai.ru

Abstract. The review of the released epoxybismaleimide materials of various scopes is provided in the real work on the basis of the analysis of domestic and foreign patent and scientific and technical literature: binding, adhesives. The physical and thermomechanical properties of polymer matrices of epoxybismaleimide resins and adhesives are presented. Modification of the epoxy polymer matrix with bismaleimides increases the heat resistance, strength, and crack resistance of polymer composite materials (PCMs) based on them.

Keywords: epoxy resins, bismaleimide resins, 4,4'-bismaleimidodiphenylmethane, polymer composite materials, adhesive

For citation: Mukhametov R.R., Mosiyuk V.N., Shosheva A.L., Bukharov S.V. Epoxybismaleimide resins: features and advantages. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-64-73.

Введение

Одним из индикаторов развития той или иной отрасли промышленности является доля применения в ней материалов нового поколения, одними из которых по праву считаются полимерные композиционные материалы (ПКМ). Для изготовления конструкционных ПКМ наиболее часто применяют связующие на основе эпоксидных смол. Эпоксидные термореактивные связующие обладают рядом привлекательных для разработчиков ПКМ сочетаний физико-механических свойств, в том числе хорошей адгезией к широкому спектру материалов, высокими прочностными характеристиками и др., а большая номенклатура выпускаемых смол позволяет подобрать требуемые по технологичности (в первую очередь вязкости) составы. Модификация эпоксидов позволяет дополнительно регулировать их характеристики в требуемом направлении. Так, разработчики современных полимерных материалов (связующих и клеев) обращали внимание на возможность повышения теплостойкости и некоторых других характеристик эпоксидных смол путем добавления к ним бисмалеимидного компонента [1]. Материалам на основе бисмалеимидов свойственны высокие физико-механические характеристики при высоких температурах и во влажных средах, низкая возгораемость, высокие трещиностойкость и диэлектрические свойства [2–5]. Бисмалеимидные смолы способны к гомополимеризации [6]. Температура стеклования ароматических бисмалеимидных смол, как правило, выше, чем у алифатических [7]. Основным недостатком бисмалеимидных связующих – их повышенная хрупкость. При высоком модуле упругости эти полимеры имеют низкие прочность и деформируемость. Переработка бисмалеимидных связующих осложнена их плохой технологичностью из-за низкой вязкости при комнатной температуре и требуемых высоких температурах отверждения. В 1983 г. было запатентовано эпоксибисмалеимидное связующее на основе N,N'-тетраглицидил-4,4'-диаминодифенилметана и 4,4'-диаминодифенилсульфона, модифицированное 4,4'-бисмалеинимидодифенилметаном, с использованием растворителя диметилформамида [8]. С тех пор для модификации эпоксидного связующего широко используют мономеры бисмалеимидов. Создание связующего на основе комбинации эпоксидной смолы и бисмалеимидов позволяет за счет бисмалеимидной составляющей повысить теплостойкость композиции, а благодаря эпоксидной – сохранить технологичность. Существуют различные варианты совмещения эпоксидов с бисмалеимидами. Эпоксидная смола может добавляться в часто используемую систему смеси бисмалеимидов с диаллилбисфенолом А (ДАБА) или бисмалеимид может добавляться в композицию, содержащую эпоксид и отвердитель. Последняя система позволяет получить композиции с высокой теплостойкостью (температура стеклования $>250\text{ }^{\circ}\text{C}$) и низким влагопоглощением [9]. Однако одним из недостатков эпоксибисмалеимидных связующих может быть необходимость в использовании высококипящих растворителей и их последующее удаление. Остаточный растворитель приводит к образованию пор во время формирования изделий и значительно снижает механические характеристики и влагостойкость получаемого материала.

В ряде работ [10, 11] показано, что совмещение бисмалеимидных смол с эпоксидными позволяет увеличить трещиностойкость материала без применения термопластичных добавок за счет возникновения в системе так называемых взаимопроникающих полимерных сеток. При этом эпоксидные и бисмалеимидные смолы образуют индивидуальные полимерные сетки без сополимеризации компонентов: эпоксидная смола

отверждается классическими отвердителями с раскрытием эпоксидного цикла, а бисмалеимид полимеризуется по радикальному механизму. Подробно процесс образования взаимопроникающих сеток в эпоксибисмалеимидных системах показан с помощью анализа данных дифференциальной сканирующей калориметрии и сканирующей электронной микроскопии в работах [12–14]. В работе [15] рассмотрен процесс образования взаимопроникающих сеток в эпоксибисмалеимидном связующем. В качестве эпоксидной смолы использовали диглицидиловый эфир бисфенола А.

Данная работа посвящена обзору разработанных и/или выпускаемых эпоксибисмалеимидных материалов: связующих для изготовления ПКМ и клеев.

Модификация эпоксидных материалов бисмалеимидами.

Связующие для ПКМ

Модификация материала всегда связана с необходимостью изменения его свойств – технологических или эксплуатационных – в требуемом направлении. Совмещение эпоксидных смол с бисмалеимидными с выбором конкретного компонентного состава позволяет менять реологию связующего, его влагостойкость и механические характеристики [16–20].

В настоящее время существует тенденция отказа производителей ПКМ от традиционного автоклавного формования и перехода к более дешевым технологиям переработки. Для технологий неавтоклавного формования ПКМ существенное значение имеют реологические свойства связующего [21, 22]. Одной из широко используемых технологий неавтоклавного формования является пропитка пленочным связующим. При этом к самому связующему предъявляются строгие требования по его технологичности – в частности, по липкости и возможности образовывать довольно эластичную, драпируемую пленку. Эпоксидные связующие способны удовлетворять этим требованиям лишь при добавлении особых модификаторов (часто термопластичных), которые снижают теплостойкость материала. В работе [23] описывается эпоксидное связующее пленочного типа, содержащее в своем составе эпоксидиановую смолу, термопластичную составляющую (полиэфирсульфон), 4,4'-диаминодифенилэфир в качестве отвердителя и бисмалеимид в качестве модификатора. Такая модификация связующего позволила получить теплостойкий материал, обладающий высокой влагостойкостью, реологические свойства которого позволяют использовать его для переработки по технологии пропитки под давлением (Resin Transfer Molding – RTM). Полимерная матрица на основе данной модифицированной эпоксидной смолы обладает термомеханическими свойствами, представленными в табл. 1.

Таблица 1

Термомеханические свойства модифицированной эпоксидной смолы

Свойства	Значения свойств
Предел прочности при растяжении, МПа	65–75
Модуль упругости при растяжении, ГПа	3,0–3,5
Предел прочности при изгибе, МПа	150–170
Модуль упругости при изгибе, ГПа	3,1–3,9
Температура стеклования, °С	210–230
Ударная вязкость, кДж/м ²	25–35

Еще одна неавтоклавная технология формования, нашедшая в последние десятилетия широкое применение, – пропитка под давлением. Для этой технологии важно сочетание низкой вязкости и длительной жизнеспособности связующего при температуре пропитки. В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработано эпоксидное связующее для получения изделий методом пропитки под давлением [24, 25]. В состав связующего входят эпоксидная полифункциональная смола, эпоксибисмалеимидная

смола, отвердитель и активный разбавитель. В качестве эпоксидной составляющей применялся N,N,N',N'-тетраглицидил-4,4'-диамино-3,3'-дихлордифенилметан, а в качестве отвердителя использовался 4,4'-диаминодифенилсульфон. Эпоксидбисмалеимидная смола содержала 25 мас. ч. 4,4'-бисмалеинимидодифенилметана. В табл. 2 приведены термомеханические свойства данного эпоксидбисмалеимидного связующего. Изобретение позволило получить связующее, реологические характеристики которого обеспечивают качественную пропитку наполнителя при относительно низкой (85 °С) температуре. Получаемые при этом конструкционные углепластики по своим технологическим и механическим свойствам соответствуют требованиям, предъявляемым к материалам авиационного назначения.

Таблица 2

Термомеханические свойства эпоксидбисмалеимидного связующего

Свойства	Значения свойств
Предел прочности при изгибе, МПа	60–80
Модуль упругости при изгибе, ГПа	2,8–3,2
Температура стеклования, °С	210–225
Динамическая вязкость при температуре 95 °С, Па·с	0,20–0,38

В АО «ОНПП «Технология» им. А.Г. Ромашина» разработаны терmostойкие расплавные эпоксидбисмалеимидные связующие ТЭИС-33 (для автоклавных технологий формования [26, 27]) и ТЭИС-53 (для неавтоклавных технологий формования [28]), содержащие в своем составе смесь эпоксидных смол различной функциональности, такие как N,N,N',N'-тетраглицидил-4,4'-диамино-3,3'-дихлордифенилметан и триглицидиламинофенол, бисмалеимид и ароматический амин в качестве отвердителя. Следует отметить, что связующее ТЭИС-53 позволяет получать стеклопластики с низкой ($\leq 1\%$) пористостью по различным неавтоклавным технологиям формования (вакуумное, дифференциальное вакуумное формование и пропитка под давлением). Разработанные связующие обладают повышенной терmostойкостью и вязкостью разрушения (табл. 3). Так, величина критического коэффициента интенсивности напряжений K_{1c} для связующего ТЭИС-53 составляет $2,2 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ [29], в то время как для высокотемпературных реактопластов это значение обычно находится в пределах $0,5\text{--}1,0 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ [30]. Исследована возможность изготовления на его основе формообразующей композитной оснастки [31].

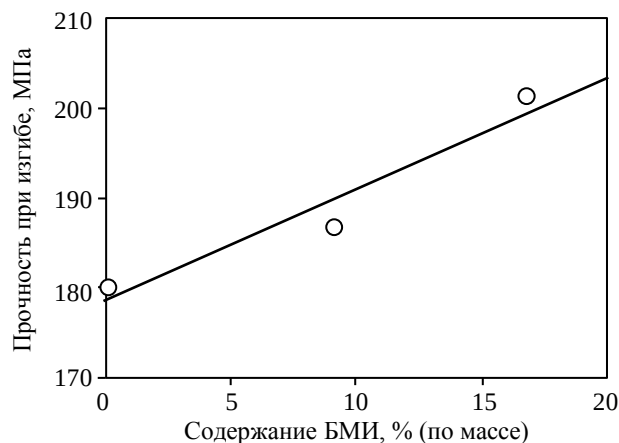
Таблица 3

Физико-механические свойства связующего ТЭИС-53

Свойства	Значения свойств
Предел прочности при изгибе, МПа	93,6
Критический коэффициент интенсивности напряжений K_{1c} , $\text{МПа}\sqrt{\text{м}}$	2,2
Температура стеклования, °С	232
Динамическая вязкость при температуре 100 °С, Па·с	0,30
Время желатинизации при температуре 170 °С, мин	29

Эпоксидные смолы, обладая высокими прочностными, адгезионными и электрическими характеристиками, имеют невысокую влагостойкость и могут поглощать до 10 % (по массе) воды, что заметно снижает их характеристики (например, температуру стеклования). В работе [32] методами диэлектрической спектроскопии и электропроводности показана возможность повышения тепло- и влагостойкости эпоксидного связующего с помощью его модификации бисмалеимидом.

В работе [13] проводится исследование влияния количества бисмалеимидной составляющей на прочность при изгибе эпоксидбисмалеимидного связующего. Так, в эпоксидную композицию, содержащую N,N'-тетраглицидил-4,4'-диаминодифенилметан и 4,4'-диаминодифенилметан, добавляли бисмалеимидную смесь Comprimide 796 на основе 4,4'-бисмалеимидодифенилметана и гидразида аминокислоты. При содержании в связующем 20 % (по массе) бисмалеимида прочность при изгибе повысилась на ~22 % (см. рисунок).



Влияние содержания бисмалеимида (БМИ)
в составе эпоксидбисмалеимидного связующего на прочность при изгибе

В работе [33] показано улучшение физико-механических свойств эпоксидного связующего при одновременном добавлении к нему бисмалеимида и полисульфона, где в качестве эпоксидной составляющей использовали диглицидиловый эфир бисфенола А. На прочность при растяжении, так же как и на прочность при изгибе, влияет полимерная матрица отвержденного связующего, образованная за счет гомополимеризации бисмалеимида и сшитой сетчатой структуры между эпоксидной смолой и бисмалеимидом. Среди эпоксидных композиций, модифицированных бисмалеимидом, состав с 1,3-фениленбисмалеимидом (В2) имеет более высокие значения прочности при изгибе, чем эпоксидные смолы, модифицированные 4,4'-бисмалеимидодифенилметаном (В1) и 1,1'-бис(4-малеимидофенил)циклогексаном (В3) (табл. 4).

Таблица 4

Физико-механические свойства композиций на основе эпоксидного связующего с добавлением полисульфона и бисмалеимида в различных массовых соотношениях

Состав	Предел прочности при растяжении, МПа	Модуль упругости при растяжении, ГПа	Предел прочности при изгибе, МПа	Модуль упругости при изгибе, ГПа	Ударная вязкость, кДж/м ²
E ₁₀₀ PS ₀ B ₀	61,2 ± 7	2713,7 ± 34	104,0 ± 8	1753,9 ± 38	98,3 ± 6
E ₁₀₀ PS ₈ B ₀	62,3 ± 6	2736,9 ± 29	106,3 ± 6	1794,3 ± 31	132,9 ± 4
E ₁₀₀ PS ₀ B ₁₈	74,0 ± 6	3233,3 ± 30	124,7 ± 5	2038,4 ± 30	90,2 ± 4
E ₁₀₀ PS ₀ B ₂₈	75,1 ± 3	3145,5 ± 31	129,2 ± 2	3098,2 ± 34	89,6 ± 2
E ₁₀₀ PS ₀ B ₃₈	70,8 ± 4	2912,7 ± 31	119,2 ± 4	2102,5 ± 31	93,5 ± 5
E ₁₀₀ PS ₈ B ₁₈	66,5 ± 5	3079,4 ± 36	118,4 ± 4	1984,2 ± 32	123,7 ± 5
E ₁₀₀ PS ₈ B ₂₈	69,2 ± 5	3125,9 ± 31	119,5 ± 5	2242,3 ± 32	120,2 ± 4
E ₁₀₀ PS ₈ B ₃₈	65,9 ± 5	3012,7 ± 29	113,7 ± 6	1954,3 ± 28	125,3 ± 6

Примечание. Е – эпоксидное связующее; PS – полисульфон; В – бисмалеимид; В1 – 4,4'-бисмалеимидодифенилметан; В2 – 1,3-фениленбисмалеимид; В3 – 1,1'-бис(4-малеимидофенил)циклогексан.

Так, прочность при изгибе эпоксидной композиции с 8 % (по массе) полисульфона, модифицированного 8 % (по массе) В2, увеличилась на 12,4 % по сравнению с эпоксидной смолой, модифицированной полисульфоном (8 % (по массе)), тогда как содержание 8 % (по массе) В1 и В3 увеличивает прочность при изгибе на 11,3 и 6,9 % соответственно.

Модификация эпоксидных материалов бисмалеимидами. Клеи

Работоспособные до 250–280 °С, но хрупкие бисмалеимидные материалы не позволяют получить пленочные клеи без дополнительной модификации. В рецептуре клеев совмещение эпоксидных смол с бисмалеимидными находит свое применение (так же как и для связующих). В различных работах описывается достижение требуемых физико-механических и технологических свойств именно благодаря комбинированию эпоксидов и бисмалеимидов.

В работе [34] описан состав и способ изготовления пленочного клея, содержащего в равных долях бисмалеимидную и эпоксидную составляющие, отвердитель и наполнитель. Авторами работы отмечается повышенная ударная вязкость и теплостойкость.

В работе [35] Чувашского государственного университета имени И.Н. Ульянова описывается клей, содержащий в своем составе эпоксидную смолу, полиаминный отвердитель (полиэтиленполиамин) и моно- или бисмалеимид в качестве модификатора. Авторы работы указывают, что техническим результатом является повышение прочности на отрыв при равномерном растяжении и устойчивости к воздействию агрессивных сред.

Компанией Henkel Corporation (США), выпускается модифицированный бисмалеимидный пленочный клей LOCTITE EA 9673 AERO, в котором содержатся эпоксидные смолы, но при этом рабочая температура клея высокая [36, 37]. По заявлениям производителей клей работоспособен до температуры 288 °С, практически не теряет при этом прочностных характеристик, хотя заявленный уровень свойств клея (по значению прочности при сдвиге клеевого соединения) достаточно невелик и составляет 13,8 МПа при температуре 25 °С [36]. Отверждение клея LOCTITE EA 9673 проводят в течение 1 ч при температуре 177 °С, с последующим отверждением в течение 2 ч при температуре 246 °С. Температура стеклования полимерной матрицы в сухом состоянии составляет 298 °С, а после кипячения снижается до 210 °С. Свойства пленочного бисмалеимидного клея представлены в табл. 5.

Таблица 5

Свойства пленочного бисмалеимидного клея LOCTITE EA 9673 AERO

Склеиваемые материалы	Прочность при сдвиге, МПа, при температуре испытаний, °С					
	25	177	232	260	288	316
Алюминий	13,8	16,5	15,8	15,2	13,1	4,1
Полимерный композиционный материал	12,4	12,4	15,2	12,4	12,4	4,1

Авторами работы [38] описывается эпоксидбисмалеимидный материал, реологические свойства которого позволяют использовать его как в качестве пленочного клея, так и как связующее для изготовления ПКМ.

Заключения

На основе проведенного анализа показано, что совмещение эпоксидных смол с бисмалеимидами является перспективным направлением модификации для получения материалов с повышенной теплостойкостью и трещиностойкостью, требуемыми реологическими характеристиками и низким влагопоглощением. При взаимодействии

эпоксидных и бисмалеимидных компонентов в системе возможно возникновение взаимопроникающих сеток, повышающих физико-механические характеристики материала, такие как пределы прочности при изгибе и растяжении, ударная вязкость. Как за рубежом, так и в России опробованы и по достоинству оценены эпоксидбисмалеимидные материалы – связующие для ПКМ и клеи.

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Список литературы

1. Загора А.Г., Ткачук А.И., Терехов И.В., Мухаметов Р.Р. Методы химической модификации эпоксидных олигомеров (обзор) // Труды ВИАМ. 2021. № 7 (101). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru>. (дата обращения: 06.06.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-73-85.
2. Bao L.-R., Yee A.F. Effect of temperature on moisture absorption in a bismaleimide resin and its carbon fiber composites // *Polymer*. 2002. Vol. 43. P. 3987–3997.
3. 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.
4. 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.
5. Шошева А.Л. Бисмалеимидные связующие (обзор). Часть 1 // Труды ВИАМ. 2022. № 10 (116). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-23-41.
6. Radue M.S., Varshney V., Baur J.W. et al. Molecular Modeling of Cross-Linked Polymers with Complex Cure Pathways: A Case Study of Bismaleimide Resins // *Macromolecules*. 2018. Vol. 51. P. 1830–1840.
7. Yi X.-S., Du S., Zhang L. Composite materials engineering. Chemical Industry Press, 2006. Vol. 1. Fundamentals of Composite Materials, 765 p.
8. Bismaleimide-epoxy compositions and prepreps: pat. 4510272 USA 475836; appl. 16.03.83, publ. 09.04.85.
9. Iredale R.J., Ward C., Hameron I. Modern Advances in Bismaleimide Resin Technology: a 21st Century Perspective on the Chemistry of Addition Polyimides // *Progress in Polymer Science*. 2017. Vol. 6. P. 1–21.
10. Musto P., Martuscelli E., Ragosta G., Russo P., Scarinzi G., Villano P. FTIR spectroscopy and physical properties of an epoxy/Bismaleimide IPN system // *Journal of Materials Science*. 1998. Vol. 33. P. 4595.
11. Musto P. Two-Dimensional FTIR Spectroscopy Studies on the Thermal-Oxidative Degradation of Epoxy-Bis(maleimide) Networks // *Macromolecules*. 2003. Vol. 36. P. 3210.
12. Woo E.M., Chen L.B., Seferis J.C. Characterization of epoxy-bismaleimide network matrices // *Journal of Materials Science*. 1987. Vol. 22. P. 3665.
13. Kim D.S., Han M.J., Lee J.R. Cure behavior and Properties of an Epoxy resin Modified With a Bismaleimide Resin // *Polymer engineering and science*. 1995. Vol. 35. No. 17. P. 1353–1358.
14. Patel K.D. Novel Bismaleimide-epoxy resin system // *Oriental Journal of Chemistry*. 1999. Vol. 15(3). P. 457–462.
15. Wu C.-S., Liu Y.-L., Hsu K.-Y. Maleimide-epoxy resins: preparation, thermal properties, and flame retardance // *Polymer*. 2003. No. 44. P. 565–573.
16. Heat resistant resin compositions, articles and method: pat. US 531498A; appl. 05.02.93; publ. 24.05.94.
17. Термоотверждаемая композиция: пат. 2201947 Рос. Федерация; заявл. 17.05.01; опубл. 10.04.03.
18. Jena R.K., Yue C.Y., Sk M.M., Ghosh K. A novel high performance bismaleimide/diallyl bisphenol A (BMI/DBA) – epoxy interpenetrating network resin for rigid riser application // *RSC Advances*. 2015. Vol. 5. P. 79888–79897.

19. Zhang Q., Wang J., Yang S. et al. Facile construction of one-component intrinsic flame-retardant epoxy resin system with fast curing ability using imidazole-blocked bismaleimide // *Composite Part B*. 2019. Vol. 177. P. 107380.
20. Mahesh K.P.O., Alagar M. Preparation and Characterization of Chain-Extended Bismaleimide Modified Polyurethane-Epoxy Matrices // *Journal of Applied Polymer Science*. 2002. Vol. 87. P. 1562–1568.
21. 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: 07.06.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-22-33.
22. Kablov E.N., Erofeev V.T., Zotkina M.M. et al. Plasticized epoxy composites for manufacturing of composite reinforcement // *Journal of Physics. Conference Series: International Conference on Engineering Systems 2020*. 2020. P. 012031.
23. Modified epoxy resin film for RFI molding process and preparation method thereof: pat. 101735573 CN; appl. 12.03.09; publ. 30.05.12.
24. Теплостойкое эпоксидное связующее для изготовления изделий методом пропитки под давлением: пат. 2590563 Рос. Федерация; заявл. 23.04.15; опубл. 10.07.16.
25. 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.
26. Состав эпоксидбисмалеимидного связующего для препрегов (варианты), способ получения эпоксидбисмалеимидного связующего (варианты), препрег и изделие: пат. 2335514 Рос. Федерация; заявл. 27.12.06; опубл. 10.10.08.
27. Состав эпоксидбисмалеимидного связующего для препрегов, препрег и изделие: пат. 2427598 Рос. Федерация; заявл. 29.10.09; опубл. 10.05.11.
28. Состав эпоксидбисмалеимидной смолы и способ ее получения: пат. 2587169 Рос. Федерация; заявл. 15.12.14; опубл. 20.06.16.
29. Мосиюк В.Н., Ворвуль С.В., Томчани О.В. Дифференциальное вакуумное формование как усовершенствованная технология вакуумного формования // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 4 (49). С. 37–41. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-37-41.
30. Баженов С.Л., Берлин А.А., Кульков А.А., Ошмян В.Г. Полимерные композиционные материалы. Прочность и технологии. Долгопрудный: Интеллект, 2010. 352 с.
31. Способ изготовления композитной формообразующей оснастки для формования изделий из полимерных композиционных материалов: пат. 2720312 Рос. Федерация; заявл. 10.07.19; опубл. 28.04.20.
32. Котухова А.М., Иваницкий А.С., Бойко Л.И., Томчани О.В., Долматов С.А. Теплостойкое эпоксидное связующее для композиционных материалов // *Пластические массы*. 2006. № 8. С. 9–12.
33. Rajjasekaran R., Alagar M. Mechanical Properties of Bismaleimides Modified Polysulfone Epoxy Matrices // *International Journal of Polymeric Materials*. 2007. Vol. 56. P. 911–927.
34. Method for Preparing Modified Bismaleimide Resin Adhesive Film: pat. 104177828A CN; appl. 30.07.14; publ. 03.12.14.
35. Эпоксидный клей: пат. 25202479 Рос. Федерация; заявл. 10.12.12; опубл. 27.06.14.
36. Hysol EA 9673 Modified BMI Film Adhesive. URL: <https://www.lookpolymers.com> (дата обращения: 18.05.2023).
37. LOCTITE EA 9673 AERO Epoxy Film Adhesive (known as Hysol EA 9673). URL: <http://aero-consultants.co.uk/uploads/article2398/LOCTITE%20EA%209673%20AERO.PDF> (дата обращения: 18.05.2023).
38. Adhesive Composition, Laminate, and Adhesive Sheet: pat. 2020-012026 A; appl. 13.07.18; publ. 23.01.20.

References

1. Zagora A.G., Tkachuk A.I., Terekhov I.V., Mukhametov R.R. Methods of chemical modification of epoxy oligomers (review). *Trudy VIAM*, 2021, no. 7 (101), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: June 06, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-73-85.

2. Bao L.-R., Yee A.F. Effect of temperature on moisture absorption in a bismaleimide resin and its carbon fiber composites. *Polymer*, 2002, vol. 43, pp. 3987–3997.
3. 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.
4. 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.
5. Shosheva A.L. Bismaleimide resins (review). Part 1. *Trudy VIAM*, 2022, no. 10 (116), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 15, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-23-41.
6. Radue M.S., Varshney V., Baur J.W. et al. Molecular Modeling of Cross-Linked Polymers with Complex Cure Pathways: A Case Study of Bismaleimide Resins. *Macromolecules*, 2018, vol. 51, pp. 1830–1840.
7. Yi X.-S., Du S., Zhang L. *Composite materials engineering*. Chemical Industry Press, 2006, vol. 1. Fundamentals of Composite Materials, 765 p.
8. *Bismaleimide-epoxy compositions and prepregs*: pat. 4510272 USA 475836; appl. 16.03.83, publ. 09.04.85.
9. Iredale R.J., Ward C., Hameron I. Modern Advances in Bismaleimide Resin Technology: a 21st Century Perspective on the Chemistry of Addition Polyimides. *Progress in Polymer Science*, 2017, vol. 6, pp. 1–21.
10. Musto P., Martuscelli E., Ragosta G., Russo P., Scarinzi G., Villano P. FTIR spectroscopy and physical properties of an epoxy/Bismaleimide IPN system. *Journal of Materials Science*, 1998, vol. 33, p. 4595.
11. Musto P. Two-Dimensional FTIR Spectroscopy Studies on the Thermal-Oxidative Degradation of Epoxy-Bis(maleimide) Networks. *Macromolecules*, 2003, vol. 36, p. 3210.
12. Woo E.M., Chen L.B., Seferis J.C. Characterization of epoxy-bismaleimide network matrices. *Journal of Materials Science*, 1987, vol. 22, p. 3665.
13. Kim D.S., Han M.J., Lee J.R. Cure behavior and Properties of an Epoxy resin Modified With a Bismaleimide Resin. *Polymer engineering and science*, 1995, vol. 35, no. 17, pp. 1353–1358.
14. Patel K.D. Novel Bismaleimide-epoxy resin system. *Oriental Journal of Chemistry*, 1999, vol. 15(3), pp. 457–462.
15. Wu C.-S., Liu Y.-L., Hsu K.-Y. Maleimide-epoxy resins: preparation, thermal properties, and flame retardance. *Polymer*, 2003, no. 44, pp. 565–573.
16. *Heat resistant resin compositions, articles and method*: pat. US 531498A; appl. 05.02.93; publ. 24.05.94.
17. *Thermo-appropriate composition*: pat. 2201947 Rus. Federation; appl. 17.05.01; publ. 10.04.03.
18. Jena R.K., Yue C.Y., Sk M.M., Ghosh K. A novel high performance bismaleimide/diallyl bisphenol A (BMI/DBA) – epoxy interpenetrating network resin for rigid riser application. *RSC Advances*, 2015, vol. 5, pp. 79888–79897.
19. Zhang Q., Wang J., Yang S. et al. Facile construction of one-component intrinsic flame-retardant epoxy resin system with fast curing ability using imidazole-blocked bismaleimide. *Composite Part B*, 2019, vol. 177, p. 107380.
20. Mahesh K.P.O., Alagar M. Preparation and Characterization of Chain-Extended Bismaleimide Modified Polyurethane–Epoxy Matrices. *Journal of Applied Polymer Science*, 2002, vol. 87, pp. 1562–1568.
21. Tkachuk A.I., Donetsky 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: June 07, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-22-33.
22. Kablov E.N., Erofeev V.T., Zotkina M.M. et al. Plasticized epoxy composites for manufacturing of composite reinforcement. *Journal of Physics. Conference Series: International Conference on Engineering Systems 2020*, 2020, p. 012031.
23. *Modified epoxy resin film for RFI molding process and preparation method thereof*: pat. 101735573 CN; appl. 12.03.09; publ. 30.05.12.

24. *Heat-resistant epoxy binder for the manufacture of products by pressure impregnation*: pat. 2590563 Rus. Federation; appl. 23.04.15; publ. 10.07.16.
25. 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.
26. *Composition of epoxybismaleimide binder for prepregs (options), method for producing epoxybismaleimide binder (options), prepreg and product*: pat. 2335514 Rus. Federation; appl. 27.12.06; publ. 10.10.08.
27. *Composition of epoxybismaleimide binder for prepregs, prepreg and product*: pat. 2427598 Rus. Federation; appl. 29.10.09; publ. 10.05.11.
28. *Composition of epoxybismaleimide resin and method for its production*: pat. 2587169 Rus. Federation; appl. 15.12.14; publ. 20.06.16.
29. Mosiyuk V.N., Vorvul S.V., Tomchani O.V. Differential vacuum molding as an advanced technology of vacuum molding. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2017, no. 4 (49), pp. 37–41. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-37-41.
30. azhenov S.L., Berlin A.A., Kulkov A.A., Oshmyan V.G. *Polymer composite materials. Strength and technology*. Dolgoprudny: Intelligence, 2010, 352 p.
31. *Method for manufacturing composite shaping equipment for molding products from polymer composite materials*: pat. 2720312 Rus. Federation; appl. 10.07.19; publ. 28.04.20.
32. Kotukhova A.M., Ivanitsky A.S., Boyko L.I., Tomchani O.V., Dolmatov S.A. Heat-resistant epoxyimide binder for composite materials. *Plasticheskie massy*, 2006, no. 8, pp. 9–12.
33. Rajjasekaran R., Alagar M. Mechanical Properties of Bismaleimides Modified Polysulfone Epoxy Matrices. *International Journal of Polymeric Materials*, 2007, vol. 56, pp. 911–927.
34. *Method for Preparing Modified Bismaleimide Resin Adhesive Film*: pat. 104177828A CN; appl. 30.07.14; publ. 03.12.14.
35. *Epoxy adhesive*: pat. 25202479 Rus. Federation; appl. 10.12.12; publ. 27.06.14.
36. *Hysol EA 9673 Modified BMI Film Adhesive*. Available at: <https://www.lookpolymers.com> (accessed: May 18, 2023).
37. *LOCTITE EA 9673 AERO Epoxy Film Adhesive (known as Hysol EA 9673)*. Available at: <http://aero-consultants.co.uk/uploads/article2398/LOCTITE%20EA%209673%20AERO.PDF> (accessed: May 18, 2023).
38. *Adhesive Composition, Laminate, and Adhesive Sheet*: pat. 2020-012026 A; appl. 13.07.18; publ. 23.01.20.

Информация об авторах

Мухаметов Рамиль Рифович, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Мосиюк Виктория Николаевна, начальник сектора, АО «ОНИИП «Технология» им. А.Г. Ромашина», mosiukvn@technologiya.ru

Шошева Анфиса Львовна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Бухаров Сергей Викторович, профессор, д.т.н., Московский авиационный институт, bukharovsv@mail.ru

Information about the authors

Ramil R. Mukhametov, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Victoria N. Mosiyuk, Head of Sector, JSC «ORPE «Technologiya» named after A.G. Romashin»; mosiukvn@technologiya.ru

Anfisa L. Shosheva, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey V. Bukharov, Professor, Doctor of Sciences (Tech.), Moscow Aviation Institute, MAI; bukharovsv@mail.ru

Статья поступила в редакцию 03.07.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 05.07.2023.

The article was submitted 03.07.2023; approved and accepted for publication after reviewing 05.07.2023.

Научная статья

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-74-84

ПРИМЕНЕНИЕ СЕМИПРЕГОВ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ МЕТОДОМ ВАКУУМНОГО ФОРМОВАНИЯ ПАНЕЛЕЙ КОРПУСНЫХ КОНСТРУКЦИЙ ИЗ ПКМ

П.А. Кузнецова¹, А.И. Ткачук¹, Р.Ю. Караваев¹, К.И. Донецкий¹

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

Аннотация. Представлен обзор научно-технической литературы по применению расплавных эпоксидных связующих для изготовления семипрегов, перерабатываемых методом вакуумного формования с целью получения крупногабаритных изделий из полимерных композиционных материалов конструкционного назначения. Приведено сравнение значений пористости материалов, полученных при вакуумном формовании семипрегов и препрегов. Перечислены основные необходимые технологические требования к эпоксидным связующим для получения семипрегов, а также технологии, используемые в промышленности для изготовления семипрегов.

Ключевые слова: автоклав, вакуумное формование, полимерные композиционные материалы, семипреги, препреги, волокно, связующее, пропитка, проницаемость, пористость

Для цитирования: Кузнецова П.А., Ткачук А.И., Караваев Р.Ю., Донецкий К.И. Применение семипрегов для изготовления методом вакуумного формования панелей корпусных конструкций из ПКМ // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-74-84.

Scientific article

THE USE OF SEMI-PREGS FOR THE MANUFACTURE OF PANELS OF HOUSING STRUCTURES FROM POLYMER COMPOSITE MATERIALS BY VACUUM BAG ONLY

P.A. Kuznetsova¹, A.I. Tkachuk¹, R.Yu. Karavaev¹, K.I. Donetskiy¹

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

Abstract. This paper provides an overview of the scientific and technical literature on the use of molten epoxy binders for the manufacture of semi-pregs processed by vacuum bag only for the manufacture of large-sized products from polymer composite materials for structural purposes. The comparison of porosity values of materials obtained by vacuum bag only of semi-pregs and prepregs is given. The main necessary technological requirements for epoxy binders for the production of semi-pregs are listed, as well as technologies used in industry for the manufacture of semi-pregs.

Keywords: autoclave, vacuum bag only, polymer composite materials, semi-pregs, prepregs, fiber, binder, impregnation, permeability, porosity

For citation: Kuznetsova P.A., Tkachuk A.I., Karavaev R.Yu., Donetskiy K.I. The use of semi-pregs for the manufacture of panels of housing structures from polymer composite materials by vacuum bag only. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-74-84.

Введение

Благодаря своим исключительным свойствам композиционные материалы находят применение в различных отраслях промышленности, таких как аэрокосмическая, строительство, автомобильная, биомедицинская, спортивная и морская [1–3]. По мере роста спроса на изделия из полимерных композиционных материалов (ПКМ) различных размеров и геометрической формы, у производителей возникает потребность в разработке новых более прогрессивных и экономически менее затратных технологий производства взамен автоклавной технологии.

Ранее проведенные фундаментальные и прикладные исследования формования препрегов автоклавным методом обеспечили получение ПКМ с монолитной структурой и высоким уровнем физико-механических свойств, что позволяет данной технологии и в настоящее время оставаться эталоном конкурентоспособности. Возможность применения высокого приложенного давления (до 2,5 МПа) позволяет снизить пористость, которая является основным производственным дефектом деталей на основе препрега, за счет разрушения пузырьков захваченного воздуха и/или летучих веществ, образующихся при отверждении, а также при пропитывании связующим сухих участков между волокнами. Продукт, полученный в результате автоклавного процесса, представляет собой высокоэффективную и надежную композиционную конструкцию, однако многих производителей беспокоят многочисленные недостатки этого процесса – например, такие как огромные инвестиции на приобретение и эксплуатацию оснастки (особенно для крупных деталей), на чрезмерное потребление электроэнергии, а также на установку дорогостоящего оборудования. В процессе автоклавного формования могут возникнуть такие условия производства, при которых потенциальные конструкции деталей ограничены размерами автоклава, а производительность зависит от графика поставок сложных составных конструкций, вследствие этого крупные автоклавы иногда необходимо использовать для изготовления небольших деталей, что оказывается неэффективным.

Одно из решений данной проблемы – вакуумное формование препрега. Однако при формовании препрега по данной технологии часто получаются изделия из ПКМ с высокой объемной долей пор, что значительно снижает их эксплуатационные характеристики. Для снижения пористости ведущие производители ПКМ, такие как фирмы Hexcel, Cytec, Toray, Gurit и др., начали выпускать семипреги – препреги, у которых имеются зоны, состоящие из сухой (не пропитанной реактопластичным или термопластичным связующим) части жгута либо ткани, или пропитка связующим проводится с одной стороны. Таким образом удалось добиться получения монолитных материалов, которые используются при изготовлении крупногабаритных конструктивных элементов авиационной техники различного назначения [4, 5] или лопастей ветряных электрогенераторов [6].

Один из путей снижения себестоимости изготовления изделий из ПКМ – внедрение альтернативных методов получения материалов с повышенной производительностью и сниженной стоимостью [7, 8]. В связи с этим в последние годы ведущие разработчики авиационной техники, такие как фирмы Bombardier, Airbus и Boeing, активно проводят работы по внедрению безавтоклавных методов изготовления деталей из ПКМ. Предлагается альтернативный процесс – вакуумное формование препрега (vacuum-bag-only), при котором сохраняются точный контроль объемной доли волокон, их геометрические размеры и низкая пористость [9, 10]. Иногда такие препреги называют VBO (Vacuum Bag Only) или препрегами, формуемыми только в вакуумном мешке. В отличие от широко распространенных высокочрезвычайно затратных автоклавных методов, при вакуумном

формовании можно значительно снизить энергозатраты, при этом появляется возможность масштабирования процесса и изготовления деталей из ПКМ в «полевых» условиях [11–13]. В первую очередь это связано с использованием недорогого оборудования – конвенционных печей, термоодеял, тепловых пушек и др. – например, для изготовления лопаток ветряных электрогенераторов. Однако неблагоприятные условия процесса, в том числе плохое качество вакуума, неполная откачка воздуха и/или высокая влажность, часто приводят к появлению дефектов (особенно пористости), которые ухудшают механические характеристики изделий. Так, каждый процент содержания пустот в композите, вплоть до общего содержания пустот ~4 %, приводит к снижению межслойной прочности на сдвиг на ~7 %, независимо от смолы, типа волокна или обработки поверхности волокна. Ограничение данного метода по давлению до 0,1 МПа приводит к тому, что даже с использованием предварительных вакуумных подформовок не удастся полностью провести дегазацию пакета с препрегом/семипрегом. Таким образом, после гелеобразования связующего в полимерной матрице остаются захваченные воздушные пузырьки, что приводит к потенциально неприемлемому уровню пористости (>1 %). Это объясняется невозможностью сильного сдавливания технологического пакета для достижения полного смачивания углеродного волокна связующим [14].

История развития семипрегов

Впервые в 1980-х годах Торфинсон и Бирманн при попытке разработать более эффективную по времени стратегию автоклавного отверждения обнаружили, что снижение степени пропитки препрега приводит к уменьшению содержания пустот. Указывалось, что сухие участки внутри каждого слоя препрега позволяют удалять захваченный воздух, влагу и другие летучие вещества, поэтому стали использовать волокнистые наполнители, частично пропитанные связующим [15–17]. Такие материалы впоследствии получили название семипрега, т. е. это материалы, в которых пленка полимерного связующего нанесена на наполнитель без смачивания волокна либо с определенным зонированием (пропитка одной стороны наполнителя или чередующимися участками). Таким образом сохраняются каналы для удаления воздуха, что улучшает проницаемость по толщине изделия и увеличивает надежность процесса по сравнению с соответствующими препрегами. Таким образом, технически семипрега предназначены для того, чтобы оставаться относительно вязкими на стадии вакуумных подформовок и на первой ступени отверждения, а также обеспечивать сохранение достаточного количества сухих участков волокна до тех пор, пока не произойдет удаление воздуха и других летучих компонентов. Одними из первых семипрегов и препрегов для вакуумного формования, получивших широкое распространение, были изделия компаний Hexcel и ZPPREG [18, 19].

Спустя более десяти лет после первой публикации Торфинсона и Бирманна в работе [20] была представлена технология формования препрегов в вакуумных пакетах, разработанная в компании Cytac Engineered Materials (в данное время – компания Cytac Industries). Это было первое поколение вакуумных препрегов на основе низкотемпературных эпоксидных систем торговой марки Sycor 5215 и 754. С использованием вакуумного мешка в качестве демонстрационных изготовлены две панели на основе идентичных систем смол и волокон, варьировалась только степень пропитки препрега. Применение традиционного полностью пропитанного препрега привело к образованию в пластике пустот, с содержанием, превышающим 5 %, в то время как в препреге, содержащем в середине сухие волокна, которые служат каналами для отвода воздуха, пористость составила <1 % [21, 22]. Эта технология рассмотрена в патентах концерна

Cytec Technology Corp. [23, 24], что позволяет изготавливать из таких ПКМ панели с низкой пористостью.

В настоящее время методом вакуумного формования препрегов и семипрегов перерабатываются и другие классы полимерных связующих – термопластичные [25], бензоксазиновые [26], бисмалеимидные [27–29], полиимидные и цианатэфирные.

Требования к связующим и технологии изготовления ПКМ на основе семипрегов

Для достижения необходимых характеристик семипрега связующее должно обладать определенными свойствами [30]. Во-первых, оно должно оставаться мягким и гибким, при этом предпочтительно, чтобы заготовки были бы нелипкими или с уменьшенной липкостью, а слипались только при прикладывании усилия горячим роликом. Для поддержания открытыми для вакуумирования «инженерных» каналов, связующие должны быть вязкими в температурном интервале от 20 до 60 °С на стадии вакуумных подформовок, чтобы предотвратить преждевременную пропитку волокон, что позволяет удалить воздух, газы и остатки воды. Однако вязкость связующего для семипрега должна быть такой, чтобы при комнатной температуре обеспечивать повышенную жизнеспособность при хранении и вакуумировании препрега, а также хорошую драпируемость и отсутствие стекания связующего с наполнителя. При этом при повышенной температуре вязкость должна снижаться до значений <25 Па·с, чтобы заполнить все технологические пустоты, созданные для лучшего удаления воздуха из заготовки [31]. В основном у данного типа эпоксидных связующих вязкость в интервале температур 100–120 °С снижается до 10–30 Па·с. Достижение необходимых реологических характеристик обычно достигается при использовании твердых эпоксидных смол на основе бисфенола А, новолачных и других связующих, а при достижении существенной зависимости вязкости от скорости сдвига добавляют тиксотропные добавки – например, частицы оксида кремния.

Помимо оптимальных реологических характеристик при изготовлении разнотолщинных изделий из ПКМ необходимо предварительно исследовать теплофизические характеристики полученного семипрега. В первую очередь это кинетические данные, позволяющие рассчитать оптимальный режим отверждения. Кроме того, для снижения эффекта коробления из-за разницы значений температурного коэффициента линейного расширения между полимерной матрицей и наполнителем необходимо проводить дилатометрические исследования [32–34].

При этом необходима проработка оптимального способа нанесения связующего на волокно для создания и сохранения в процессе получения материала оптимальных воздушных каналов [35].

Так, в работе [36] измерена воздухопроницаемость коммерческого семипрега производства компании Advanced Composites Group (ACG) на основе эпоксидной смолы VTM264 (40 % (по массе)) и углеродного волокна T700 фирмы Toray и эквивалентного однонаправленного препрега. Проницаемость семипрега была на три порядка больше, чем у непрерывного пленочного препрега до и во время цикла отверждения, что объясняется сетью сухих взаимосвязанных пор в технологическом пакете семипрега. Как показывают эти исследования, препреги с прерывистыми пленками смолы увеличивают способность к удалению воздуха в направлении z (поперечном) путем создания эффективных путей для его выхода. Этот эффект объясняется гораздо более короткими расстояниями для удаления воздуха в направлении z по толщине (несколько миллиметров) по сравнению с направлением в плоскости (несколько метров). Участки

волокон, не пропитанные связующим, не только повышают эффективность отвода воздуха, но и захватывают меньше воздуха между слоями.

Семипреги получают несколькими способами. Наиболее распространенный способ заключается в нанесении непрерывной пленки связующего традиционными методами:

- на валках с одной или двух сторон волокнистого наполнителя, однако само связующее при этом пропитывает волокно не до конца (без дополнительного прогревания);
- нанесение связующего на жгут и ткань с чередованием сухих зон с перекрытием слоев с использованием разделительной пленки [37];
- использование порошкового связующего, которое создаст определенную шероховатость поверхности, что позволит воздуху легко уходить при вакуумировании [38, 39];
- печать на волокне и др. [11].

У каждого из этих методов есть свои достоинства и недостатки. Однако наиболее распространенными являются семипреги с нанесенным связующим только с одной стороны наполнителя, другая сторона остается свободной для прохождения воздуха [40, 41]. Такие семипреги более технологичны, легко драпируются и нарезаются, позволяют контролировать содержание связующего.

Для улучшения удаления воздуха также можно использовать дополнительные демпинговые слои на основе волокнистых вуалей [42] или создавать специальные разрезы, отверстия или каналы в преформе, улучшающие проницаемость преформы воздухом и незначительно сказывающиеся на механических свойствах получаемого материала [43–45]).

Кроме того, тип волокон, их переплетение (саржа, сатин), плотность, схема армирования и объемный фактор влияют на пористость изделий из ПКМ. Так, в проведенном исследовании фирмы Sarah показано [14], что пластики, изготовленные из семипрегов саржевого переплетения (на волокнах 3К и 6К) на основе эпоксидного связующего PMT-F4 (фирма Patz Materials & Technology) с низкой и средней плотностью ткани, имеют пористость <1 %. В то время как пластик на волокне 12К, изготовленный из семипрега, имеет бóльшую пористость – до 12 %, потому что пучки волокон слишком толстые для проведения полной пропитки при формовании, а образец сравнения – препрег с непрерывной пропиткой связующим – обеспечил пористость до 7,1 %.

За рубежом освоено промышленное производство широкого ассортимента эпоксидных связующих подобного типа марок: ZPREG и Cycom 5320 (фирма Cytec, США), Sprint ST94 (фирма Gurit, Великобритания), Hexply M56 и M36 (фирма Hexcel, Великобритания), 2510 (фирма Toray, Япония), UD75A (фирма Mitsubishi Rayon Co Ltd, Япония) и др.

Анализ отечественной научно-технической литературы показал, что эпоксидные связующие для вакуумного формования ПКМ из препрегов в течение последних 20 лет нашли ограниченное применение в отечественной промышленности, несмотря на активное их развитие за рубежом. Однако удалось обнаружить ряд патентов на эпоксидные композиции, заявленные изобретателями в течение последних лет, в которых описаны эпоксидные связующие для вакуумного формования [46, 47]. Это подтверждает начало использования отечественных перспективных безавтоклавных технологий для производства изделий из ПКМ [48].

Кроме того, на базе «НИИ Курчатовский институт» – ВИАМ разработаны углеродные семипреги марок ВКУ-69 и ВКУ-69/ВТКУ-2200 на основе связующего ВСЭ-68 для изготовления углепластиков методом вакуумного формования с рабочей температурой 120 °С. Характеристики полученных углепластиков по прочности и модулю упругости при растяжении будут находиться на уровне зарубежного аналога – углепластика марки

AS4/5250 фирмы Hexcel (США) и российских углепластиков марок ВКУ-29/ВТкУ-3 и ВКУ-39/ВТкУ-2.200, изготавливаемых методом автоклавного формования, что позволит снизить себестоимость изготовления конструкций на основе ПКМ за счет исключения энергозатратного и дорогостоящего автоклавного оборудования.

Заключения

В настоящее время почти во всех коммерчески поставляемых семипрегах для достижения показателей низкой пористости применяется технология «инженерных вакуумных каналов», т. е. при переработке связующего в препрег/семипрег создаются специальные сухие зоны волокнистого наполнителя. Такие семипреги могут обеспечить консолидацию и качество, эквивалентные аналогичным показателям семипрегов, полученных по автоклавной технологии. Наиболее распространенный метод – это нанесение непрерывной пленки связующего традиционными методами отверждения, в которых требуется применение только простых печей. Однако для вакуумного формования в печи семипрегов требуется более длительная отработка технологического процесса для каждого типа материала (препрега/семипрега), по сравнению с автоклавным отверждением. Качество деталей также может ухудшиться из-за неправильного обращения с семипрегами и их хранения (старение, воздействие влаги и т. д.). Но даже в идеальных условиях производство крупногабаритных деталей и деталей сложной геометрической формы без использования специализированного оборудования остается сложной задачей. Для крупных деталей остаточные и выделяющиеся газы должны перемещаться на большие расстояния, а более длинные расстояния их выхода обычно коррелируют с более высоким содержанием пустот. Эту проблему можно частично решить, используя более длительные вакуумные выдержки перед отверждением за счет дополнительного времени простоя и снижения производительности. Изготовление изделий без пустот со сложной геометрической формой или внутренними перепадами из-за толщины слоев также может быть сложной задачей, поскольку пути дегазации могут перекрываться, что приводит к увеличению количества дефектов, особенно в углах и спусках по толщине слоев семипрегов/препрегов.

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Список источников

1. 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.
2. Каблов Е.Н., Валуева М.И., Зеленина И.В., Хмельницкий В.В., Алексахин В.М. Углепластики на основе бензоксазиновых олигомеров – перспективные материалы // Труды ВИАМ. 2020. № 1 (85). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.01.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-68-77.
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. С. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-47-58.
4. Centea T., Grunenfelder L.K., Nutt S.R. A review of out-of-autoclave prepregs – Material properties, process phenomena, and manufacturing considerations // Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing. 2015. Vol. 70. P. 132–154.
5. Turner T.A., Harper L.T., Warrior N.A., Rudd C.D. Low-cost carbon-fibre-based automotive body panel systems: a performance and manufacturing cost comparison // Proceeding IMechE Part D: J. Automobile Engineering. 2006. Vol. 222. P. 53–63.

6. Murray J.J., Pappa E.J., Mamalis D. et al. Characterization of carbon fibre reinforced powder epoxy composites for wind energy blades // ECCM18 – 18th European Conference on Composite Materials. 2018. P. 8.
7. 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.
8. 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://journal.viam.ru> (дата обращения: 13.01.2022). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
9. Edwards W.T., Martinez P., Nutt S.R. Process robustness and defect formation mechanisms in unidirectional semipreg // Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science. 2020. Vol. 6 (4). P. 198–211. DOI: <https://doi.org/10.1080/20550340>.
10. Ekuase O.A., Anjum N., Obiozo Eze V., Okoli O.I. A Review on the Out-of-Autoclave Process for Composite Manufacturing // Journal of Composites Science. 2022. No. 6 (6). Vol. 172. P. 1–30. DOI: 10.3390/jcs6060172.
11. Schechter S.G.K., Centea T., Nutt S.R. Polymer film dewetting for fabrication of out-of-autoclave prepreg with high throughthickness permeability // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 2018. Vol. 114. P. 86–96. DOI: 10.1016/j.compositesa.2018.08.002.
12. Cender T.A., Simacek P., Davis S. et al. Gas evacuation from partially saturated woven fiber laminates // Transport in Porous Media. 2016. Vol. 115. P. 541–562. DOI: 10.1007/s11242-016-0784-x.
13. Schechter S.G.K., Grunenfelder L.K., Nutt S.R. Design and application of discontinuous resin distribution patterns for semi-pregs // Advanced Manufacturing: Polymer and Composites Science. 2020. Vol. 6. P. 72–85. DOI: 10.1080/20550340.2020.1736864.
14. Irving P.E., Soutis C. Polymer composites in the aerospace industry. Sawston, Cambridge: Woodhead Publishing, 2019. P. 536.
15. Martinez P., Jin B.C., Nutt S. Droplet Spreading on Unidirectional Fiber Beds // Journal of Composites Science. 2021. Vol. 5. P. 13. DOI: 10.3390/jcs5010013.
16. Tavares S.S., Michaud V., Manson J.A.E. Through thickness air permeability of prepreps during cure // Composites Part A. 2009. Vol. 40. P. 1587–1596. DOI: 10.1016/j.compositesa.2009.07.004.
17. Frost M., Solanki D., Mills A. Resin film infusion processing of carbon fibre composite automotive body panels // SAMPE Journal. 2003. Vol. 39 (4). P. 44–49.
18. Marsh G. Prepreps – raw material for high-performance composites // Reinforced plastics. 2002. Vol. 46. No. 10. P. 24–28. DOI: 10.1016/S0034-3617(02)80172-2.
19. Margueres P., Torres J.L., Perie J.N. et al. Combined approach for the characterization of composites manufactured by RFI and industrial application // Journal of composite materials. 2008. Vol. 42 (2). P. 189–209. DOI: 10.1177/0021998307086200.
20. Repecka L., Boyd J. Vacuum-bag-only-curable prepreps that produce void-free parts // Proceeding SAMPE 2002 conf. Long Beach, CA: Society for the Advancement of Material and Process Engineering, 2002. P. 13.
21. Grunenfelder L.K., Centea T., Hubert P., Nutt S.R. Effect of room-temperature out-time on tow impregnation in an out-of-autoclave prepreg // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 2013. Vol. 45. P. 119–126. DOI: 10.1016/j.compositesa.2012.10.001.
22. Grunenfelder L.K., Dills A., Centea T. et al. Effect of prepreg format on defect control in out-of-autoclave processing // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 2017. Vol. 93. P. 88–99.
23. Resin composition, a fiber reinforced materials having a partially impregnated resin and composites made therefrom: pat. US6139942 A; appl. 06.02.97; publ. 31.10.00.
24. Manufacture of void-free laminates and use thereof: pat. US 6391436 B1; appl. 05.05.98; publ. 21.05.02.

25. Baumarda T., Menary G., De Almeida O. et al. Experimental characterization and modeling of the temperature and ratedependent shear behaviour of powder-impregnated glass fiber/PA66 woven semipregs // *Composites Science and Technology*. 2019. Vol. 180. P. 23–32. DOI: 10.1016/j.compscitech.2019.05.011.
26. Curable composition for advanced processes, and products made therefrom: pat. US 7709579 B2; appl. 05.08.04; publ. 04.05.10.
27. Semipreg, prepreg, resin composite material, and production methods thereof: pat. US 20200148846 A1; appl. 22.03.18; publ. 14.05.20.
28. Thermosetting polymers with improved thermal and oxidative stability for composite and adhesive application: pat. US 6313248 B1, appl. 13.11.96; publ. 06.11.01.
29. Semi-preg material with a property-enhancing surface resin film for improved properties: pat. US6139942 A; appl. 06.02.97; publ. 31.10.00.
30. Ridgard C. Next generation out of autoclave systems // *Proc. SAMPE 2010 conf.* Seattle, 2010. P. 1–18.
31. Epoxy resin composition for fiber reinforced composite material, prepreg, and fiber reinforced composite material: pat. US 9957387 B2; appl. 11.07.11; publ. 01.05.18.
32. Bender D.B., Centea T., Nutt S. Fast cure of stable semi-pregs via VBO cure // *Advanced manufacturing: polymer & composites science*. 2020. Vol. 6. No. 4. P. 245–255. DOI: 10.1080/20550340.2020.1869891.
33. Kratz J., Hsiao K., Fernlund G., Hubert P. Thermal models for MTM45-1 and Cycom 5320 out-of-autoclave prepreg resins // *Journal of Composite Materials*. 2013. Vol. 47. No. 3. P. 341–352. DOI: 10.1177/0021998312440131.
34. Schechter S.G.K., Centea T., Nutt S. Effects of resin distribution patterns on through-thickness air removal in vacuum-bag-only preregs // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2020. Vol. 130. P. 105723. DOI: 10.1016/j.compositesa.2019.105723.
35. Takahashi N., Kageyama Y., Kawamura N. Research of multi-axial carbon fiber prepreg material for vehicle body // *SAE 2011 World congress and exhibition*. 2011. P. 6. DOI: 10.4271/2011/01/0216.
36. Tavares S.S., Michaud V., Manson J. Assessment of semi-impregnated fabrics in honeycomb sandwich structures // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2010. Vol. 41. No. 1. P. 8–15. DOI: 10.1016/j.compositesa.2009.09.005.
37. Composite materials: pat. US 8940381 B2; appl. 04.11.11; publ. 27.01.15.
38. Prepreg for manufacturing composite materials: pat. US 10016966 B2; appl. 17.01.13; publ. 10.07.18.
39. Prepreg for manufacturing composite materials: pat. GB 2516274 A; appl. 17.07.13; publ. 21.01.15.
40. Composite materials: pat. US 10118365 B2; appl. 06.06.17; publ. 06.11.18.
41. Composite materials: pat. GB 2485453 A; appl. 07.11.11; publ. 16.05.12.
42. Structured thermoplastic in composite interleaves: US 10065393 B2, appl. 15.10.15; publ. 04.09.18.
43. Notched prepreg substrate, laminated substrate, fiber-reinforced plastic, and method for manufacturing notched prepreg substrate: pat. JP 2008207544 A; appl. 24.01.08; publ. 11.09.08.
44. Curable preregs with surface openings: pat. US 9802358 B2; appl. 20.12.13; publ. 31.10.17.
45. Grunenfelder L.K., Fisher C., Cabbie C. et al. Defect Control in Out-of-Autoclave Manufacturing of Structural Elements // *44-th ISTC – Charleston SC*. 2012. P. 1.
46. Эпоксидные связующие пленочного типа: пат. 2565177 Рос. Федерация; заявл. 25.09.14; опубл. 20.10.15.
47. Эпоксидное связующее, препрег на его основе и изделие, выполненное из него: пат. 2587178 Рос. Федерация; заявл. 23.03.15; опубл. 20.06.16.
48. Душин М.И., Донецкий К.И., Тимошков П.Н., Караваев Р.Ю. Исследование процесса безавтоклавного формования семипрегов на основе углеродных наполнителей (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2018. № 9 (69). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.01.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-21-31.

References

1. 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.
2. Kablov E.N., Valueva M.I., I.V. Zelenina, Khmel'nitskiy V.V., Aleksashin V.M. Carbon plastics based on benzoxazine oligomers – perspective materials. *Trudy VIAM*, 2020, no. 1, paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 10, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-68-77.
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. Centea T., Grunenfelder L.K., Nutt S.R. A review of out-of-autoclave prepregs – Material properties, process phenomena, and manufacturing considerations. *Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2015, vol. 70, pp. 132–154.
5. Turner T.A., Harper L.T., Warrior N.A., Rudd C.D. Low-cost carbon-fibre-based automotive body panel systems: a performance and manufacturing cost comparison. *Proceeding IMechE Part D: J. Automobile Engineering*, 2006, vol. 222, pp. 53–63.
6. Murray J.J., Pappa E.J., Mamalis D. et al. Characterization of carbon fibre reinforced powder epoxy composites for wind energy blades. *ECCM18 – 18th European Conference on Composite Materials*, 2018, p. 8.
7. 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.
8. 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 13, 2022). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-4-70-80.
9. Edwards W.T., Martinez P., Nutt S.R. Process robustness and defect formation mechanisms in unidirectional semipreg. *Advanced Manufacturing: Polymer & Composites Science*, 2020, vol. 6 (4), pp. 198–211. DOI: <https://doi.org/10.1080/20550340>.
10. Ekuase O.A., Anjum N., Obiozo Eze V., Okoli O.I. A Review on the Out-of-Autoclave Process for Composite Manufacturing. *Journal of Composites Science*, 2022, no. 6 (6), vol. 172, pp. 1–30. DOI: 10.3390/jcs6060172.
11. Schechter S.G.K., Centea T., Nutt S.R. Polymer film dewetting for fabrication of out-of-autoclave prepreg with high throughthickness permeability. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2018, vol. 114, pp. 86–96. DOI: 10.1016/j.compositesa.2018.08.002.
12. Cender T.A., Simacek P., Davis S. et al. Gas evacuation from partially saturated woven fiber laminates. *Transport in Porous Media*, 2016, vol. 115, pp. 541–562. DOI: 10.1007/s11242-016-0784-x.
13. Schechter S.G.K., Grunenfelder L.K., Nutt S.R. Design and application of discontinuous resin distribution patterns for semipregs. *Advanced Manufacturing: Polymer and Composites Science*, 2020, vol. 6, pp. 72–85. DOI: 10.1080/20550340.2020.1736864.
14. Irving P.E., Soutis C. *Polymer composites in the aerospace industry*. Sawston, Cambridge: Woodhead Publishing, 2019, p. 536.
15. Martinez P., Jin B.C., Nutt S. Droplet Spreading on Unidirectional Fiber Beds. *Journal of Composites Science*, 2021, vol. 5, pp. 13. DOI: 10.3390/jcs5010013.
16. Tavares S.S., Michaud V., Manson J.A.E. Through thickness air permeability of prepregs during cure. *Composites Part A*, 2009, vol. 40, pp. 1587–1596. DOI: 10.1016/j.compositesa.2009.07.004.
17. Frost M., Solanki D., Mills A. Resin film infusion processing of carbon fibre composite automotive body panels. *SAMPE Journal*, 2003, vol. 39 (4), pp. 44–49.
18. Marsh G. Prepregs – raw material for high-performance composites. *Reinforced plastics*, 2002, vol. 46, no. 10, pp. 24–28. DOI: 10.1016/S0034-3617(02)80172-2.

19. Margueres P., Torres J.L., Perie J.N. et al. Combined approach for the characterization of composites manufactured by RFI and industrial application. *Journal of composite materials*, 2008, vol. 42 (2), pp. 189–209. DOI: 10.1177/0021998307086200.
20. Repecka L., Boyd J. Vacuum-bag-only-curable prepreps that produce void-free parts. *Proceeding SAMPE 2002 conf.* Long Beach, CA: Society for the Advancement of Material and Process Engineering, 2002, pp. 13.
21. Grunenfelder L.K., Centea T., Hubert P., Nutt S.R. Effect of room-temperature out-time on tow impregnation in an out-of-autoclave prepreg. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2013, vol. 45, pp. 119–126. DOI: 10.1016/j.compositesa.2012.10.001.
22. Grunenfelder L.K., Dills A., Centea T. et al. Effect of prepreg format on defect control in out-of-autoclave processing. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2017, vol. 93, pp. 88–99.
23. *Resin composition, a fiber reinforced materials having a partially impregnated resin and composites made therefrom*: pat. US6139942 A; appl. 06.02.97; publ. 31.10.00.
24. *Manufacture of void-free laminates and use thereof*: pat. US 6391436 B1; appl. 05.05.98; publ. 21.05.02.
25. Baumarda T., Menary G., De Almeida O. et al. Experimental characterization and modeling of the temperature and ratedependent shear behaviour of powder-impregnated glass fiber/PA66 woven semipreps. *Composites Science and Technology*, 2019, vol. 180, pp. 23–32. DOI: 10.1016/j.compscitech.2019.05.011.
26. Curable composition for advanced processes, and products made therefrom: pat. US 7709579 B2; appl. 05.08.04; publ. 04.05.10.
27. *Semipreg, prepreg, resin composite material, and production methods thereof*: pat. US 20200148846 A1; appl. 22.03.18; publ. 14.05.20.
28. *Thermosetting polymers with improved thermal and oxidative stability for composite and adhesive application*: pat. US 6313248 B1, appl. 13.11.96; publ. 06.11.01.
29. *Semipreg material with a property-enhancing surface resin film for improved properties*: pat. US6139942 A; appl. 06.02.97; publ. 31.10.00.
30. Ridgard C. Next generation out of autoclave systems. *Proc. SAMPE 2010 conf.* Seattle, 2010, pp. 1–18.
31. *Epoxy resin composition for fiber reinforced composite material, prepreg, and fiber reinforced composite material*: pat. US 9957387 B2; appl. 11.07.11; publ. 01.05.18.
32. Bender D.B., Centea T., Nutt S. Fast cure of stable semipreps via VBO cure. *Advanced manufacturing: polymer & composites science*, 2020, vol. 6, no. 4, pp. 245–255. DOI: 10.1080/20550340.2020.1869891.
33. Kratz J., Hsiao K., Fernlund G., Hubert P. Thermal models for MTM45-1 and Cycom 5320 out-of-autoclave prepreg resins. *Journal of Composite Materials*, 2013, vol. 47, no. 3, pp. 341–352. DOI: 10.1177/0021998312440131.
34. Schechter S.G.K., Centea T., Nutt S. Effects of resin distribution patterns on through-thickness air removal in vacuum-bag-only prepreps. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2020, vol. 130, pp. 105723. DOI: 10.1016/j.compositesa.2019.105723.
35. Takahashi N., Kageyama Y., Kawamura N. Research of multi-axial carbon fiber prepreg material for vehicle body. *SAE 2011 World congress and exhibition*, 2011, p. 6. DOI: 10.4271/2011/01/0216.
36. Tavares S.S., Michaud V., Manson J. Assessment of semi-impregnated fabrics in honeycomb sandwich structures. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2010, vol. 41, no. 1, pp. 8–15. DOI: 10.1016/j.compositesa.2009.09.005.
37. *Composite materials*: pat. US 8940381 B2; appl. 04.11.11; publ. 27.01.15.
38. *Prepreg for manufacturing composite materials*: pat. US 10016966 B2; appl. 17.01.13; publ. 10.07.18.
39. *Prepreg for manufacturing composite materials*: pat. GB 2516274 A; appl. 17.07.13; publ. 21.01.15.
40. *Composite materials*: pat. US 10118365 B2; appl. 06.06.17; publ. 06.11.18.

41. *Composite materials*: pat. GB 2485453 A; appl. 07.11.11; publ. 16.05.12.
42. *Structured thermoplastic in composite interleaves*: US 10065393 B2, appl. 15.10.15; publ. 04.09.18.
43. *Notched prepreg substrate, laminated substrate, fiber-reinforced plastic, and method for manufacturing notched prepreg substrate*: pat. JP 2008207544 A; appl. 24.01.08; publ. 11.09.08.
44. *Curable prepreps with surface openings*: pat. US 9802358 B2; appl. 20.12.13; publ. 31.10.17.
45. Grunenfelder L.K., Fisher C., Cabbie C. et al. Defect Control in Out-of-Autoclave Manufacturing of Structural Elements. *44-th ISTC – Charleston SC*. 2012, pp. 1.
46. *Epoxy binders of the film type*: pat. 2565177 Rus. Federation; appl. 25.09.14; publ. 20.10.15.
47. *Epoxy binder, prepreg based on it and a product made from it*: pat. 2587178, Rus. Federation; appl. 23.03.15; publ. 20.06.16.
48. Dushin M.I., Donetskii K.I., Timoshkov P.N., Karavaev R.Yu. Research of process of out-of-autoclave formation semipreps on the basis of carbon fillers (review). *Trudy VIAM*, 2018, no. 9 (69), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 13, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-21-31.

Информация об авторах

Кузнецова Полина Андреевна, техник 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Ткачук Анатолий Иванович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Караваяев Роман Юрьевич, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Донецкий Кирилл Игоревич, заместитель начальника лаборатории по науке, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Polina A. Kuznetsova, First Category Technican, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Roman Yu. Karavaev, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Kirill I. Donetskii, Deputy Head of Laboratory of Science, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 06.03.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 28.03.2023.

The article was submitted 06.03.2023; approved and accepted for publication after reviewing. 28.03.2023.

Научная статья

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-85-99

ПОЛИМЕРНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ НА ОСНОВЕ УГЛЕРОДНЫХ И СТЕКЛЯННЫХ ВОЛОКОН ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ДЕТАЛЕЙ БЕСПИЛОТНЫХ ЛЕТАТЕЛЬНЫХ АППАРАТОВ И ПЕРСПЕКТИВЫ ИХ РАЗВИТИЯ

П.М. Путилина¹, К.Е. Куцевич¹, А.Ю. Исаев¹

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

Аннотация. Выполнен обзор зарубежных и российских публикаций на тему применения углепластиков и стеклопластиков в элементах конструкций беспилотных летательных аппаратов (БПЛА). Описаны преимущества их применения, влияние соотношения прочности материалов к их массе на эффективность БПЛА. Рассмотрены виды деталей из полимерных композиционных материалов (ПКМ), методы их создания, влияние технологии изготовления на свойства пластиков. При проектировании БПЛА предложено рассмотреть использование ПКМ на основе клеевых препрегов с углеродными и стеклянными наполнителями разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Ключевые слова: беспилотный летательный аппарат, углепластик, стеклопластик, клеевой препрег, клеевое связующее

Для цитирования: Путилина П.М., Куцевич К.Е., Исаев А.Ю. Полимерные композиционные материалы на основе углеродных и стеклянных волокон для изготовления деталей беспилотных летательных аппаратов и перспективы их развития // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-85-99.

Scientific article

CARBON FIBER-REINFORCED AND GLASS FIBER-REINFORCED POLYMER COMPOSITES FOR THE MANUFACTURE OF COMPONENTS FOR UNMANNED AERIAL VEHICLES AND THEIR DEVELOPING PROSPECTS

P.M. Putilina¹, K.E. Kutsevich¹, A.Yu. Isaev¹

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

Abstract. Foreign and Russian publications on the use of carbon fiber-reinforced plastics (CFRPs) and glass fiber-reinforced plastics (GFRPs) in the structural elements of unmanned aerial vehicles (UAVs) were reviewed. The advantages of their application and the influence of strength-to-weight ratio of the materials on the efficiency of the UAV were described. The types of components made of polymer composite materials, their creation methods and the influence of manufacturing technology on the properties of plastics were explored. Adhesive prepregs with carbon and glass reinforcements developed by the NRC «Kurchatov Institute» – VIAM are proposed for possible use in the design of UAVs.

Keywords: unmanned aerial vehicle, CFRP, GFRP, adhesive prepreg, adhesive binder

For citation: Putilina P.M., Kutsevich K.E., Isaev A.Yu. Carbon fiber-reinforced and glass fiber-reinforced polymer composites for the manufacture of components for unmanned aerial vehicles and their developing prospects. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-85-99.

Введение

Беспилотные летательные аппараты (БПЛА) начали разрабатывать в первой половине XX века для военных, а впоследствии и гражданских целей. В число военных задач входили ударная и разведывательная функции, а также использование БПЛА в качестве мишеней при обучении. По сравнению с пилотируемой авиацией, БПЛА обладают рядом преимуществ: безопасность для оператора, большая мобильность, невысокая стоимость производства и эксплуатации. Отсутствие необходимости в участии пилота позволяет не только избежать потерь летного состава, но и уменьшить число конструктивных ограничений, снизить массу аппарата. Все это повышает эффективность ведения оборонительных и наступательных боевых действий [1–3].

Развитие технологий привело к активному использованию БПЛА на гражданском рынке. В настоящее время беспилотная авиация, помимо военной отрасли, используется более чем в 20 сферах деятельности. В них входят контроль состояния производственных объектов, строительных площадок, нефте- и газопроводов, мониторинг природных ресурсов, научные исследования, аэрофотосъемка, доставка грузов и охрана. Так, аппараты, находящиеся на вооружении МЧС России, применяют для обнаружения пожаров и наводнений. Как показывают данные опроса 2020 года, количество заявок на эксплуатацию БПЛА в сфере услуг по сравнению с предыдущим годом увеличилось в 2 раза [1, 4–6].

В России БПЛА производят более 70 предприятий. Из наиболее известных аппаратов можно отметить «Орлан», «Зала», «Орион», «Форпост», а также находящийся в настоящее время в разработке «Охотник» [1, 7, 8].

Тенденция к уменьшению массогабаритных параметров и повышению маневренности БПЛА способствует росту потребности в создании новых материалов, в частности композиционных [3, 7, 9]. Благодаря таким материалам возможно создание более прочных и легких элементов конструкции аппарата, что повышает его летно-технические характеристики [2].

Композиционные материалы интересны в первую очередь тем, что их характеристики можно направленно регулировать путем подбора составляющих компонентов и тем самым получать материалы с требуемыми уникальными эксплуатационными и технологическими свойствами. Благодаря этому они широко применяются в высокотехнологичных отраслях. Наиболее распространены полимерные композиционные материалы (ПКМ), мировой рынок которых непрерывно растет. В России основной объем потребления ПКМ составляют стекло- и углепластики. Прочностные свойства таких материалов максимально реализуются при армировании непрерывными волокнами [10, 11].

В настоящее время наблюдается увеличение объема применения неметаллических конструкционных материалов относительно металлических. Изделия из ПКМ обладают высокой прочностью в сочетании с меньшей, чем у изделий из металла, массой. За счет этого преимущества они активно и успешно используются в авиационной отрасли. Если в конце прошлого века объем применения ПКМ в летательных аппаратах составлял 10–15 %, то в последнее время он достиг 60 % и более в пилотируемых аппаратах, 80 % и более – в беспилотных (рис. 1) [12–15].

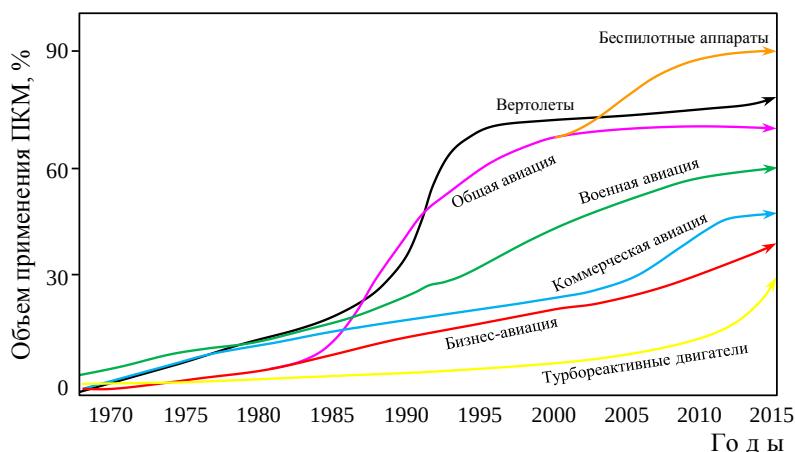


Рис. 1. Объем применения полимерных композиционных материалов (ПКМ) в летательных аппаратах [15]

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Углепластики

Углепластик – наиболее широко используемый в аэрокосмической отрасли ПКМ, обладающий низкой тепло- и электропроводностью, невысоким температурным коэффициентом линейного расширения, износостойкостью при трении. Он отвечает основным требованиям, предъявляемым к материалам для авиационных конструкций, таким как жесткость, усталостная долговечность и коррозионная стойкость. Но главной особенностью углепластика является его исключительное соотношение прочности к массе: высокие показатели прочности и модуля упругости при растяжении сочетаются с низкой плотностью. Это позволяет производить более легкие конструкции летательных аппаратов, что, в свою очередь, повышает их энергоэффективность, увеличивает полезную нагрузку и продолжительность полета [16–18].

Например, в работе [19] рассмотрена модернизация двух вариантов БПЛА путем замены металлических отсеков конструкции корпуса и ракетного двигателя твердого топлива на аналогичные детали из углепластика. Экономия в стартовой массе обоих образцов приводит к увеличению дальности полета.

Из углепластиков часто изготавливают фюзеляж, силовой набор и обшивку крыла, различные типы оперения, шасси [16, 20–22]. Например, большая часть планера БПЛА «Орион» (рис. 2) изготовлена из ПКМ на основе углеродных волокон [23].



Рис. 2. Беспилотный летательный аппарат «Орион» [23]

Углепластики чаще всего изготавливают с применением связующих на основе эпоксидных смол. Среди видов армирующих волокон широко распространены однонаправленные жгуты и тканые полотна. Строение ткани (в частности, толщина нити и вид переплетения) влияют на характеристики готового материала [24]. Для изготовления БПЛА не только из углепластиков, но и из других ПКМ преимущественно используются относительно малозатратные методы, такие как контактное или вакуумное формование. Это обусловлено требованием низкой себестоимости и выпуском аппаратов малыми сериями [25].

В работе [21] представлен процесс изготовления композитного лонжерона крыла БПЛА, предназначенного для перевозки грузов. Для лонжерона требовалось выбрать высокопрочный легкий материал с учетом прямоугольного сечения детали и предварительно рассчитанных нагрузок, действующих на крыло. Среди четырех рассматриваемых материалов – алюминиевого сплава, равнопрочных угле-, стекло- и органоэластика – углепластик оказался наиболее подходящим, так как имел самое большое соотношение прочности к плотности, а также модуль упругости, почти равный модулю упругости алюминиевого сплава. Для того чтобы материал не растрескивался, в качестве сердцевины лонжерона использовали пенопласт высокой плотности. Это также облегчило изготовление детали, поскольку выкладку слоев ПКМ можно было осуществлять прямо на сердцевину, без применения пресс-форм. Лонжерон изготавливали методом ручной выкладки углеродной ткани с использованием эпоксидного связующего и отверждали при помощи вакуумного формования. Основное достоинство этого метода – в предотвращении возникновения пузырей и складок в материале. Слои остаются прижаты друг к другу до полного отверждения. Вакуумное формование применяется для получения ПКМ с высокой долей волокна [26].

Среди относительно новых методов изготовления углепластиков для небольших БПЛА набирают популярность аддитивные технологии, позволяющие быстро и экономно создавать конструкции сложной формы. Однако детали, изготовленные методом 3D-печати на основе непрерывного волокна, имеют значительно меньшую механическую прочность, чем углепластики, произведенные традиционными способами, что в данном случае ограничивает их использование. Причинами этого являются низкая объемная доля волокна в готовых изделиях – в среднем ~20 % (по сравнению с 60 % у слоистых углепластиков), а также анизотропия свойств и пористость материала [27, 28].

К приоритетным технологиям изготовления деталей для летательных аппаратов относится препреговая технология. Препрег – это полуфабрикат ПКМ на основе тканого или жгутового наполнителя, предварительно пропитанного связующим. Процесс производства препрега позволяет точно регулировать массовую долю связующего в полуфабрикате, благодаря чему удастся избежать разнотолщинности и получить стабильные физико-механические свойства в готовом отвержденном материале. Препреги выпускают на различных типах связующих – как для автоклавного формования, так и для пропитки под вакуумом. Большая часть углепластиков в авиационных конструкциях изготовлена с использованием препрегов [29–34].

В работе [20] из препрега углепластика с однонаправленной укладкой волокна на основе эпоксидного связующего изготовлен предварительно спроектированный элемент шасси для БПЛА. Деталь (рис. 3) выложена из 12 слоев материала в стальную форму и отверждена в горячем прессе. Процесс отверждения под давлением включал в себя две стадии:

- выдержку при 80 °С продолжительностью 30 мин, в течение которой связующее размягчалось и полностью пропитывало волокно;
- выдержку при 120 °С продолжительностью 90 мин, во время которой происходило отверждение связующего.



Рис. 3. Элемент шасси БПЛА из углепластика [20]

В работе [22] для изготовления крыла БПЛА-планера использован препрег с эпоксидным связующим и однонаправленным углеродным наполнителем марки Gurit SE84LV. Материал выбрали из-за высокой прочности, жесткости и простоты создания из него многоэлементных деталей. Крыло состоит из нижней и верхней частей обшивки со встроенными в них лонжеронами и внутренней ферменной конструкции, обеспечивающей сдвиговую прочность и поддержку обшивки (рис. 4). Все составляющие части крыла отверждали при помощи вакуумного формования совместно за один цикл. Таким образом, шестиметровая деталь получена без вторичных операций (сборка, склеивание). Такой метод позволяет сократить время и стоимость изготовления композитных конструкций.

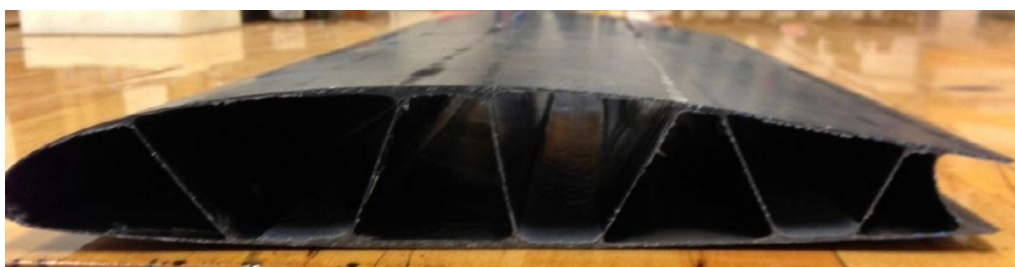


Рис. 4. Поперечное сечение крыла БПЛА-планера из углепластика [22]

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработаны клеевые препреги – материалы, для изготовления которых применяют связующие расплавного типа на основе составов высокопрочных и термостойких клеев (рис. 5). Главная их особенность – возможность сборки слоистых и сотовых конструкций простой и сложной кривизны за одну технологическую операцию. Готовая деталь герметична, обладает высокими прочностными свойствами, трещиностойкостью и весовой эффективностью. Клеевые связующие сочетают в себе реологические характеристики обычных связующих и адгезионные свойства клеев, отличаются высокой жизнеспособностью. Ассортимент клеевых препрегов расширяется благодаря применению различных по составу и свойствам клеевых композиций, а также разных видов наполнителей: жгутов, лент, тканей из углеродных и стеклянных волокон.

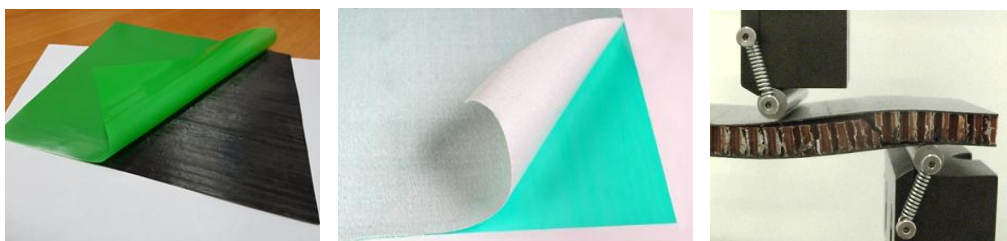


Рис. 5. Материалы, разработанные в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, и их применение в конструкции

Среди клеевых препрегов с углеродными наполнителями (марка КМКУ) можно выделить материалы с рабочей температурой 150 °С на основе связующего ВСК-14-3: препрег КМКУ-3м.150.УМТ49, имеющий в своем составе жгуты российского производства марки УМТ49S-12К, и препрег КМКУ-3м.150.СЫТ49(С), имеющий в своем составе жгуты марки СЫТ49(С)-12К производства КНР. Переработка препрега КМКУ-3м.150.УМТ49 в изделие возможна как ручным, так и автоматизированным методом (метод АТЛ). Среди препрегов марки КМКУ с рабочей температурой 120 °С следует отметить препрег КМКУ-2м.120.Э0,1 на основе углеродной ленты ЭЛУР-П-КП [35–38]. Свойства углепластиков на основе вышеперечисленных препрегов приведены в табл. 1. Материалы могут использоваться для изготовления сложных деталей фюзеляжа БПЛА.

Таблица 1

**Физико-механические свойства при температуре 20 °С
углепластиков из препрегов марок КМКУ**

Свойства	Значения свойств для препрега марки		
	КМКУ- 3м.150.УМТ49	КМКУ- 3м.150.СЫТ49(С)	КМКУ- 2м.120.Э0,1
Предел прочности при растяжении, МПа	1780	1810	880
Модуль упругости при растяжении, ГПа	127	120	113
Предел прочности при сжатии, МПа	1225	1126	880
Предел прочности при изгибе, МПа	2215	2237	1200
Предел прочности при межслойном сдвиге, МПа	102	96	73
Предел прочности при сдвиге в плоскости листа, МПа	103	83	–
Толщина монослоя, мм	0,13–0,14		0,10–0,11
Максимальная рабочая температура, °С	150		120

Стеклопластики

Если дорогостоящий углепластик чаще используется для изготовления высоконагруженных элементов конструкций военных БПЛА, то для гражданских и исследовательских целей подходит и более дешевый композиционный материал – стеклопластик (марка КМКС). Несмотря на меньшую стоимость, стеклопластики обладают высокой прочностью, гибкостью, жесткостью и стойкостью к химическому воздействию, а также вибростойкостью, радиопрозрачностью, тепло- и электроизоляционными свойствами. Такой набор характеристик в сочетании с плотностью, почти в 4 раза меньшей, чем у стали, делает этот материал универсальным [39–41].

В качестве связующего для стеклопластиков наиболее часто применяются эпоксидные, полиэфирные, винилэфирные и фенольные смолы. Варьирование характеристик таких ПКМ возможно путем применения различных видов стеклянных наполнителей, таких как нити, жгуты, ткани и другие.

Механические свойства ПКМ зависят от прочности его составляющих – наполнителя и матрицы – и от прочности связи между ними, которая определяется адгезией связующего к наполнителю и величиной усадки полимера при отверждении. Максимальная прочность связи может быть обеспечена только при условии достаточной

пропитки стеклянного наполнителя связующим [39, 40]. Это наглядно демонстрирует исследование, описанное в работе [41]. С целью подбора наиболее подходящего состава стеклопластика для изготовления БПЛА изготовили 4 вида образцов: на основе полиэфирной смолы и стеклоткани атласного плетения, полиэфирной смолы и стеклоткани саржевого плетения, эпоксидной смолы (Biresin CR 122) и стеклоткани атласного плетения, эпоксидной смолы и стеклоткани саржевого плетения. После отверждения по требуемым режимам все образцы прошли по два типа механических испытаний: на растяжение и на сопротивление повреждению при ударе. Большую прочность при растяжении показали образцы на основе стеклоткани саржевого плетения, так как образцы с тканью атласного плетения были недостаточно пропитаны, что наблюдалось и на этапе их изготовления. Из двух образцов с саржевым плетением большее значение прочности было у образца на основе эпоксидной смолы. Наибольшую ударопрочность также показали образцы со стеклотканью саржевого плетения и эпоксидной матрицей. Таким образом, этот состав композиционного материала выбрали в качестве оптимального.

На механические свойства ПКМ влияет также ориентация слоев наполнителя. В зависимости от места расположения деталей в частях летательного аппарата и нагрузок, которые они испытывают при эксплуатации, предпочтительнее использовать тот или иной тип укладки материала. Например, расчеты в работе [42] показали, что для деталей, испытывающих большие температурные нагрузки (например, фюзеляж), лучше подходит двунаправленная укладка ($0^\circ/90^\circ$), а для деталей, подверженных вибрациям (крылья, шасси), – угловая укладка ($+45^\circ/-45^\circ$).

Лопасть винта – одна из деталей, при изготовлении которых стеклопластики применяются наиболее часто. Ресурс и усталостная прочность у композитных лопастей больше, чем у металлических, что особенно важно при работе детали в условиях переменных нагрузок [40]. Лопасть из стеклопластика на основе ткани T25(BM)-78 для БПЛА вертолетного типа разработана в работе [43] (рис. 6).

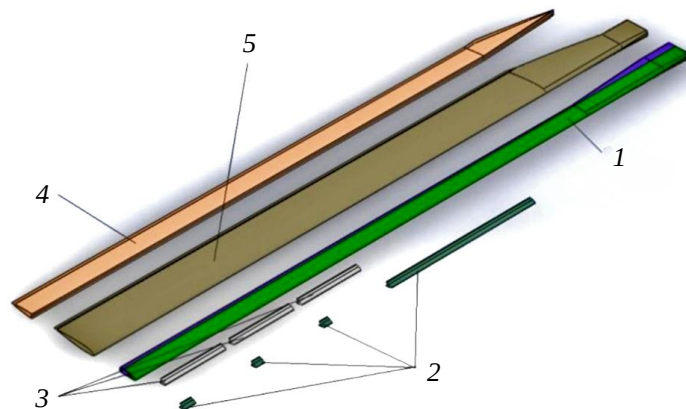


Рис. 6. Конструкция лопасти из стеклопластика для БПЛА вертолетного типа:
1 – лонжерон; 2 – наполнитель носка; 3 – свинцовые противовибрационные грузы;
4 – наполнитель хвостика; 5 – обшивка [43]

Основной задачей при проектировании этой детали был выбор количества и направления укладки слоев ПКМ таким образом, чтобы система соосных несущих винтов аппарата выдержала требуемые нагрузки. Результаты расчетов показали, что конструкция лопасти наиболее эффективна при использовании 16 слоев материала с комбинацией направлений ориентации ($0^\circ/90^\circ$) и ($+45^\circ/-45^\circ$), при этом максимальное количество слоев с угловой укладкой ($+45^\circ/-45^\circ$) не должно превышать двух.

В работе [44] была поставлена задача проектирования еще одного вида несущей конструкции БПЛА – рамы квадрокоптера (рис. 7).



Рис. 7. Готовая рама квадрокоптера из стеклопластика [44]

Полученная деталь должна выдерживать эксплуатацию в условиях неблагоприятной погоды и перегрузок дополнительной массой, обладать достаточной для этого прочностью и при этом не быть слишком тяжелой. В прочностном расчете сравнили три материала: дюралюминий Д16-Т, стеклотекстолит КАСТ-В и органическое стекло СО-95-К. По итогам расчета наиболее подходящим по соотношению «прочность/масса» оказался стеклотекстолит, его использовали для изготовления рамы. Данный материал, помимо оптимальных механических свойств, удобен в обработке – можно использовать различные методы, такие как фрезерование, лазерная и гидроабразивная резка.

Радиопрозрачность стеклопластиков делает их незаменимыми материалами при изготовлении радиотехнических деталей летательных аппаратов. Их использование не только снижает массу конструкции, но и повышает ее технические характеристики благодаря своим диэлектрическим свойствам [40]. В беспилотных аппаратах активно используются радиопрозрачные обтекатели антенн [25] и крышки люков [45] из стеклопластиков, которые должны обеспечивать защиту оборудования от влияния внешней среды и минимальные искажения электромагнитных волн [40].

Изготовление деталей традиционным методом ручной выкладки, ручная сборка аппаратов и использование для ПКМ связующих холодного отверждения – длительные и трудозатратные процессы. В случае, когда необходимо масштабировать производство БПЛА, возможно применение других, более производительных технологий. В работе [45] предлагается увеличить производительность за счет проектирования конструкции «беспилотника» с повышенной степенью интегральности и сокращения цикла формования деталей. Проведен эксперимент по отверждению образцов из клеевого препрега марки КМКС-1.80.Т10.37 по ускоренным циклам (рис. 8) при повышенных температурах:

- цикл 1 – при температуре 140 °С в течение 60 мин с общей продолжительностью 150 мин;
- цикл 2 – при температуре 150 °С в течение 45 мин с общей продолжительностью 120 мин.

Стандартный цикл отверждения данного препрега включает в себя ступенчатый нагрев с выдержкой при температуре 80 °С в течение 60 мин и последующей выдержкой при температуре 125 °С в течение 120 мин. Общая продолжительность цикла составляет 4 ч 45 мин. У отвержденных образцов определили модуль упругости и коэффициент Пуассона. Значения механических свойств стеклопластиков, отвержденных по

ускоренным циклам, оказались меньше, чем значения для стеклопластика, отвержденного по стандартному циклу. Это необходимо учитывать при интенсификации технологического процесса.

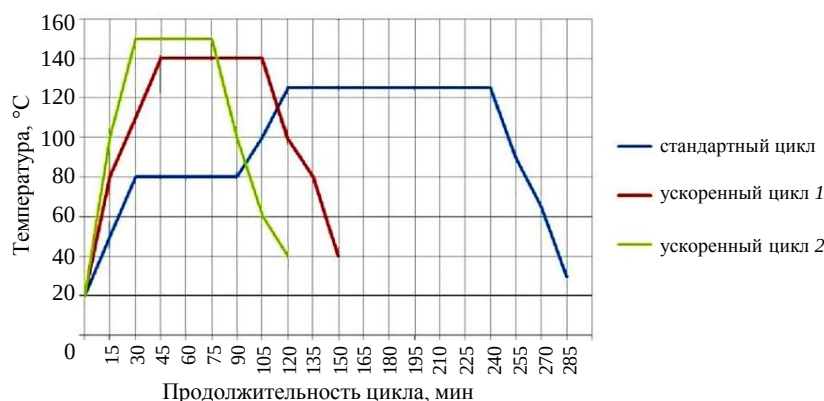


Рис. 8. Схема циклов отверждения препрега КМКС-1.80.Т10.37 [45]

Для изготовления радиопрозрачных деталей БПЛА могут быть использованы и другие препреги марки КМКС. В табл. 2 представлены свойства стеклопластиков из клеевых препрегов на основе связующего ВСК-14-2м и различных марок стеклотканей: Т-10, Т-15, высокомодульных Т-60 и Т-64 [37].

Таблица 2

Характеристики стеклопластиков препрегов марок КМКС-2м.120

Свойства	Значения свойств для клеевого препрега марки			
	КМКС-2м.120.Т10	КМКС-2м.120.Т15	КМКС-2м.120.Т60	КМКС-2м.120.Т64
Рабочие температуры, °C	–60 ÷ +120	–60 ÷ +120	–60 ÷ +120	–60 ÷ +120
Плотность, г/см ³	1,80–1,90	1,50–1,60	1,70–1,80	1,7–1,8
Прочность при растяжении, МПа	570	385	1500	750
Модуль упругости при растяжении, ГПа	27,5	19,2	42,0	31,0
Прочность при сжатии, МПа	555	560	900	720
Прочность при изгибе, МПа	760	438	1400	940
Ударная вязкость, кДж/м ²	240	160	210	230
Прочность при межслойном сдвиге, МПа	69	55	80	77
Диэлектрическая проницаемость при частоте 10 ⁶ Гц	4,76	4,19	4,46	4,82
Тангенс угла диэлектрических потерь при частоте 10 ⁶ Гц	0,015	0,017	0,024	0,027

Благодаря высоким удельным прочностным и упругим характеристикам и хорошей технологичности ПКМ из препрегов КМКС и КМКУ на основе клеевых связующих внедрены в конструкцию многих изделий авиационной и космической техники ведущих конструкторских бюро. По своим свойствам они не уступают зарубежным аналогам [37, 38, 46].

К деталям и агрегатам, изготавливаемым с применением ПКМ из препрегов на основе клеевых связующих, относятся панели фюзеляжа, створки шасси, обтекатели, отдельные детали механизации крыла и оперения, воздухозаборный канал сотовой конструкции и т. д. [47].

Заключения

Создание новых БПЛА с улучшенными характеристиками по высоте и скорости полета наряду с уменьшением их радиозаметности – задача, активно реализуемая в настоящее время. Разработка и внедрение в конструкцию БПЛА новых композиционных материалов и технологий их производства являются одним из приоритетных направлений разработки и модернизации таких аппаратов, без которых невозможно их дальнейшее совершенствование. На протяжении последних двух десятков лет наблюдается постоянное увеличение доли использования ПКМ в конструкции БПЛА, что обусловлено главным образом требованиями по снижению массы и увеличению полезной нагрузки. В настоящее время из ПКМ можно изготавливать абсолютное большинство деталей для «беспилотников».

При изготовлении БПЛА широкое применение нашли углепластики благодаря высокой прочности и жесткости при низкой плотности, что делает их эффективным конструкционным материалом. Объем потребления стеклопластиков тоже остается на высоком уровне: физико-механические и диэлектрические свойства позволяют им успешно конкурировать с металлами. Препреговая технология, часто используемая для изготовления деталей из угле- и стеклопластиков, отличается удобством применения и возможностью создания конструкций сложной формы.

Одним из перспективных направлений при проектировании БПЛА является использование ПКМ на основе клеевых препрегов с углеродными и стеклянными наполнителями разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Данные материалы обладают достоинствами ранее разработанных препрегов, но за счет использования клеевых матриц позволяют оптимизировать технологию сборки высоконагруженных сотовых и слоистых конструкций из неметаллических материалов, снизить трудоемкость одновременно с увеличением производительности, а также повысить ресурс, живучесть и герметичность конструкций.

Список источников

1. Филиппов А.А., Олейников Е.П. История и перспективы применения беспилотных летательных аппаратов // Решетневские чтения: материалы XXIII Междунар. науч.-практич. конф.: в 2-х ч. Красноярск: СибГУ им. М.Ф. Решетнева, 2019. Ч. 1. С. 463–464.
2. Шевыренков М.Ю. Анализ мирового рынка высотных беспилотных летательных аппаратов большой продолжительности полета // Экономические стратегии. 2016. № 2. С. 2–11.
3. Ленских А.Н., Сергеев М.Ю., Углянский В.В. Тактическое применение БПЛА // Повышение обороноспособности государства 2022: материалы заочной науч. конф. Санкт-Петербург: Полтораки, 2022. С. 160–165.
4. Згировская Е.Д. Беспилотная авиация. Что ждет рынок, и что рынок ждет // Крылья Родины. 2020. № 11–12. С. 10–15.
5. Костин А.С. Классификация гражданских беспилотных летательных аппаратов и сферы их применения // Системный анализ и логистика. 2019. № 1 (19). С. 70–80.
6. Вытовтов А.В., Калач А.В., Разиньков С.Ю. Современные беспилотные летательные аппараты // Вестник БГТУ им. В.Г. Шухова. 2015. № 4. С. 70–74.
7. Евтодьева М.Г., Целицкий С.В. Беспилотные летательные аппараты военного назначения: тенденции в сфере разработок и производства // Пути к миру и безопасности. 2019. № 2 (57). С. 104–111.
8. Кузнецов Г.А., Кудрявцев И.В., Крылов Е.Д. Ретроспективный анализ, современное состояние и тенденции развития отечественных беспилотных летательных аппаратов // Инженерный журнал: наука и инновации. 2018. № 9 (81). URL: <http://www.engjournal.ru> (дата обращения: 17.01.2023). DOI: 10.18698/2308-6033-2018-9-1801.
9. Яковлев А.Г., Баранов Д.Е. О современном состоянии и тенденции применения новых материалов и технологий в конструкциях беспилотных летательных аппаратов // Вектор науки ТГУ. 2014. № 1. С. 71–74.
10. Каблов Е.Н. Композиты: сегодня и завтра // Металлы Евразии. 2015. № 1. С. 36–39.

11. Дориомедов М.С. Российский и мировой рынок полимерных композитов (обзор) // Труды ВИАМ. 2020. № 6–7 (93). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.01.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-29-37.
12. Гращенков Д.В., Чурсова Л.В. Стратегия развития композиционных и функциональных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 5. С. 231–242.
13. Колобков А.С. Полимерные композиционные материалы для различных конструкций авиационной техники (обзор) // Труды ВИАМ. 2020. № 6-7 (89). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.01.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-38-44.
14. Ларин С.Н., Ноакк Н.В., Соколов Н.А. Конкурентные преимущества российского оборонно-промышленного комплекса и их реализация в стратегиях импортозамещения // Экономика и бизнес: теория и практика. 2019. № 7. С. 97–103. DOI: 10.24411/2411-0450-2019-11084.
15. Хрульков А.В., Григорьев М.М., Язвенко Л.Н. Перспективы внедрения безавтоклавных технологий для изготовления конструкционных материалов // Труды ВИАМ. 2016. № 2 (38). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.01.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-6-6.
16. Мишкин С.И. Применение углепластиков в конструкциях беспилотных аппаратов (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.01.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-87-95.
17. Zhu L., Li N., Childs P.R.N. Light-weighting in aerospace component and system design // Propulsion and Power Research. 2018. Vol. 7. Is. 2. P. 103–119. DOI: 10.1016/j.jprr.2018.04.001.
18. Anand S., Mishra A.K. High-Performance Materials used for UAV Manufacturing: Classified Review // International Journal of All Research Education and Scientific Methods (IJARESM). 2022. Iss. 7. Vol. 10. P. 2811–2819.
19. Петраш В.Я., Туркин И.К. Оценка эффективности перспективных направлений модернизации беспилотных летательных аппаратов // Труды МАИ. 2011. № 49. Ст. 23. URL: <https://trudymai.ru> (дата обращения: 15.02.2023).
20. Liang Y.-C., Chin P.-C., Sun Y.-P., Wang M.-R. Design and Manufacture of Composite Landing Gear for a Light Unmanned Aerial Vehicle // Applied Science. 2021. Vol. 11. Is. 2. Art. 509. DOI: 10.3390/app11020509.
21. Araujo P.M.N., Costa T.R., Silva E.C. Design and manufacturing process of a UAV composite wing spar // 4th Brazilian Conference on Composite Materials. 2018. URL: <http://bccm4.com.br/proceedings/fullpapers/p067.pdf> (дата обращения: 15.02.2023). DOI: 10.21452/bccm4.2018.09.06.
22. Patterson J.B., Grenestedt J.L. Manufacturing of a composite wing with internal structure in one cure cycle // Composite Structures. 2018. No. 206. P. 601–609.
23. Беспилотный летательный аппарат «Орион». URL: <https://kronshtadt.ru/products/bespilotnyiy-kompleks-orion> (дата обращения: 13.02.2023).
24. Белинис П.Г., Донецкий К.И., Лукьяненко Ю.В., Рогожников В.Н., Майер Ю., Быстрикова Д.В. Объемно-армирующие цельнотканые преформы для изготовления полимерных композиционных материалов (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4 (57). С. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-18-26.
25. Каханчик-Пилиного Е., Свистунова А., Лузан М., Бакаев А. Применение перспективных композиционных материалов в беспилотных авиационных комплексах // Наука и инновации. 2017. № 6 (172). С. 34–38.
26. ElFaham M.M., Mostafa A.M., Nasr G.M. Unmanned aerial vehicle (UAV) manufacturing materials: Synthesis, spectroscopic characterization and dynamic mechanical analysis (DMA) // Journal of Molecular Structure. 2020. Vol. 1201. Art. 127211. DOI: 10.1016/j.molstruc.2019.127211.
27. Goh G.D., Agarwala S., Goh G.L., Dikshit V., Yeong W.Y. Additive manufacturing in unmanned aerial vehicles (UAVs): Challenges and potential // Aerospace Science and Technology. 2017. Vol. 63. P. 140–151. DOI: 10.1016/j.ast.2016.12.019.
28. Azarov A., Antonov F., Golubev M., Khaziev A., Ushanov S. Composite 3D printing for the small size unmanned aerial vehicle structure // Composites Part B. 2019. No. 169. P. 157–163. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.03.073.

29. Григорьев М.М., Коган Д.И., Гусев Ю.А., Гуревич Я.М. Особенности изготовления ПКМ методом вакуумного формования препрега // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. № 3. С. 67–71. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-67-71.
30. Вешкин Е.А., Сатдинов Р.А., Постнов В.И., Стрельников С.В. Оценка влияния длительности и условий хранения на свойства препрега и ПКМ на его основе // *Труды ВИАМ*. 2017. № 8 (56). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.03.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-8-10-10.
31. 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.
32. Мосиюк В.Н., Томчани О.В. Оценка свойств стеклопластиков на основе эпоксисмалеимидного связующего, полученных по различным неавтоклавному технологиям формования // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 2 (55). С. 47–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-47-52.
33. Каблов Е.Н. Из чего сделать будущее? Материалы нового поколения, технологии их создания и переработки – основа инноваций // *Крылья Родины*. 2016. № 5. С. 8–18.
34. Сидорина А.И. Мультиаксиальные углеродные ткани в изделиях авиационной техники (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 3 (64). Ст. 10. URL: <https://journal.viam.ru> (дата обращения: 27.02.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-105-116.
35. Каблов Е.Н. Без новых материалов – нет будущего // *Металлург*. 2013. № 12. С. 4–8.
36. Дементьева Л.А., Сереженков А.А., Бочарова Л.И., Лукина Н.Ф., Куцевич К.Е., Петрова А.П. Свойства композиционных материалов на основе клеевых препрегов // *Клеи. Герметики. Технологии*. 2012. № 6. С. 19–24.
37. Куцевич К.Е., Сидорина А.И., Тюменева Т.Ю., Дементьева Л.А. Современные полимерные композиционные материалы на основе клеевых препрегов // *Химические волокна*. 2019. № 5. С. 32–37.
38. 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://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.03.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-62-71.
39. Sathishkumar T.P., Satheeshkumar S., Naveen J. Glass fiber-reinforced polymer composites – a review // *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2014. Vol. 33 (13). P. 1258–1275.
40. Давыдова И.Ф., Кавун Н.С. Стеклопластики – многофункциональные композиционные материалы // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № 5. С. 253–260.
41. Condruz M.R., Paraschiv A., Deutschlander A., Mindru I. Assessment of GFRP Mechanical Properties in Order to Determinate Suitability for UAV Components // *Key Engineering Materials*. 2020. Vol. 834. P. 57–66.
42. Shivanagere A., Sharma S.K., Goyal P. Modelling of glass fibre reinforced polymer (GFRP) for aerospace applications // *Journal of Engineering Science and Technology*. 2018. Vol. 13. No. 11. P. 3710–3728.
43. Карабут В.В., Дудник В.В., Самсонов И.К. Выбор параметров несущей системы для транспортного БПЛА вертолетного типа // *Известия ЮФУ. Технические науки*. 2019. № 2. С. 221–231. DOI: 10.23683/2311-3103-2019-2-221-231.
44. Ермаченков Д.И., Фазли Т.Г.К., Петренко Е.О. Разработка конструкции рамы квадрокоптера для удаленного мониторинга объектов // *Науковедение*. 2016. Т. 8. № 6. URL: <http://naukovedenie.ru> (дата обращения: 24.03.2023). DOI: 10.15862/45TVN616.
45. Халиулин В.И., Сунгатуллин Р.Н., Батраков В.В., Сахбудинова В.Р. Исследование процесса интенсивного формования композитных элементов беспилотного летательного аппарата // *Вестник КГТУ им. А.Н. Туполева*. 2016. № 1. С. 67–71.
46. 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. № 5. С. 379–387. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-5-379-387.

47. Дементьева Л.А., Сереженков А.А., Лукина Н.Ф., Куцевич К.Е. Свойства и назначение композиционных материалов на основе клеевых препрегов // Труды ВИАМ. 2014. № 8. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.04.2023). DOI: 10.15577/20307-6046-2014-0-8-6-6.

References

1. Filippov A.A., Oleinikov E.P. History and prospects for the use of unmanned aerial vehicles. *Reshetnev readings: Proceedings of the XXIII Intern. scientific-practical. Conf.: in 2 parts*. Krasnoyarsk: SibGU M.F. Reshetnev, 2019, part 1, pp. 463–464.
2. Shevyrenkov M.Yu. Analysis of the world market for high-altitude unmanned aerial vehicles of long flight duration. *Ekonomicheskiye strategii*, 2016, no. 2, pp. 2–11.
3. Lenskikh A.N., Sergeev M.Yu., Uglyansky V.V. Tactical use of UAVs. *Improving the defense capability of the state 2022: Materials of the correspondence scientific*. St. Petersburg: Poltorak, 2022, pp. 160–165.
4. Zgirovskaya E.D. Unmanned aircraft. What the market is waiting for, and what the market is waiting for. *Krylya Rodiny*, 2020, no. 11–12, pp. 10–15.
5. Kostin A.S. Classification of civil unmanned aerial vehicles and their scope. *System analysis and logistics*, 2019, no. 1 (19), pp. 70–80.
6. A. V. Vytovtov, A. V. Kalach, and S. Yu. Modern unmanned aerial vehicles. *Vestnik BSTU im. V.G. Shukhov*, 2015, no. 4, pp. 70–74.
7. Evtodeva M.G., Tselitsky S.V. Unmanned aerial vehicles for military purposes: trends in development and production. *Puti k miru i bezopasnosti*, 2019, no. 2 (57), pp. 104–111.
8. Kuznetsov G.A., Kudryavtsev I.V., Krylov E.D. Retrospective analysis, current state and development trends of domestic unmanned aerial vehicles. *Engineering Journal: Science and Innovations*, 2018, no. 9 (81). Available at: <http://www.engjournal.ru> (accessed: January 17, 2023). DOI: 10.18698/2308-6033-2018-9-1801.
9. Yakovlev A.G., Baranov D.E. On the current state and trends in the use of new materials and technologies in the design of unmanned aerial vehicles. *Vektor nauki TGU*, 2014, no. 1, pp. 71–74.
10. Kablov E.N. Composites: today and tomorrow. *Metally Evrazii*, 2015, no. 1, pp. 36–39.
11. Doriomedov M.S. Russian and world market of polymer composites (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 6–7 (89), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 18, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-67-29-37.
12. Grashhenkov D.V., Chursova L.V. Strategy of development of composite and functional materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 231–242.
13. 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: January 18, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-38-44.
14. Larin S.N., Noakk N.V., Sokolov N.A. Competitive advantages of the Russian military-industrial complex and their implementation in import substitution strategies. *Ekonomika i biznes: teoriya i praktika*, 2019, no. 7, pp. 97–103. DOI: 10.24411/2411-0450-2019-11084.
15. Khrulkov A.V., Grigorev M.M., Yazvenko L.N. Implementation perspectives without autoclave technologies for manufacturing of constructional materials (review). *Trudy VIAM*, 2016, no. 2 (38), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 18, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-6-6.
16. 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> (accessed: January 18, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-87-95.
17. Zhu L., Li N., Childs P.R.N. Light-weighting in aerospace component and system design. *Propulsion and Power Research*. 2018, vol. 7, is. 2, pp. 103–119. DOI: 10.1016/j.jprr.2018.04.001.
18. Anand S., Mishra A.K. High-Performance Materials used for UAV Manufacturing: Classified Review. *International Journal of All Research Education and Scientific Methods*, 2022, is. 7, vol. 10, pp. 2811–2819.

19. Petrash V.Ya., Turkin I.K. Evaluation of the effectiveness of promising areas for the modernization of unmanned aerial vehicles. *Trudy MAI*, 2011, no. 49, art. 23. Available at: <https://trudymai.ru> (accessed: February 15, 2023).
20. Liang Y.-C., Chin P.-C., Sun Y.-P., Wang M.-R. Design and Manufacture of Composite Landing Gear for a Light Unmanned Aerial Vehicle. *Applied Science*, 2021, vol. 11, is. 2, art. 509. DOI: 10.3390/app11020509.
21. Araujo P.M.N., Costa T.R., Silva E.C. Design and manufacturing process of a UAV composite wing spar. *4th Brazilian Conference on Composite Materials*. 2018. Available at: <http://bccm4.com.br/proceedings/fullpapers/p067.pdf> (accessed: February 15, 2023). DOI: 10.21452/bccm4.2018.09.06.
22. Patterson J.B., Grenestedt J.L. Manufacturing of a composite wing with internal structure in one cure cycle. *Composite Structures*, 2018, no. 206, pp. 601–609.
23. Unmanned aerial vehicle "Orion" Available at: <https://kronshtadt.ru/products/bespilotnyiy-kompleks-orion> (accessed: February 13, 2023).
24. Belinis P.G., Donetskiy K.I., Lukyanenko Yu.V., Rogozhnikov V.N., Mayer Yu., Bystrikova D.V. Volume reinforcing solid-woven preforms for manufacturing of polymer composite materials (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-18-26.
25. 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.
26. ElFaham M.M., Mostafa A.M., Nasr G.M. Unmanned aerial vehicle (UAV) manufacturing materials: Synthesis, spectroscopic characterization and dynamic mechanical analysis (DMA). *Journal of Molecular Structure*, 2020, vol. 1201, art. 127211. DOI: 10.1016/j.molstruc.2019.127211.
27. Goh G.D., Agarwala S., Goh G.L., Dikshit V., Yeong W.Y. Additive manufacturing in unmanned aerial vehicles (UAVs): Challenges and potential. *Aerospace Science and Technology*, 2017, vol. 63, pp. 140–151. DOI: 10.1016/j.ast.2016.12.019.
28. Azarov A., Antonov F., Golubev M., Khaziev A., Ushanov S. Composite 3D printing for the small size unmanned aerial vehicle structure. *Composites Part B*, 2019, no. 169, pp. 157–163. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.03.073.
29. Grigorev M.M., Kogan D.I., Gusev Yu.A., Gurevich Ya.M. Features of producing composites by vacuum molding of prepreg. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2014, no. 3, pp. 67–71. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-3-67-71.
30. Veshkin E.A., Satdinov R.A., Postnov V.I., Strelnikov S.V. Evaluation of effect of duration and storage condition on the properties of prepreg and PCM based on it. *Trudy VIAM*, 2017, no. 8, paper no. 10. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 01, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-8-10-10.
31. 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.
32. Mosiyuk V.N., Tomchani O.V. Evaluation of properties of glass-fibre-reinforced plastics based on epoxybisma-leimide resin, produced by different non-autoclave molding techniques. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 2 (55), pp. 47–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-47-52.
33. 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.
34. Sidorina A.I. Multiaxial carbon fabrics in the products of aviation technology (review). *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), paper no. 10. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 27, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-105-116.
35. Kablov E.N. Without new materials, there is no future. *Metallurg*, 2013, no. 12, pp. 4–8.
36. Dementeva L.A., Serezhenkov A.A., Bocharova L.I., Lukina N.F., Kutsevich K.E., Petrova A.P. Properties of composite materials based on adhesive prepreps. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2012, no. 6, pp. 19–24.

37. Kutsevich K.E., Sidorina A.I., Tyumeneva T.Yu., Dement'eva L.A. Modern polymer composite materials based on adhesive prepregs. *Khimicheskiye volokna*, 2019, no. 5, pp. 32–37.
38. Starkov A.I., Kutsevich K.E., Tyumeneva T.Yu. Development of adhesive compositematerial based on UMT49S-12K-EP alternative carbon filler and VSK-14-3 adhesivebinder. *Trudy VIAM*, 2020, no. 6–7 (89), paper no. 07. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 16, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-62-71.
39. Sathishkumar T.P., Satheeshkumar S., Naveen J. Glass fiber-reinforced polymer composites – a review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2014, vol. 33 (13), pp. 1258–1275.
40. Davydova I.F., Kavun N.S. Fibreglasses – multipurpose composite materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 253–260.
41. Condruz M.R., Paraschiv A., Deutschlander A., Mîndru I. Assessment of GFRP Mechanical Properties in Order to Determinate Suitability for UAV Components. *Key Engineering Materials*, 2020, vol. 834, pp. 57–66.
42. Shivanagere A., Sharma S.K., Goyal P. Modelling of glass fibre reinforced polymer (GFRP) for aerospace applications. *Journal of Engineering Science and Technology*, 2018, vol. 13, no. 11, pp. 3710–3728.
43. Karabut V.V., Dudnik V.V., Samsonov I.K. Choice of parameters of the carrier system for a transport helicopter-type UAV. *Izvestiya YUFU. Tekhnicheskiye nauki*, 2019, no. 2, pp. 221–231. DOI: 10.23683/2311-3103-2019-2-221-231.
44. Ermachenkov D.I., Fazli T.G.K., Petrenko E.O. Development of a quadrocopter frame design for remote monitoring of objects. *Naukovedenie*, 2016, vol. 8, no. 6. Available at: <http://naukovedenie.ru> (accessed: March 24, 2023). DOI: 10.15862/45TVN616.
45. Khaliulin V.I., Sungatullin R.N., Batrakov V.V., Sakhbutdinova V.R. Study of the process of intensive molding of composite elements of an unmanned aerial vehicle. *Vestnik KSTU im. A.N. Tupoleva*, 2016, no. 1, pp. 67–71.
46. 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.
47. Dementeva L.A., Serezhenkov A.A., Lukina N.F., Kutsevich K.E. Properties and appointment of composite materials based on adhesive prepregs. *Trudy VIAM*, 2014, no. 8, paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 04, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-8-6-6.

Информация об авторах

Путилина Полина Максимовна, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Исаев Алексей Юрьевич, заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Polina M. Putilina, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Alexey Yu. Isaev, Deputy Head of Laboratory of Science, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 29.05.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 31.05.2023.
The article was submitted 29.05.2023; approved and accepted for publication after reviewing 31.05.2023.

Научная статья

УДК 629.7.023

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-100-112

ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ НАНЕСЕНИЯ ЗАЩИТНЫХ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ МЕТОДОМ ХГН

И.А. Козлов¹, М.А. Фомина¹, С.А. Демин¹, А.С. Васильев¹

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

Аннотация. Метод холодного газодинамического напыления (ХГН) покрытий обладает определенными преимуществами, такими как простота технологического процесса, экологичность, а также возможность получения покрытий с широким набором функциональных свойств (коррозионная стойкость, огнеупорность, электроизоляционные свойства и др.) путем применения различных порошковых материалов и способов их изготовления. Приведены результаты исследований в области применения порошковых материалов для нанесения покрытий, описаны композиционные порошковые материалы со сложной структурой, полученные в результате механического легирования, в том числе содержащие керамические частицы и частицы интерметаллидов.

Ключевые слова: холодное газодинамическое напыление (ХГН), порошковые материалы, ремонтные технологии, защитные покрытия, повышение износостойкости, композиционные материалы, морфология покрытия, механическое легирование

Для цитирования: Козлов И.А., Фомина М.А., Демин С.А., Васильев А.С. Тенденции развития порошковых материалов для нанесения защитных и функциональных покрытий методом ХГН // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-100-112.

Scientific article

TENDENCIES IN THE DEVELOPMENT OF POWDER MATERIALS FOR THE APPLICATION OF PROTECTIVE AND FUNCTIONAL COATINGS BY THE CGN METHOD

I.A. Kozlov¹, M.A. Fomina¹, S.A. Demin¹, A.S. Vasiliev¹

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 method of cold gas-dynamic spraying (CGS) of coatings has certain advantages, such as simplicity of the technological process, environmental friendliness, as well as the possibility of obtaining coatings with a wide range of functional properties (corrosion resistance, fire resistance, electrical insulating properties, etc.) through the use of various powder materials and ways to make them. The article presents the results of research in the field of application of powder materials for coating, describes composite powder materials with a complex structure obtained as a result of mechanical alloying, including those containing ceramic particles and particles of intermetallics.

Keywords: cold gas-dynamic spraying (CGS), powder materials, repair technologies, protective coatings, increase in wear resistance, composite materials, coating morphology, mechanical alloying

For citation: Kozlov I.A., Fomina M.A., Demin S.A., Vasiliev A.S. Tendencies in the development of powder materials for the application of protective and functional coatings by the CGN method. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 09. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-100-112.

Введение

Методом холодного газодинамического напыления (ХГН) можно наносить покрытия из ограниченного перечня материалов, однако применение отдельных конструктивных решений применительно к установке для напыления, а также модификация напыляемых порошковых материалов позволяют наносить покрытия с широким набором функциональных свойств. История развития нанесения ХГН-покрытий началась с самых распространенных и доступных металлических материалов, таких как медь, алюминий и цинк, однако с повышением интереса к данному методу расширились номенклатура и спектр применяемых материалов.

Обзор композиционных покрытий

Разработка новых порошковых материалов для нанесения композиционных покрытий – одно из наиболее развивающихся направлений в области ХГН [1–6]. Порошковые композиционные материалы состоят из матрицы, которая обычно представляет собой мягкий пластичный металл, такой как медь или алюминий, и частиц-упрочнителей с высокой твердостью. Упрочнителями служат керамические частицы, различные нитриды и карбиды металлов. В большинстве научно-технических публикаций указан довольно широкий диапазон дисперсности применяемых твердых частиц, что можно объяснить их различным функциональным назначением: мелкодисперсные частицы способны встраиваться в структуру покрытия, а крупные – обладают большей массой и, как следствие, большей кинетической энергией. Частицы-упрочнители необходимы для снижения пористости покрытий за счет механического уплотнения, а также для обеспечения адгезионных свойств благодаря созданию микрошероховатостей на поверхности [7–9].

Конечные свойства покрытий зависят не только от соотношения исходных компонентов, но и определяются их фазовым составом и структурой [10–14]. В частности, описан способ повышения стойкости ХГН-покрытий к высокотемпературному окислению [15]. Применение данного покрытия актуально для защиты деталей из жаропрочных никелевых сплавов от высокотемпературного окисления. Основой для покрытия служит матрица из алюминия, которая для обеспечения прочности дополнительно армируется частицами карбида кремния. С ростом рабочей температуры на поверхности покрытия образуется слой оксида алюминия с плотной структурой, что существенно ограничивает диффузию кислорода к поверхности детали, предотвращая ее окисление и разрушение.

В процессе эксплуатации при повышенных температурах образуется плотный слой оксида алюминия (Al_2O_3), который защищает подложку от дальнейшего окисления и разрушения [16–18].

Метод ХГП позволяет наносить покрытия из магнитных материалов, которые обладают повышенной хрупкостью. Магнитный материал системы «неодим–железо–бор» ($Nd_2Fe_{14}B$) в виде порошка смешивали с порошком Al для получения смесей, содержащих от 20 до 80 % (объемн.) $Nd_2Fe_{14}B$. Для получения композитного покрытия $Nd_2Fe_{14}B/Al$ сжатый воздух предварительно разогревали в диапазоне температур 200–480 °С. В ходе исследований показано, что магнитные частицы разрушаются при ударе о напыляемую подложку, однако мягкая матрица, состоящая из частиц алюминия,

способствует захвату и включению магнитных частиц в структуру покрытия. Магнитные свойства соединения $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ остались неизменными благодаря относительно невысокой температуре напыления. Улавливание частиц $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ внутри композитного покрытия может быть увеличено за счет более высоких температур распыления и применения более мелких размеров частиц $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ [19].

Для повышения термостойкости ХГН-покрытий проведены исследования по нанесению никелевого покрытия с добавлением частиц кобальта [20]. Покрытие наносили на образцы из низколегированной стали. Благодаря применению никеля удалось добиться пластической деформации порошкового материала, а внедрение частиц кобальта обеспечило модуль упругости >6 ГПа [20].

Обзор металлокомпозитных материалов

Интерес к нанесению покрытий из интерметаллидных сплавов обусловлен тем, что эти материалы обладают повышенными прочностными, жаростойкими и антикоррозионными свойствами. За счет подбора режима термообработки и вариации состава интерметаллидных соединений можно получать покрытия с заданными свойствами [21–25].

Возможность нанесения интерметаллидов для защиты от коррозии деталей из магниевых сплавов описана в работе [26]. За основу порошковой смеси взят интерметаллид состава $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, содержание которого доходило до 75 % (объемн.). В качестве матрицы применялся алюминий 99%-ной чистоты. В покрытии частицы интерметаллида $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ обладают повышенной твердостью в качестве твердых армирующих керамических частиц. Анализ структуры покрытия показал, что содержание частиц интерметаллида составляет не более 10 % (объемн.), однако при этом увеличивается твердость покрытия с 47,5 НВ до 58,3 НВ (при нагрузке 1 Н), а прочность сцепления значительно выше, чем у покрытия из чистого алюминия. Полученные результаты свидетельствуют о том, что добавление твердых частиц в порошковую смесь для напыления может существенно уменьшить пористость покрытия, что позволит применять данное покрытие для защиты магниевых сплавов от коррозии.

Одним из важных направлений использования ХГН является техническое обслуживание и капитальный ремонт деталей, изготовленных из титановых сплавов, применяемых в аэрокосмической отрасли. Титан и его сплавы обладают высокой удельной прочностью и превосходной коррозионной стойкостью, однако из-за ограниченной способности к пластической деформации эти сплавы хуже поддаются нанесению покрытий методом ХГН. В качестве решения данной проблемы предложено использование сплава состава $\text{Ti}-6\text{Al}-4\text{V}$, что обусловлено наиболее высокими значениями пластичности среди титановых сплавов и, как следствие, способностью образовывать адгезионную связь с подложкой благодаря пластической деформации. Напыление проводили в среде гелия, чтобы избежать окисления частиц порошкового материала, а подложку предварительно нагревали до температуры 400 °С. В работе [27] сообщается о высоких адгезионных свойствах (до 250 МПа), низкой пористости (~5 %), а также высокой эффективности осаждения полученного покрытия (~85 %).

Порошковые материалы, содержащие частицы интерметаллидов, могут применяться для повышения стойкости деталей из жаропрочных никелевых сплавов, эксплуатируемых при повышенных температурах. Один из примеров реализации данного подхода – нанесение износостойкого покрытия на основе смеси порошков Ti/Al [28].

Анализ структуры (рис. 1) показывает наличие в покрытии хорошо видимой границы между алюминием и титаном, что свидетельствует об отсутствии признаков сплавления частиц при нанесении покрытия. Показано, что последующая термическая

обработка при температуре 630 °С в течение 5 ч приводит к образованию интерметаллидов состава $TiAl_3$, распределенных в алюминиевой матрице. Данное покрытие может применяться для защиты материалов от высокотемпературного окисления – покрытие не разрушается после 150 циклов испытаний при температуре 950 °С. Анализ микроструктуры окисленного композитного покрытия показал, что в процессе окисления образуется оксид алюминия (Al_2O_3) со сложной структурой, который обладает высокими теплозащитными свойствами.

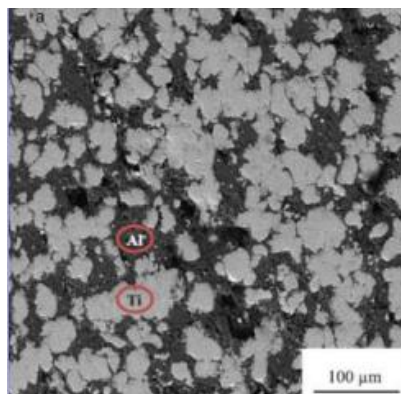


Рис. 1. Структура композиционного покрытия на основе порошковой смеси Ti/Al на жаропрочном никелевом сплаве

На основе систем покрытий «титан–алюминий» также описан способ получения покрытий с регулируемой структурой [29]. Технический результат изобретения – получение интерметаллидного покрытия строго определенной толщины и стехиометрического состава создаваемого интерметаллидного соединения, что достигается путем вариации скорости напыления и перемещения сопла для напыления. Покрытие наносят послойно, затем производят его локальное расплавление с помощью сканирующего лазерного луча, за счет чего после затвердевания формируется интерметаллидное покрытие заданного химического состава, в котором прилегающий к подложке слой состоит преимущественно из алюминия, а верхний слой, отвечающий за трибологические свойства, обогащен интерметаллидным соединением на основе титана.

Один слой состоит из одного металла интерметаллидной композиции, а второй слой – из другого металла выбранной интерметаллидной композиции.

Для управления структурой покрытия и получения монофазного интерметаллидного сплава системы «алюминий–титан» заданного состава в работе [30] описан способ получения порошкового материала, заключающийся в предварительном смешивании порошков алюминия и титана в соотношении 1:3. После смешения порошки уплотняют и отжигают в вакууме с нагревом в высокочастотном магнитном поле до температуры 1300 °С [30].

Несмотря на достигнутые успехи, в настоящее время продолжают работы по совершенствованию технологий нанесения и улучшению свойств интерметаллидных покрытий – в частности, по снижению их хрупкости, повышению пластичности и износостойкости.

Обзор нанопорошковых материалов

Частицы субмикронного размера, соударяющиеся с подложкой, могут прилипать к подложке под действием ван-дер-ваальсовых электростатических сил, поэтому это не может рассматриваться как ХГН, которое характеризуется прочным сцеплением между подложкой и частицами. Кроме того, в связи с высокой стоимостью наноматериалов и

их низкой кинетической энергией при соударении, обусловленной недостаточной массой частиц, необходимо применять их в комбинации с матричными, более крупными частицами. Вместе с тем легирование наноструктурированными порошками может придать ценные свойства покрытиям на их основе и позволит применять материалы, нехарактерные для метода ХГН.

Возможность получения износостойких покрытий на основе соединений вольфрама описано в работе [31]. Изучено композитное покрытие системы карбид вольфрама в матрице на основе кобальта (WC/Co). Для нанесения покрытия использована смесь газов азота и гелия для увеличения кинетической энергии напыляемых частиц. После осаждения покрытия не было отмечено фазовых превращений и/или обезуглероживания карбида вольфрама (WC). Следовательно, применение наноразмерных порошков карбида вольфрама позволяет существенно повысить его содержание в структуре покрытия, что связано с более высокой скоростью наночастиц в потоке газа по сравнению с более крупными частицами (рис. 2).

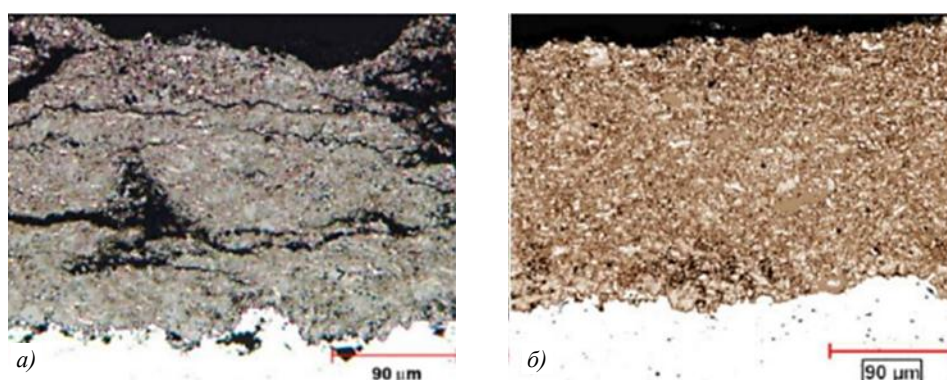


Рис. 2. Структура покрытия системы «карбид вольфрама–кобальт» (WC/Co): *а* – образование дефектов в покрытии при нанесении в среде сжатого воздуха; *б* – нанесение покрытия при использовании смеси газов азота и гелия

Полученное наноструктурированное покрытие системы «карбид вольфрама–кобальт» обладает повышенной твердостью (2050 HV).

Одно из перспективных направлений развития ХГН-покрытий – нанесение систем покрытий «металл–полимер». В частности, применение в этом качестве фторполимеров, которые отличаются химической инертностью, термической стабильностью до температуры 350 °С и придают покрытию антипригарные и супергидрофобные свойства. Описан ряд работ [32] по созданию порошковых материалов с применением наноразмерных частиц фторполимеров. Подчеркивается, что для успешного включения частиц в структуру покрытия необходимы предварительный разогрев материала подложки до температуры 300 °С и напыление покрытия в инертной среде азота.

Разработана технология, позволяющая получать порошковые композиции с включением в структуру наночастиц в высокоскоростных дезинтеграторных установках [33]. Сущность технологии сводится к обработке вращающимися навстречу друг другу со скоростями до 24000 об/мин ударными роторами. Скорости обработки материалов при этом превышают 10 скоростей звука. Предпочтительно использовать фракцию частиц размером от 10 до 60 мкм в качестве матричного материала и проводить поверхностное легирование наночастицами с дисперсностью от 10 до 100 нм (рис. 3). В качестве примера можно привести процесс армирования порошков алюминия наночастицами корунда при следующем режиме: рядность роторов 5, частота вращения роторов 200 с⁻¹, количество проходов 1. Степень армирования матричного порошка при использовании данной технологии составляет >60 %.

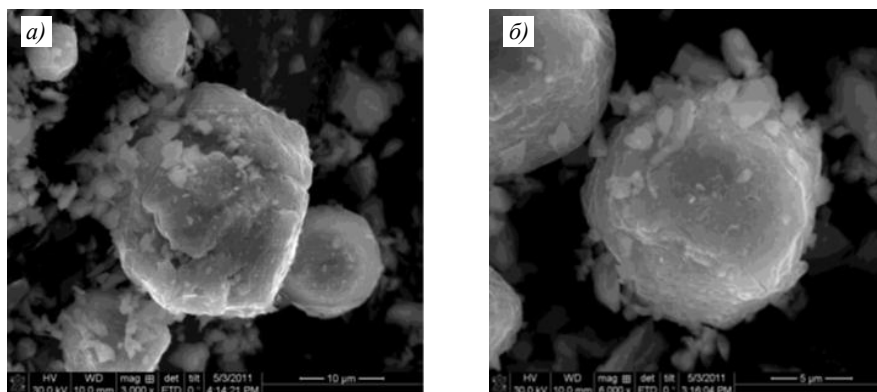


Рис. 3. Фотографии наноструктурированных композиционных порошковых материалов, прошедших обработку в дезинтеграторной установке при частоте вращения ротора 200 с^{-1} при одном (а) и двух (б) проходах соответственно

Отмечено, что создание сложных наноструктурированных армированных частиц позволяет получать практически беспористые покрытия с высокими значениями износостойкости и микротвердости. За счет вариации концентрации корунда в слоях покрытия становится возможным создание функциональных и функционально-градиентных покрытий.

В научно-технической литературе описано применение твердых частиц для модификации ХГН-покрытий и придания им износостойкости, однако в процессе нанесения порошковой смеси пластичных металлов с твердыми частицами возникла проблема эрозионного износа покрытия. Одним из методов решения проблемы является применение твердых наноразмерных частиц, которые вследствие небольшой массы не обладают высокой кинетической энергией. В качестве матричного материала предложен сплав алюминия, цинка и олова с размером частиц не более 20 мкм [34]. Для повышения твердости в покрытие добавляют наноразмерный порошок карбонитрида титана, полученный плазмохимическим синтезом, с диаметром частиц, равным 68 нм . Для удаления оксидной пленки и обеспечения адгезии покрытия в смесь дополнительно вводят порошок оксида кремния с размером частиц 40 мкм . Соотношение «матричный материал/карбонитрид титана/оксид кремния» в исходной смеси составляет $45/50/5 \%$ (по массе) соответственно. Для гомогенизации смеси и внедрения частиц карбонитрида титана в структуру матричного сплава проводят смешение в высокоэнергетической истирательной установке при скорости вращения валов до 2000 об/мин . Продолжительность обработки варьируется от 20 до 30 мин. Для порошкового напыления оптимальна фракция с размером частиц от 60 до 80 мкм , в связи с чем порошковый материал подвергают рассеиванию. Покрытие, сформированное из указанной порошковой смеси, имеет значение твердости не менее 600 HV и пористость $<1 \%$.

Обзор механически легированных материалов

Механическое легирование представляет собой технологию обработки порошка в твердом состоянии, включающую многократную холодную сварку, дробление и повторную сварку частиц порошка в шаровой мельнице с высокой энергией. Шаровое измельчение выполняется с использованием однофазного компонента, в то время как для механического легирования необходимо присутствие по крайней мере двух компонентов. Данный способ получения порошковых материалов позволяет синтезировать порошковые материалы с уникальными функциональными свойствами (с повышенной твердостью и износостойкостью) или для антикоррозионных покрытий с повышенной защитной способностью.

Анализ источников [35–39] показывает, что в настоящее время одним из наиболее эффективных способов повышения прочностных и эксплуатационных свойств ХГН-покрытий является их упрочнение дисперсными частицами, осуществляемое с помощью реакционного механического легирования в высокоэнергетических шаровых мельницах – атриторах.

Металлические композиционные материалы на основе алюминия и его сплавов, армированные керамическими частицами (например, карбидом кремния), обладают требуемым сочетанием высокой удельной прочности и низкой плотности, а также высокими показателями малоциклового и многоциклового усталости, что делает данную группу материалов перспективной для применения в деталях ГТД.

Применение армирующих частиц карбида кремния микронного размера обеспечивает высокую технологичность процесса механического легирования из-за отсутствия эффекта слипания и комкования частиц армирующего компонента, который наблюдается у наноразмерных частиц за счет развитой поверхности, что, в свою очередь, обеспечивает равномерное распределение армирующего компонента в получаемом порошке. При использовании армирующих частиц размером <2 мкм повышается содержание кислорода в порошке, а также наблюдаются эффекты слипания и комкования частиц. При использовании армирующих частиц размером >10 мкм происходит их неравномерное измельчение в процессе механического легирования, что ведет к снижению равномерности их распределения в получаемом порошке.

Предварительная вакуумная сушка порошков матричного сплава и карбида кремния проводится при температуре $180\text{--}220$ °С, так как в данном интервале температур происходит наиболее интенсивное испарение влаги с поверхности частиц порошков, что позволяет снизить уровень содержания кислорода и водорода в получаемом металлическом композиционном материале. При температуре <180 °С снижается эффективность удаления влаги с поверхности частиц, при температуре >220 °С могут происходить структурные изменения в материале алюминиевого сплава.

Проведение механического легирования в течение $40\text{--}90$ ч позволяет получать композиционный порошок с равномерным распределением карбида кремния в алюминиевой матрице с заданным гранулометрическим составом композиционных частиц, так как данный интервал времени соответствует установившейся стадии процесса механического легирования, при котором происходит разрушение крупных агломератов со слоистой структурой [40].

В работе [41] описан способ получения ХГН-покрытий, обладающих повышенными гидрофобными свойствами. Основу для покрытия наносят из порошкового титана с размером частиц 50 мкм, в который добавляют этиловый спирт с политетрафторэтиленом. Содержание политетрафторэтилена варьируется от 3 до 5 % (по массе), а затем смесь равномерно перемешивается в течение не менее 8 ч. Полученную порошковую смесь наносят с использованием метода ХГН в среде азота при температуре предварительного нагрева 600 °С и давлении $2,5$ МПа. В результате формируется износостойкое супергидрофобное покрытие. Краевой угол смачивания покрытия, получаемого с использованием этого метода, может достигать 180 градусов, а угол скатывания капли составляет <10 градусов, что свидетельствует о супергидрофобности покрытия.

Одна из важных сфер применения покрытий, наносимых методом ХГН, – обеспечение защиты в условиях воздействия повышенной влажности, растворов хлоридов и других электролитов. Для стальных деталей особенно эффективно применение покрытий на основе цинка, которые обеспечивают протекторный характер защиты. Однако вследствие высокой химической активности (особенно в хлоридсодержащих средах) и хорошей растворимости продуктов коррозии, цинковые покрытия быстро

теряют защитную способность. Покрытия на основе алюминия более устойчивы в коррозионных средах за счет плотной оксидной пленки на поверхности, но быстро теряют протекторные свойства из-за склонности алюминия к пассивации.

Одним из решений данной проблемы может являться создание порошкового материала со сложной структурой, где алюминий (как более мягкий материал) может служить матрицей для частиц цинка.

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработан порошковый материал марки ВПХ-1 на основе алюминия, механически легированный порошком цинка, который может применяться для противокоррозионной защиты стальных деталей [42]. Структура порошкового материала приведена на рис. 4.

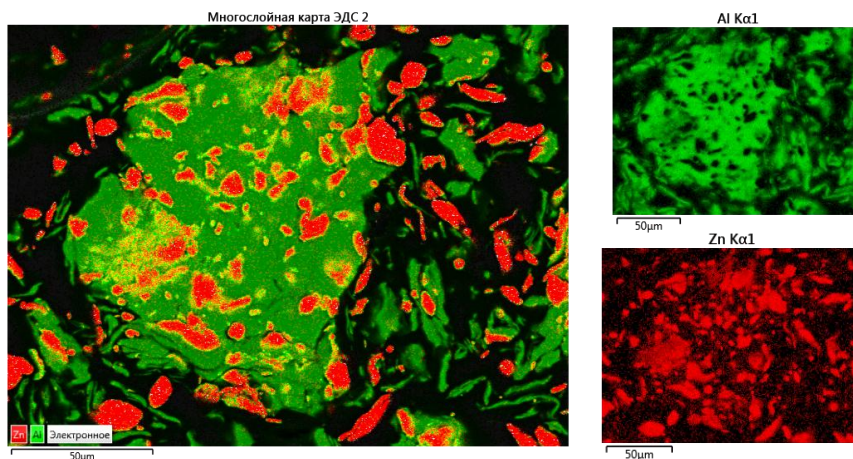


Рис. 4. Микрофотография и карты распределения элементов (картирование) порошковой смеси алюминий-цинк после 10 мин смешения в атриторе

Анализ микрошлифов порошкового материала свидетельствует о деформации алюминиевых частиц и включении в их структуру частиц цинкового порошка вследствие механического легирования при их смешении в атриторе.

На рис. 5 представлены результаты ускоренных коррозионных испытаний в камере солевого тумана после 2500 ч экспозиции при воздействии 3%-ного солевого раствора.

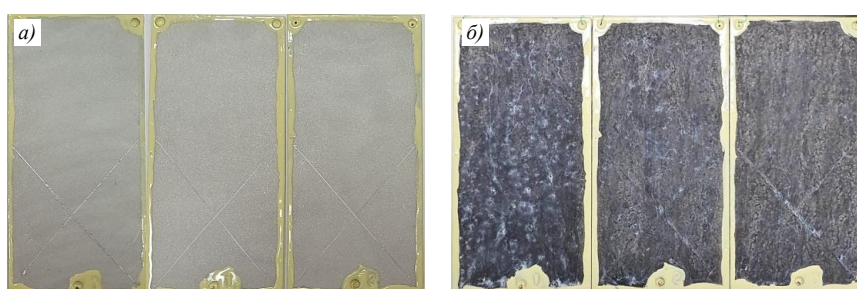


Рис. 5. Внешний вид образцов с антикоррозионными ХГН-покрытиями на основе порошка после перемешивания в атриторе: а – исходное состояние; б – после 2500 ч испытаний в камере солевого тумана

По результатам испытаний установлено образование продуктов коррозии покрытия белого цвета: смешанных гидроксидов и гидроксихлоридов алюминия и цинка, а также отсутствие продуктов коррозии стали, в том числе в области локального нарушения покрытия (крестообразный надрез до стальной основы), что может свидетельствовать о реализованном механизме протекторной защиты покрытия.

Заключения

В настоящее время активно ведутся исследования в области способов получения и модификации материалов для нанесения покрытий методом ХГН и придания им широкого набора функциональных свойств, что позволит существенно расширить сферу их применения.

Анализ научно-технических литературных данных также показал возможность использования технологии ХГН в качестве нанесения не только противокоррозионных, но и функциональных покрытий, с высокими значениями износостойкости и твердости, при этом такие свойства обеспечиваются с применением стандартного технологического оснащения ХГН-оборудования. В перспективе компактность установок позволит проводить ремонтные работы на готовых изделиях. Очень важное значение имеет изучение основных механизмов формирования покрытий и особенностей получения исходного сырья – порошковых материалов. В дальнейшем при заметно меньших затратах усовершенствованная технология ХГН найдет новое применение.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Список источников

1. Косарев В.Ф., Алхимов А.П. Технология, оборудование, инструменты // Обработка металлов. 2003. № 3. С. 28–30.
2. Алхимов А.П., Гулидов А.И., Косарев В.Ф., Нестерович Н.И. Особенности деформирования микрочастиц при ударе о твердую преграду // Прикладная механика и техническая физика. 2000. Т. 41. № 1. С. 204–209.
3. Алхимов А.П., Клинов С.В., Косарев В.Ф., Фомин В.М. Холодное газодинамическое напыление. Теория и практика. М.: Физматлит, 2010. 536 с.
4. Алхимов А.П., Косарев В.Ф., Папырин А.Н. Метод «холодного» газодинамического напыления // ДАН СССР, 1990. Т. 315. № 5. С. 1062–1065.
5. Пескова А.В., Бакрадзе М.М., Тихонов М.М., Куко И.С. Исследование влияния оксидного слоя на поверхности частиц металлопорошковых композиций медно-хромистых сплавов на их технологические свойства // Труды ВИАМ. 2023. № 1 (119). Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.05.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-28-38.
6. Козлов И.А., Фомина М.А., Демин С.А., Бенариев И., Хмелева К.М. Использование металлопорошковых композиций для устранения дефектов деталей из сплава ВАС-1 методом холодного газодинамического напыления // Труды ВИАМ. 2022. № 12 (118). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.05.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-96-106.
7. Ходыкин Л.Г., Няфкин А.Н., Косолапов Д.В., Жабин А.Н. Лазерная сварка металлических композиционных материалов на основе алюминиевого сплава, армированного тугоплавкими частицами SiC (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 12 (118). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.04.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-63-75.
8. Дружнова Я.С. Развитие методов газотермического напыления упрочняющих покрытий на основе карбидов вольфрама и хрома (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 10 (116). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.04.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-100-115.
9. Dykhuizen R.C., Smith M.F. Gas dynamic principles of cold spray // Journal of Thermal Spray Technology, 1998. Vol. 7. No. 2. P. 205–212.
10. 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.
11. Каблов Е.Н., Старцев О.В. Фундаментальные и прикладные исследования коррозии и старения материалов в климатических условиях (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 4 (37). С. 38–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-4-38-52.

12. Каблов Е.Н., Старцев О.В., Медведев И.М. Обзор зарубежного опыта исследований коррозии и средств защиты от коррозии // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № 2 (35). С. 76–87. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-76-87.
13. Каблов Е.Н., Кутырев А.Е., Вдовин А.И., Козлов И.А., Афанасьев-Ходыкин А.Н. Исследование возможности возникновения контактной коррозии в паяных соединениях, используемых в конструкции двигателей авиационной техники // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 4 (65). Ст. 01. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.05.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
14. Коновалов В.В., Дубинский С.В., Макаров А.Д., Доценко А.М. Исследование корреляционных зависимостей между механическими свойствами авиационных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 2 (51). С. 40–46. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-40-46.
15. Замалетдинов И.И. Коррозия и защита металлов. Коррозия порошковых материалов: учеб. пособие. Пермь: Перм. гос. техн. ун-т, 2007. С. 18–19.
16. Каблов Е.Н., Никифоров А.А., Демин С.А., Чесноков Д.В., Виноградов С.С. Перспективные покрытия для защиты от коррозии углеродистых сталей // *Сталь*. 2016. № 6. С. 70–81.
17. Закирова Л.И., Лаптев А.Б. Свойства защитных гальванических покрытий для замены кадмия на стальных крепежных деталях (обзор). Часть 1. Морфология и коррозионная стойкость // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 3 (60). С. 37–46. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-3-37-46.
18. Козлов И.А., Лещев К.А., Никифоров А.А., Демин С.А. Холодное газодинамическое напыление покрытий (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. № 8 (90). Ст. 08. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 04.05.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-77-93.
19. Абиев Р.Ш., Бирик Е.Е., Власов Е.А. и др. Новый справочник химика и технолога. Электродные процессы. Химическая кинетика и диффузия. Коллоидная химия. СПб.: Профессинал, 2004. 838 с.
20. Moridi A., Azadi M., Farrahi G.H. Thermo-mechanical stress analysis of thermal barrier coating system considering thickness and roughness effects // *Surface and Coatings Technology*. 2014. Vol. 243. P. 91–99.
21. Richer P., Zúñiga A., Yandouzi M., Jodoin B. CoNiCrAlY microstructural changes induced during cold gas dynamic spraying // *Surface and Coatings Technology*. 2008. Vol. 203. P. 364–371.
22. Inoue A., Kato A., Zhang T.G.K.S., Masumoto T. Mg–Cu–Y amorphous alloys with high mechanical strengths produced by ametallic mold casting method // *Materials Transactions JIM*. 1991. Vol. 32. P. 609–616.
23. Cold gas dynamic spraying of high strength copper: pat. US7553385 B2; appl. 23.11.04; publ. 30.01.09.
24. Wang C.-C., Mao Y.-W., Shan Z.-W. et al. Real-time, high-resolution study of nanocrystallization and fatigue cracking in a cyclically strained metallic glass // *Proceedings of the National Academy of Sciences of the USA*. 2013. P. 1–6. DOI: 10.1073/pnas.1320235110.
25. List A., Gärtner F., Schmidt T., Klassen T. Impact conditions for cold spraying of hard metallic glasses // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2012. Vol. 21. P. 531–540.
26. Zhang Y.Y., Wu X.K., Cui H., Zhang J.S. Cold-sprayprocessing of a high density nanocrystalline aluminum alloy 2009 coating using a mixture of as-atomized and as-cryomilled powders // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2011. Vol. 20. P. 1125–1132.
27. Novoselova T., Fox P., Morgan R., O'Neill W. Experimental study of titanium/aluminium deposits produced by cold gas dynamic spray // *Surface and Coatings Technology*. 2006. Vol. 200. P. 2775–2783.
28. Kong L.Y., Shen L., Lu B. et al. Preparation of TiAl₃–Al composite coating by cold spray and its high temperature oxidation behavior // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2010. Vol. 19. P. 1206–1210.
29. Lee H., Shin H., Ko K. Effects of gas pressure of cold spray on the formation of Al-based intermetallic compound // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2010. Vol. 19. P. 102–109.
30. Получение монофазного интерметаллидного сплава на основе системы алюминий–титан: пат. RU 2561952; заявл. 27.02.14, опубл. 10.09.15.
31. Liang Y., Shi B., Yang X. et al. Microstructure and nano-mechanical property of cold spray Co-base refractory alloy coating // *Acta Metall. Sin. (English Letters)*. 2011. Vol. 24. P. 190–194.

32. King P.C., Zahiri S.H., Jahedi M.Z. Rare earth/metal composite formation by cold spray // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2008. Vol. 17. P. 221–227.
33. Способ получения наноструктурированных функционально-градиентных износостойких покрытий: пат. 2354749 Рос. Федерация; заявл. 12.04.07; опубл. 10.05.09.
34. Способ получения композиционного армированного порошкового материала: пат. RU 2573309 заявл. 08.07.14, опубл. 20.01.16.
35. Lee H., Shin H., Ko K. Effects of gas pressure of cold spray on the formation of Al-based intermetallic compound // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2010. Vol. 19. P. 102–109.
36. Liang Y., Shi B., Yang X., Zhang J., Meng X. Microstructure and nano-mechanical property of cold spray Co-base refractory alloy coating // *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. 2011. Vol. 24. P. 190–194.
37. Al-Mangour B., Mongrain R., Irissou E., Yue S. Improving the strength and corrosion resistance of 316L stainless steel for biomedical applications using cold spray // *Surface and Coatings Technology*. 2013. Vol. 216. P. 297–307.
38. Kang H.-K., Kang S.B. Tungsten/copper composite deposits produced by a cold spray // *Scripta Materialia*. 2003. Vol. 49. P. 1169–1174.
39. King P.C., Zahiri S.H., Jahedi M.Z. Rare earth/metal composite formation by cold spray // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2008. Vol. 17. P. 221–227.
40. Yang G.-J., Li C.-J., Han F. et al. Low temperature deposition and characterization of TiO₂ photocatalytic film through cold spray // *Applied Surface Science*. 2008. Vol. 254. P. 3979–3982.
41. Bu H., Yandouzi M., Lu C. et al. Cold spray blended Al+Mg 17Al 12 coating for corrosion protection of AZ91D magnesium alloy // *Surface and Coatings Technology*. 2012. Vol. 207. P. 155–162.
42. Козлов И.А., Никифоров А.А., Демин С.А., Вдовин А.И. Использование металлопорошковой композиции системы цинк–алюминий для нанесения защитного покрытия методом холодного газодинамического напыления // *Труды ВИАМ*. 2022. № 7 (113). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.04.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-89-98.

References

1. Kosarev V.F., Alkhimov A.P. Technology, equipment, tools. *Obrabotka metallov*, 2003, no. 3, pp. 28–30.
2. Alkhimov A.P., Gulidov A.I., Kosarev V.F., Nesterovich N.I. Peculiarities of deformation of microparticles upon impact with a solid barrier. *Prikladnaya mekhanika i tekhnicheskaya fizika*, 2000, vol. 41, no. 1, pp. 204–209.
3. Alkhimov A.P., Klinkov S.V., Kosarev V.F., Fomin V.M. *Cold gas-dynamic spraying. Theory and practice*. Moscow: Fizmatlit, 2010, 536 p.
4. Alkhimov A.P., Kosarev V.F., Papyrin A.N. The method of "cold" gas-dynamic spraying. *DAN SSSR*, 1990, vol. 315, no. 5, pp. 1062–1065.
5. Peskova A.V., Bakradze M.M., Tikhonov M.M., Kuko I.S. Investigation of the influence of the oxide layer on the surface of particles metal-powder compositions of copper-chromium alloys on their technological properties. *Trudy VIAM*, 2023, no. 1 (119), paper no. 03. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May, 18 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-28-38.
6. Kozlov I.A., Fomina M.A., Demin S.A., Benarieb I., Khmeleva K.M. Use of metal powder compositions to remove defects of parts from VAS-1 alloy by cold gas-dynamic spraying method. *Trudy VIAM*, 2022, no. 12 (118), paper no. 09. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 17, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-96-106.
7. Khodykin L.G., Nyafkin A.N., Kosolapov D.V., Zhabin A.N. Laser welding of metal composite materials based on aluminium alloy reinforced with refractory particles SiC (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 12 (118), paper no. 06. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 05, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-63-75.
8. Druzhnova Ya.S. Development of methods for thermal spraying of hardening tires based on tungsten and chromium carbides (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 10 (116), paper no. 09. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 05, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-10-100-115.
9. Dykhuizen R.C., Smith M.F. Gas dynamic principles of cold spray. *Journal of Thermal Spray Technology*, 1998, vol. 7, no. 2, pp. 205–212.

10. 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.
11. Kablov E.N., Startsev O.V. The basic and applied research in the field of corrosion and ageing of materials in natural environments (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 4 (37), pp. 38–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-4-38-52.
12. Kablov E.N., Startsev O.V., Medvedev I.M. Review of international experience on corrosion and corrosion protection. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 2 (35), pp. 76–87. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-2-76-87.
13. Kablov E.N., Kutyrev A.E., Vdovin A.I., Kozlov I.A., Afanasyev-Khodykin A.N. The research of possibility of galvanic corrosion in brazed connections used in aviation engine construction. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), paper no. 01. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: May 12, 2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
14. Konovalov V.V., Dubinskiy S.V., Makarov A.D., Dotsenko A.M. Research of correlation dependencies between mechanical properties of aviation materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 2 (51), pp. 40–46. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-40-46.
15. Zamaletdinov I.I. *Corrosion and protection of metals. Corrosion of powder materials*: textbook. Perm: Perm State Tech. Univ, 2007, pp. 18–19.
16. Kablov E.N., Nikiforov A.A., Demin S.A., Chesnokov D.V., Vinogradov S.S. Promising coatings for corrosion protection of carbon steels. *Stal*, 2016, no. 6, pp. 70–81.
17. Zakirova L.I., Laptev A.B. Properties of protective electroplating coatings for replacement of cadmium on steel fixing parts (review). Part 1. Morphology and corrosion resistance. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 3 (60), pp. 37–46. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-3-37-46.
18. Kozlov I.A., Leshchev K.A., Nikiforov A.A., Demin S.A. Cold spray coatings (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 8 (90), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: May 04, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-77-93.
19. Abiev R.Sh., Bibik E.E., Vlasov E.A. et al. *New reference book of a chemist and technologist. Electrode processes. Chemical kinetics and diffusion. colloidal chemistry*. St. Petersburg: Professional, 2004, 838 p.
20. Moridi A., Azadi M., Farrahi G.H. Thermo-mechanical stress analysis of thermal barrier coating system considering thickness and roughness effects. *Surface and Coatings Technology*, 2014, vol. 243, pp. 91–99.
21. Richer P., Zúñiga A., Yandouzi M., Jodoin B. CoNiCrAlY microstructural changes induced during cold gas dynamic spraying. *Surface and Coatings Technology*, 2008, vol. 203, pp. 364–371.
22. Inoue A., Kato A., Zhang T.G.K.S., Masumoto T. Mg–Cu–Y amorphous alloys with high mechanical strengths produced by ametallic mold casting method. *Materials Transactions JIM*, 1991, vol. 32, pp. 609–616.
23. *Cold gas dynamic spraying of high strength copper*: pat. US7553385 B2; appl. 23.11.04; publ. 30.01.09.
24. Wang C.-C., Mao Y.-W., Shan Z.-W. et al. Real-time, high-resolution study of nanocrystallization and fatigue cracking in a cyclically strained metallic glass. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the USA*. 2013, pp. 1–6. DOI: 10.1073/pnas.1320235110.
25. List A., Gärtner F., Schmidt T., Klassen T. Impact conditions for cold spraying of hard metallic glasses. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2012, vol. 21, pp. 531–540.
26. Zhang Y.Y., Wu X.K., Cui H., Zhang J.S. Cold-sprayprocessing of a high density nanocrystalline aluminum alloy 2009 coating using a mixture of as-atomized and as-cryomilled powders. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2011, vol. 20, pp. 1125–1132.
27. Novoselova T., Fox P., Morgan R., O'Neill W. Experimental study of titanium/aluminium deposits produced by cold gas dynamic spray. *Surface and Coatings Technology*, 2006, vol. 200, pp. 2775–2783.
28. Kong L.Y., Shen L., Lu B. et al. Preparation of TiAl₃–Al composite coating by cold spray and its high temperature oxidation behavior. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2010, vol. 19, pp. 1206–1210.
29. Lee H., Shin H., Ko K. Effects of gas pressure of cold spray on the formation of Al-based intermetallic compound. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2010, vol. 19, pp. 102–109.

30. Obtaining a single-phase intermetallic alloy based on the aluminum-titanium system: pat. RU 2561952; appl. 27.02.14, publ. 10.09.15.
31. Liang Y., Shi B., Yang X. et al. Microstructure and nano-mechanical property of cold spray Co-base refractory alloy coating. *Acta Metall. Sin. (English Letters)*, 2011, vol. 24, pp. 190–194.
32. King P.C., Zahiri S.H., Jahedi M.Z. Rare earth/metal composite formation by cold spray. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2008, vol. 17, pp. 221–227.
33. Method for obtaining nanostructured functionally graded wear-resistant coatings: pat. 2354749 Rus. Federation; appl. 12.04.07; publ. 10.05.09.
34. Method for producing composite reinforced powder material: pat. RU 2573309; appl. 08.07.14, publ. 20.01.16.
35. Lee H., Shin H., Ko K. Effects of gas pressure of cold spray on the formation of Al-based intermetallic compound. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2010, vol. 19, pp. 102–109.
36. Liang Y., Shi B., Yang X., Zhang J., Meng X. Microstructure and nano-mechanical property of cold spray Co-base refractory alloy coating. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2011, vol. 24, pp. 190–194.
37. Al-Mangour B., Mongrain R., Irissou E., Yue S. Improving the strength and corrosion resistance of 316L stainless steel for biomedical applications using cold spray. *Surface and Coatings Technology*, 2013, vol. 216, pp. 297–307.
38. Kang H.-K., Kang S.B. Tungsten/copper composite deposits produced by a cold spray. *Scripta Materialia*, 2003, vol. 49, pp. 1169–1174.
39. King P.C., Zahiri S.H., Jahedi M.Z. Rare earth/metal composite formation by cold spray. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2008, vol. 17, pp. 221–227.
40. Yang G.-J., Li C.-J., Han F. et al. Low temperature deposition and characterization of TiO₂ photocatalytic film through cold spray. *Applied Surface Science*, 2008, vol. 254, pp. 3979–3982.
41. Bu H., Yandouzi M., Lu C. et al. Cold spray blended Al+Mg 17Al 12 coating for corrosion protection of AZ91D magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology*, 2012, vol. 207, pp. 155–162.
42. Kozlov I.A., Nikiforov A.A., Demin S.A., Vdovin A.I. Use of metal powder composition of the zinc–aluminum system for application of a protective coating by the method of cold gas-dynamic spraying. *Trudy VIAM*, 2022, no. 6 (112), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 03, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-89-98.

Информация об авторах

Козлов Илья Андреевич, заместитель начальника Научно-исследовательского отделения, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Фомина Марина Александровна, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Демин Семен Анатольевич, ведущий инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Васильев Алексей Сергеевич, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Ilya A. Kozlov, Deputy Head of Scientific-Research Bureau, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Marina A. Fomina, Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Semyon A. Demin, Leading Engineer, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Alexey S. Vasiliev, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 09.06.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 13.06.2023.
The article was submitted 09.06.2023; approved and accepted for publication after reviewing 13.06.2023.

Научная статья

УДК 620.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-113-128

ВЛИЯНИЕ КЛИМАТИЧЕСКИХ УСЛОВИЙ НА УГЛЕПЛАСТИК ВКУ-39 ПОСЛЕ ТРЕХ ЛЕТ НАТУРНОЙ ЭКСПОЗИЦИИ В ВОСЬМИ КЛИМАТИЧЕСКИХ ЗОНАХ

И.М. Велигодский¹, Т.В. Коваль¹, И.Н. Гуляев¹

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

Аннотация. Исследована стойкость углепластика ВКУ-39 к влиянию климата в восьми различных климатических зонах после экспозиции в течение трех лет. Проведены исследования экспонированных образцов методами оптической микроскопии, динамического механического анализа, определены влагосодержание образцов, прочность при сжатии и максимальное напряжение при изгибе. Показана деградация поверхностных слоев связующего полимерного композиционного материала (ПКМ) при экспозиции. Установлена взаимосвязь между воздействием отдельных климатических факторов на ПКМ, изменением состояния полимерной матрицы и снижением прочности материала.

Ключевые слова: климатические натурные испытания, углепластик, оптическая микроскопия, прочность при сжатии, прочность при изгибе, динамический механический анализ, влагосодержание ПКМ

Для цитирования: Велигодский И.М., Коваль Т.В., Гуляев И.Н. Влияние климатических условий на углепластик ВКУ-39 после трех лет натурной экспозиции в восьми климатических зонах // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-113-128.

Scientific article

INFLUENCE OF CLIMATIC CONDITIONS ON CFRP VKU-39 AFTER THREE YEAR OUTDOOR EXPOSITION IN EIGHT CLIMATIC ZONES

I.M. Veligodskiy¹, T.V. Koval¹, I.N. Gulyaev¹

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 climatic resistance of CFRP to influence of eight types of climate of different climatic zones during the three year exposition were investigated. Exposed polymer composite was studied by optical microscopy, dynamical mechanical analysis, moisture saturation, flexural strength and compressive strength of polymer composite were determined. Deterioration of upper layer of polymer matrices after exposition was shown. Relationship between climatic factors influence on polymer composites, changing of polymer matrices condition and decreasing of material strength was found.

Keywords: natural climatic tests, CFRP, optical microscopy, flexural strength, compressive strength, dynamic mechanical analysis, moisture saturation of polymer composites

For citation: Veligodskiy I.M., Koval T.V., Gulyaev I.N. Influence of climatic conditions on CFRP VKU-39 after three year outdoor exposition in eight climatic zones. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 10. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-113-128.

Введение

Полимерные композиционные материалы (ПКМ) на основе углеродных и стеклянных армирующих наполнителей хорошо зарекомендовали себя для изготовления деталей авиационной техники [1]. Благодаря высокой удельной прочности углепластиков их распространение в авиационной технике экономически целесообразно [2, 3]. Низкая плотность стеклопластиков (на 25 % легче алюминиевых сплавов) и углепластиков (на 20 % легче стеклопластиков) при сопоставимой или превосходящей прочности позволяет этим материалам постепенно вытеснять традиционно используемые сплавы [4]. Однако общеизвестным недостатком ПКМ является их высокая (по сравнению с металлами) неоднородность механических свойств и недостаточная предсказуемость изменения их показателей при эксплуатации изделий. Эти особенности приводят к увеличению коэффициентов запаса прочности и снижению экономической целесообразности применения ПКМ для изготовления ответственных высоконагруженных авиационных деталей. Данная работа посвящена изучению свойств ПКМ в зависимости от эксплуатации изделий из них в различных климатических зонах.

Высокие механические показатели ПКМ во многом обусловлены полимерной матрицей, скрепляющей волокна армирующего наполнителя воедино и позволяющей высокую прочность отдельных моноволокон перенести на макрообъект в виде детали, способной выдерживать высокие механические нагрузки. Как показали исследования [5], ПКМ на основе эпоксидных матриц склонны в естественных условиях накапливать незначительное по удельному содержанию, но значительное по степени влияния количество влаги. Молекулы воды, взаимодействуя с молекулами эпоксидного полимера, приводят к его пластификации [6], снижая температуру перехода полимера в высокоэластическое состояние, когда его прочность и жесткость существенно снижаются. Следовательно, для обеспечения возможности прогнозирования свойств углепластика ВКУ-39 необходимо установить влияние условий климатических зон на влагонасыщение, на изменения в матрице и на механические характеристики ПКМ.

Материалы и методы

Углепластик

Углепластик ВКУ-39 разработан в ВИАМ в 2013 г. и хорошо зарекомендовал себя благодаря трещиностойкости, малой подверженности влиянию тепла и влаги и другим преимуществам. Перечисленные преимущества достигаются благодаря сочетанию высокодеформативной полимерной матрицы на основе связующего ВСЭ-1212 расплавного типа и равнопрочной углеродной ткани саржевого плетения с поверхностной плотностью $200 \pm 10 \text{ г/м}^2$ в качестве армирующего наполнителя. Данный материал рекомендован для использования в авиатехнике для изготовления таких ответственных конструктивных элементов, как обшивки и конструкции крыла, планера, центроплана и элементов механизации, а также наружного кожуха и створок мотогондолы двигательной установки ПД-14, равно как и других звукопоглощающих конструкций газотурбинных двигателей [7, 8].

Повышенная трещиностойкость ПКМ со связующим ВСЭ-1212 в качестве полимерной матрицы, согласно исследованию [9], обусловлена повышенной межслоевой вязкостью разрушения, вызванного увеличением прослоек матрицы в межволоконном пространстве наполнителя и между его слоями. Сама полимерная матрица связующего ВСЭ-1212 относится к трещиностойким ввиду сонепрерывной морфологии и высокой межфазной адгезии составляющих ее термопластичной и термореактивной фаз [10, 11]. По этой причине работа расслоения по модам I и II может достигать от 20–70 (для материалов на основе связующего ВСТ-1208) до 300 % (для материалов на основе связующего БМИ-3) от значений работы расслоения однофазных матриц [12].

Методика проведения экспозиции

Материалам на основе связующего ВСЭ-1212 посвящен ряд исследований по их механическим свойствам, механизмам разрушения, термомеханическим и термическим испытаниям, а также циклическому старению; построены модели изменения механических свойств от времени [9, 13–18]. Однако исследования влияния натурной атмосферной экспозиции по-прежнему актуальны, так как только под действием естественных климатических условий достигается наиболее полное воздействие окружающей среды на ПКМ. Поэтому в данной работе проведено исследование влияния погодных факторов восьми климатических зон с различными типами климата, которые приведены в таблице.

Типы климата в местах проведения натуральных климатических испытаний [19]

Место экспозиции	Средняя температура, °С	Средняя относительная влажность, %	Количество осадков, мм	Средняя скорость ветра, м/с	Доза суммарной солнечной радиации, МДж/м ²	Тип климата
Геленджик	15,5	70	629	3,2	4865	Приморская атмосфера умеренно теплого климата с мягкой зимой
Владивосток	5,2	64	705	3,0	3253	Приморская атмосфера умеренно влажного климата
Поселок Дальние Зеленцы	1,9	80	472	6,6	2519	Приморская атмосфера умеренного климата
Звенигород	5,6	78	903	2,1	4343*	Сельская атмосфера умеренного климата
Москва	7,9	72	502	1,4	4343	Промышленная атмосфера умеренного климата
Сочи	14,9	77	1518	1,4	5112	Приморская атмосфера теплого влажного климата
Якутск	–7,5	68	221	–	3516	Очень холодный климат
Сьенфуэго (Куба)	25,5	75	842	–	6902	Тропический климат

* Ввиду близости географического расположения дозу суммарной солнечной радиации в Звенигороде принимали равной таковой в Москве.

Образцы углепластика ВКУ-39 устанавливали на экспозицию в климатических центрах и станциях вышеперечисленных населенных пунктов, закрепляя плиты материала на атмосферных открытых стендах, ориентированных на юг под углом 45 градусов к горизонту. После 36 мес экспозиции плиты ПКМ снимали со стендов, фотографировали

и подвергали исследованиям физических, механических, термомеханических, морфологических свойств, а затем разрезали на образцы требуемых для проведения испытаний форм и размеров. Из каждой зоны экспозиции получено по одной плите материала ВКУ-39 для проведения исследований. Из каждой плиты материала, прошедшего экспозицию, изготовлено по пять образцов для исследования методом динамического механического анализа (ДМА), определения прочности при сжатии и максимального напряжения при изгибе.

Методика проведения испытаний

Методы оптической микроскопии

Изображения поверхности образцов в отраженном свете получали при помощи микроскопа Olympus SZX-10 с увеличением $\times 40$ – фотографировали образцы посредством встроенной цифровой фотокамеры и обрабатывали полученные снимки в штатном программном обеспечении.

Определение профиля поверхности углепластика проводили методом оптической 3D-микроскопии посредством конфокального лазерного сканирующего микроскопа Olympus LEXT OLS 3100 с увеличением $\times 100$, шагом сканирования 125 нм по горизонтали и 10 нм по вертикали.

Методика определения влагосодержания

Влагосодержание экспонированных образцов определяли по убыли массы образцов в ходе сушки – от состояния без кондиционирования до высушенного. Для этого на аналитических весах дискретностью 0,0001 г каждый образец взвешивали 3 раза, занося результаты в программную оболочку MS Excel с целью контроля качества результатов измерений и дальнейшей обработки полученных данных. Таким образом, сначала образцы взвешивали в состоянии без кондиционирования. Затем на протяжении высушивания их взвешивание проводили с интервалом в один день в течение первой недели. В дальнейшем, по мере стабилизации массы образцов, интервал между взвешиваниями увеличивали до 2 дней и более. Для сушки использовали замкнутые полимерные емкости (ящики с крышкой), на дно которых насыпали регенерированный (прокаленный при 160 °С в течение 3 ч) силикагель. В день взвешивания (по завершении измерения массы образцов) силикагель в емкости заменяли на регенерированный для обеспечения минимального содержания влаги в атмосфере внутри емкости. Сушку образцов проводили, помещая емкости с образцами в сушильные шкафы с температурой, установленной на 60 °С. При достижении образцами постоянной массы их считали полностью высушенными, а массу образцов в высушенном состоянии использовали для определения равновесного влагосодержания в состоянии без кондиционирования. Содержание влаги в образце определяли по формуле

$$\omega_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_{\text{МГНВ}} - m_{\text{суш}}}{m_{\text{МГНВ}}} \cdot 100 \%,$$

где $\omega_{\text{H}_2\text{O}}$ – равновесное влагосодержание образца, %; $m_{\text{МГНВ}}$ – масса образца в состоянии без кондиционирования после экспозиции; $m_{\text{суш}}$ – масса образца в высушенном состоянии.

Методика проведения механических испытаний

Предел прочности при сжатии прошедших экспозицию образцов углепластика ВКУ-39 определяли по ASTM D6641, максимальное напряжение при изгибе – по ASTM D7264. Измерения обеих механических характеристик проводили при температуре 20 и 120 °С. Для определения площади поперечного сечения при вычислении механических показателей использовали ширину и толщину образцов после экспозиции.

Методика проведения ДМА-испытаний

Исследование температурных изменений в полимерной матрице углепластика ВКУ-39 проводили с помощью установки ДМА. Измерения проводили в режиме трехточечного изгиба в потоке аргона с расходом 70 мл/мин. Размеры образцов составляли 50×10×2 мм соответственно по длине, ширине и толщине. Температуру в камере поднимали с постоянной скоростью 2 К/мин. Механическое воздействие на исследуемый образец осуществляли пуансоном с частотой колебаний 1 Гц, амплитудой колебаний 30 мкм и динамической силой 1,3 при коэффициенте нагрузки 1,3 Н. При испытании образцов, содержащих влагу, в результате нагрева происходит высыхание материала, поэтому процесс измерения проходит при некотором неизвестном градиенте влажосодержания в объеме образца.

В качестве результата измерений посредством программной оболочки измерительного оборудования получали термомеханические зависимости модуля потерь E'' от температуры, графически выраженные в виде кривых с пиком, максимум которого соответствует точке α -перехода полимерной матрицы ПКМ в высокоэластическое состояние, также называемой температурой стеклования.

Для измерений методом ДМА из плит, полученных из каждой климатической зоны, подготовлено по пять образцов для параллельных измерений. Из полученных в ходе измерений пяти термомеханических кривых, близких по форме и положению пика, выбирали по одной для каждой климатической зоны с целью совместного отображения на графике.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Результаты и обсуждение

Внешний вид образцов углепластика после 3 лет экспозиции

Состояние поверхности лицевой стороны образцов углепластика после экспозиции в различных климатических зонах отражено на фотографиях, выполненных посредством оптического микроскопа в отраженном свете. Для примера на рис. 1 представлены снимки лицевой поверхности с различной степенью уноса полимерной матрицы образцов, экспонированных в Сьенфуэгосе (Куба) и Звенигороде.

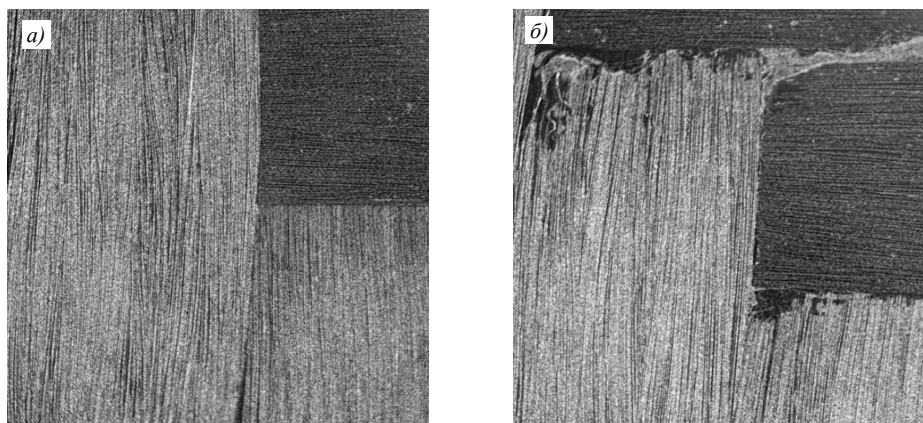


Рис. 1. Увеличенное изображение ($\times 40$) лицевой стороны образцов после трех лет экспозиции в Сьенфуэгосе (Куба) (а) и Звенигороде (б)

На обоих изображениях хорошо различимы выступающие оголенные жгуты углеродных волокон. На рис. 1, б прослеживаются участки с не полностью разрушенной полимерной матрицей в углублениях переплетений жгутов. Целостность

наблюдаемых углеродных волокон и сохранение их параллельной ориентации свидетельствует о поверхностном эрозионном характере разрушения, обусловленном воздействием атмосферных осадков и солнечной радиации.

Представленное на рис. 2 распределение размаха высот на лицевой стороне образца имеет форму Гауссовской кривой и отличается значительной полушириной пика, полученной для всех исследованных образцов.

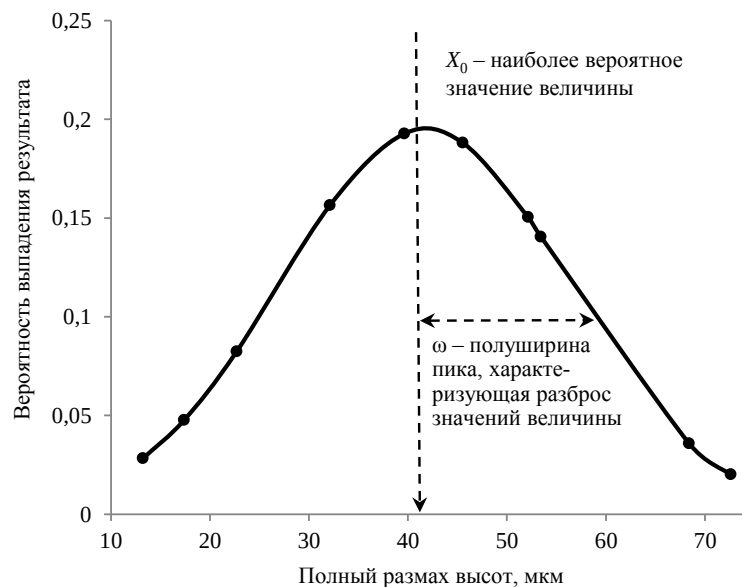


Рис. 2. Распределение размаха высот рельефа поверхности на лицевой стороне образца, прошедшего экспозицию во Владивостоке

При сопоставимости значений полуширины и центра пика, отношения которых в зависимости от зоны экспозиции варьируются в диапазоне 0,24–0,49, серьезные требования предъявляются к количеству измерений для возможности корректного сопоставления средних значений размаха высот у образцов из различных климатических зон. Однако даже при значительном разбросе показателей рельефа можно достичь достоверной оценки показателей рельефа путем увеличения числа снимков.

На рис. 3 показаны снимки оборотной поверхности тех же экспонированных образцов. Суммарная площадь участков с сохранившейся полимерной матрицей оказалась многократно больше, чем на лицевой стороне, что указывает на преобладающее влияние прямого действия солнечной радиации и осадков на деструкцию полимерной матрицы в поверхностном слое.

Тем не менее рассеянная (отраженная) солнечная радиация, роса, иней и другие не прямые атмосферные осадки, а также эрозия ухудшают состояние оборотной стороны, которым нельзя пренебрегать в ходе эксплуатации углепластика ВКУ-39. Эрозионный характер разрушения подтверждается наличием участков поверхности черного цвета с растрескавшейся полимерной матрицей (показаны стрелками на рис. 3, а) и участков светло-серого цвета с частично выкрошившейся полимерной матрицей (показаны стрелками на рис. 3, б).

Полученные результаты позволили дать численную оценку климатического воздействия различных климатических зон (см. таблицу). Оказалось, что площадь участков с сохранившейся полимерной матрицей, нормированная на общую площадь, на оборотной стороне образцов убывает с повышением дозы суммарной солнечной радиации. Эта зависимость показана на рис. 4.

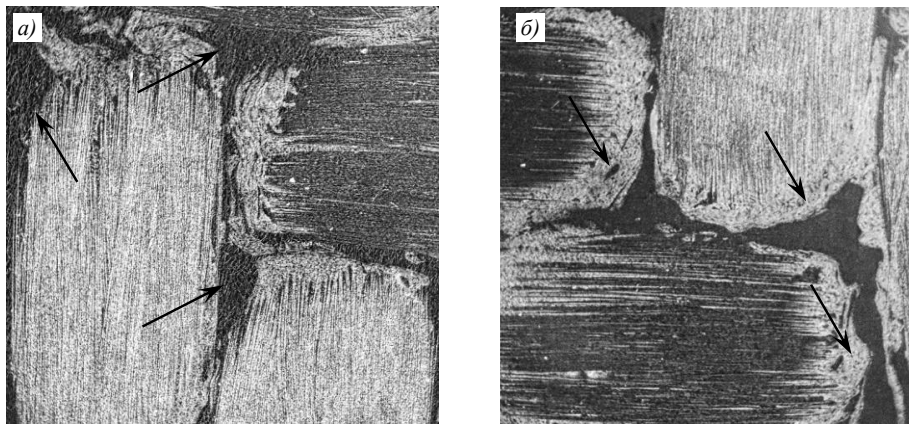


Рис. 3. Увеличенное изображение ($\times 40$) оборотной стороны образцов после трех лет экспозиции в Сьенфуэгос (Куба) (а) и Звенигороде (б)

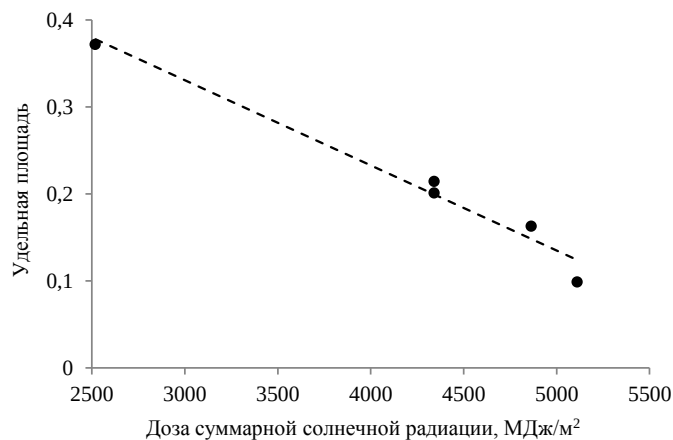


Рис. 4. Зависимость удельной площади участков с остаточной полимерной матрицей на оборотной поверхности образцов от поглощенной дозы суммарной солнечной радиации

Еще одной информативной характеристикой поверхности, показывающей влияние климатической зоны на деструкцию поверхности образцов, оказался размах высот профиля поверхности. Это видно на рис. 5, показывающем, что глубина эрозии полимера из межволоконного пространства на оборотной стороне образцов зависит от дозы поглощенной суммарной солнечной радиации – доминирующего фактора, вызывающего разрушение молекул эпоксидного полимера.

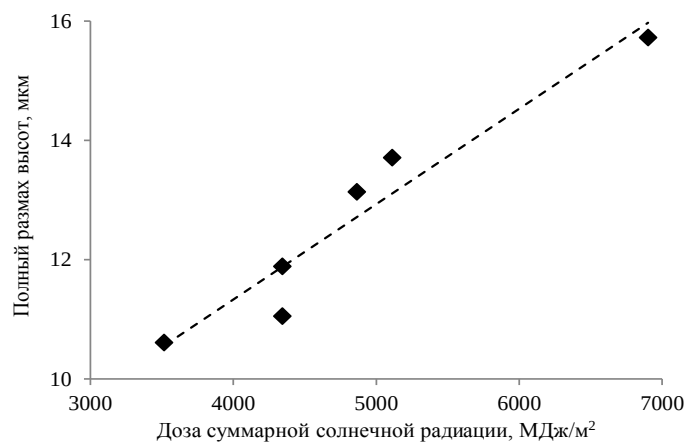


Рис. 5. Зависимость глубины рельефа оборотной поверхности образцов из углепластика от поглощенной в ходе экспозиции солнечной радиации

Несмотря на бóльшую (в 2,5–3 раза) глубину проникновения эрозии в матрицу на лицевой стороне образца (по сравнению с оборотной стороной) удовлетворительной корреляции между дозой солнечной радиации и полным размахом высот не наблюдается, предположительно, ввиду дополнительного наложения влияния прямых атмосферных осадков. Однако обнаружение такой корреляции возможно при многократном увеличении количества фотоснимков с различных участков поверхности.

Влагосодержание углепластика после трех лет экспозиции

На рис. 6 приведена зависимость влагосодержания образцов от экспозиции в климатических зонах, обозначенных соответствующими населенными пунктами. На диаграмме можно выделить максимальное влагосодержание у образцов из Владивостока по сравнению с образцами из остальных зон. Это можно связать с низкой (однако превышающей 0 °С) среднегодовой температурой (метеорологические параметры приведены в таблице), низкой дозой суммарной солнечной радиации, не способствующей высыханию образцов. Кроме того, приморская атмосфера умеренно влажного климата совокупно с интенсивными ветрами в летнее время способствуют значительному насыщению влагой ПКМ [19].

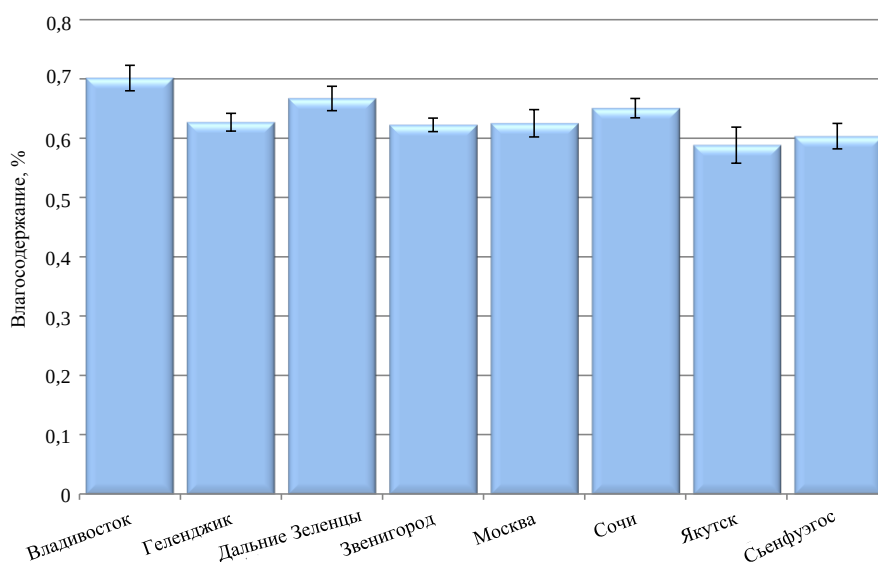


Рис. 6. Влагосодержание образцов из углепластика ВКУ-39 в зависимости от места проведения экспозиции

Менее выраженное повышение влагосодержания отмечено для образцов, проходивших экспозицию в Дальних Зеленцах и Сочи, для которых соответственно характерны высокая влажность и большое количество атмосферных осадков. Наименьшие значения влагосодержания продемонстрировали образцы из Якутска, а также образцы, проходившие экспозицию с Сьенфуэго (Куба). В Якутске среднегодовая температура находится ниже 0 °С (указано в таблице), что приводит к снижению содержания паров воды в воздухе и замедляет диффузию влаги в ПКМ. Сравнительно низкие значения влагосодержания у образцов, проходивших экспозицию на Кубе, обусловлены сезонностью тропического климата и съемом образцов в сезон с низким количеством осадков и среднесуточной температурой атмосферного воздуха >20 °С, что способствовало их высыханию. Различия остальных значений влагосодержания не выходят за рамки погрешности.

При сопоставлении влагосодержания образцов со значениями климатических показателей, представленных в таблице, прямой корреляции не наблюдается. Такой характер зависимости можно объяснить наложением таких разнонаправленных эффектов,

как деструкция полимерной матрицы, насыщение образца влагой и его высыхание. Количественная оценка осложняется неконтролируемыми потерями массы при транспортировке образцов. В работе [20] показано что зависимость максимального равновесного содержания паров воды в воздухе от его температуры стремится к экспоненте. Согласно приведенным данным, с ростом температуры при постоянной абсолютной влажности относительная влажность воздуха снижается, а его водоотнимающие свойства резко возрастают. Таким образом, при повышении температуры в ходе экспозиции в результате контакта с ненасыщенным влагой воздухом влагосодержание образцов снижается, в то время как при понижении температуры ниже точки росы образцы склонны сорбировать влагу. Однако при понижении температуры ниже нуля снижается содержание паров воды в воздухе. Например, при среднегодовой температуре в Якутске (см. таблицу) $-7,5^{\circ}\text{C}$ абсолютная влажность воздуха в ~ 2 раза меньше, чем при 0°C , и более чем в 6 раз меньше, чем при 20°C . Кроме того, со снижением температуры снижается активность диффузионных процессов, что также затрудняет насыщение влагой материала.

Ввиду инерционности процесса диффузии влаги в ПКМ итоговое влагосодержание является функцией, обусловленной кинетикой протекания чередующихся процессов адсорбции и десорбции влаги. Система «ПКМ–атмосфера» в отношении перераспределения влаги всегда стремится к динамическому равновесию, но не достигает его полностью ввиду изменения климатических параметров окружающей среды. Поэтому прямое сопоставление среднегодовых климатических показателей с влагосодержанием требует дополнительных исследований, не предусмотренных в данной работе.

Изменение механических характеристик после экспозиции

На рис. 7 приведена диаграмма, которая демонстрирует высокую устойчивость материала ВКУ-39 к трехлетней экспозиции во всех рассматриваемых климатических зонах в отношении сжимающих нагрузок. Показатели прочности в исходном состоянии для комнатной и повышенной температур испытаний отображены пунктирными линиями соответствующего цвета, а разброс исходных значений – областями серого цвета. Так, материал после экспозиции демонстрирует повышение прочности при сжатии на 14 % по отношению к исходному состоянию в случае испытания при температуре 20°C , что при учете разброса исходных значений прочности можно отнести к вариативности свойств материала.

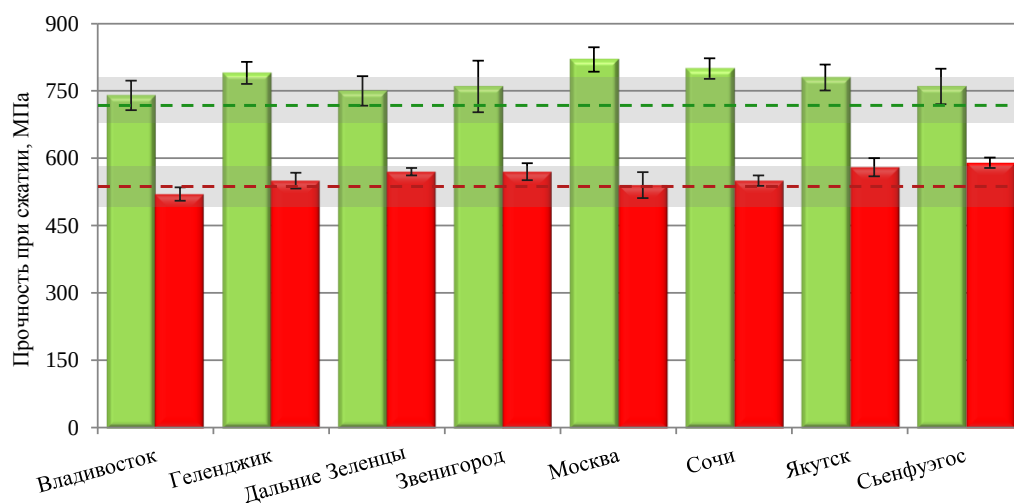


Рис. 7. Изменение предела прочности при сжатии при температурах 20°C (■) и 120°C (■) образцов из углепластика ВКУ-39 без кондиционирования

При температуре 120 °С исследуемый углепластик также показывает высокую стойкость к климатическим факторам рассматриваемых климатических зон, проявляя незначительные изменения в пределах разброса измеренных значений.

Такие же выводы можно сделать и по результатам определения максимального напряжения при изгибе, представленным в виде диаграммы на рис. 8, где при температуре 20 °С образцы после экспозиции демонстрируют увеличение показателя от незначительного до 14 %. На фоне разброса исходных значений единственное значимое снижение максимального напряжения при изгибе (9 %) показывают образцы, прошедшие экспозицию во Владивостоке, что позволяет сделать вывод о влиянии состояния полимерной матрицы на показатели прочности при изгибе и сжатии.

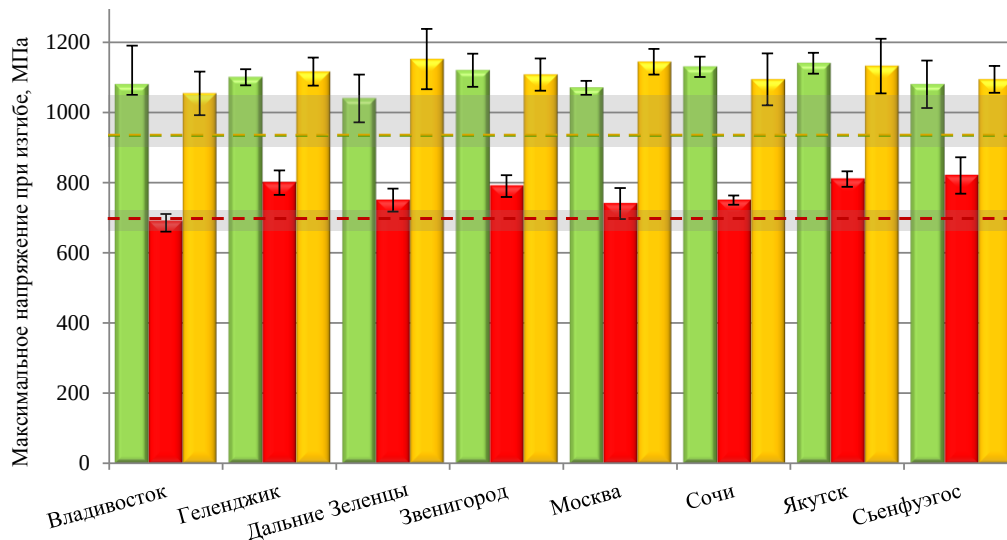


Рис. 8. Максимальное напряжение при изгибе при температурах 20 (■) и 120 °С (■) образцов из углепластика ВКУ-39 без кондиционирования и в высушенном состоянии при 20 °С (■)

Из представленных результатов можно сделать вывод о высокой стойкости углепластика ВКУ-39 к действию климатических факторов восьми климатических зон, выбранных для проведения экспозиции. Кроме того, отсутствие снижения прочности, несмотря на деструкцию полимерной матрицы на лицевой и оборотной сторонах всех экспонированных образцов, является следствием деструкции в поверхностном слое, не приводящей к ухудшению контакта матрицы с волокнами наполнителя в объеме образцов.

Обсуждение термомеханических зависимостей

На представленных на рис. 9 типичных графиках термомеханических кривых, в отличие от результатов работы [19] (где для материала ВПС-48 на аналогичном связующем ВСЭ-1212 на термомеханических кривых были получены сдвоенных пики модуля потерь E''), показан один пик модуля потерь (в области температур 159–165 °С) вне зависимости от зоны экспозиции образцов.

Такое поведение материала, по мнению авторов, характеризует особенности взаимодействия в системе «стекловолокно–влажа–полимерная матрица», характерные для стеклопластиков на основе связующего ВСЭ-1212. Одиночные пики на термомеханических кривых показывают отсутствие значительного влияния влаги на взаимодействие «матрица–наполнитель», приводившего в случае стеклопластика ВПС-48 к уширению зоны α -перехода, появлению сдвоенных пиков и значительному снижению механических показателей. Такая стойкость к влаге ПКМ с углеволоконным наполнителем

обусловлена неполярностью углерод-углеродной ковалентной связи, посредством которой образованы углеродные волокна, и малым числом гидроксильных функциональных групп по сравнению со стекловолокном. Это не позволяет влаге гидратировать волокна наполнителя и изменять взаимодействие между наполнителем и матрицей.

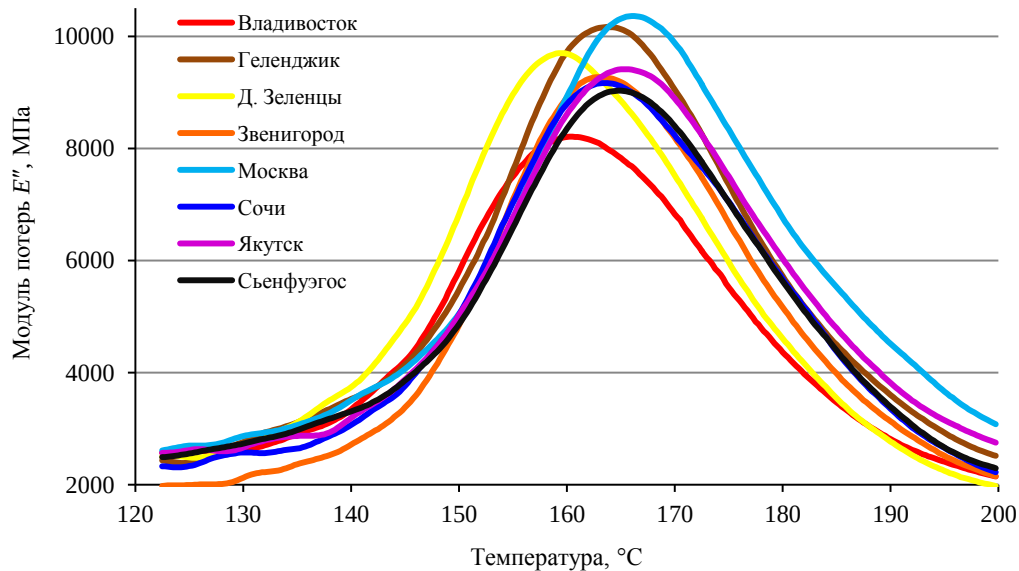


Рис. 9. Температурные зависимости модуля потерь для образцов из углепластика ВКУ-39

На рис. 10 приведена диаграмма зависимости температуры стеклования от зоны экспозиции, где среднее значение температуры стеклования углепластика в исходном состоянии показано пунктирной линией, а разброс результатов отображен областью светло-серого цвета вокруг пунктира. На диаграмме видно снижение температуры стеклования (порядка 10–15 °C) у образцов, прошедших экспозицию, по сравнению с исходным значением ($175,6 \pm 1,2$ °C), что свидетельствует о заметном изменении состояния эпоксидной матрицы в результате экспозиции.

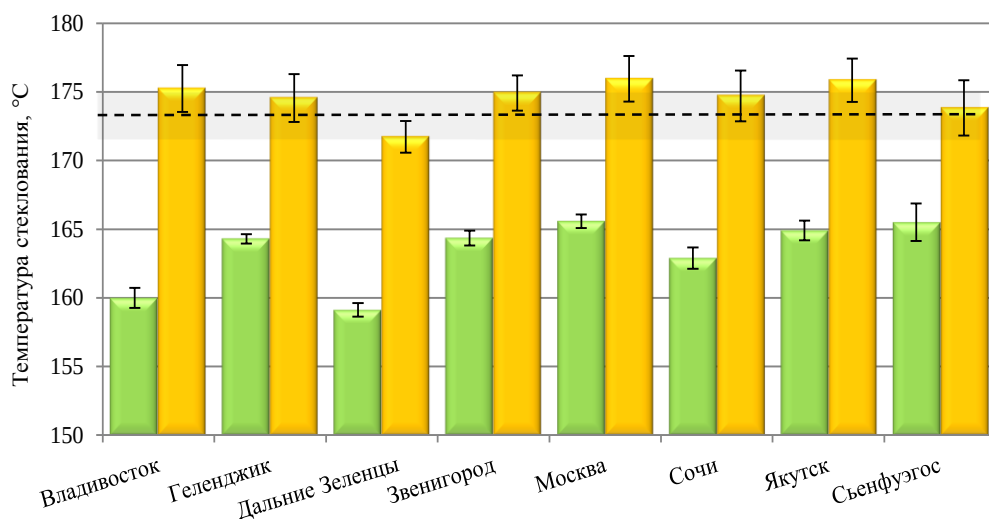


Рис. 10. Температура стеклования в зависимости от зон экспозиции углепластика ВКУ-39 без кондиционирования (■) и в высушенном состоянии (■)

Основной причиной снижения температуры стеклования является проникновение влаги внутрь композита и взаимодействие с полярными кислородсодержащими функциональными группами эпоксидной матрицы, сопровождающееся их гидратацией. Такой эффект приводит к пластификации связующего, сопровождающейся старением полимера и снижением температуры перехода в высокоэластическое состояние. Наименьшее значение показателя характерно для климатических зон Владивостока и поселка Дальние Зеленцы, что, однако, лишь частично подтверждается снижением механических показателей в случае образцов, проходивших экспозицию во Владивостоке. Авторы данной статьи предполагают, что снижение температуры стеклования под действием климата в поселке Дальние Зеленцы происходило с наложением иного механизма деградации связующего по сравнению с другими климатическими зонами.

Узкий диапазон значений влагосодержания не позволил выявить влияния зоны экспонирования на изменение прочностных показателей. Это также значит, что значения влагосодержания ПКМ в течение времени экспозиции не колебались настолько, чтобы привести к изменению прочности образцов. Такую зависимость удалось обнаружить для прочностных показателей, измеренных при повышенной температуре. На рис. 11 наблюдается тенденция к снижению прочности (при изгибе и сжатии) с увеличением влагосодержания в материале. Поэтому при оценке состояния ПКМ при повышенных температурах необходимо контролировать влагосодержание для оценки возможного снижения их прочности.

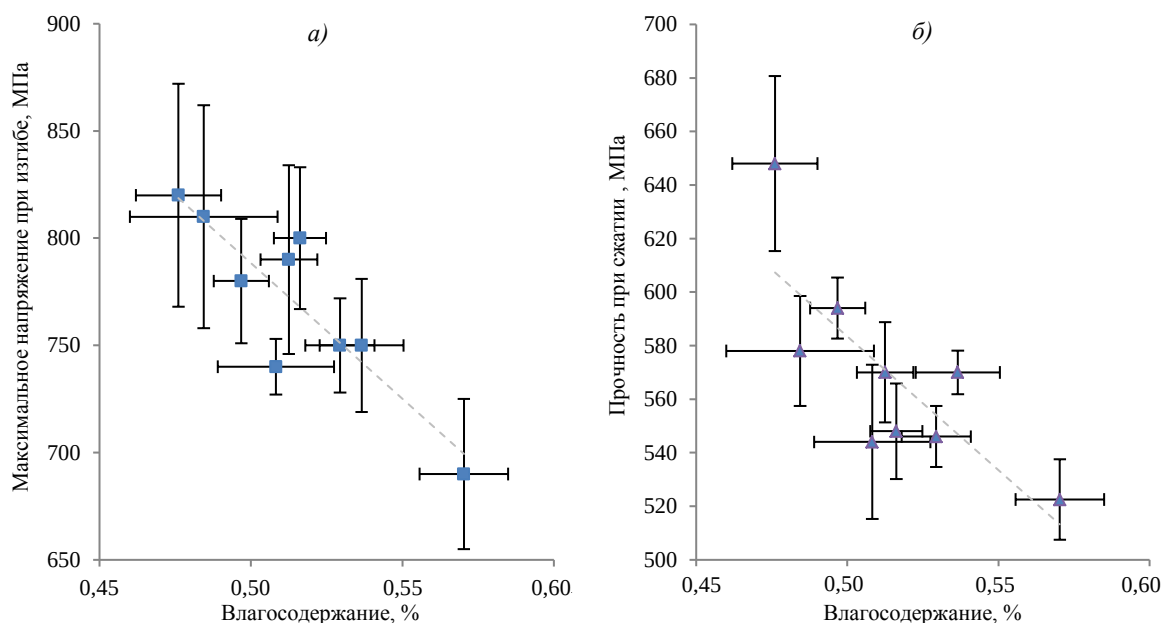


Рис. 11. Максимальное напряжение при изгибе (а) и прочность при сжатии (б) при температуре 120 °С в зависимости от влагосодержания образцов из углепластика ВКУ-39 после экспозиции в различных зонах

Данные, представленные на рис. 10, позволяют выявить аналогичную корреляцию снижения температуры стеклования с повышением влагосодержания в углепластике. Подобная корреляция была определена ранее для стеклопластика ВПС-48 [19].

Таким образом, на примере углепластика ВКУ-39 показана его стойкость (несмотря на деструкцию поверхностных слоев полимерной матрицы) к широкому спектру климатических воздействий: температуры экспозиции, суммарной дозы солнечной радиации, влажности воздуха и объема осадков в течение трех лет. При этом у

образцов из ПКМ в условиях умеренно влажного климата Владивостока наблюдали наибольшее увеличение влагосодержания в полимерной матрице углепластика, что привело к снижению температуры стеклования и заметному снижению показателей прочности материала при повышенной температуре (120 °C) вследствие эффекта пластификации полимера. По аналогии с результатами работ [19, 21] можно утверждать, что углепластик ВКУ-39 стоек к воздействию климатических факторов, но чувствителен к воздействию влаги.

Заключения

Установлено, что деградация поверхностных слоев матрицы в течение трех лет экспозиции в восьми климатических зонах не оказывает значимого влияния на прочностные свойства углепластика ВКУ-39.

Высокая влажность, низкая среднегодовая температура, а также муссонный характер климата Владивостока способствует достижению максимального влагосодержания в образцах из углепластика в сравнении с аналогичными образцами, экспонированными в других климатических зонах.

Прочность при повышенной температуре (120 °C) образцов из углепластика после экспозиции снижается с увеличением в них влагосодержания.

Чувствительными индикаторами агрессивности различных климатических зон для образцов из углепластика ВКУ-39 являются удельная площадь участков с остатками полимерной матрицы и глубина рельефа на оборотной стороне образцов, значения которых зависят от дозы солнечной радиации.

Список источников

1. Нурмухаметова А.Н., Зенитова Л.А. Углеродное волокно. Конъюнктура рынка, структура спроса, перспективные рынки продуктов на его основе, области применения // Бутлеровские сообщения. 2022. Т. 72. № 10. С. 102–130. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/2272-10-102.
2. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2. С. 16–22.
3. Молчанов Б.И., Гудимов М.М. Свойства углепластиков и области их применения // Авиационная промышленность. 1997. № 3-4. С. 58–60.
4. Лебедева О.В., Сипкина Е.И. Полимерные композиты и их свойства // Известия вузов. Прикладная химия и биотехнология. 2022. Т. 12. № 2 (41). С. 192–207. DOI: 10.21285/2227-2925-2022-12-2-192-207.
5. Колесник К.А. Моделирование влагонасыщения полимерных композитов в реальных климатических условиях // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 4 (49). С. 77–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-77-86.
6. 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: 23.12.2022). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
7. Донецкий К.И., Караваев Р.Ю., Быстрикова Д.В., Мишун М.И. Свойства углепластика на основе биаксиальной объемно-армирующей плетеной преформы для изготовления элементов трубчатых конструкций // Конструкции из композиционных материалов. 2022. № 2 (166). С. 8–14. DOI: 10/52190/2073-2562_2022_2_8.
8. Мишуров К.С., Мишкин С.И. Влияние внешней среды на свойства углепластика ВКУ-39 // Труды ВИАМ. 2016. № 12 (48). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 23.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-12-8-8.

9. Имамединов Э.Ш., Кондрашов С.В., Гуляев И.Н., Терехов И.В. Сравнительная оценка влияния модификации термопластичными порошками на величину остаточной прочности при сжатии углепластика // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2022. № 7. С. 22–31.
10. Гуляев А.И., Яковлев Н.О., Крылов В.Д., Лашов О.А. Применение фрактографического анализа при исследовании межслоевого разрушения ПКМ // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 3 (48). С. 65–73. DOI: 10.18577/9140-2071-2017-0-3-65-73.
11. Семенова Л.В., Нефедов Н.И. Технология восстановления систем ЛКП с полиуретановыми эмалями для эксплуатируемых изделий АТ после удаления старых ЛКП // Авиационные материалы и технологии. 2014. № S3. С. 47–50. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s3-47-50.
12. Яковлев Н.О., Гуляев А.И., Лашов О.А. Трещиностойкость слоистых полимерных композиционных материалов (обзор) // Труды ВИАМ. 2016. № 4 (40). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 23.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-4-12-12.
13. Сорокин А.Е., Иванов М.С., Сагомонова В. А. Термопластичные полимерные композиционные материалы на основе полиэфирэфиркетонов различных производителей // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). Ст. 04. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 23.12.2022). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-41-50.
14. 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.
15. Чертищев В.Ю., Оспенникова О.Г., Бойчук А.С., Диков И.А., Генералов А.С. Определение размера и глубины залегания дефектов в многослойных сотовых конструкциях из ПКМ по величине механического импеданса // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 3 (60). С. 72–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-3-72-94.
16. Донецкий К.И., Тимошков П.Н., Сафронов А.М. Безавтоклавное формование препрегов // Конструкции из композиционных материалов. 2022. № 1 (165). С. 29–34. DOI: 10.52190/2073-2562_2022_1_29.
17. Мараховский П.С., Воробьев Н.Н., Гуляев А.И., Ткачук А.И. Влияние добавок полиарилсульфона на климатическую стойкость углепластика на эпоксидной основе // Высокомолекулярные соединения. Серия А. 2022. Т. 64. № 2. С. 113–119.
18. Струнгарь Е.М., Староверов О.А., Лунегорова Е.М. Комплексная оценка процессов усталостного накопления повреждений и разрушения образцов с концентраторами напряжения эксплуатационного характера // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. 2022. № 4. С. 37–49. DOI: 10.17804/2410.-08.2022.4.037.-049.
19. Велигодский И.М., Коваль Т.В., Курносов А.О., Мараховский П.С. Исследование климатической стойкости образцов стеклопластика после натурной экспозиции в различных климатических зонах // Труды ВИАМ. 2022. № 11 (117). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 23.12.2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
20. Сальников В.Г., Старцев О.В., Лебедев М.П., Копырин М.М., Вапиров Ю.М. Влияние суточных и сезонных изменений относительной влажности и температуры на влагонасыщение углепластика в открытых климатических условиях // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2022. № 5. С. 2–10.
21. Донецкий К.И., Караваев Р.Ю., Цыбин А.И., Вешкин Е.А., Михадькин Е.С. Конструкционный стеклопластик для изготовления элементов шпунтовых ограждений // Авиационные материалы и технологии. 2017. № 3 (48). С. 56–64. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-56-64.

References

1. Nurmukhametova A.N., Zenitova L.A. Carbon fiber. Market conditions, demand structure, promising markets for products based on it, areas of application. *Butlerovskiye soobshcheniya*, 2022, vol. 72, no. 10, pp. 102–130. DOI: 10.37952/ROI-jbc-01/2272-10-102.

2. Kablov E.N. Materials of the new generation – the basis of innovation, technological leadership and national security of Russia. *Intellekt i tekhnologii*, 2016, no. 2, pp. 16–22.
3. Molchanov B.I., Gudimov M.M. Properties of carbon plastics and their applications. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 1997, no. 3-4, pp. 58–60.
4. Lebedeva O.V., Sipkina E.I. Polymer composites and their properties. *Izvestiya vuzov. Prikladnaya khimiya i biotekhnologiya*, 2022. Vol. 12. No. 2 (41), pp. 192–207. DOI: 10.21285/2227-2925-2022-12-2-192-207.
5. Kolesnik K.A. Modeling of moisture saturation in polymer composites in real climatic environmental conditions. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2017, no. 4 (49), pp. 77–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-77-86.
6. 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: December 23, 2022). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-4-70-80.
7. Donetsky K.I., Karavaev R.Yu., Bystrikova D.V., Mishchun M.I. Properties of carbon fiber reinforced plastic based on a biaxial volume-reinforcing braided preform for the manufacture of elements of tubular structures. *Konstruktsii iz kompozitsionnykh materialov*, 2022, no. 2 (166), pp. 8–14. DOI: 10.52190/2073-2562_2022_2_8.
8. Mishurov K.S., Mishkin S.I. Environmental effect on properties of CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastic) VKU-39. *Trudy VIAM*, 2016, no. 12 (48), paper no. 08. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 23, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-12-8-8.
9. Imametdinov E.Sh., Kondrashov S.V., Gulyaev I.N., Terekhov I.V. Comparative evaluation of the effect of modification with thermoplastic powders on the value of residual compressive strength of carbon fiber. *Vse materialy. Entsiklopedicheskiy spravochnik*, 2022, no. 7, pp. 22–31.
10. Gulyaev A.I., Yakovlev N.O., Krylov V.D., Lashov O.A. Application of fractographic analysis in the study of interlayer fracture of PCM. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2017, no. 3 (48), pp. 65–73. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-65-73.
11. Semyonova L.V., Nefyodov N.I. Recovery technology for PWC systems with polyurethane enamel for the operating aviation articles after wornout PLC removal. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2014, no. S3, pp. 47–50. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s3-47-50.
12. Yakovlev N.O., Gulyaev A.I., Lashov O.A. Crack firmness of layered polymeric composite materials (review). *Trudy VIAM*, 2016, no. 4, paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 23, 2022) DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-4-12-12.
13. Sorokin A.E., Ivanov M.S., Sagomonova V.A. Thermoplastic polymer composite materials based on polyetheretherketones of various manufacturers. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), paper no. 04. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 23, 2022). DOI: 10.18577/2071-9140-2022-0-1-41-50.
14. 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 tekhnologii*, 2018, no. 3 (52), pp. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26.
15. Chertishchev V.Yu., Ospennikova O.G., Boichuk A.S., Dikov I.A., Generalov A.S. Determination of the size and depth of defects in multilayer PCM honeycomb structures based on the mechanical impedance value. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2020, no. 3 (60), pp. 72–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-3-72-94.
16. Donetsky K.I., Timoshkov P.N., Safronov A.M. Non-autoclave molding of prepregs. *Konstruktsii iz kompozitsionnykh materialov*, 2022, no. 1 (165), pp. 29–34. DOI: 10.52190/2073-2562_2022_1_29.
17. Marakhovsky P.S., Vorobyov N.N., Gulyaev A.I., Tkachuk A.I. Influence of polyarylsulfone additives on the climatic resistance of epoxy-based carbon fiber. *Vysokomolekulyarnye soyedineniya. Seriya A*, 2022, vol. 64, no. 2, pp. 113–119.

18. Strungar E.M., Staroverov O.A., Lunegorova E.M. Comprehensive assessment of the processes of fatigue accumulation of damage and destruction of samples with operational stress concentrators. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2022, no 4, pp. 37–49. DOI: 10.17804./2410.-08.2022.4.037.-049.
19. Veligodskiy I.M., Koval T.V., Kurnosov A.O., Marakhovskiy P.S. Study of resistance of glass fiber reinforced plastic to natural weathering in different climatic conditions. *Trudy VIAM*, 2022, no. 11 (117), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 23, 2022). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
20. Salnikov V.G., Startsev O.V., Lebedev M.P., Kopyrin M.M., Vapirov Yu.M. Influence of daily and seasonal changes in relative humidity and temperature on the moisture saturation of carbon fiber in open climatic conditions. *Vse materialy. Entsiklopedicheskiy spravochnik*, 2022, no. 5, pp. 2–10.
21. Donetskii K.I., Karavayev R.Yu., Tsybin A.I., Veshkin E.A., Mikhaldykin E.S. Constructional fiberglass plastic for manufacturing of enclosing sheeting elements. *Aviacionnyye materialy i tehnologii*, 2017, no. 3 (48), pp. 56–64. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-56-64.

Информация об авторах

Велигодский Илья Михайлович, инженер 1 категории, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Коваль Татьяна Васильевна, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Гуляев Иван Николаевич, заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Ilya M. Veligodskiy, First Category Engineer, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Tatiana V. Koval, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ivan N. Gulyaev, Deputy Head of Laboratory of Science, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 31.01.2023; получена после доработки 26.05.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 30.05.2023.
The article was submitted 31.01.2023; received in revised form 26.05.2025; approved and accepted for publication after reviewing. 30.05.2023.

Научная статья

УДК 620.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-129-137

**РАЗРАБОТКА КОМПЛЕКТА СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ
ЛИТЕЙНОГО ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА ВЖЛ718***П.Г. Мин¹, П.В. Якимович¹, А.В. Алексеев¹*

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

Аннотация. Приведены результаты разработки комплекта стандартных образцов литейного жаропрочного сплава ВЖЛ718. Описан процесс выбора оптимального состава сплава, а также применение различных технологий для получения материала, пригодного для градуировки различного спектрального оборудования: масс-спектрометры с тлеющим разрядом, оптико-эмиссионные и рентгенофлуоресцентные спектрометры и др. Проведено определение 22 элементов (Fe, Al, Cr, Co, Mo, Ti, Nb, Ta, P, Mn, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sb, Te, Pb, Bi, V, Ag, Sn) в полученных стандартных образцах.

Ключевые слова: стандартные образцы, рафинирование, литейные жаропрочные сплавы, рентгенофлуоресцентная спектрометрия, атомно-эмиссионная спектрометрия, масс-спектрометрия с тлеющим разрядом, оптико-эмиссионная спектроскопия

Для цитирования: Мин П.Г., Якимович П.В., Алексеев А.В. Разработка комплекта стандартных образцов литейного жаропрочного сплава ВЖЛ718 // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-129-137.

Scientific article

**DEVELOPMENT OF A SET OF REFERENCE SAMPLES
OF CASTING HEAT-RESISTANT ALLOY VZHL718***P.G. Min¹, P.V. Yakimovich¹, A.V. Alekseev¹*

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

Abstract. Presents the results of the development of a set of standard samples of cast super-alloy VZhL718. The process of choosing the optimal composition of the alloy is described, as well as the use of various technologies for obtaining a material suitable for calibrating various spectral equipment: mass spectrometers with a glow discharge, optical emission and x-ray fluorescence spectrometers, etc. The determination of 22 elements (Fe, Al, Cr, Co, Mo, Ti, Nb, Ta, P, Mn, Cu, Zn, As, Se, Cd, Sb, Te, Pb, Bi, V, Ag, Sn) in the obtained standard samples.

Keywords: standard samples, refining, cast heat-resistant alloys, x-ray fluorescence spectrometry, atomic emission spectrometry, glow discharge mass spectrometry, optical emission spectroscopy

For citation: Min P.G., Yakimovich P.V., Alekseev A.V. Development of a set of reference samples of casting heat-resistant alloy VZhL718. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-129-137.

Введение

В современной экономике авиационная промышленность занимает одно из ведущих мест по использованию наукоемкой, высокотехнологичной продукции, в особенности это касается применяемых материалов, обладающих уникальными свойствами – жаропрочностью, термостойкостью, высокой механической прочностью [1, 2]. К таким материалам относятся жаропрочные литейные сплавы, которые позволяют различным изделиям и деталям газотурбинных двигателей работать в условиях экстремальных температур – до 1250 °С [3, 4]. Для выпуска качественных жаропрочных сплавов необходимо производить контроль их химического состава, определяя множество как основных, так и примесных элементов [5]. Для обеспечения правильности химического анализа и единства измерений, а также для быстрого и успешного внедрения новых перспективных материалов чрезвычайно важно использовать стандартные образцы (СО) состава соответствующих сплавов. Содержание элементов в СО устанавливали по результатам межлабораторных экспериментов с привлечением ведущих исследовательских институтов и заводских аналитических лабораторий авиационной отрасли (до 10 лабораторий), обладавших большим опытом в исследованиях химического состава сплавов на различной основе. Длительность цикла от момента начала разработки комплекта СО категории ГСО (государственный стандартный образец) или ОСО (отраслевой стандартный образец) до получения сертификата (свидетельства) составляла от 1,5 до 2 лет [6, 7].

В ВИАМ с 1941 г. проводятся научно-исследовательские работы по разработке и выпуску СО жаропрочных сплавов на различных основах и разных марок. Данные СО должны подходить для проведения анализа как готовой продукции, так и для экспресс-анализа методами оптико-эмиссионной и рентгенофлуоресцентной спектроскопии непосредственно во время плавки жаропрочного сплава [8].

Оптико-эмиссионный метод анализа основан на измерении интенсивности эмиссионной аналитической линии определяемого элемента, возникающей во время искрового разряда между электродом спектрометра и материалом твердого анализируемого образца. Благодаря простоте и возможности определения широкого перечня элементов непосредственно из монолитной пробы (что уменьшает продолжительность анализа), а также невысокой стоимости оборудования данный метод анализа получил широкое распространение и имеется в распоряжении практически всех металлургических предприятий России. Вместе с тем главной проблемой оптико-эмиссионной спектроскопии являются спектральные интерференции – наложения линий эмиссии одних элементов на другие, а также матричный эффект [9].

Метод рентгенофлуоресцентной спектроскопии также позволяет одновременно определять большое число элементов и отличается широкими диапазонами определяемых содержаний. Благодаря небольшому количеству спектральных линий элементов в рентгеновской области для данного метода наблюдается меньшее количество возможных наложений по сравнению с оптической эмиссией, однако основной проблемой остается сильное межэлементное влияние на интенсивность излучения искомым элементов, вызванное поглощением данного излучения мешающими элементами и основой, а также другими причинами [10]. Свести к минимуму указанные недостатки, а также повысить точность и правильность анализа возможно с помощью использования СО, близких по составу основных компонентов сплава к составу анализируемого материала. Необходимо также учитывать диапазоны содержаний определяемых элементов, указанные в технических условиях (ТУ) на анализируемые марки сплавов и соответствующие диапазоны в сертификатах на используемые СО. Диапазоны в СО должны

быть шире и перекрывать диапазоны, приведенные в ТУ на данную марку сплава. Несоблюдение данного правила, а также анализ с использованием стандартных калибровок, включенных в программное обеспечение оборудования, может привести к значительным ошибкам и погрешностям в результатах химического анализа. При этом величина данных ошибок может превышать или быть соизмерима с интервалами легирования, что делает невозможной корректировку процесса плавки и получения конечного материала с заданным составом [11].

Для получения качественного материала СО необходимо на этапе расчета его химического состава учесть весь диапазон содержаний определяемых элементов с выходом за предельные значения, установленные нормативными документами на данный тип сплава. Следует также принять во внимание возможное наличие спектральных интерференций эмиссионных линий определяемых элементов между собой и основой, при этом содержание основного элемента материала сплава должно быть стабильным для всех СО комплекта. При производстве образцов, состав которых выходит за пределы, указанные в нормативной документации, необходимо учитывать особенности выплавки материала соответствующих марок сплава, а также производить строгий входной контроль шихтовых материалов. Выплавка, а также все последующие этапы подготовки и обработки полученного материала проводятся по технологиям, соответствующим производству изделий из данных типов сплавов, а состав изготовленных СО должен быть однороден по всему объему материала. [12].

Далее полученные СО анализируют методами атомно-эмиссионной [13], рентгенофлуоресцентной и оптико-эмиссионной спектроскопии, а также масс-спектрометрией с индуктивно связанной плазмой и с тлеющим разрядом [14, 15].

Таким образом, цель данной работы – разработка технологии изготовления комплекта СО состава литейного жаропрочного сплава ВЖЛ718 категории СОП (стандартный образец предприятия).

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Материалы и методы

Материал СО выплавляли в вакуумной индукционной печи ВИАМ-2002 в тигле вместимостью 100 кг из свежих шихтовых материалов, при этом в тигель загружали никель, хром, кобальт, вольфрам, ниобий, тантал, рений, алюминий и расплавляли при температуре 1540 °С.

Для рафинирования сплавов от вредных примесей вводили добавку щелочноземельных и редкоземельных металлов – магния, бария, кальция, стронция, лантана, иттрия, скандия. Данные металлы вступают в реакцию с вредными примесями, образуя тугоплавкие термически стойкие соединения, и таким образом их удаляют из состава конечного материала.

Редкоземельные элементы, а также кальций и магний образуют соединения с Р, As, Se, Те и другими элементами, которые могут выделяться на стенках тигля в процессе выплавки материала жаропрочного сплава либо концентрироваться в отдельную фазу при кристаллизации, что приводит к неоднородности распределения указанных элементов в материале СО. По этой причине решено редкоземельные элементы, а также кальций и магний вводить в отдельные экземпляры СО. Таким образом, в рамках данной работы предусмотрено изготавливать комплекты СО, состоящие из трех экземпляров СО с различным содержанием вышеперечисленных вредных примесей, трех экземпляров СО с различным содержанием редкоземельных металлов и одного экземпляра без специально введенных примесей. Последний планируется использовать в качестве

фоновое СО, предназначенного для применения при калибровке спектрометров. Легкоплавкие элементы в чистом виде сложно ввести в плавку жаропрочного сплава, а те, что переходят в состав сплава, имеют неоднородное распределение в объеме материала СО. Для того чтобы ввести от 0,0001 до 0,005 % (по массе) каждого элемента (Zn, As, Se, Ag, Cd, Sn, Sb, Te, Tl, Pb, Bi) в никелевый сплав, изготовили лигатуру на основе алюминия с содержанием элементов от 0,05 до 0,1 % (по массе). Элементы вводили в чистом виде в алюминиевой фольге в расплав алюминия при температуре 710 ± 10 °С, расплав перемешивали, выдерживали 10 мин и заливали в цилиндрический водоохлаждаемый кокиль. Элементы As, Se и Te не удалось ввести, так как они практически не растворяются в алюминии и не образуют с ним соединений, остальные элементы растворились удовлетворительно. Поэтому вводили As, Se и Te в виде их ферросплавов с содержанием 10 % (по массе), которые готовили отдельно при спекании металлов с карбонильным железом.

Редкоземельные элементы, а также Ca и Mg вводили в отдельные плавки в виде лигатур на основе никеля с учетом «угара» (~75 %) при выплавке и отливке. Перед введением редкоземельных элементов в печь напускают аргон для установления давления 100 мм рт. ст.

Металл разливали в стальные трубы диаметром 90 мм. Некоторые плавки разливали через нагретый пенокерамический фильтр, выполненный из электрокорунда. Переход к технологии изготовления СО в виде цилиндров сопряжен с рядом технологических сложностей, а именно с отливкой плотного материала из жаропрочных никелевых сплавов. Так, при выплавке металла в вакуумных индукционных печах с последующей заливкой в стальные трубы длиной 300 мм в материале никелевого сплава образуются усадочные раковины, а также поры размером до 150 мкм, что недопустимо для всех видов анализа. Данную проблему устраняли путем переплава на установках направленной кристаллизации, для чего заготовку материала СО расплавляли и заливали в литейные формы, после чего форму с расплавленным металлом с контролируемой скоростью (2–30 мм/мин) опускали в расплавленный материал, который кристаллизуется фронтом без образования крупных пор.

Полученные слитки подвергали обработке по технологии высокоградиентной направленной кристаллизации на установке УВНК-9, что исключило образование трещин, раковин и пор в сплавах, а также обеспечивало высокую степень однородности и близость структуры материала СО к структуре изделий из данного типа сплава. Заливку проводили в керамические формы на основе электрокорунда со связующим в виде этилсиликата. Полученные заготовки Ø26 мм и длиной 230 мм разрезали на отрезном станке на образцы высотой 15 мм и исследовали распределение элементов в объеме образцов масс-спектрометрическим методом с лазерным пробоотбором с диаметром пучка 720 мкм. Наблюдали существенное (на 1–2 порядка) снижение содержания легкоплавких элементов из-за их возгонки в вакуумной установке направленной кристаллизации, поэтому для изготовления материала СО использовали слитки диаметром Ø70 мм, полученные после вакуумно-индукционной плавки без последующего переплава.

Наблюдали снижение содержания редкоземельных элементов и увеличение содержания кремния у краев полученных образцов после направленной кристаллизации, что связано с восстановлением кремния из материала формы. Для того чтобы уменьшить взаимодействие расплава с материалом формы изготовили экспериментальные керамические формы для отливки образцов (Ø26 мм и длина 230 мм) двух видов:

– в первом варианте для изготовления лицевых слоев использовали керамическую суспензию с бескремнеземным связующим и оксидом иттрия (связующее – раствор

эпоксидной смолы в органическом растворителе и отвердитель аминного типа), обсыпку проводили крупнозернистым электрокорундом;

– во втором варианте обсыпку выполняли крупнозернистым оксидом иттрия.

Оба варианта материала форм не взаимодействуют с расплавом в процессе направленной кристаллизации.

Определение химического состава полученных СО проводили из монолитных проб сплава на рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 TIGER (фирма Brukeraxs, Германия), оптико-эмиссионном спектрометре ARL iSpark 8880 (фирма Thermo Fisher Scientific, Германия) и масс-спектрометре с тлеющим разрядом Element GD Plus (фирмы Thermo Fisher Scientific, Германия), а из проб в виде стружки – на масс-спектрометре с индуктивно связанной плазмой iCAP Qc (фирма Thermo Fisher Scientific, Германия) и атомно-эмиссионном спектрометре Agilent 6800 (фирма Agilent Technologies, США).

Градуировку масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой и атомно-эмиссионного спектрометра проводили с применением стандартных растворов определяемых элементов производства High-Purity Standards. Для калибровки оборудования при анализе монолитов использовали СО, близкие по составу анализируемым сплавам. Конечный результат измерений получали путем усреднения результатов четырех определений (прожигов) одного образца, каждый прожиг состоял из четырех реплик измерений.

Для обработки образцов перед анализом использовали отрезной станок Labotom-5 с отрезными кругами Ø250 мм и толщиной 1,5 мм типа 60A25. При подготовке поверхности проб применяли плоскошлифовальный станок с абразивными дисками на бумажной основе зернистостью 40 и 80 единиц.

Результаты и обсуждение

В табл. 1 приведены результаты определения основных (легирующих) элементов в полученных СО методом атомно-эмиссионной спектроскопии.

Таблица 1

**Результаты анализа стандартного образца сплава ВЖЛ718
методом атомно-эмиссионной спектроскопии**

Результат анализа	Содержание элементов, % (по массе)					
	Fe	Al	Cr	Mo	Ti	Nb
Введено	17,5	0,30	20,5	2,80	0,70	5,50
Найдено	17,3 ± 0,3	0,32 ± 0,03	20,2 ± 0,4	2,79 ± 0,08	0,77 ± 0,08	5,45 ± 0,09

Видно, что полученные значения содержаний элементов хорошо согласуются (введенное значение попадает в доверительный интервал найденного) с расчетной концентрацией шихтовых материалов, что свидетельствует о правильности выбранной технологии выплавки и точности предварительных расчетов. Некоторые элементы присутствовали в шихтовых материалах, поэтому их содержание оказалось больше, чем рассчитывалось. Исключение составляют кальций и магний, содержание которых значительно уменьшилось из-за их возгонки при температуре плавки, что учтено в дальнейшем при выплавке материалов СО (в табл. 1 не приведены).

Далее материал СО проанализирован на содержание вредных примесей методами масс-спектрометрии (табл. 2) и масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом (табл. 3).

Таблица 2

Результаты анализа стандартного образца сплава ВЖЛ718 методом масс-спектрометрии

Элемент	P	Mn	Cu	Zn	As	Se	Cd
Содержание элементов, % (по массе)	0,0004	0,060	0,0007	0,0002	0,0003	0,0004	0,0001
Требования по ТУ	<0,0005	<0,5	<0,010	<0,0005	<0,0005	<0,0005	<0,0005
Элемент	Sb	Te	Pb	Bi	V	Ag	Sn
Содержание элементов, % (по массе)	0,00003	0,00004	0,00003	0,00007	0,0030	0,00001	0,00004
Требования по ТУ	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,0001	<0,010	<0,0005	<0,0005

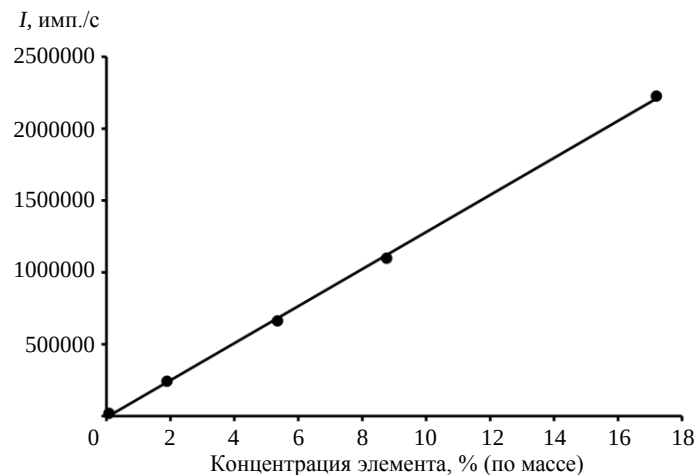
Таблица 3

Результаты анализа стандартного образца никелевого сплава ВЖЛ718
($n = 4$, $P = 0,95$, в условиях повторяемости без замены графитовых частей источника и конусов интерфейса) с применением различных способов расчета содержаний определяемых элементов

Элемент	Содержание элементов, % (по массе)			
	Расчет по RSF для сплава Inconel 718, градуировка по CRM (BAS SS-CRM 351/1)	Расчет по StdRSF (метод 2.1)	Расчет по StdRSF (метод 2.2)	Расчет по StdRSF («Thermo») от 2017
B	0,0020 ± 0,0001	0,0027 ± 0,0002	0,0031 ± 0,0002	0,0043 ± 0,0002
Mg	0,0012 ± 0,0001	0,0012 ± 0,00003	0,0011 ± 0,00003	0,0014 ± 0,00004
Al	0,57 ± 0,02	0,56 ± 0,02	0,50 ± 0,02	0,83 ± 0,03
Si	0,109 ± 0,007	0,125 ± 0,008	0,16 ± 0,01	0,19 ± 0,01
P	0,013 ± 0,001	0,020 ± 0,002	0,018 ± 0,001	0,0116 ± 0,0009
S	0,0008 ± 0,0001	0,0009 ± 0,0001	0,0010 ± 0,0002	0,0007 ± 0,0001
Ti	0,96 ± 0,03	0,92 ± 0,03	0,76 ± 0,03	0,70 ± 0,02
V	0,033 ± 0,002	0,035 ± 0,002	0,034 ± 0,002	0,028 ± 0,001
Cr	18,5 ± 0,6	17,8 ± 0,5	17,3 ± 0,5	20,2 ± 0,6
Mn	0,110 ± 0,005	0,109 ± 0,005	0,097 ± 0,004	0,099 ± 0,005
Fe	17,7 ± 0,4	17,9 ± 0,4	17,9 ± 0,4	15,0 ± 0,3
Co	0,34 ± 0,01	0,34 ± 0,01	0,34 ± 0,01	0,32 ± 0,01
Ni	53,2 ± 0,9	52,9 ± 0,9	55 ± 1	57 ± 1
Cu	0,138 ± 0,009	0,15 ± 0,01	0,129 ± 0,008	0,23 ± 0,02
Ga	–	0,0025 ± 0,0002	0,0024 ± 0,0002	–
As	–	0,0017 ± 0,0002	0,0013 ± 0,0001	0,0012 ± 0,0001
Zr	0,0026 ± 0,0002	0,0033 ± 0,0003	0,0028 ± 0,0002	0,0024 ± 0,0002
Nb	5,2 ± 0,3	5,8 ± 0,3	4,7 ± 0,3	3,3 ± 0,2
Mo	3,1 ± 0,1	3,2 ± 0,1	2,9 ± 0,1	2,24 ± 0,08
Sn	0,0026 ± 0,0002	0,0033 ± 0,0003	0,0034 ± 0,0003	0,0026 ± 0,0002
Sb	0,00027 ± 0,00003	0,00043 ± 0,00005	0,00036 ± 0,00005	0,00047 ± 0,00006
Ta	0,0027 ± 0,0002	0,0029 ± 0,0002	0,0024 ± 0,0002	0,0024 ± 0,0002
W	0,085 ± 0,007	0,109 ± 0,009	0,084 ± 0,007	0,067 ± 0,005

Видно, что полученные значения содержаний вредных примесей меньше требований нормативной документации, что также подтверждает пригодность разработанной технологии для производства СО состава сплава ВЖЛ718.

Для проведения экспресс-анализа сплава марки ВЖЛ718 методом рентгенофлуоресцентной спектрометрии с использованием полученных СО необходимым условием является линейная (прямая) зависимость аналитического сигнала от содержаний определяемых элементов для данного метода (см. рисунок).



Градуировочная зависимость определения концентрации молибдена на рентгенофлуоресцентном спектрометре S8 TIGER

На рисунке представлена такая зависимость с коэффициентом корреляции, равным 0,999, что позволяет сделать вывод о полной пригодности полученных СО для проведения химического контроля при полном цикле производства литейного жаропрочного сплава ВЖЛ718.

Заключения

На основе проделанной работы можно сделать следующие выводы.

Разработана технология изготовления материала СО состава литейного жаропрочного сплава ВЖЛ718.

Применение данной технологии обеспечивает однородность легирующих элементов и примесей в материале СО – величина отклонения содержания каждого элемента не превышает 1,5 % относительно среднего значения.

Показана возможность использования полученных СО для проведения химического контроля при производстве сплава ВЖЛ718.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Светлов И.Л. Высокоэффективное охлаждение лопаток горячего тракта ГТД // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. № 2 (47). С. 3–14. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-2-3-14.
2. Бондаренко Ю.А. Тенденции развития высокотемпературных металлических материалов и технологий при создании современных авиационных газотурбинных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 2 (55). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
3. Попович А.А., Панченко О.В., Наумов А.А., Свиридов А.В., Скупов А.А., Сбитнева С.В. Сварка трением с перемешиванием алюминий-литиевого сплава В-1469-Т // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 4 (57). С. 11–17. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-11-17.
4. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Крамер В.В. Разработка нового жаропрочного никелевого сплава ВЖМ200 и технологии его производства для литья методом направленной кристаллизации рабочих лопаток перспективных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 3 (64). Ст. 02. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.02.2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-3-11-18.
5. Каблов Е.Н., Чабина Е.Б., Морозов Г.А., Муравская Н.П. Оценка соответствия новых материалов с использованием СО и МИ высокого уровня // *Компетентность*. 2017. № 2. С. 40–46.
6. Летов А.Ф., Карачевцев Ф.Н. Опыт разработки стандартных образцов авиационных сплавов // *Мир измерений*. 2012. № 8. С. 31–35.

7. ГОСТ 8.753–2011. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы материалов (веществ). М.: Стандартинформ, 2011. 19 с.
8. Шавнев А.А., Бабашов В.Г., Варик Н.М. Непрерывные волокна оксида алюминия (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 27–34. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-27-34.
9. Каблов Е.Н., Морозов Г.А., Крутиков В.Н., Муравская Н.П. Аттестация стандартных образцов состава сложнолегированных сплавов с применением эталона // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № 2. С. 9–11.
10. Handbook of x-ray spectrometry. 2nd ed., rev. and exp. Ed. R.E. Van Grieken, A.A. Marcowicz. New York: Marcel Dekker, Inc., 2001. P. 14–56.
11. Карачевцев Ф.Н., Летов А.Ф., Проценко О.М., Якимова М.С. Разработка стандартных образцов состава авиационных сплавов // *Стандартные образцы*. 2013. № 4. С. 30–34.
12. Карачевцев Ф.Н., Рассохина Л.И., Герасимов В.В., Висик Е.М. Получение стандартных образцов для экспресс-анализа жаропрочных никелевых сплавов // *Металлургия машиностроения*. 2013. № 6. С. 18–19.
13. Дворецков Р.М., Карачевцев Ф.Н., Загвоздкина Т.Н., Механик Е.А. Определение химического состава высоколегированных никелевых сплавов авиационного назначения методом АЭС-ИСП в сочетании с микроволновой пробоподготовкой // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2013. Т. 79. № 9. С. 6–9.
14. Saka T. Glow discharge mass spectrometry // *Compendium of Surface and Interface Analysis*. 2018. Vol. 36. P. 211–217.
15. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS // *Mikrochimica Acta*. 2001. Vol. 137. P. 149–155.

References

1. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Svetlov I.L. Highly efficient cooling of GTE hot section blades. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. 2 (47), pp. 3–14. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-2-3-14.
2. Bondarenko Yu.A. Trends in the development of high-temperature metal materials and technologies in the production of modern aircraft gas turbine engines. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 2 (55), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
3. Popovich A.A., Panchenko O.V., Naumov A.A., Sviridov A.V., Skupov A.A., Sbitneva S.V. Friction stir welding of aluminum-lithium alloy V-1469-T. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 11–17. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-11-17.
4. Min P.G., Vadeev V.E., Kramer V.V. The development of the new VZhM200 superalloy and the technology of its production for casting of the advanced engines' blades by the directional crystallization. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), paper no. 02. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 11, 2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-3-11-18.
5. Kablov E.N., Chabina E.B., Morozov G.A., Muravskaya N.P. Assessment of compliance of new materials using highlevel CO and MI. *Kompetentnost*, 2017, no. 2, pp. 40–46.
6. Letov A.F., Karachevtsev F.N. Experience in the development of standard samples of aviation alloys. *Mir izmereniy*, 2012, no. 8, pp. 31–35.
7. State Standard 8.753–2011. *State system for ensuring the uniformity of measurements. Standard materials (substances)*. Moscow: Standinform, 2011, 19 p.
8. Shavnev A.A., Babashov V.G., Varrik N.M. Continuous fibers based on alumina (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 27–34. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-27-34.
9. Kablov E.N., Morozov G.A., Krutikov V.N., Muravskaya N.P. Certification of standard samples of structure of complex-alloyed alloys using standard. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. 2, pp. 9–11.
10. Handbook of x-ray spectrometry. 2nd ed., rev. and exp. Ed. R.E. Van Grieken, A.A. Marcowicz. New York: Marcel Dekker, Inc., 2001, pp. 14–56.

11. Karachevtsev F.N., Letov A.F., Protsenko O.M., Yakimova M.S. Development of standard samples of the composition of aviation alloys. *Standartnyye obraztsy*, 2013, no. 4, pp. 30–34.
12. Karachevtsev F.N., Rassokhina L.I., Gerasimov V.V., Visik E.M. Obtaining standard samples for express analysis of heat-resistant nickel alloys. *Metallurgiya mashinostroyeniya*, 2013, no. 6, pp. 18–19.
13. Parish R.M., Karachevtsev F.N., Zakvzdkina T.N., mechanic E.A. Determination of the chemical composition of highly lifted nickel alloys of aviation purposes by NPES-ISP in combination with microwave sampling. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2013, vol. 79, no. 9, pp. 6–9.
14. Saka T. Glow discharge mass spectrometry. *Compendium of Surface and Interface Analysis*, 2018, vol. 36, pp. 211–217.
15. Hu J., Wang H. Determination of Trace Elements in Super Alloy by ICP-MS. *Mikrochimica Acta*, 2001, vol. 137, pp. 149–155.

Информация об авторах

Мин Павел Георгиевич, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Якимович Павел Витальевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Алексеев Андрей Владимирович, научный сотрудник, к.б.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Pavel G. Min, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Andrey V. Alekseev, Researcher, Candidate of Sciences (Bio.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 24.05.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 05.06.2023.
The article was submitted 24.05.2023; approved and accepted for publication after reviewing. 05.06.2023.

Научная статья

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-138-148

ОСОБЕННОСТИ ОЦЕНКИ СТОЙКОСТИ ПОЛИМЕРНЫХ МАТЕРИАЛОВ К БИОДЕСТРУКЦИИ В ЛАБОРАТОРНЫХ УСЛОВИЯХ*

Часть 2. Образцы и методы их анализа

В.Ю. Ермишев¹, А.Б. Лаптев¹, В.О. Старцев¹

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

Аннотация. Представлен краткий сравнительный анализ отечественных и зарубежных стандартов испытаний неметаллических материалов при взаимодействии с микроорганизмами. Приведены лабораторные методы анализа степени биодеструкции материалов, в том числе используемые в стандартах испытаний синтетических полимеров. Показано значение физических размеров образцов полимеров для поиска и испытаний штаммов микроорганизмов на способность к использованию химической составляющей материала в качестве питательного субстрата.

Ключевые слова: биодеструкция, бактериальные штаммы, ферментативные реакции, синтетические полимерные материалы, биоразлагаемые полимеры (БРП), фактор форм образцов

Для цитирования: Ермишев В.Ю., Лаптев А.Б., Старцев В.О. Особенности оценки стойкости полимерных материалов к биодеструкции в лабораторных условиях. Часть 1. Образцы и методы их анализа // Труды ВИАМ. 2023. № 8 (126). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-138-148.

Scientific article

PECULIARITIES OF ASSESSING THE RESISTANCE OF POLYMERIC MATERIALS TO BIODEGRADATION IN LABORATORY CONDITIONS

Part 2. Samples and methods for their analysis

V.Yu. Ermishev¹, A.B. Laptev¹, V.O. Startsev¹

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

Abstract. Presents a brief comparative analysis of domestic and foreign standards for testing non-metallic materials when interacting with microorganisms. Laboratory methods for analyzing the degree of biodegradation of materials used, among other things, in the test standards for synthetic polymers, are given. The significance of the physical dimensions of polymer samples for the search and testing of microorganism strains for the ability to use the chemical component of the material as a nutrient substrate is shown.

Keywords: biodegradation, bacterial strains, enzymatic reactions, synthetic polymer materials, biodegradable polymers (BDP), sample form factor

For citation: Ermishev V.Yu., Laptev A.B., Startsev V.O. Peculiarities of assessing the resistance of polymeric materials to biodegradation in laboratory conditions. Part 2. Samples and methods for their analysis. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), paper no. 12. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-138-148.

* Часть 1 – см. «Труды ВИАМ», № 7 (125), 2023.

Введение

В настоящее время разрабатывается большое количество вариантов технологических решений по ликвидации последствий загрязнений бытовыми и промышленными отходами, в том числе с использованием биотехнологий. Возможность утилизации полимерных материалов микроорганизмами зависит от множества условий и факторов [1–4]. Молекулы полимеров, взаимодействующие с водой, могут быть подвергнуты биодеструкции [1–5], в то же время полимеры, в которых отсутствуют гидролизуемые функциональные группы, подвергаются биодеструкции только с использованием специализированных штаммов и условий экспонирования [4–7].

Для разработки методов оценки биодеструкции различных материалов ускоренными лабораторными методами необходимо с высокой степенью достоверности определять воздействие именно микрофлоры на образцы [7, 8].

Цель второй части обзора – определение методов анализа изменения структуры и химического состава образцов полимерных материалов, а также оптимальной формы образцов.

Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Сравнение отечественных и зарубежных стандартов испытаний полимерных материалов на стойкость к воздействию микроорганизмов

Изучение деструктивного воздействия штаммов микромицетов проводят в основном по двум методикам – ГОСТ 9.049–91, метод 1 и ASTM G21-15 [9]. Данные методы основаны на визуальной оценке степени обрастания поверхности материала микрогрибами. Воздействие морской воды и биообрастателей регламентируется стандартом ASTM D4939–89 [10]. Стандарты распространяются на лакокрасочные покрытия (ЛКП) и их испытания в морской среде, однако ГОСТ требует проведения испытаний ЛКП, нанесенных на металлические материалы, а ASTM – на металлические и неметаллические материалы. В ГОСТ регламентируется продолжительность испытаний материалов в морской среде в течение одного года и двух лет, а в ASTM – в течение одного года для всех климатических сезонов. По ГОСТ требуется проведение испытаний в местах предполагаемой эксплуатации, а в ASTM такое требование отсутствует. При обработке результатов испытаний по ГОСТ используют шкалу обрастания микрогрибами, в ASTM – методику обсчета результатов. Продолжительность испытаний по ГОСТ и ASTM одинакова – не менее одного года или в течение всех климатических сезонов.

Сравнительные испытания фунгицидов регламентируют ГОСТ 9.803–88 [11] и иностранные стандарты ASTM E2111-05 [12], ASTM E2783-11 [13], ASTM E645-13 [14]. При проведении испытаний по ГОСТ регламентируется применение большого количества видов грибов и различных концентраций фунгицидов. Отличаются продолжительности проведения испытаний: по ГОСТ – не более 42 сут с осмотром не реже раз в 7 сут; по ASTM – от 5 до 30 сут в зависимости от питательной среды.

Испытания микробиологической стойкости ЛКП в лабораторных условиях на воздействие микромицетов регламентируются отечественными (ГОСТ 9.050–75 [15], ГОСТ 9.058–75 [16]) и иностранными стандартами (ASTM D4610-98, ASTM D5588-97 [17], ASTM D5590-00 [18]). По ГОСТ регламентируется проведение оценки стойкости ЛКП к плесневым грибам по интенсивности их роста и степени разрушения покрытия, а в ASTM устанавливаются наличие грибков или водорослей на ЛКП, а также методы

их удаления и определение относительной стойкости ЛКП. В отечественных и иностранных стандартах отличаются подготовка питательных сред и образцов к проведению испытаний, а также их размеры. Если ГОСТ регламентирует конкретные размеры образцов (50×50 или 60×40 мм) при проведении испытаний, то в ASTM такие требования не предъявляются. По ГОСТ прописывается применение 10 видов грибов при проведении испытаний, а в ASTM – всего 3 вида. Режим проведения испытаний аналогичен: температура 28 °С, относительная влажность 90 %, продолжительность приблизительно 4 недели (28 сут), оценка результатов испытаний – визуальный осмотр.

Проведение испытаний на микробиологическое разрушение тканей в лабораторных условиях регламентируют отечественный стандарт ГОСТ 9.060–75 [19] и зарубежные стандарты ASTM D7475-20 и ISO 17556–2012 [20]. Регламентируется проведение испытаний на стойкость к аэробным микроорганизмам почвенной микрофлоры. Требования к среде проведения испытаний, составу грунта, температуре и контейнеру для проведения испытаний одинаковы по отечественным и зарубежным стандартам. Однако продолжительность по ГОСТ составляет 10 сут, а по ASTM и ISO: 28 сут.

Проведение испытаний вододиспергируемых смазочно-охлаждающих жидкостей на воздействие бактерий и грибов в лабораторных условиях регламентируют отечественный стандарт ГОСТ 9.085–78 [21] и иностранный стандарт ASTM E2694-21. Принципиальное отличие в стандартах, заключается в определении по ГОСТ стойкости с выдержкой смазочно-охлаждающих жидкостей, зараженных бактериями и грибами, в оптимальных для их роста условиях, в ASTM – с определением содержания аденозинтрифосфата. По ГОСТ определяются количество видов грибов для испытаний и несколько методов их проведения, в ASTM такие требования отсутствуют. Отличается также и обработка результатов: по ГОСТ обрастание оценивают по бальной шкале, а в ASTM – по содержанию аденозинтрифосфата в образце.

Определение эффективности антибактериальных присадок для топлива регламентируется отечественным стандартом ГОСТ 9.023–74 [22] и иностранным стандартом ASTM E1259-16 [23]. В стандартах представлены различные методики подготовки к проведению испытаний, которые отличаются количеством видов грибов, применяемых в испытаниях: 5 – в ГОСТ, а 3 – в ASTM. Различается также обработка результатов: по ГОСТ регламентируется визуальный осмотр, в ASTM сравнивается количество микроорганизмов с контрольным образцом.

Проведение испытаний на микробиологическую стойкость регламентируется отечественным стандартом ГОСТ 9.049–91 [24] и иностранными стандартами ASTM C1338-08 [25], ASTM G21-15 [26], ASTM D4783-01 [27]. Отечественный ГОСТ и иностранные стандарты методически близки, но отличаются подготовкой суспензии спор и применяемых микроорганизмов. Режимы проведения испытаний в ГОСТ и иностранных стандартах одинаковы вследствие выбора оптимальных условий для роста организмов. Различается обработка результатов испытаний: ГОСТ регламентирует бальную систему, в ASTM сравниваются образцы, прошедшие испытания, с контрольными.

Перечисленные стандарты и соответствующие методы исследований процессов биодеструкции включают в себя два основных типа – это исследование в натуральных условиях без добавления специальных питательных сред и оценка биостойкости в лабораторных условиях на специальных питательных средах. Итогом данных испытаний является определение количества пораженных участков материала и/или количество выросших клеток микрогрибов и бактерий.

Главное при проведении стандартных исследований – определение роста микроорганизмов, а не изменение свойств (биодеструкция) самих материалов.

Методы исследования степени биодеструкции материалов

Разработка методов оценки степени деструкции собственно материала привела к созданию стандартов испытаний различных биоразлагаемых полимеров (БРП) – поливинилового спирта, оксида полиэтилена, полилактата, хитозана, поликапролактона, крахмала и др., для проверки их способности к биоразрушению в присутствии специально подобранных штаммов микроорганизмов.

Метод абсорбции диоксида углерода. В частности, могут представлять интерес испытания, в которых проводят косвенную оценку степени разрушаемости материала микроорганизмами, основываясь на показателях уровня диоксида углерода или кислорода. Например, в стандарте испытаний ISO 14855-1999 [28], в том числе, описан метод анализа высвобожденного углекислого газа в процессе ферментации пленок БРП микроорганизмами в минеральной среде, где в качестве единственного или основного источника углерода служит пленка полимерного материала (см. рисунок).

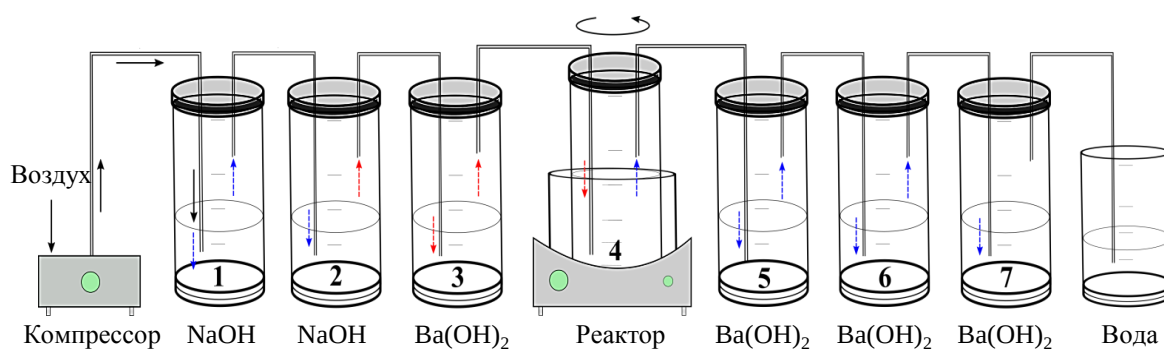
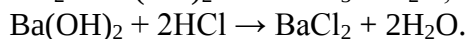
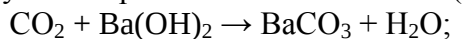


Схема устройства, позволяющего определить количество CO₂, получаемого в процессе деструкции биоразлагаемого материала:

→ — CO₂; → — воздух без CO₂

Устройство состоит из воздушной помпы, колб для поглощения углекислого газа из воздуха, биореактора и колб для поглощения высвобождаемого в процессе ферментации диоксида углерода. Воздух пропускают через абсорбционные колбы 1–2, содержащие раствор NaOH, для удаления неорганического CO₂ из воздуха. Далее воздух, свободный от CO₂, поступает в реактор (колба 4) с культурой микроорганизмов в минеральной среде и пластиной испытываемого материала. В процессе ферментации в реакторе поддерживают оптимальную для роста микроорганизмов температуру при постоянном перемешивании ферментационной среды. Органический диоксид углерода, полученный в результате ферментации материала, снова абсорбируется в колбах 5–7 раствором Ba(OH)₂ в виде карбоната бария BaCO₃. Раствор гидроксида бария в колбе 3 служил в качестве индикатора отсутствия CO₂ в подаваемом в ферментер воздухе. Количество поглощенного таким образом органического CO₂ в колбах 5–7 можно определить путем титрования оставшегося Ba(OH)₂ с соляной кислотой:



Для подсчета величины абсолютного показателя уровня биодеструкции используют отношение теоретического содержания CO₂ в исходной навеске материала и полученного в результате биоконверсии [28].

Инкубирование с ультрафиолетовым излучением. Образцы полимеров инкубируют с микроорганизмами – потенциальными деструкторами, периодически подвергая ультрафиолетовому излучению для естественной деструкции поверхностного слоя –

старения. Обычно старение материала в течение нескольких дней идет интенсивно, затем замедляется. Биодеструкция при такой постановке опыта сопровождается как потерей массы образцов, так и снижением молекулярной массы полимерных молекул. Эти параметры являются оценочными [29].

Методы выдержки образцов полимеров в компосте. Эти методы регламентируются рядом стандартов – ASTM D5338-15 [30], ASTM D5509-96 [31]. Сущность метода заключается в фиксации количества выделяющегося CO_2 во время экспозиции.

Метод радиоизотопных меток. Суспензию микроорганизмов выдерживают в радиоактивной среде паров тритиевой воды, после чего полимерные материалы заражают микроорганизмами с радиоактивной меткой. Накопление радиоактивного изотопа полимерным материалом фиксируется и по интенсивности сигнала сцинтилляционного счетчика можно судить о степени проникновения микроорганизмов в материал [32]. С использованием данного метода также можно оценивать степень усвоения полимерного материала грибами и бактериями при инкубировании материала, насыщенного тритием. В этом случае увеличение радиоактивного фона микроорганизмов свидетельствует о поглощении ими полимера [33].

Люминисцентные и спектральные методы. Биолюминесцентный метод основан на принципе реакции люциферин-люциферазной системы, интенсивность свечения которой пропорциональна концентрации аденозинтрифосфата в исследуемой пробе. Концентрация аденозинтрифосфата во всех живых клетках одинакова и составляет ~0,5 % сухой массы.

Инфракрасная спектроскопия позволяет выявить основные спектры поглощения функциональных групп белков и определить наличие тех или иных белковых структур.

Тонкослойная хроматография позволяет определить концентрацию карбоновых кислот в жидкой пробе выросших на поверхности биоотложений.

Газожидкостная хроматография позволяет оценивать и идентифицировать продукты жизнедеятельности микроорганизмов [34–36].

Молекулярно-биологические методы. Полимеразная цепная реакция в реальном времени (ПЦР-РВ от англ. Real-time PCR – qPCR) – лабораторный метод, основанный на методе ПЦР, позволяющий определять присутствие целевой нуклеотидной последовательности в образце и измерять количество ее копий. Количество амплифицированной ДНК измеряется после каждого цикла амплификации с помощью флуоресцентных меток. Оценка может быть количественной – измерение количества копий матрицы, а также относительной – измерение относительно внесенной ДНК или дополнительных калибровочных генов. Если известна видовая принадлежность микроорганизмов, применяемых для испытаний материалов, то на основе калибровочных данных стандартных образцов этих культур с помощью ПЦР-РВ можно весьма точно измерить приращение плотности культуры, происходящее по мере уменьшения массы материала в процессе испытаний [37].

Провести подсчет клеток можно и классическим методом кратного рассева на соответствующую виду микроорганизма питательную среду с дальнейшим подсчетом колоний в штучках. В отличие от приведенного ранее метода ПЦР-РВ, метод подсчета колоний менее точен, может приводить к ошибкам и артефактам, кроме этого занимает существенно больше времени.

Микроскопия. Световая микроскопия позволяет оценить степень обрастания материала по наличию колоний микроорганизмов на его поверхности – например, некоторые колонии грибов могут быть различимы с учетом размеров их клеток, составляющих >10 мкм. Использование такого типа микроскопии также позволяет в целом оценить поверхностную эрозию материала. Методы электронной микроскопии дают

возможность детально просканировать внешнюю диффузионно-кинетическую область поверхности, определив характер и профиль эрозии поверхностного слоя, отметить места расположения бактериальных биопленок и отдельных микроорганизмов в местах попадания влаги в разрушенную структуру материала [38].

Форм-фактор образцов для исследования процессов биодеструкции

Биодеструкция, так же как любой процесс деструкции в результате коррозии или старения, начинается с поверхности материала. Чем больше площадь поверхности полимера, тем быстрее должна происходить биодеструкция. В работе [39] описан метод исследования биодеструкции на порошках различной крупности. Порошки поликапролактона (PCL) готовили из гранул PCL с использованием вращающегося механического смесителя – их разделяли с помощью сит с количеством 60 и 120 ячеек на четыре класса: 0–125, 125–250, 0–250 и 250–500 мкм. Испытания на биодеградацию порошков PCL и порошков целлюлозы в водном растворе при температуре 25 °C проводили с использованием кулонометра в соответствии со стандартом ISO 14851–2022. Испытания на биодеградацию порошков PCL и целлюлозы в контролируемом компосте при температуре 58 °C проведены Mitsui Chemical Analysis and Consulting Service, Inc. в соответствии с ISO 14855-1:2012 и с использованием прибора Microbial Oxidative Degradation Analyzer (MODA) в соответствии с ISO/DIS 14855-2:2018. Порошки PCL подвергали более быстрому биологическому разложению, чем порошки целлюлозы. Тест на ферментативную деградацию порошков PCL различных классов проведен с использованием фермента липазы PS. В данном случае порошок PCL с меньшим размером частиц быстрее разлагался ферментом. Порошки PCL с регулируемыми размерами частиц от 125 до 250 мкм предложены в качестве эталонного материала для теста на биодеградацию.

Тесты на порошках позволяют достаточно быстро оценить процесс биодеструкции спектральными и химико-аналитическими методами. Однако для отслеживания процесса во времени, визуализации процесса и определения стадий и реакций биодеструкции используются плоские образцы материалов различной толщины – от пленок толщиной 20–100 мкм до образцов толщиной 5–10 мм.

Именно на образцах в виде пленки впервые определен вид бактерий, приводящих к деструкции полиэтилентерефталата. С применением таких образцов можно использовать как спектральные и химико-аналитические методы, так и методы оптической и электронной микроскопии.

Исследование глубины проникновения микроорганизмов в толщу образца, а также объемных биоповреждений возможно только на образцах, имеющих достаточную для инструментальной оценки толщину.

Заключения

Для изучения фазы фрагментации полимерных материалов в природных средах наиболее подходящими способами анализа являются радиохимический метод и методы оптической и электронной микроскопии. При этом лучше использовать плоские или пленочные материалы.

На стадии ферментации наиболее подходящими методами исследования процессов биодеструкции являются спектральные методы на плоских и пленочных образцах.

Изучение скорости ассимиляции полимерных материалов целесообразно проводить с применением порошковых образцов методами фиксации изменения химического состава газов и питательных сред.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки. Вестник Российской академии наук. 2020. Т. 90. № 4. С. 331–334.
2. 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). Ст. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-47-58.
3. 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: 29.03.2023). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
4. Webb H., Arnott J., Crawford R., Ivanova E. Plastic degradation and its environment alimplications with special reference to poly(ethylene terephthalate) // Polymers. 2013. Vol. 5. P. 1–18. DOI: 10.3390/polym5010001.
5. Ермишев В.Ю. Метаболические возможности бактерий в отношении синтетических углеводородов, используемых в производстве неметаллических материалов (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 2 (120). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.03.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-2-132-146.
6. Ohtake Y., Kobayashi T., Asabe H. et al. Oxidative degradation and molecular weight change of LDPE buried under bioactive soil for 32–37 years // Journal Applied Polymer Science. 1998. Vol. 70. P. 1643–1648. DOI: 10.1002/291097-4622819981128.
7. Yang H., Chen Z.Q., Wang Y. et al. Composition and structure of microbialite ecosystems following the end-Permian mass extinction in South China // Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology. 2011. Vol. 308. P. 111–128. DOI: 10.1016/j.palaeo.2010.05.029.
8. 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: 15.03.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-84-91.
9. Яковенко Т.В., Бухарев Г.М., Бобырева Т.В., Пыхтин А.А., Опарина Л.А., Паршина Л.Н. Выбор биоцидных добавок для модификации пенополиуретанов // Труды ВИАМ. 2019. № 7 (79). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.03.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-34-41.
10. ASTM D4939-89. Standard Test Method for Subjecting Marine Antifouling Coating to Biofouling and Fluid Shear Forces in Natural Seawater. 2020. URL: <https://www.astm.org/d4939-89r20> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/D4939-89R20.
11. ГОСТ 9.803–88. Единая система защиты от коррозии и старения. Фунгициды. Метод определения эффективности. М.: Изд-во стандартов, 1998. 28 с.
12. ASTM E2111-12. Standard Quantitative Carrier Test Method to Evaluate the Bactericidal, Fungicidal, Mycobactericidal, and Sporocidal Potencies of Liquid Chemicals. 2018. URL: <https://www.astm.org/E2111-12r18> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/E2111-12R18.
13. ASTM E2783-11. Standard Test Method for Assessment of Antimicrobial Activity for Water Miscible Compounds Using a Time-Kill Procedure. Test method. 2016. URL: <https://www.astm.org/E2783-11r16> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/E2783-11R16.
14. ASTM E645-13. Standard Practice for Evaluation of Microbicides Used in Cooling Water Systems. 2018. URL: <https://www.astm.org/E645-13> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/E0645-13.
15. ГОСТ 9.050–75. Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия лакокрасочные. Методы лабораторных испытаний на устойчивость к воздействию плесневых грибов. М.: Изд-во стандартов, 1976. 5 с.
16. ГОСТ 9.058–75. Единая система защиты от коррозии и старения. Материалы полимерные, древесина, ткани, бумага, картон. Методы испытаний на устойчивость к повреждению термитами. М.: Изд-во стандартов, 1976. 9 с.

17. ASTM D5588-97. Standard Test Method for Determination of the Microbial Condition of Paint, Paint Raw Materials, and Plant Areas. 2021. URL: <https://www.astm.org/D5588-97r21> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/D5588-97R21.
18. ASTM D5590-00. Standard Test Method for Determining the Resistance of Paint Films and Related Coatings to Fungal Defacement by Accelerated Four-Week Agar Plate. URL: <https://www.astm.org/D5590-00> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/D5590-00.
19. ГОСТ 9.060–75. Единая система защиты от коррозии и старения. Ткани. Метод лабораторных испытаний на устойчивость к микробиологическому разрушению. М.: Изд-во стандартов, 1977. 10 с.
20. ISO 17556-2012. Plastics – Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolved. 2019. URL: <https://www.iso.org/standard/56089> (дата обращения: 10.04.2023).
21. ГОСТ 9.085–78. Единая система защиты от коррозии и старения. Жидкости смазочно-охлаждающие. Методы испытаний на биостойкость. М.: Изд-во стандартов, 1978. 5 с.
22. ГОСТ 9.023–74. Единая система защиты от коррозии и старения. Топлива нефтяные. Метод лабораторных испытаний биостойкости топлив, защищенных противомикробными присадками. М.: Изд-во стандартов, 1975. 5 с.
23. ASTM E1259-16. Standard Practice for Evaluation of Antimicrobials in Liquid Fuels Boiling Below 390 °C. 2018. URL: <https://www.astm.org/E1259-16> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/E1259-16.
24. ГОСТ 9.049–91. Единая система защиты от коррозии и старения. Материалы полимерные и их компоненты. Методы лабораторных испытаний на стойкость к воздействию плесневых грибов. М.: Изд-во стандартов, 1991. 13 с.
25. ASTM C1338-08. Standard Test Method for Determining Fungi Resistance of Insulation Materials and Facings. 2014. URL: <https://www.astm.org/C1338-08> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/C1338-08.
26. ASTM G21-15. Standard Practice for Determining Resistance of Synthetic Polymeric Materials to Fungi. 2021. URL: <https://www.astm.org/G21-15e01> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/G0021-15R21E01.
27. ASTM D4783-01. Standard Test Methods for Resistance of Adhesive Preparations in Container to Attack by Bacteria, Yeast, and Fungi. 2021. DOI: 10.1520/D4783-01R21.
28. Lucas N., Bieniaime C., Belloy C. et al. Polymer biodegradation: mechanisms and estimation techniques // *Chemosphere*. 2008. No. 4. P. 429. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2008.06.064.
29. Суворова А.И., Тюкова И.С. Биоразлагаемые системы: термодинамика, реологические свойства и биокоррозия // *Высокомолекулярные соединения*. 2008. Т. 50. № 7. С. 1162–1171.
30. ASTM D5338-15. Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Controlled Composting Conditions. 2021. URL: <https://www.astm.org/D5338-15r21> (дата обращения: 10.04.2023). DOI: 10.1520/D5338-15R21.
31. ASTM D5509-96. Standard Practice for Exposing Plastics to a Simulated Compost Environment. URL: <https://www.astm.org/D5509-96> (дата обращения: 10.04.2023).
32. Аверина А.Е., Николаев Е.В. Применение метода радиоактивных индикаторов для изучения механизмов структурных изменений в полимерных материалах // *Климат-2018: Вопросы прогнозирования коррозии, старения и биоповреждения материалов*. Материалы III Всерос. науч.-техн. конф. (г. Геленджик, 19–20 июля 2018 г.). М.: ВИАМ, 2018. С. 7–21.
33. Voges R., Heys J.R., Moenius T. Preparation of compounds labeled with tritium and carbon-14. Wiley, 2009. P. 682.
34. Ledderose C., Bao Y., Zhang J., Junger W.G. Novel method for real-time monitoring of ATP release reveals multiple phases of autocrine purinergic signalling during immune cell activation // *Acta Physiologica*. 2015. Vol. 213. P. 334–345. DOI: 10.1111/apha.12435.
35. Cho M.H., Niles A., Huang R. et al. A bioluminescent cytotoxicity assay for assessment of membrane integrity using a proteolytic biomarker // *Toxicology in Vitro*. 2008. Vol. 22. P. 1099–1106. DOI: 10.1016/j.tiv.2008.02.013.

36. Moravec R.A., O'Brien M.A., Daily W.J. et al. Cell-based bioluminescent assays for all three proteasome activities in a homogeneous format // *Analytical Biochemistry*. 2009. Vol. 387. P. 294–302. DOI: 10.1016/j.ab.2009.01.016.
37. Zhang T., Herbert F. Application of real-time polymerase chain reaction for quantification of microorganisms in environmental samples // *Applied microbiology and biotechnology*. 2006. Vol. 70. P. 281–289. DOI: 10.1007/s00253-006-0333-6.
38. Zislis T., Mark D.E., Cerbas E.L., Hollinger J.O. Scanning electron microscopic study of cell attachment to biodegradable polymer implants // *Journal Oral Implantology*. 1989. Vol. 15. P. 160–167.
39. Funabashi M., Ninomiya F., Kunioka M. Biodegradation of Polycaprolactone Powders Proposed as Reference Test Materials for International Standard of Biodegradation Evaluation Method // *Journal of polymers and the environment*. 2007. Vol. 15. P. 7–17. DOI: 10.1007/s10924-006-0041-4.

References

1. Kablov E.N. New generation materials and digital technologies for their processing. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2020, vol. 90, no. 4, pp. 331–334.
2. 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.
3. 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: March 29, 2023). DOI: 10.18577/2071-9140-2021-0-4-70-80.
4. Webb H., Arnott J., Crawford R., Ivanova E. Plastic degradation and its environment alimplications with special reference to poly(ethylene terephthalate) // *Polymers*, 2013, vol. 5, pp. 1–18. DOI: 10.3390/polym5010001.
5. Ermishev V.Yu. Metabolic possibilities of bacteria with respect to synthetic hydro-carbons used in the production of non-metallic materials (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 2 (120), paper no. 11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 24, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-2-132-146.
6. Ohtake Y., Kobayashi T., Asabe H. et al. Oxidative degradation and molecular weight change of LDPE buried under bioactive soil for 32–37 years // *Journal Applied Polymer Science*, 1998, vol. 70, p. 1643–1648. DOI: 10.1002/291097-4622819981128.
7. Yang H., Chen Z.Q., Wang Y. et al. Composition and structure of microbialite ecosystems following the end-Permian mass extinction in South China // *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 2011, vol. 308, pp. 111–128. DOI: 10.1016/j.palaeo.2010.05.029.
8. 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: March 15, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-84-91.
9. Yakovenko T.V., Bukharev G.M., Bobyreva T.V., Pykhtin A.A., Oparina L.A., Parshina L.N. Biocidal additives selection for foamed polyurethanes modification. *Trudy VIAM*, 2019, no. 7 (79), paper no. 04. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 18, 2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-34-41.
10. ASTM D4939-89. *Standard Test Method for Subjecting Marine Antifouling Coating to Biofouling and Fluid Shear Forces in Natural Seawater*, 2020. Available at: <https://www.astm.org/d4939-89r20> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/D4939-89R20.
11. State Standard 9.803–88. *A unified system of protection against corrosion and aging. Fungicides. Method for determining effectiveness*. Moscow: Publishing House of Standards, 1998, 28 p.

12. ASTM E2111-12. *Standard Quantitative Carrier Test Method to Evaluate the Bactericidal, Fungicidal, Mycobactericidal, and Sporocidal Potencies of Liquid Chemicals*, 2018. Available at: <https://www.astm.org/E2111-12r18> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/E2111-12R18.
13. ASTM E2783-11. *Standard Test Method for Assessment of Antimicrobial Activity for Water Miscible Compounds Using a Time-Kill Procedure. Test method*, 2016. Available at: <https://www.astm.org/E2783-11r16> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/E2783-11R16.
14. ASTM E645-13. *Standard Practice for Evaluation of Microbicides Used in Cooling Water Systems*, 2018. Available at: <https://www.astm.org/E645-13> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/E0645-13.
15. State Standard 9.050–75. *A unified system of protection against corrosion and aging. Lacoclanse coatings. Methods of laboratory tests on resistance to molds*. Moscow: Publishing house of standards, 1976, 5 p.
16. State Standard 9.058–75. *A unified system of protection against corrosion and aging. The materials are polymer, wood, fabric, paper, cardboard. Testing methods for resistance to termite damage*. Moscow: Publishing house of standards, 1976, 9 p.
17. ASTM D5588-97. *Standard Test Method for Determination of the Microbial Condition of Paint, Paint Raw Materials, and Plant Areas*, 2021. Available at: <https://www.astm.org/D5588-97r21> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/D5588-97R21.
18. ASTM D5590-00. *Standard Test Method for Determining the Resistance of Paint Films and Related Coatings to Fungal Defacement by Accelerated Four-Week Agar Plate*. Available at: <https://www.astm.org/D5590-00> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/D5590-00.
19. State Standard 9.060–75. *A unified system of protection against corrosion and aging. Fabrics. The method of laboratory tests for resistance to microbiological destruction*. Moscow: Publishing House of Standards, 1977, 10 p.
20. ISO 17556-2012. *Plastics – Determination of the ultimate aerobic biodegradability of plastic materials in soil by measuring the oxygen demand in a respirometer or the amount of carbon dioxide evolve*, 2019. Available at: <https://www.iso.org/standard/56089> (accessed: April 10, 2023).
21. State Standard 9.085–78. *A unified system of protection against corrosion and aging. Lubents lubricants. Testing methods for bio resistance*. Moscow: Publishing House of Standards, 1978, 5 p.
22. State Standard 9.023–74. *A unified system of protection against corrosion and aging. Oil fuels. The method of laboratory tests of bio resistance of fuels protected by antimicrobial additives*. Moscow: Publishing house of standards, 1975, 5 p.
23. ASTM E1259-16. *Standard Practice for Evaluation of Antimicrobials in Liquid Fuels Boiling Below 390 °C*, 2018. Available at: <https://www.astm.org/E1259-16> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/E1259-16.
24. State Standard 9.049–91. *A unified system of protection against corrosion and aging. The materials are polymer and their components. Methods of laboratory tests on resistance to mold mushrooms*. Moscow: Publishing house of standards, 1991, 13 p.
25. ASTM C1338-08. *Standard Test Method for Determining Fungi Resistance of Insulation Materials and Facings*, 2014. Available at: <https://www.astm.org/C1338-08> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/C1338-08.
26. ASTM G21-15. *Standard Practice for Determining Resistance of Synthetic Polymeric Materials to Fungi*, 2021. Available at: <https://www.astm.org/G21-15e01> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/G0021-15R21E01.
27. ASTM D4783-01. *Standard Test Methods for Resistance of Adhesive Preparations in Container to Attack by Bacteria, Yeast, and Fungi*, 2021. DOI: 10.1520/D4783-01R21.
28. Lucas N., Bienaime C., Belloy C. et al. Polymer biodegradation: mechanisms and estimation techniques // *Chemosphere*, 2008, no. 4, p. 429. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2008.06.064.
29. Suvorova A.I., Tyukova I.S. Biodegradable systems: thermodynamics, rheological properties and biocation // *Vysokomolekulyarnye soyedineniya*, 2008, vol. 50, no. 7, pp. 1162–1171.
30. ASTM D5338-15. *Standard Test Method for Determining Aerobic Biodegradation of Plastic Materials Under Controlled Composting Conditions*, 2021. Available at: <https://www.astm.org/D5338-15r21> (accessed: April 10, 2023). DOI: 10.1520/D5338-15R21.

31. ASTM D5509-96. *Standard Practice for Exposing Plastics to a Simulated Compost Environment*. Available at: <https://www.astm.org/D5509-96> (accessed: April 10, 2023).
32. Averina A.E., Nikolaev E.V. The use of the method of radioactive indicators to study the mechanisms of structural changes in polymeric materials // *Climate 2018: issues of forecasting corrosion, aging and biopersion of materials: Materials III All-Rus. Sci.-tech. Conf.* (Gelendzhik, July 19–20, 2018). Moscow: VIAM, 2018, pp. 7–21.
33. Voges R., Heys J.R., Moenius T. *Preparation of compounds labeled with tritium and carbon-14*. Wiley, 2009, pp. 682.
34. Ledderose C., Bao Y., Zhang J., Junger W.G. Novel method for real-time monitoring of ATP release reveals multiple phases of autocrine purinergic signalling during immune cell activation // *Acta Physiologica*, 2015, vol. 213, pp. 334–345. DOI: 10.1111/apha.12435.
35. Cho M.H., Niles A., Huang R. et al. A bioluminescent cytotoxicity assay for assessment of membrane integrity using a proteolytic biomarker // *Toxicology in Vitro*, 2008, vol. 22, pp. 1099–1106. DOI: 10.1016/j.tiv.2008.02.013.
36. Moravec R.A., O'Brien M.A., Daily W.J. et al. Cell-based bioluminescent assays for all three proteasome activities in a homogeneous format // *Analytical Biochemistry*, 2009, vol. 387, pp. 294–302. DOI: 10.1016/j.ab.2009.01.016.
37. Zhang T., Herbert F. Application of real-time polymerase chain reaction for quantification of microorganisms in environmental samples // *Applied microbiology and biotechnology*, 2006, vol. 70, pp. 281–289. DOI: 10.1007/s00253-006-0333-6.
38. Zislis T., Mark D.E., Cerbas E.L., Hollinger J.O. Scanning electron microscopic study of cell attachment to biodegradable polymer implants // *Journal Oral Implantology*, 1989, vol. 15, pp. 160–167.
39. Funabashi M., Ninomiya F., Kunioka M. Biodegradation of Polycaprolactone Powders Proposed as Reference Test Materials for International Standard of Biodegradation Evaluation Method // *Journal of polymers and the environment*, 2007, vol. 15, pp. 7–17. DOI: 10.1007/s10924-006-0041-4.

Информация об авторах

Ермишев Владимир Юрьевич, ведущий инженер, к.б.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Лаптев Анатолий Борисович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Старцев Валерий Олегович, начальник лаборатории, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Vladimir Yu. Ermishev, Leading Engineer, Candidate of Sciences (Bio.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Anatoly B. Laptev, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Valery O. Startsev, Head of Laboratory, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 26.04.2023; одобрена и принята к публикации после рецензирования 17.05.2023.

The article was submitted 26.04.2023; approved and accepted for publication after reviewing 17.05.2023.



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

Всероссийский научно-исследовательский институт
авиационных материалов



НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» – ВИАМ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
НАУЧНЫЙ ЦЕНТР



- 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 НИЦ «Курчатовский институт» – 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, Росаккредитацией, 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.



национальная
система
аккредитации
инфраструктура
доверия



SAFRAN
Snecma



Ульяновский научно-технологический центр ВИАМ –
НИЦ «Курчатовский институт»



Разработка технологий и производство
полуфабрикатов и изделий из ПКМ.

Геленджикский центр климатических
испытаний ВИАМ им. Г.В. Акимова –
НИЦ «Курчатовский институт»



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 по специальным материалам ВИАМ –
НИЦ «Курчатовский институт»



Разработка технологий и производство бериллийсодержащих
сплавов, полимерных связующих, препрегов, материалов
для безэховых камер.

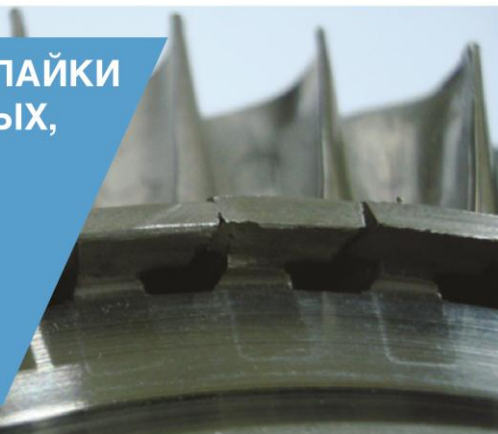
Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru

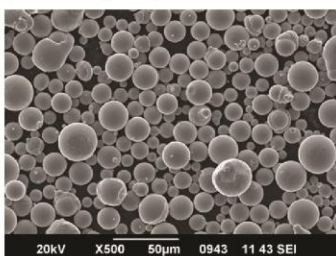
ПАЙКА КОНСТРУКЦИОННЫХ И ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ РЕМОНТ ДЕТАЛЕЙ МЕТОДОМ ПАЙКИ

**РАЗРАБОТКА ПРИПОЕВ И ТЕХНОЛОГИЙ ПАЙКИ
НИКЕЛЕВЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ, ТИТАНОВЫХ,
МЕДНЫХ СПЛАВОВ И СТАЛЕЙ
В ОДНОИМЕННОМ И РАЗНОИМЕННОМ
СОЧЕТАНИЯХ, ТЕХНОЛОГИЙ ПАЙКИ
РАЗЛИЧНЫХ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ
МАТЕРИАЛОВ И СЛОЖНЫХ
КОНСТРУКЦИЙ.**

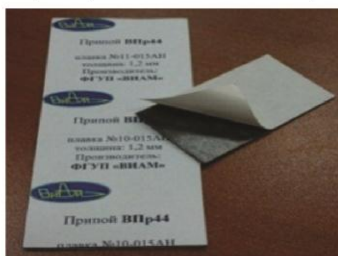


ТЕХНОЛОГИИ ПАЙКИ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ПРИ ИЗГОТОВЛЕНИИ И РЕМОНТЕ ГТД: НИКЕЛЕВЫЕ ЖАРОПРОЧНЫЕ И ТИТАНОВЫЕ ПРИПОИ:

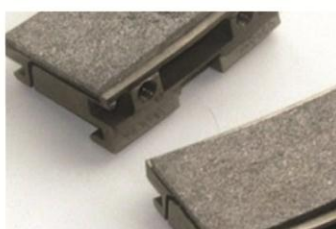
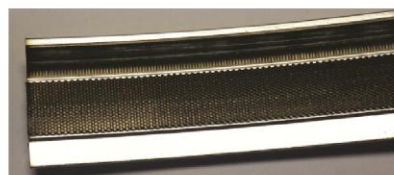
- прочность паяных соединений на уровне 0,7–0,95 от прочности соединяемых материалов;
- совмещение режима пайки с режимом термообработки основного материала.



- сферическая форма гранул;
- низкое содержание кислорода (менее 0,010%).



- Припои на органическом связующем
в виде самоклеящихся лент:**
- срок хранения 12 месяцев;
 - толщина – от 0,5 до 5 мм;
 - надежная фиксация на изделии.



НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЕ ПРИПОИ:

- прочность паяных соединений в 1,5–2,5 раза выше по сравнению с оловянно-свинцовыми припоями;
- коррозионная стойкость в 2–4 раза выше по сравнению с оловянно-свинцовыми припоями.

МЫ СЕРИЙНО ПРОИЗВОДИМ И ПОСТАВЛЯЕМ ПРИПОИ МАРОК:

- титановые – ВПр16, ВПр28;
- никелевые – ВПр7, ВПр11, ВПр24, ВПр27, ВПр36, ВПр42, ВПр44, ВПр50;
- низкотемпературные – ВПр35, ВПр40;
- медно-никелевые – ВПр1, ВПр4.



СВАРКА КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ РЕМОНТ ДЕТАЛЕЙ МЕТОДОМ СВАРКИ

ИССЛЕДОВАНИЕ СВАРИВАЕМОСТИ
АЛЮМИНИЕВЫХ, НИКЕЛЕВЫХ,
ТИТАНОВЫХ, МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ
И СТАЛЕЙ, РАЗРАБОТКА
СОВРЕМЕННЫХ ТЕХНОЛОГИЙ
СВАРКИ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩИХ
ДОСТИЖЕНИЕ ВЫСОКИХ
ХАРАКТЕРИСТИК СОЕДИНЕНИЯ.



Комплекс электронно-лучевой
сварки на базе установки
АЭЛТК-11-486

5 000 образцов
в год
до 1 000 валов
в год



до 5 000
типовых образцов
в год

Роботизированный технологический
комплекс лазерной гибридной
сварки Laser Weld 8R60

Комплекс дуговой сварки
на базе EWM415

до 2 000 образцов
в год



до 1 500 образцов
в год

Ротационная сварка
трением

МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- разработку технологий сварки плавлением (автоматическая аргоно-дуговая сварка (ААрдЭС), лазерная сварка (ЛС), электронно-лучевая сварка (ЭЛС), гибридная сварка (ГС) и др.) современных конструкционных материалов;
- разработку технологий сварки в твердой фазе: сварка трением с перемешиванием (СТП), ротационная сварка трением (РСТ), полуфабрикатов из алюминиевых, никелевых, титановых сплавов и сталей;
- разработку технологий ремонта деталей методом сварки;
- трансфер технологий для различных отраслей промышленности.

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.ru



СОПЛА ДЛЯ РАСПЫЛЕНИЯ РАСПЛАВЛЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ И КЕРАМИЧЕСКИЕ ЭМИТТЕРЫ

ВЫПУСКАЮТСЯ КЕРАМИЧЕСКИЕ СОПЛА
ШИРОКОГО РЯДА ТИПОРАЗМЕРОВ,
ПРИМЕНЯЕМЫЕ ПРИ РАСПЫЛЕНИИ
РАСПЛАВЛЕННЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ,
И КЕРАМИЧЕСКИЕ ЭМИТТЕРЫ ДЛЯ
ПРОВЕДЕНИЯ ПРОЦЕССОВ
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ СВАРКИ

Производственные
мощности

130 кг

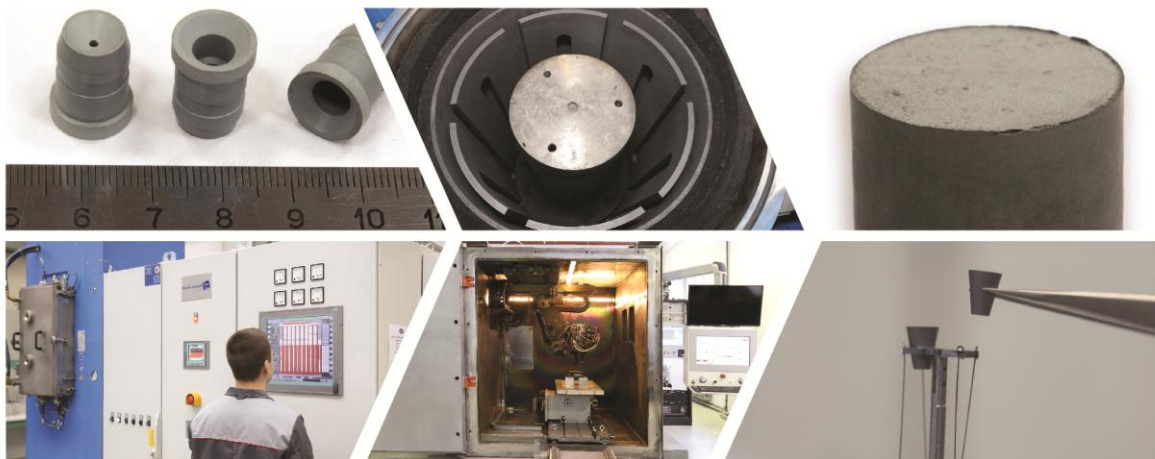
керамического композиционного
материала в год

5000 шт.

сопел в год

1 500 – 2 000 шт.

катодов в год



МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- разработку составов и технологий изготовления керамических материалов конструкционного и функционального назначения;
- керамический композиционный материал ВМК-17;
- сопла из ВМК-17 диаметром от 12 до 36 мм и высотой от 16 до 90 мм;
- керамические эмиттеры 4,7 мм и толщиной 1,5 мм;
- керамические эмиттеры диаметром 6,0 мм и толщиной 1,5 мм;
- керамические эмиттеры сложной формы по чертежам заказчика.

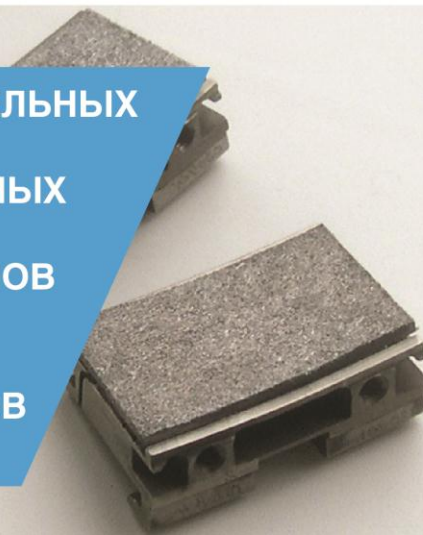
Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09

на правах рекламы

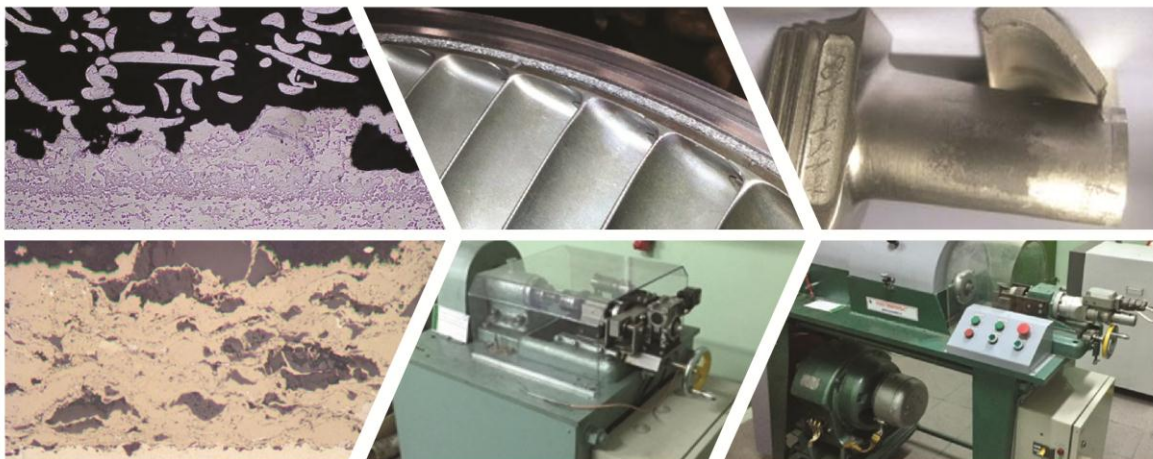
E-mail: admin@viam.ru
www.viam.ru

УПЛОТНИТЕЛЬНЫЕ МАТЕРИАЛЫ ПРОТОЧНОЙ ЧАСТИ ГТД

РАЗРАБОТКА ЭФФЕКТИВНЫХ УПЛОТНИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПРОТОЧНОЙ ЧАСТИ ГТД – ИСТИРАЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ СТАТОРНЫХ ДЕТАЛЕЙ КОМПРЕССОРА И ТУРБИНЫ, АБРАЗИВНО-ИЗНОСОСТОЙКИХ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ТОРЦОВ РАБОЧИХ ЛОПАТОК. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ УПЛОТНИТЕЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ДЕТАЛЕЙ ТРЕНИЯ.



- разработка и исследование эксплуатационных свойств уплотнительных материалов проточной части ГТД – истираемых материалов для статорных деталей компрессора и турбины, абразивно-износостойких материалов для торцов рабочих лопаток;
- разработка уплотнительных материалов и технологий их нанесения на детали ГТД;
- изготовление опытных партий истираемых уплотнительных элементов на основе металлических волокон;
- исследование эксплуатационных характеристик уплотнительных материалов проточной части (проведение комплекса исследований и испытаний, позволяющих дать оценку эффективности применения истираемых и абразивно-износостойких материалов турбины и компрессора ГТД).



МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- разработку уплотнительных материалов по техническому заданию;
- проведение исследований эксплуатационных характеристик уплотнительных материалов с выдачей заключения;
- совместные работы по опробованию новых уплотнительных материалов в изделиях заказчика.



УНТЦ ВИАМ – НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

ОДНО ИЗ ВЕДУЩИХ ПРЕДПРИЯТИЙ УЛЬЯНОВСКОЙ
ОБЛАСТИ ПО РАЗРАБОТКЕ ИННОВАЦИОННЫХ
ТЕХНОЛОГИЙ.

ПРОИЗВОДИТ ПОЛУФАБРИКАТЫ И ИЗДЕЛИЯ
ИЗ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ
МАТЕРИАЛОВ.



Производственные
мощности:

40 т	растворных связующих в год	25 т	расплавных связующих в год	100 м ²	формообразующих оснасток
50 000	пог.м	препрегов на основе растворных связующих	30 000	шт	листов стекло- и оргопластиков
500 000	пог.м	клеевых препрегов марки КМКС	350 000	пог.м	препреги нового поколения
1 200	шт	заготовок панелей пола	20 т	заготовок изделий из ПКМ	

УНТЦ выпускает широкую номенклатуру материалов, полуфабрикатов и изделий из ПКМ на высоком научно-техническом уровне.



МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- клеевые препреги;
- препреги на основе расплавных связующих;
- клеевые пленки;
- заготовки панелей пола;
- заготовки обтекателей;
- заготовки гибких и жестких патрубков для СКВ ЛА;
- процессинг изготовления продукции на основе давальческих материалов;
- препреги на основе стеклотканей и полимерных связующих;
- препреги на основе углеродных тканей;
- полимерные связующие;
- листовой оргопластик;
- формообразующие оснастки из GRV\$
- листовой оргопластик
- изделия из ПКМ по согласованию с заказчиком;
- дополнительное профессиональное образование «Технология ремонта изделий из ПКМ».

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.ru; untc.viam.ru



ВЭТЦ ВИАМ – НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

УНИКАЛЬНЫЙ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ И ПРОИЗВОДСТВЕННЫЙ ЦЕНТР ПО ОБРАБОТКЕ БЕРИЛЛИЯ И БЕРИЛЛИЙСОДЕРЖАЩИХ СТАЛЕЙ И СПЛАВОВ, С ЗАМКНУТЫМ МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИМ ЦИКЛОМ ПРОИЗВОДСТВА.

НА ПРОИЗВОДСТВЕННЫХ ПРОЩАДЯХ ВЭТЦ ВИАМ ТАКЖЕ СОЗДАНЫ УЧАСТКИ ПО ИЗГОТОВЛЕНИЮ СПЕЦИАЛЬНЫХ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ.

Производственные мощности:

29

т бериллийсодержащие стали и сплавы в год

209

единиц технологического и исследовательского оборудования

10

т препрегов ПКМ в год

7700

м²

площадь производственных помещений

13

производственных участков



МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- изготовление пластин и дисков бериллиевых герметичных, фольги бериллиевой вакуум-плотной радиационно-прозрачной повышенной чистоты толщиной от 10 мкм; паяных бериллиевых окон для рентгеновской техники; полуфабрикатов и изделий из бериллия по чертежам заказчика;
- нанесение гальванических и комплексных защитных покрытий на изделия из бериллия;
- выплавку сплавов ВНС-32 и 97НЛ-ВИ, алюминий-бериллиевой лигатуры АБ-1 и АБ-2, медно-бериллиевой лигатуры МБ-1 и МБ-2;
- изготовление прутков диаметром 12–60 мм из жаропрочной бериллийсодержащей коррозионностойкой стали марки ВНС-32-ВИ, ленты из бериллийсодержащего сплава 97НЛ-ВИ;
- изготовление клеев и клеевых связующих: ВСЭ-1212, ВСП-3М, ВСК-14-2МР, ВСК-14-2М, ВСВ-43, ВСЭ-34, ВСЭ-37, ВСЭ-33, ВПБ-45, ВСЭ-39, РСФ-250, ВСК-14-3, ВСК-14-4М;
- изготовление препрегов ПКМ шириной 300 и 1000 мм: ПУ-4э-2м, СТ-ВПС-33, ЭНФБ-2М, СТП-97с, СТ-69Н, СТ-69Н-14;
- изготовление углеродных тканых наполнителей полотняного и саржевого переплетения шириной 1000 мм для ПКМ: ВТКУ-2.200, ВТКУ-2.280, ВТКУ-3, ВТКУ-2.200Т;
- изготовление котонизированного льняного волокна, целлюлозного волокна, химическая модификация целлюлозы, формирование сверхлегких смесевых материалов на основе кварцевого и базальтового волокон с применением котонизированного льняного волокна, приготовление и иглопробивная обработка смеси высокотемпературных оксидных волокон и котонизированного льняного волокна, изготовление прекурсоров оксида циркония ОХЦ-В, оксида алюминия.

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.ru; vetc.viam.ru

ЕДИНСТВЕННЫЙ В РФ ЦЕНТР КЛИМАТИЧЕСКИХ
ИСПЫТАНИЙ, АККРЕДИТОВАННЫЙ ФЕДЕРАЛЬНЫМ
АГЕНТСТВОМ ВОЗДУШНОГО ТРАНСПОРТА
(РОСАВИАЦИЯ), ВХОДЯЩИЙ
В МЕЖДУНАРОДНУЮ СЕТЬ СТАНЦИЙ
КЛИМАТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ
ATLAS MATERIAL TESTING TECHNOLOGY LLC.



Основные
показатели:

2118 м²

площадь лабораторно-
исследовательского
корпуса

>100

единиц испытательного
и исследовательского
оборудования

1100 м²

площадь атмосферного
испытательного полигона

200 м²

площадь
силового пола

Центр климатических испытаний расположен в приморской атмосфере умеренно теплого климата с мягкой зимой (ГОСТ 16350) с коррозионной агрессивностью атмосферы (9 баллов по ГОСТ 9.039 и C3-C5 по ISO 9223)

Атмосферный испытательный полигон:

Открытая площадка –
до **10000**
образцов одновременно



Площадка под навесом –
до **1000**
образцов одновременно



Силовой пол с нагрузкой
до **500 МПа**



Площадка для испытаний
узлов и конструкций –
288 м²



Испытания при совместном воздействии
климатических факторов,
статических и циклических нагрузок



Метеостанция,
работающая в непрерывном
автоматическом режиме



Лабораторные исследования:



Физико-механические
испытания



Исследования методами
неразрушающего контроля



Металлофизические
исследования



Химико-аналитические
исследования



Исследования теплофизических
свойств



Электрохимия
и исследования покрытий



Испытания при повышенной
температуре и влаге



Испытания при повышенных и пониженных
температурах, а также при их знако-
переменном воздействии



Испытания в коррозионно-
активных средах



Испытания и исследования
систем защиты

МЫ ПРЕДЛАГАЕМ:

- натурные испытания металлических и неметаллических материалов, систем защиты, конструкций, в том числе при совместном воздействии механических нагрузок и климатических факторов;
- полный комплекс лабораторных испытаний и исследований материалов, элементов конструкций, а также систем защиты;
- разработку, подбор, отработку методов и средств защиты от коррозии, старения и биоповреждений для металлических и неметаллических материалов, конструкций и изделий;
- установление сроков службы материалов в предполагаемых условиях эксплуатации.

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.ru; gcki.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