

№4
(158)
2026

ISSN 2307-6046



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

Всероссийский научно-исследовательский институт
авиационных материалов



ТРУДЫ ВИАМ



ТРУДЫ ВИАМ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ ЖУРНАЛ

ИЗДАЕТСЯ С 2013 ГОДА

№ 4 (158) апрель 2026

Учредитель периодического издания:

НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Редакционный совет

Председатель совета – главный редактор:

Каблов Е.Н. академик РАН, профессор (НИЦ «Курчатовский институт»)

Заместитель председателя совета – заместитель главного редактора:

Антипов В.В. докт. техн. наук, профессор РАН
(НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей»)

Члены совета:

Кокорин В.Н.	докт. техн. наук, профессор (Ульяновский государственный технический университет)
Кондрашов С.В.	докт. техн. наук (МГТУ им. Н.Э. Баумана)
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, Н.В. Ананьева;
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 № ФС77-82768 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).

При использовании материалов в любой форме ссылка на журнал «Труды ВИАМ» обязательна.

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

ТРУДЫ ВИАМ TRUDY VIAM

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

SCIENTIFIC AND TECHNICAL JOURNAL

СОДЕРЖАНИЕ

Жаропрочные сплавы и стали

Форостович Т.Л., Нарский А.Р., Битюцкая О.Н. Удаление модельных композиций из оболочковых форм с использованием бойлерклава

Леонов А.В., Вознесенская Н.М., Ульянов Е.И., Якушева Н.А., Елисеев Э.А. Исследование новой коррозионностойкой автоматной стали

Герасимов Д.М., Краснов И.С., Далин М.А. Проблемы количественной оценки дефектности гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов

Севальнев Г.С., Дульнев К.В., Обливанцев К.Д. Анализ склонности к деформационному упрочнению в зависимости от температуры обработки тонкостенных труб из азотсодержащей коррозионностойкой стали

Полимерные материалы

Манжосова Е.Н., Лукина Н.Ф., Исаяев А.Ю., Смирнов О.И. Подходы к созданию клеев для склеивания неполярных резин на основе натурального каучука с металлами в процессе вулканизации

Композиционные материалы

Бабашов В.Г., Максимов В.Г., Бутаков В.В., Варрик Н.М. Исследование фазовых превращений и образования кристаллических фаз в материалах для футеровки высокотемпературных электрических печей

Старцев О.В., Девирная Е.В., Корниенко Г.В., Петров М.Г. Влияние сорбированной влаги на прочность и долговечность углепластика

CONTENTS

Heat-resistant alloys and steels

Forostovich T.L., Narsky A.R., Bityutskaya O.N. Removal of model compositions from shell molds using a boiler autoclave

Leonov A.V., Voznesenskaya N.M., Ulyanov E.I., Yakusheva N.A., Eliseev E.A. Investigation of a new corrosion-resistant free-machining steel

Gerasimov D.M., Krasnov I.S., Dalin M.A. Problems of quantitative assessment of defectiveness in granulated nickel-base superalloys

Sevalnev G.S., Dulnev K.V., Oblivantsev K.D. Study of strain hardening propensity as a function of processing temperature in thin-walled tubes produced from nitrogen-containing corrosion-resistant steel

Polymer materials

Manzhosova E.N., Lukina N.F., Isayev A.Yu., Smirnov O.I. Approaches to creation of adhesives for gluing of non-polar rubbers based on natural rubber with metals in curing process

Composite materials

Babashov V.G., Maksimov V.G., Butakov V.V., Varrik N.M. Investigation of phase transformations and formation of crystalline phases in materials for lining high-temperature electric furnaces

Startsev O.V., Dvirnaya E.V., Kornienko G.V., Petrov M.G. The effect of moisture on the strength and durability of carbon fiber reinforced plastic

Бутузов А.В., Лебедева Ю.Е., Семина А.В., Серкова Е.А., Лонский С.Л. Влияние природы и концентрации смачивающе-диспергирующей добавки на реологические свойства и стабильность высоконаполненных керамических суспензий на основе оксида алюминия

85 **Butuzov A.V., Lebedeva Yu.E., Semina A.V., Serkova E.A., Lonskii S.L.** Influence of the nature and concentration of the wetting-dispersing additive on the rheological properties and stability of highly filled ceramic slurries based on aluminum oxide

Паращенко Н.М., Тупиков А.С. Обзор керамических материалов, получаемых из полимеров (PDC). Часть 2. Свойства керамики и влияние наполнителей на них

104 **Parashchenko N.M., Tupikov A.S.** Review of polymer-derived ceramics (PDC). Part 2. Properties of ceramics and the effect of fillers on them

Защитные и функциональные покрытия

Protective and functional coatings

Васильев А.С., Вдовин А.И., Закирова Л.И., Кольцова М.А. Современные тенденции развития гальванических защитных покрытий, работоспособных при температуре до 600 °С

121 **Vasiliev A.S., Vdovin A.I., Zakirova L.I., Koltsova M.A.** Modern trends in the development of galvanic protective coating that can operate at temperatures up to 600 °C

Испытания материалов

Material tests

Севостьянов Н.В., Пастух Е.С., Щеголева Н.Е., Вершинин Д.И., Викулин В.В. Закономерности сухого трения Si_3N_4 с материалами разного типа

133 **Sevostyanov N.V., Pastukh E.S., Shchegoleva N.E., Vershinin D.I., Vikulin V.V.** Patterns of dry friction of Si_3N_4 with different types of materials

Галкин В.И., Головкин П.А., Дворецков Р.М., Галкин Е.В. О возможных причинах разрушения припоев типа ПЗлМ вакуумной плавки

146 **Galkin V.I., Golovkin P.A., Dvoretzky R.M., Galkin E.V.** About possible destruction causes of vacuum melted PZIM-type solders

Демидов А.А., Трапезников А.В., Косарина Е.И., Осияненко Н.В. Особенности неразрушающего контроля отливок из силумина методом рентгеновской компьютерной томографии

158 **Demidov A.A., Trapeznikov A.V., Kosarina E.I., Osiyanenko N.V.** Features of non-destructive testing of silumin castings by X-ray computed tomography

Шашурин Д.А., Сидоров Д.В., Суслова Е.В., Мартынова Н.А., Шелков Г.А. Визуализация адсорбции тяжелых элементов в промышленных фильтрах методом энергочувствительной компьютерной томографии

168 **Shashurin D.A., Sidorov D.V., Suslova E.V., Martynova N.A., Shelkov G.A.** Visualization of adsorption of heavy elements in industrial filters by energy-sensitive computed tomography

Кривушина А.А., Старцев В.О. Идентификация коллекции мицелиальных грибов НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ молекулярно-генетическими методами. Часть 1

183 **Krivushina A.A., Startsev V.O.** Identification of the mycelial fungi collection of NRC «Kurchatov Institute» – VIAM by molecular genetic methods. Part 1

Дворецкая Е.В., Колмаков А.О., Бузенков А.В., Потапов М.В., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. Наноиндентирование микропроводов редкоземельных сплавов

193 **Dvoretzskaya E.V., Kolmakov A.O., Buzenkov A.V., Potapov M.V., Piskorsky V.P., Morgunov R.B.** Microhardness of rare earth microwires

Научная статья

УДК 621.74

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-3-10

УДАЛЕНИЕ МОДЕЛЬНЫХ КОМПОЗИЦИЙ ИЗ ОБОЛОЧКОВЫХ ФОРМ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ БОЙЛЕРКЛАВА

Т.Л. Форостович¹, А.Р. Нарский¹, О.Н. Битюцкая¹

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

Аннотация. Ответственные детали газотурбинных двигателей изготавливают из жаропрочных никелевых сплавов методом точного (прецизионного) литья, называемого также литьем по выплавляемым моделям. Удаление модельных композиций из оболочковых форм – важнейшая стадия данного технологического процесса, в значительной степени определяющая качество готовой отливки. Рассмотрены особенности широко применяемого в отечественной промышленности современного способа удаления воскообразных модельных составов – в среде перегретого водяного пара с использованием бойлерклава.

Ключевые слова: газотурбинный двигатель, лопатки, жаропрочные сплавы, точное литье, воскообразные модельные композиции, оболочковые формы, бойлерклав

Для цитирования: Форостович Т.Л., Нарский А.Р., Битюцкая О.Н. Удаление модельных композиций из оболочковых форм с использованием бойлерклава // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 3–10. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-3-10.

Scientific article

REMOVAL OF MODEL COMPOSITIONS FROM SHELL MOLDS USING A BOILER AUTOCLAVE

T.L. Forostovich¹, A.R. Narsky¹, O.N. Bityutskaya¹

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

Abstract. Responsible parts of gas-turbine engines are made of nickel superalloys by the method of precise (precision) casting, also called investment casting. Removal of model compositions from shell molds is the most important stage of this technological process, which largely determines the quality of the finished casting. The article examines the features of the modern method of removing waxy model compositions, which is widely used in the domestic industry, using a boiler-autoclave in a medium of superheated water vapor.

Keywords: gas turbine engine, blades, superalloys, precision casting, waxy model compositions, casting molds, boiler room

For citation: Forostovich T.L., Narsky A.R., Bityutskaya O.N. Removal of model compositions from shell molds using a boiler autoclave. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 3–10. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-3-10.

Введение

Рабочие лопатки, изготавливаемые из жаропрочных сплавов на основе никеля, – это наиболее ответственные элементы газотурбинных двигателей и газотурбинных установок. Они принимают на себя поток раскаленных газов, испытывая при этом

в течение длительного времени воздействие агрессивной коррозионной среды, возникающей как следствие образования продуктов сгорания топлива. Работа лопаток также связана со статическими и динамическими напряжениями растяжения, знакопеременными, термическими и иными нагрузками [1–3].

Температура газа на входе в турбину намного превышает температуру плавления сплава, из которого изготавливают лопатки. Работоспособность лопаток, определяющая мощность самого двигателя, достигается большей частью за счет системы их транспирационного (или проникающего) охлаждения и комплекса теплозащитных покрытий, что позволяет эффективно повышать температуру газа перед турбиной до высоких значений [1, 2, 4, 5]. Кроме того, приблизительно 1/3 прироста температуры обеспечивают такие факторы, как улучшение служебных характеристик жаропрочных сплавов, достигаемое за счет их легирования, а также оптимизация процессов металлургии (выплавки сплавов) и внедрение монокристаллического литья [4].

Изначально, на рубеже 1940–1950-х гг. во Всесоюзном научно-исследовательском институте авиационных материалов под научным руководством академика С.Т. Кишкина было найдено решение проблемы повышения температурного порога применения рабочих лопаток, когда удалось организовать производство деталей газотурбинных двигателей из жаропрочных литейных сплавов [1, 2, 6]. Тогда появились новые марки сплавов (ЖСЗ, ЖС6, ЖС6К) и разработано специальное литейное оборудование. Технология литья по выплавляемым моделям, которая также называется прецизионным (от французского *précision* – точность) или точным литьем, применяющаяся и в настоящее время, позволила обеспечить следующие преимущества: получение идеального качества поверхности и высокой точности размеров отливок, причем любой геометрически сложной формы. Если ранее технологию точного литья использовали в основном при производстве художественных изделий, то для деталей газотурбинных двигателей различных конструкций точное литье оказалось единственно возможным способом получения.

Отметим, что в турбинах современных газотурбинных двигателей практически полностью отсутствуют рабочие неохлаждаемые лопатки, изготовленные методом горячей объемной штамповки из заготовок [7].

Требования к процессу удаления модельных композиций

Один из самых важных этапов прецизионного литья – это удаление модельных композиций из керамических оболочковых форм. От качества проведения данной технологической операции зависит как наличие дефектов в виде шероховатостей и трещин керамической формы (а значит, и дефектов готовой литой детали), так и чистота ее поверхности. По этой причине требуется обеспечить сохранение прочностных свойств и целостности огнеупорной оболочки, а также максимально возможную полноту удаления модельного состава. Оставшуюся в форме модельную массу, как правило, выжигают во время прокаливания керамики, однако при наличии внутренних труднодоступных полостей будет существовать опасность их загрязнения остаточным углеродом, что может повлечь за собой образование литейных дефектов и привести к браку готовой детали.

Непосредственно процесс выплавления (или вытапливания) модельного состава обычно происходит в результате контакта модельного блока с внешней теплоносящей средой. Существует ряд способов удаления модельных композиций из оболочковых форм. Наиболее часто используются следующие теплоносители: горячая вода, горячий воздух, расплав модельного состава, высококипящие органические жидкости типа глицерина, перегретый водяной пар [8–13]. Данные варианты удаления различаются температурой и продолжительностью процесса, вероятностью образования трещин на огнеупорной форме, возможным количеством остаточного материала модели.

Еще один известный и перспективный способ заключается в возможности генерации тепла непосредственно в форме и представляет собой так называемый диэлектрический

нагрев, а именно – воздействие на форму микроволновым электромагнитным излучением сверхвысокочастотного диапазона [8, 14–18].

Коэффициент литейного теплового расширения воскообразного модельного состава значительно превышает подобный коэффициент для керамики, поэтому при нагреве возрастает воздействие расширяющейся модели на оболочковую форму. Медленное повышение температуры при этом недопустимо, поскольку оно приводит к равномерному прогреву модели и ее расширению одновременно по всему объему. Возникающие напряжения могут превысить предел прочности керамики, в результате чего на форме образуются трещины и возможно даже ее разрушение.

Поэтому важно обратить внимание на то, что применение резкого нагрева – это основной технологический прием против возникновения трещин. Величина напряжений значительно уменьшается как только происходит подплавление пограничного слоя модельного состава. Он начинает вытекать из полости формы, что сопровождается образованием зазора между оболочковой формой и поверхностью модели.

Особенности применения бойлерклава для удаления модельных композиций

В настоящее время современным, эффективным и часто используемым на предприятиях способом удаления воскообразных модельных композиций из оболочковых форм является применение в качестве теплоносителя перегретого водяного пара под высоким давлением. Подобная технология заключается в крайне быстром нагреве с использованием специального оборудования (бойлерклава) и оплавлении тонкого внешнего слоя восковой модели, граничащего с огнеупорной формой. Расплавившись, поверхностный слой модельной композиции вытекает из полости формы, исключая механическую нагрузку на ее стенки [11]. Данный способ отличается технологичностью, безопасностью, рациональностью, высокой производительностью, качеством получаемой продукции.

Чаще всего на отечественных предприятиях используются бойлерклавы производства следующих стран: Великобритании, Италии, Китая, а ранее – производства СССР (г. Тирасполь, Тираспольский завод литейных машин им. С.М. Кирова).

На рис. 1 [10] представлена схема, а на рис. 2 – фотографии бойлерклава.

Конструкция бойлерклава представляет собой изготовленный из стали горизонтальный сварной аппарат типа «сосуд в сосуде», состоящий из двух соединенных трубопроводом рабочих пространств: бойлера, называемого также парогенератором, и автоклава. Рабочая камера автоклава размещена внутри бойлера. В камере бойлера находится вода, контактирующая с электрическими нагревательными элементами. Она поддерживает высокую температуру, создавая эффект так называемой «нагревательной рубашки». Вследствие этого генерируется пар, поступающий за счет перепада давления в автоклав. На трубопроводе, соединяющем бойлер и автоклав, обычно устанавливают шаровой кран. В конструкцию бойлерклава входят также водяной насос, арматура, предохранительные устройства и контрольно-измерительные приборы. В современных бойлерклавах внешние поверхности камер имеют многослойную теплоизоляцию.

Процесс выплавления модельного состава в бойлерклаве состоит из следующих технологических операций: включение бойлерклава; задание необходимых технологических параметров (давление и продолжительность выдержки); выработка пара по заданным параметрам; открытие двери бойлерклава; установка и загрузка готовящихся к удалению моделей керамических форм в рабочую камеру; закрытие двери камеры; напуск пара в рабочую камеру, расплавляющего модельную композицию; выдержка блоков в камере; сброс давления и выпуск пара; открытие двери при атмосферном давлении внутри камеры; разгрузка и выключение бойлерклава. Расплавленный модельный состав удаляется в специальную емкость для его сбора.

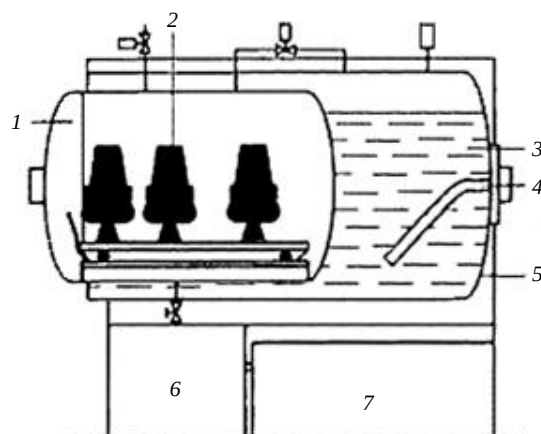


Рис. 1. Принципиальная схема бойлерклава для удаления модельных композиций: 1 – рабочая камера; 2 – керамическая форма; 3 – вода; 4 – электрический нагреватель; 5 – бойлер; 6 – разделитель воды и модельной композиции; 7 – емкость для сбора модельной композиции

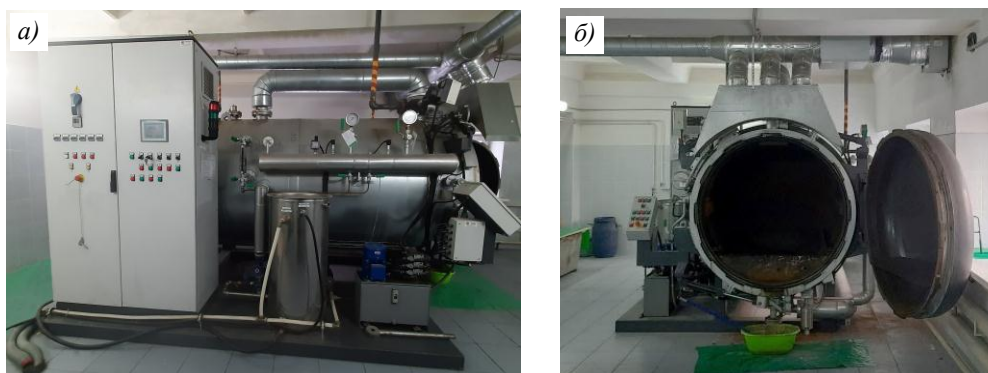


Рис. 2. Бойлерклав для удаления модельных композиций: а – вид сбоку; б – вид спереди

В процессе выплавления моделей в рабочей камере автоклава температура перегретого пара может повышаться до 200 °С, а крайне быстрое оплавление модели происходит ввиду высокой теплоемкости пара. Трещины в оболочковой форме не успевают образовываться, так как модельная композиция не успевает расширяться в результате нагревания.

Продолжительность цикла удаления модельного состава занимает не более 50 мин, производительность процесса зависит от объема рабочей камеры и может составлять несколько сотен килограммов в час. К достоинствам применяемого оборудования можно отнести повышенный ресурс сосуда, рассчитанный на десятки тысяч циклов, и срок службы – не менее 20 лет.

В соответствии с нормами международных стандартов контроль безопасности работы обеспечивается функционирующими надежными системами защиты и блокировки. Так, в отсек для форм невозможно подать пар, пока дверь не будет надежно закрыта, а также нельзя открыть дверь до сброса давления пара в рабочей камере. Бойлерклав снабжен предохранительным клапаном от повышения давления внутри аппарата выше допустимого значения, в случае его превышения срабатывает звуковая сигнализация. Бойлерклав должен быть заземлен, а у пульта управления необходимо разместить диэлектрический коврик.

Помимо перечисленных достоинств, применение бойлерклава имеет и некоторые недостатки:

- насыщение паром модельных композиций ухудшает их свойства, и для повторного использования требуется проведение регенерации;
- высокие капитальные затраты, связанные со стоимостью оборудования;

– применение бойлерклава недопустимо для вытапливания солевых модельных композиций, содержащих карбамид $\text{Co}(\text{NH}_2)_2$, так как выделяющийся аммиак может оказать негативное влияние на детали из меди и ее сплавов в случае их наличия [10]. На некоторых предприятиях существует практика использования водорастворимых, теплоустойчивых модельных композиций (например, МОН-10К, МПВС-2), которые имеют низкую усадку, обладают высокой текучестью в расплавленном виде и дают возможность получать сложные модели свободной заливкой.

В работе важно учитывать, что эксплуатация бойлерклава подразумевает соблюдение ряда определенных норм и правил в области промышленной безопасности Федеральной службы по экологическому и атомному надзору (Ростехнадзора) при использовании оборудования, работающего под давлением.

Основные меры безопасности при эксплуатации бойлерклава для удаления модельных композиций

К персоналу, допущенному для обслуживания бойлерклава, предъявляется ряд требований: возраст сотрудника – не моложе 18 лет; прохождение первичного и повторного инструктажей по охране труда и промышленной безопасности при работе с сосудами, работающими под давлением, – не реже одного раза в 3 мес.; отсутствие медицинских противопоказаний; производственное обучение безопасным приемам и методам работы и регулярная специальная аттестация. Работники должны иметь выданное в установленном порядке удостоверение на право работы с сосудом, а также должны быть обеспечены сертифицированными средствами индивидуальной защиты: хлопчатобумажными халатами, резиновыми и теплозащитными перчатками, противогазоаэрозольными респираторами и защитными очками.

Перед началом работы проверяется работа вентиляции; проводится осмотр оборудования на предмет отсутствия неплотностей, деформаций и повреждений отдельных элементов оборудования; проверяется работа манометров и предохранительных клапанов, исправность блокировочных устройств, арматуры и защитного заземления, наличие средств пожаротушения и аптечки первой помощи. Во время работы шум должен быть ровный без стуков и ударов, не свойственных нормальной работе.

Бойлерклав должен быть оснащен приточно-вытяжной вентиляцией, а помещение, в котором он установлен, – местной вытяжной вентиляцией в виде зонта.

В сменном журнале требуется фиксировать каждый цикл работы оборудования с указанием технологических параметров, производить записи о сдаче и приемке смены, отмечать замеченные отклонения и неисправности, фиксировать нарушения режима и прочее. После выработки бойлерклавом гарантированного числа циклов нагружения он должен подвергаться испытаниям на техническое освидетельствование и профилактическим работам.

Применение бойлерклава для удаления модельных композиций в литейном производстве отечественных машиностроительных предприятий

В настоящее время технология вытапливания модельных композиций с помощью бойлерклава находит широкое применение в литейном производстве ведущих машиностроительных предприятий Российской Федерации. Приведем несколько примеров.

В 2023 г. одной из отечественных компаний организовано импортозамещающее высокотехнологичное производство лопаток горячего тракта газовых турбин большой мощности. Литейный комплекс оснащен уникальным современным технологическим промышленным оборудованием и нацелен на решение проблем импортозамещения в производстве лопаток энергетических турбин большой мощности. В технологическую цепочку производства лопаток турбин входит бойлерклав, где под действием высоких значений температуры и давления пара модельная масса расплавляется, при этом ее остатки устраняются из форм в предварительной прокалочной печи [19].

Бойлерклав зарубежного производства также применяется на запущенном в 2017 г. участке литья по выплавляемым моделям одного из известных российских предприятий, разрабатывающих и производящих газотурбинные двигатели и многофункциональные газотурбинные энергоагрегаты, в том числе для силовых установок. Производство литых деталей на этом предприятии базируется исключительно на высококачественных материалах и технологиях [20].

В практике НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ при изготовлении литых деталей газотурбинных двигателей используются современные модельные композиции нового поколения на основе отечественных сырьевых материалов. Они обладают комплексом улучшенных и стабильных свойств, обеспечивают импортнезависимость и высокую технологическую безопасность [21]. Основным способом выплавления данных композиций также является применение сосуда, работающего под давлением, – бойлерклава.

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

Заключения

Приведенные в данном обзоре особенности способа удаления модельных композиций из литейных оболочковых форм с помощью бойлерклава в производстве ответственных деталей газотурбинных двигателей подтверждают его целесообразность, так как способ подходит для изготовления лопаток различной геометрической конфигурации.

Удаление модельных масс из керамических форм перегретым водяным паром под высоким давлением происходит с минимальными затратами времени и материалов, помогает исключить образование трещин в оболочковых формах, позволяет минимизировать брак, обеспечивает высокое качество форм и отливок. Способ отлично зарекомендовал себя благодаря высоким технологичности, производительности и эффективности. Это подтверждается в том числе опытом ряда отечественных современных промышленных предприятий, занимающихся производством литых лопаток для авиационных и энергетических газовых турбин большой мощности.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей. Сплавы, технологии, покрытия. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
2. Демонис И.М. Во все лопатки // Наука и жизнь. 2007. № 6. С. 40–44.
3. Коваленко Т.С. Дефект типа «пригар» на литых заготовках из жаропрочных никелевых сплавов (типа ЖС32) // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 4 (73). С. 14–22. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-4-14-22.
4. Каблов Е.Н., Светлов И.Л., Демонис И.М., Фоломейкин Ю.И. Монокристаллические лопатки с транспирационным охлаждением для высокотемпературных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2003. № 1. С. 24–33.
5. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А., Колодяжный М.Ю., Сурова В.А. Обзор перспективных высокотемпературных жаропрочных сплавов на основе тугоплавких металлических материалов для производства газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 3 (72). С. 30–41. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.
6. Каблов Е.Н. С.Т. Кишкин и его вклад в развитие науки и материаловедения // Тр. Междунар. науч.-техн. конф., посвященной 100-летию со дня рождения академика С.Т. Кишкина «Научные идеи С.Т. Кишкина и современное материаловедение». М.: ВИАМ, 2006. С. 5–11.
7. Крымов В.В., Елисеев Ю.С., Зудин К.И. Производство газотурбинных двигателей / под ред. В.В. Крымова. М.: Машиностроение; Машиностроение-Полет, 2002. 376 с.
8. Гаранин В.Ф., Озеров В.А., Муркина А.С., Куренкова О.А. Выплавление моделей из оболочковых форм // Литейное производство. 1997. № 2. С. 16–19.
9. Леушина Л.И., Леушин И.О., Кошелев О.С. Повышение эффективности выплавления в горячей воде парафинистеариновых моделей точного литья // Черные металлы. 2019. № 10. С. 38–42.

10. Репях С.И. Технологические основы литья по выплавляемым моделям. Днепропетровск: Лира, 2006. 1056 с.
11. Углев Н.П., Пойлов В.З., Мерзляков К.С. и др. Об удалении модельных масс из керамических оболочек при литье по выплавляемым моделям // Литейное производство. 2015. № 3. С. 17–20.
12. Форостович Т.Л., Нарский А.Р., Битюцкая О.Н. Удаление модельных композиций из оболочковых форм в производстве литых лопаток газотурбинных двигателей // Труды ВИАМ. 2026. № 2 (156). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.02.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-2-3-12.
13. Литье по выплавляемым моделям / под общ. ред. Я.И. Шкленника, В.А. Озерова. Изд. 3-е. М.: Машиностроение, 1984. 408 с.
14. Гутько Ю.И., Войтенко В.В., Медведчук С.А. Экспериментальные исследования выплавления восковых моделей из гипсовых литейных форм микроволновым излучением // Сб. VII Всерос. науч.-практич. конф. «Наука молодых – будущее России». Пенза: Наука и просвещение, 2024. С. 67–70.
15. Способ СВЧ-термообработки керамических литейных форм: пат. 2312733 Рос. Федерация; заявл. 03.03.05; опубл. 20.12.07.
16. Озеров В.А., Гаранин В.Ф., Муркина А.С. Выплавление модельных составов с использованием энергии сверхвысокочастотного нагрева // Повышение качества и эффективности литья по выплавляемым моделям: материалы семинара. М.: МДНТП, 1986. С. 108–110.
17. Каблов Е.Н., Демонис И.М., Деев В.В., Бондаренко Ю.А., Нарский А.Р. Технология удаления модельных масс из керамических форм для литья по выплавляемым моделям // Литейное производство. 2005. № 3. С. 12–14.
18. Захватов Ю.К., Рева И.Л., Подымов А.Н. Удаление модельных масс из керамических форм в поле токов высокой частоты // Авиационные материалы. М.: ОНТИ, 1981. Вып. 6: Прогрессивные процессы литья охлаждаемых лопаток. С. 76–80.
19. Смирнов А.А. Первое в России высокотехнологичное производство литых лопаток энергетических газовых турбин большой мощности // Газотурбинные технологии. 2023. № 5 (194). С. 2–7.
20. Петров А.Ю., Трубкина С.Н., Гилев В.И., Вертюх С.С., Овчинников М.В. Универсальные кремнезольные связующие материалы на водной основе // Литейщик России. 2018. № 6. С. 9–13.
21. 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). С. 13–24. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-13-24.

References

1. Kablov E.N. *Cast Blades of Gas Turbine Engines. Alloys, Technologies, Coatings*. 2nd ed. Moscow: Nauka, 2006, 632 p.
2. Demonis I.M. In *All Blades*. Nauka i Zhizn, 2007, no. 6, pp. 40–44.
3. Kovalenko T.S. «Burned» type defect on cast billets of heat-resistant nickel alloys (type ZhS32). *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 4 (73), pp. 14–22. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-4-14-22.
4. Kablov E.N., Svetlov I.L., Demonis I.M., Folomeikin Yu.I. Single-crystal blades with transpiration cooling for high-temperature gas turbine engines. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*, 2003, no. 1, pp. 24–33.
5. Echin A.B., Bondarenko Yu.A., Kolodyazhny M.Yu., Surova V.A. Review of perspective high-temperature superalloys based on refractory non-metallic materials for production of gas turbine engines. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), pp. 30–41. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.
6. Kablov E.N. S.T. Kishkin and his contribution to the development of science and materials science. *Proceedings of the Int. scientific and technical conf. dedicated to the 100th anniversary of the birth of Academician S.T. Kishkin «Scientific ideas of S.T. Kishkin and modern materials science»*. Moscow: VIAM, 2006, pp. 5–11.

7. Krymov V.V., Eliseev Yu.S., Zudin K.I. *Production of gas turbine engines*. Ed. V.V. Krymov. Moscow: Mashinostroenie; Mashinostroenie-Polet, 2002, 376 p.
8. Garanin V.F., Ozerov V.A., Murkina A.S., Kurenkova O.A. Melting of models from shell molds. *Liteynoe proizvodstvo*, 1997, no. 2, pp. 16–19.
9. Leushina L.I., Leushin I.O., Koshelev O.S. Improving the Efficiency of Hot Water Melting of Paraffin-Stearin Precision Casting Patterns. *Chernye metally*, 2019, no. 10, pp. 38–42.
10. Repyakh S.I. *Technological Fundamentals of Investment Casting*. Dnepropetrovsk: Lira, 2006, 1056 p.
11. Uglev N.P., Poilov V.Z., Merzlyakov K.S. et al. On the Removal of Pattern Masses from Ceramic Shells in Investment Casting. *Liteynoe proizvodstvo*, 2015, no. 3, pp. 17–20.
12. Forostovich T.L., Narsky A.R., Bityutskaya O.N. Removal of model compositions from shell molds in the production of cast gas turbine engine blades. *Trudy VIAM*, 2026, no. 2 (156), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 24, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-2-3-12.
13. *Investment Casting*. Eds. Ya.I. Shklennik, V.A. Ozerov. 3rd ed. Moscow: Mashinostroenie, 1984, 408 p.
14. Gutko Yu.I., Voitenko V.V., Medvedchuk S.A. Experimental Studies of Melting Wax Models from Plaster Casting Molds by Microwave Radiation. *Proc. 7th All-Russian Scientific and Practical Conf. «Science of the Young – the Future of Russia»*. Penza: Science and Education, 2024, pp. 67–70.
15. *Method of Microwave Heat Treatment of Ceramic Casting Molds*: pat. 2312733 Rus. Federation; appl. 03.03.05; publ. 20.12.07.
16. Ozerov V.A., Garanin V.F., Murkina A.S. Melting of pattern compositions using the energy of microwave heating. *Improving the quality and efficiency of investment casting: seminar materials*. Moscow: MDNTP, 1986, pp. 108–110.
17. Kablov E.N., Demonis I.M., Deev V.V., Bondarenko Yu.A., Narsky A.R. Technology of removing pattern masses from ceramic molds for investment casting. *Liteynoe proizvodstvo*, 2005, no. 3, pp. 12–14.
18. Zakhvatov Yu.K., Reva I.L., Podymov A.N. Removal of pattern masses from ceramic molds in a high-frequency current field. *Aviatsionnye materialy*. Moscow: ONTI, 1981, is. 6: Advanced Casting Processes for Cooled Blades, pp. 76–80.
19. Smirnov A.A. Russia's First High-Tech Production of Cast Blades for High-Power Gas Turbines. *Gazoturbinnye tekhnologii*, 2023, no. 5 (194), pp. 2–7.
20. Petrov A.Yu., Trubkina S.N., Gilev V.I., Vertyukh S.S., Ovchinnikov M.V. Universal Water-Based Silica-Ash Binders. *Liteyshchik Rossii*, 2018, no. 6, pp. 9–13.
21. 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), pp. 13–24. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 14, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-13-24.

Информация об авторах

Форостович Татьяна Леонидовна, начальник участка, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Битюцкая Ольга Николаевна, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Tatyana L. Forostovich, Head of Production Area, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Olga N. Bityutskaya, Head of the Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 23.09.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 06.10.2025.
The article was submitted 23.09.2025; approved and accepted for publication after reviewing 06.10.2025

Научная статья

УДК 669.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-11-20

ИССЛЕДОВАНИЕ НОВОЙ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ АВТОМАТНОЙ СТАЛИ

А.В. Леонов¹, Н.М. Вознесенская¹, Е.И. Ульянов¹, Н.А. Якушева¹, Э.А. Елисеев¹

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

Аннотация. Рассмотрены основные виды применяемых в настоящее время автоматных сталей с улучшенной обрабатываемостью резанием, включая коррозионностойкие автоматные стали. Разработан химический состав коррозионностойкой автоматной стали. Исследовано влияние различных температур закалки и отпуска на микроструктуру и свойства коррозионностойкой автоматной стали. Показаны результаты по механообрабатываемости стали с подобранным химическим составом и режимом термической обработки, обеспечивающими повышение скорости резания и стойкости инструмента.

Ключевые слова: автоматная сталь, обрабатываемость резанием, закалка, термообработка, микроструктура, твердость

Для цитирования: Леонов А.В., Вознесенская Н.М., Ульянов Е.И., Якушева Н.А., Елисеев Э.А. Исследование новой коррозионностойкой автоматной стали // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 11–20. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-11-20.

Scientific article

INVESTIGATION OF A NEW CORROSION-RESISTANT FREE-MACHINING STEEL

A.V. Leonov¹, N.M. Voznesenskaya¹, E.I. Ulyanov¹, N.A. Yakusheva¹, E.A. Eliseev¹

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 types of currently used free-machining steels, including corrosion-resistance free-machining steels, are observed. The chemical composition of corrosion-resistant free-cutting steel has been developed. The influence of various quenching and tempering temperatures on the microstructure and properties of corrosion-resistant free-cutting steel has been investigated. The results on the machinability of steel with the selected chemical composition and its heat treatment mode, ensuring an increase in cutting speed and tool life, are presented.

Keywords: free-machining steel, machinability, quenching, heat treatment, microstructure, hardness

For citation: Leonov A.V., Voznesenskaya N.M., Ulyanov E.I., Yakusheva N.A., Eliseev E.A. Investigation of a new corrosion-resistant free-machining steel. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 11–20. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-11-20.

Введение

В современном точном машиностроении непрерывно повышаются требования к разрабатываемым изделиям. В такой высокотехнологичной области производства проектирование и изготовление деталей и компонентов с исключительно высокими допусками микронного уровня точности требуют применения специальных материалов с улучшенной обрабатываемостью резанием [1, 2].

Обрабатываемость резанием оценивается по нескольким показателям, основным из которых является интенсивность изнашивания режущего инструмента. Количественной характеристикой интенсивности изнашивания инструмента считается максимально допустимая скорость резания, которая соответствует определенной степени износа или заданной стойкости инструмента [3].

Обрабатываемость материала зависит от его механических свойств, микроструктуры и химического состава [4, 5].

Допустимая скорость резания уменьшается при повышении твердости и прочности стали за счет возрастающих усилий резания и температуры нагрева инструмента, вызывающего разупрочнение его режущей кромки и снижение стойкости. При этом обрабатываемость слишком пластичных сталей, в частности сталей аустенитного класса, затруднена в связи с образованием сплошной трудноломающейся стружки, которая оказывает негативное влияние на изнашиваемость инструмента и в итоге приводит к получению шероховатой поверхности детали с задирами.

Так, за рубежом широкое применение при изготовлении деталей изделий специального назначения нашли углеродистые легированные хромоникелевые и хромомолибденовые стали марок 4140 и 4150 с содержанием углерода 0,4 и 0,5 % (здесь и далее – % (по массе)), а также ~1 % Cr и 0,25 % Mo соответственно [6, 7].

В России для подобных изделий традиционно применяют отечественные углеродистые легированные стали марок 30ХН2МФА, 30ХРА, 30ХМА и 38ХМА. Указанные стали обладают высокими прочностными характеристиками, удовлетворительной обрабатываемостью резанием и используются для массового серийного производства благодаря оптимальному соотношению между ценой и качеством [8]. Однако эти стали являются некоррозионностойкими. Так, в условиях полевого применения детали из сталей подобного состава испытывают воздействие таких природных факторов, как повышенная влажность, пылевое (абразивное) загрязнение, солевая коррозия и др., что негативно влияет на их работоспособность и долговечность [9].

При изготовлении деталей специального назначения, требующих высокой точности, широкое распространение получили автоматные стали, содержащие повышенное количество серы [10, 11].

Легирование стали серой в количестве ~0,3 % вызывает в микроструктуре местные нарушения сплошности металлической матрицы благодаря тонкому распределению сульфидных включений – сульфидов марганца MnS, вытянутых вдоль направления волокна при деформации. Сульфиды при обработке оказывают на режущий инструмент смазывающее действие. Присутствие в стали большого количества сульфидов марганца способствует облегчению отделения и измельчению стружки. При этом одновременно устраняются налипание и намазывание металла на поверхности, наблюдаемые при обработке мягких пластичных материалов, что способствует получению гладкой блестящей поверхности резания [12, 13].

Для улучшения обрабатываемости резанием, помимо серы, в состав стали добавляют такие элементы, как фосфор, свинец, висмут и кальций [14–16].

Добавление фосфора в небольшом количестве (до 0,06–0,12 %) в сочетании с серой способствует улучшению ломкости стружки и облегчает ее удаление [17].

Отечественные углеродистые автоматные стали типа А11 и А20 с повышенным содержанием S (до 0,3 %) и P (до 0,06 %) применяют для изготовления малонагруженных деталей сложной формы, где требуются высокая точность размеров и чистота поверхности, однако отсутствие хрома и, как следствие, низкая коррозионная стойкость ограничивают их применение для производства ответственных деталей [18].

В отечественной промышленности разработаны хромистые автоматные стали марок 3Х13Н2 (ЭИ474), 4Х18Н2М (ЭП378), Х16Н3МАД (ЭП811, ВНС-21) [19].

При изготовлении полуфабрикатов из стали марки ЭИ474 (0,2–0,3 % С и 0,15–0,25 % S) заготовки не склонны к образованию трещин в процессе горячей деформации [20]. Детали из указанной стали после полирования и пассивирования для повышения коррозионностойкости в атмосферных условиях обладают высоким уровнем прочности: после термической обработки обеспечивается твердость ≥ 48 HRC. В основном сталь применяется для изготовления различных типов шестерней, цапф и переходных осей приборов, которые требуют хорошей обрабатываемости резанием и высокой коррозионной стойкости.

Недостатком стали марки ЭИ474 является невозможность эксплуатации деталей при отрицательных температурах (температурный интервал применения составляет 50–150 °С) [20]. Кроме того, при получении требуемой твердости указанной стали (на уровне 27–31 HRC), используемой для изготовления изделий специального назначения, отечественные производители столкнулись со склонностью к хрупкому разрушению и образованию трещин при механической обработке (дорнировании).

Хромистая сталь 4X18H2M (ЭП378) с содержанием 0,35–0,45 % С и 0,15–0,25 % S применяется для изготовления деталей передаточных механизмов приборов (шестерней, цапф, переходных осей и др.), предназначенных для работ в тропических условиях. Температура эксплуатации стали от –50 до +150 °С. Упрочняющая термическая обработка стали обеспечивает твердость 48–52 HRC, предел прочности 1620 МПа и предел текучести 1325 МПа.

Однако низкая ударная вязкость KCU (19 Дж/см²) в термически упрочненном состоянии и высокое содержание углерода (0,35–0,45 %), который не обеспечивает достаточной коррозионной стойкости из-за присутствия карбидов хрома в микроструктуре, ограничивают область применения стали ЭП378 для изготовления деталей специального назначения.

Сталь переходного класса X16H3MAD (ЭП811, ВНС-21) является модификацией широко распространенной и применяемой в деталях авиационной техники стали марки ВНС-5 (ЭП310) с добавлением серы в количестве 0,07–0,15 %. Детали, изготовленные из стали ВНС-21, предназначены для работы в тропических условиях, интервал температур эксплуатации стали от –50 до +150 °С. Детали применяются для получения таких компонентов механизмов передаточных приборов, как оси и трибки (мелкомодульные зубчатые колеса с малым количеством зубьев, составляющие одно целое со своей осью вращения). Однако указанная сталь не нашла широкого распространения в отечественной промышленности из-за сложности ее изготовления в части получения слитков, а именно из-за необходимости контроля фазового состава и доводки его в процессе выплавки до требуемых значений, а также использования специального оборудования.

За рубежом для высокоточных деталей изделий специального назначения широко применяются автоматная коррозионностойкая сталь мартенситного класса марки 416 и ее модификация 416R (США). Буква R (от англ. *rifle* – нарезной) указывает на повышенную обрабатываемость стали (*free machining*). Сталь содержит ~0,1 % С. Наличие в стали серы в количестве ~(0,2–0,3) % в виде легирующего элемента обеспечивает хорошую технологичность при обработке резанием и позволяет достигать высокого качества отделки поверхности при изготовлении деталей. Высокая коррозионная стойкость стали обеспечивается за счет содержания ~(11–13) % Cr и относительно небольшого количества углерода (~0,1 %).

Специалисты НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ провели исследования по разработке автоматной коррозионностойкой стали с механическими свойствами, близкими к показателям стали 416R (патент на изобретение № 2838608) [21].

Повышенное содержание фосфора в разработанной стали по сравнению с его количеством в стали 416R при сохранении концентрации серы способствует получению короткой хрупкой стружки и уменьшению трения между инструментом и обрабатываемой деталью и, как следствие, повышению скорости резания и уменьшению износа инструмента.

В данной работе исследовали особенности изменения механических свойств и микроструктуры после закалки и отпуска при различных температурах, а также влияние разного содержания основных химических элементов на твердость, микроструктуру и обрабатываемость стали.

Материалы и методы

Объектом исследования были прутки $\varnothing 37$ мм из коррозионностойкой автоматной стали разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Выплавку слитков проводили в вакуумно-индукционной печи.

Деформацию слитков для получения заготовок проводили на изотермическом прессе с усилием $16 \cdot 10^6$ Н с последующей прокаткой на пруток $\varnothing 37$ мм на стане радиально-сдвиговой прокатки.

Термическую обработку образцов проводили в атмосферных электропечах.

Исследования микроструктуры образцов в процессе изготовления (слиток–заготовка–пруток) проводили на оптическом инвертированном микроскопе при увеличении $\times 500$.

Твердость образцов определяли на универсальном твердомере методом Роквелла по ГОСТ 9013–59 и методом Бринелля в соответствии с ГОСТ 9012–59.

Испытания на растяжение для определения механических свойств (σ_b , $\sigma_{0,2}$, δ) стали после термической обработки проводили на круглых образцах, вырезанных из прутков, в соответствии с ГОСТ 1497–2023.

Определение углерода и серы проводили с использованием газоанализатора. Содержание остальных элементов определяли атомно-эмиссионным методом с помощью спектрометра.

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

Результаты и обсуждение

Для исследования микроструктуры и свойств автоматной стали выплавлены плавки с различным химическим составом. За базовый принят следующий состав стали (плавка 1), % [21]:

C	Cr	Ni	Mn	S	P
0,13	12,5	0,25	0,9	0,3	0,10

Химический состав остальных трех плавок относительно плавки 1 имел следующие отличия:

- в плавке 2 было пониженное содержание углерода и марганца без легирования фосфором;
- плавка 3 легирована повышенным количеством никеля при пониженном уровне марганца и без добавления фосфора;
- плавка 4 имеет пониженное содержание углерода и марганца с добавлением фосфора.

Легирование фосфором способствует получению короткой хрупкой стружки, уменьшению трения между инструментом и деталью и, как следствие, повышению скорости резанья, уменьшению износа инструмента.

Выплавку стали проводили в вакуумно-индукционной печи с разливкой в слитки массой 35 кг. Разлив в слитки осуществлялся медленно для уменьшения ликвационной неоднородности. Слитки подвергали гомогенизации для выравнивания химического состава и отжигу под последующую механическую обработку. Слитки сначала ковали до получения $\varnothing 70$ мм, а затем прокатывали до $\varnothing (37–38)$ мм.

После окончательной термической обработки прутки подвергали исследованию механических свойств и обработке резанием с помощью сверления. Исследовали микроструктуру на различных стадиях изготовления прутка $\varnothing(37\text{--}38)$ мм.

Микроструктуры слитка и прутков из плавки 3 представлены на рис. 1–3. На микрошлифе (рис. 1) без травления в литом состоянии видны сульфиды марганца по границам дендритов.

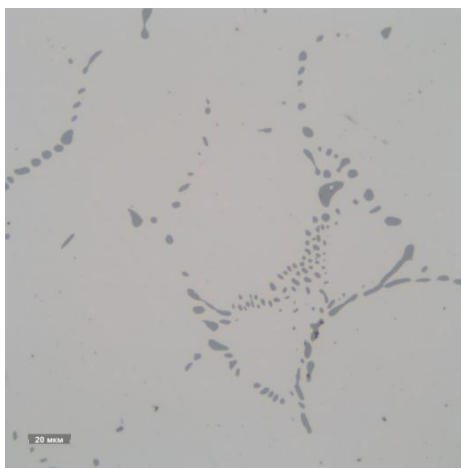


Рис. 1. Микроструктура ($\times 500$, продольное направление) слитка (без травления)

Микроструктура микрошлифа (рис. 2) кованого прутка $\varnothing 70$ мм после электролитического травления в 10%-ном растворе щавелевой кислоты представляет собой сульфиды по границам дендритов, δ -феррит и плохо травящийся мартенсит. Такая микроструктура свидетельствует о малой степени деформации (укова).

Микроструктура прутка $\varnothing 37$ мм (рис. 3) после прокатки и термообработки состоит из сульфидов марганца, вытянутых вдоль направления прокатки, δ -феррита и мартенсита.

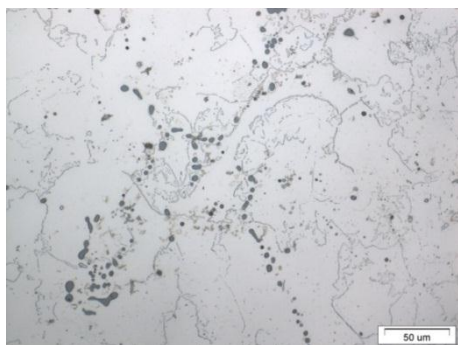


Рис. 2. Микроструктура ($\times 500$, продольное направление) прутка $\varnothing 70$ мм послековки и отжига (травление электролитическое)

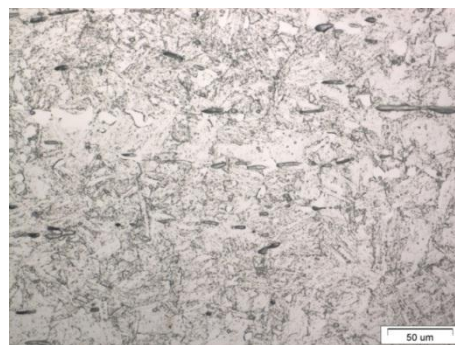


Рис. 3. Микроструктура ($\times 500$, продольное направление) прутка $\varnothing 37$ мм после прокатки и термообработки (закалка + отпуск)

В связи с тем, что, кроме хрома, сера и фосфор также являются ферритообразующими элементами, в микроструктуре стали содержится высокотемпературная фаза δ -феррит.

Исследование прутков $\varnothing 37$ мм из плавки с пониженным содержанием углерода ($\sim 0,10\%$) и марганца ($\sim 0,4\%$) при содержании серы $0,3\%$ показало присутствие в микроструктуре повышенного количества δ -феррита (рис. 4), что привело к появлению трещин при горячей деформации.

Легирование стали аустенитообразующими элементами – углеродом (~0,13 %) и марганцем (~0,9 %) при содержании серы 0,3 % вызывает уменьшение содержания δ -феррита в микроструктуре стали (рис. 5) и приводит к отсутствию трещин при горячей деформации.

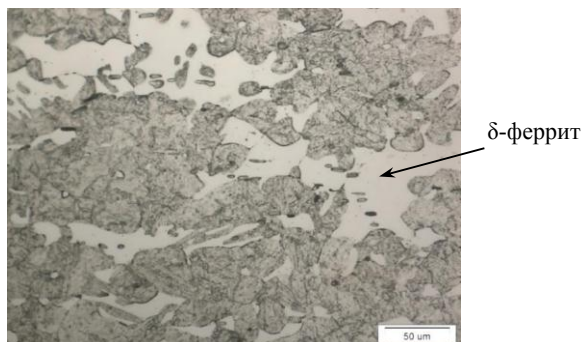


Рис. 4. δ -феррит в микроструктуре ($\times 500$, продольное направление) прутка $\varnothing 37$ мм из стали с низким содержанием углерода и марганца после закалки и отпуска

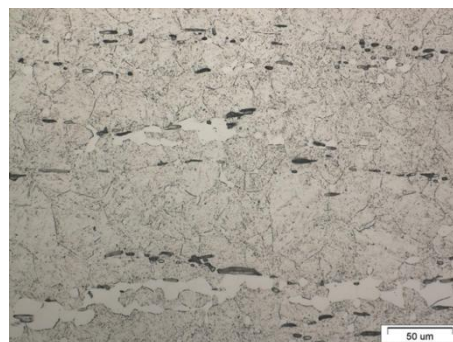


Рис. 5. Микроструктура ($\times 500$, продольное направление) прутка $\varnothing 37$ мм из стали с содержанием углерода 0,13 %, марганца 0,9 % и серы 0,3 % после закалки и отпуска (сульфиды марганца, δ -феррит, мартенсит)

Для выбора режима упрочняющей термической обработки для деталей из автоматной стали проведены исследования влияния различных режимов термообработки на стандартные механические свойства и твердость плавок 1–4 с различным химическим составом.

Исследованы различные режимы закалки и отпуска. Исследования проводили на шайбах толщиной ~15 мм из прутков $\varnothing 37$ мм. Закалку проводили по режимам P1 (при температуре, достаточной для растворения частиц карбидов) и P2 (при температуре на 20 °C больше, чем температура P1).

Из источников научно-технической литературы известно, что для получения твердости импортной автоматной стали 416R на уровне ~30 HRC отпуск проводится в интервале температур ~(500–600) °C, в связи с чем выбраны различные температуры отпуска (O1, O2, O3), находящиеся в указанном интервале, при этом O3 > O2 > O1. Результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Твердость опытных плавок (шайбы $\varnothing 37$ мм и толщиной 15 мм)

Условный номер плавки	Режим термообработки, °C		Твердость			
			HB	HRC	HB	HRC
	закалка	отпуск	центр шайбы		край шайбы	
3	P1	—	420–422	42,0–42,5	420–425	42–43
		O1	360–370	37,0–37,5	370	37,5
		O2	295–300	30–31	300	29–30
		O3	290–295	29–30	295	29
	P2	O3	290–295	29–30	295	28–29
2	P2	O3	240–250	26–27	250–255	27–28
4			240–250	26–27	250–255	27–28
1			260–270	29–31	260–270	29–30
Сталь 416R	980–1000	540	278–285	30–31	290–295	28–29
	Согласно данным работы [22]		290	30	—	—

Результаты исследований показали, что твердость образцов из опытных плавок 1 и 3 соответствует значениям импортной стали 416R после закалки с обеих температур и отпуска по режимам O2 и O3. Механические свойства плавок с различным содержанием углерода представлены в табл. 2.

Таблица 2

**Механические свойства образцов из плавки (прутки Ø37 мм)
с различным содержанием углерода**

Условный номер плавки	σ_B	$\sigma_{0,2}$	δ , %
	МПа		
4	860	760	16
1	960	830	15
Сталь 416R	890–1035	760–895	≥ 16

После закалки и отпуска твердость стали повышается до 29–31 HRC за счет образования мартенситной микроструктуры с содержанием углерода 0,12–0,15 % при выбранном соотношении других химических элементов (Mn и Ni).

Пониженное содержание углерода и марганца в плавках 2 и 4 не обеспечивает требуемую твердость, значение показателя составило 26–27 HRC.

За счет заданного соотношения элементов и повышенного содержания фосфора автоматная сталь обладает улучшенными характеристиками механообрабатываемости (скорость и подача инструмента в процессе резания), что позволяет повысить производительность и точность изготовления деталей по сравнению с традиционно применяемыми автоматными коррозионностойкими сталями.

Повышенное содержание никеля (~0,8 %) в плавке 3 привело к увеличению пластичности стали, в результате чего образовалась несплошность и произошла остановка инструмента в процессе дорнирования заготовки (рис. 6).

Снижение содержания никеля до 0,25 % и дополнительное легирование фосфором до 0,10 % в плавке 1 позволили (рис. 7) повысить скорость резания (до ≥ 40 м/мин) и стойкость инструмента, а также способствовали получению поверхности лучшего качества.

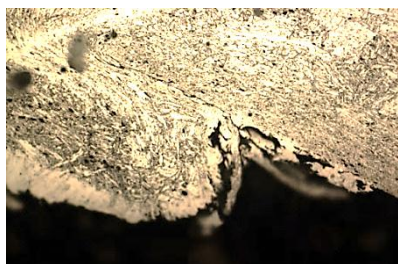


Рис. 6. Несплошность при дорнировании прутка из плавки 3 с содержанием никеля ~0,8 % ($\times 500$)



Рис. 7. Сечение прутка из плавки 1 с содержанием никеля 0,25 % и фосфора до 0,10 % после дорнирования ($\times 500$)

Результаты исследования механообрабатываемости плавки 1 представлены в табл. 3 [21].

Таблица 3

Исследованные режимы резания (максимальные значения)

Глубина, дюйм (мм)	Скорость, фут/мин (м/мин)	Подача, дюйм/об (мм/об)	Скорость, фут/мин (м/мин)	Подача, дюйм/об (мм/об)	Квоты превосходства по сравнению с прототипом, %	
	сталь 416R		разработанная сталь		скорость	подача
0,50 (12,7)	30–115 (9,1–35,0)	0,005–0,009 (0,127–0,228)	131 (40)	0,012 (0,37)	14	33
0,75 (19,0)		0,008–0,012 (0,203–0,305)	131 (40)	0,015 (0,37)		25

Заключения

Подобран оптимальный химический состав автоматной коррозионностойкой стали, содержащей повышенное количество серы и фосфора. Получен патент на изобретение [21].

Исследованы механические свойства, в том числе твердость, плавок с различным химическим составом после разных режимов термической обработки.

Требуемые механические свойства и хорошую технологическую пластичность при горячей деформации обеспечивают плавки с содержанием углерода $\geq 0,12$ %, марганца $\sim 0,9$ % и никеля $\sim 0,25$ %.

Показано, что после закалки и высокого отпуска сталь имеет требуемую твердость (28–31 HRC).

Подобранные химический состав стали и режим упрочняющей термической обработки позволили повысить скорость резания (до ≥ 40 м/мин), стойкость инструмента и получить поверхность лучшего качества.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Антипов В.В. Роль материалов нового поколения в обеспечении технологического суверенитета // Вестник Российской академии наук. 2023. Т. 93. № 10. С. 907–916.
2. Яковлев Н.О., Селиванов А.А., Гулина И.В., Гриневиц А.В. К вопросу о долговечности шарнирно-болтовых соединений // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 4 (61). С. 79–85. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-79-85.
3. Севальнев Г.С., Севальнева Т.Г., Колмаков А.Г., Дульнев К.В., Крылов С.А. Исследование триботехнических характеристик коррозионностойких сталей с различным механизмом объемного упрочнения // Труды ВИАМ. 2021. № 10 (104). С. 3–11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.
4. Елисеев Э.А., Севальнев Г.С., Дорошенко А.В., Дружинина М.Э. Влияние температурно-временных параметров длительных выдержек на превращения в конструкционных сталях (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). С. 15–23. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 18.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-15-23.
5. Муратов В.С., Сахаров В.В. Особенности микроструктуры и свариваемость нержавеющей сталей с улучшенной обрабатываемостью резанием // Успехи современного естествознания. 2005. № 11. С. 31–32.
6. Meysami A.H., Ghasemzadeh R., Seyedein S.H., Aboutalebi M.R. An investigation on the microstructure and mechanical properties of direct-quenched and tempered AISI 4140 steel // Materials & Design. 2010. Vol. 31 (3). P. 1570–1575.
7. Soni A., Kunaraswamy A., Praveen K.B. Microstructural and tribomechanical characterization of NiB coated 4150 steel // Journal of Materials Engineering and Performance. 2025. Vol. 34 (2). P. 1353–1363.
8. Яшин Ю.Д., Солдаткин С.А., Тихонов А.К. Стали улучшенной обрабатываемости резанием // Черная металлургия. 2010. № 10. С. 50–54.
9. Шитиков В.С., Кодак Н.П. К возможности оценки степени коррозионных поражений вихретоковым методом контроля // Труды ВИАМ. 2021. № 5 (99). С. 96–104. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-96-104.
10. Муратов В.С., Сахаров В.В. Улучшение обрабатываемости резанием нержавеющей сталей // Успехи современного естествознания. 2005. № 7. С. 73–75.
11. Святкин А.В., Солдаткин С.А., Болдырев Д.А. Влияние уровня раскисления на свойства автоматных сталей с высокой обрабатываемостью резанием // Сталь. 2020. № 11. С. 27–32.
12. Рябов А.В. Технологические аспекты производства бессвинцовистых экологически чистых легкообрабатываемых сталей // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Сер.: Металлургия. 2015. № 15 (3). С. 90–94.

13. Житенев А.И., Ровбо А.С., Нечаев Д.В., Рябошук С.В. Поведение висмута и сульфида марганца в автоматной стали // *Черные металлы*. 2024. № 2. С. 46–52.
14. Авиационные материалы: справочник в 9 т. / под общ. ред. А.Т. Туманова. Изд. 6-е, перераб. и доп. М.: ОНТИ, 1975. Т. 2: Коррозионностойкие и жаростойкие стали и сплавы / под ред. Н.М. Склярова, М.Ф. Алексеенко. 372 с.
15. Арзамасов Б.Н. Материаловедение: учеб. для вузов М.: Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2002. 648 с.
16. Гудремон Э. Специальные стали: пер. с нем. Изд. 2-е. М.: Металлургия, 1966. 1274 с.
17. Кожухов А.А., Семин А.Е. Основные направления разработки технологии производства автоматных марок стали, не содержащих свинца // Сб. тр. конф. «Физико-химические основы металлургических процессов». Выкса, 2022. С. 165–170.
18. Кунакбаева А.Т., Столяров А.М., Потапова М.В. Усвоение серы при ковшевой обработке автоматной стали // *Теория и технология металлургического производства*. 2021. № 1 (36). С. 11–14.
19. Воротынцев Д.Д. Современные инструментальные материалы // *Мат. XIII Междунар. форума «Образование. Наука. Производство»*. Белгород: БГТУ им. В.Г. Шухова, 2021. С. 938–942.
20. Фоминов Е.В., Тороп Ю.Ф., Алиев М.М. Технология повышения качества мелкогазовых отверстий твердосплавными развертками // *Современные материалы, техника и технологии*. 2021. № 1 (34). С. 76–79.
21. Коррозионно-стойкая автоматная сталь: пат. 2838608 Рос. Федерация; заявл. 12.11.24; опубл. 21.04.25.
22. Bannykh O.A., Sorokin A.M., Bannykha I.O., Lukin E.I. Structure and Mechanical Properties of High-Strength Structural Steels // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2018. No. 6. P. 528–532.

References

1. Kablov E.N., Antipov V.V. The role of new generation materials in ensuring technological sovereignty. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2023, vol. 93, no. 10, pp. 907–916.
2. Iakovlev N.O., Selivanov A.A., Gulina I.V., Grinevich A.V. Revisiting the durability of hinged-bolt connections. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 79–85. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-79-85.
3. Sevalnev G.S., Sevalneva T.G., Kolmakov A.G., Dulnev K.V., Krylov S.A. Study of the tribotechnical characteristics of corrosion-resistant steels with different mechanisms of volumetric hardening. *Trudy VIAM*, 2021, no. 10 (104), pp. 3–11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.
4. Eliseev E.A., Sevalnev G.S., Doroshenko A.V., Druzhinina M.E. Influence of time-temperature parameters of long-duration exposure on transformations in structural steels (review). *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 15–23. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-15-23.
5. Muratov V.S., Sakharov V.V. Features of the microstructure and weldability of stainless steels with improved machinability. *Uspekhi sovremennogo estestvoznaniya*, 2005, no. 11, pp. 31–32.
6. Meysami A.H., Ghasemzadeh R., Seyedein S.H., Aboutalebi M.R. An investigation on the microstructure and mechanical properties of direct-quenched and tempered AISI 4140 steel. *Materials & Design*, 2010, vol. 31 (3), pp. 1570–1575.
7. Soni A., Kunaraswamy A., Praveen K.B. Microstructural and tribomechanical characterization of NiB coated 4150 steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2025, vol. 34 (2), pp. 1353–1363.
8. Yashin Yu.D., Soldatkin S.A., Tikhonov A.K. Steels with improved machinability. *Chernaya metallurgiya*, 2010, no. 10, pp. 50–54.
9. Shitikov V.S., Kodak N.P. The ability to assess the degree of corrosion damage by eddy current testing. *Trudy VIAM*, 2021, no. 5 (99), pp. 96–104. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-96-104.
10. Muratov V.S., Sakharov V.V. Improving the Machinability of Stainless Steels. *Uspekhi sovremennogo yestestvoznaniya*, 2005, no. 7, pp. 73–75.

11. Svyatkin A.V., Soldatkin S.A., Boldyrev D.A. Influence of Deoxidation Level on the Properties of Free-Machining Steels with High Machinability. *Stal*, 2020, no. 11, pp. 27–32.
12. Ryabov A.V. Technological Aspects of the Production of Lead-Free, Environmentally Friendly, Free-Machining Steels. *Vestnik Yuzhno-Uralskogo gosudarstvennogo universiteta. Ser.: Metallurgiya*, 2015, no. 15 (3), pp. 90–94.
13. Zhitenev A.I., Rovbo A.S., Nechaev D.V., Ryaboshuk S.V. Behavior of bismuth and manganese sulfide in free-cutting steel. *Chernye metally*, 2024, no. 2, pp. 46–52.
14. *Aviation materials: a handbook in 9 vols.* Ed. A.T. Tumanov. 6th ed., rev. and ad. Moscow: ONTI, 1975, vol. 2: Corrosion-resistant and heat-resistant steels and alloys. Ed. N.M. Sklyarov, M.F. Alekseenko, 372 p.
15. Arzamasov B.N. *Materials Science: a textbook for universities.* Moscow: Publ. house of Bauman Moscow State Technical Univ., 2002, 648 p.
16. Gudremon E. *Special steels: trans. from Germ.* 2nd ed. Moscow: Metallurgiya, 1966, 1274 p.
17. Kozhukhov A.A., Semin A.E. Main directions of development of production technology for lead-free free-cutting steel grades. *Coll. conf. «Physicochemical foundations of metallurgical processes»*. Vyksa, 2022, pp. 165–170.
18. Kunakbaeva A.T., Stolyarov A.M., Potapova M.V. Sulfur absorption during ladle processing of free-cutting steel. *Teoriya i tekhnologiya metallurgicheskogo proizvodstva*, 2021, no. 1 (36), pp. 11–14.
19. Vorotyntsev D.D. Modern tool materials. *Proc. XIII International forum «Education. Science. Production»*. Belgorod: BSTU named after V.G. Shukhov, 2021, pp. 938–942.
20. Fominov E.V., Torop Yu.F., Aliev M.M. Technology for Improving the Quality of Small-Sized Holes with Carbide Reamers. *Sovremennye materialy, tekhnika i tekhnologii*, 2021, no. 1 (34), pp. 76–79.
21. *Corrosion-Resistant Free-Machining Steel*: pat. 2838608 Rus. Federation; appl. 12.11.24; publ. 21.04.25.
22. Bannykh O.A., Sorokin A.M., Bannykha I.O., Lukin E.I. Structure and Mechanical Properties of High-Strength Structural Steels. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2018, no. 6, pp. 528–532.

Информация об авторах

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

Вознесенская Наталья Михайловна, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Ульянов Егор Ильич, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Якушева Наталья Александровна, заместитель начальника Научно-исследовательского отделения, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Елисеев Эдуард Анатольевич, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

Natalya M. Voznesenskaya, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Egor I. Ulyanov, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Natalya A. Yakusheva, Deputy Head of Scientific-Research Bureau, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 30.09.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 30.10.2025.

The article was submitted 30.09.2025; approved and accepted for publication after reviewing 30.10.2025

Научная статья

УДК 669.018.44:669.245

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-21-34

ПРОБЛЕМЫ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ ДЕФЕКТНОСТИ ГРАНУЛИРУЕМЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

Д.М. Герасимов¹, И.С. Краснов¹, М.А. Далин¹

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

Аннотация. Статья посвящена проблеме оценки ожидаемого содержания неметаллических включений и других дефектов в материале, используемом для изготовления роторных деталей турбин и компрессоров авиационных газотурбинных двигателей. Показана важность наличия объективной информации о дефектах, не выявляемых методами неразрушающего контроля, для достоверного определения безопасного ресурса двигателя. Рассмотрены различные методы получения и обработки информации о количестве и размерах дефектов в материале, перечислены их преимущества и недостатки. Обоснован выбор исследований, направленных на разработку методики количественной оценки дефектов в гранулируемых сплавах.

Ключевые слова: гранулируемые жаропрочные никелевые сплавы, дефектность, газотурбинный двигатель, неразрушающий контроль

Для цитирования: Герасимов Д.М., Краснов И.С., Далин М.А. Проблемы количественной оценки дефектности гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 21–34. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-21-34.

Scientific article

PROBLEMS OF QUANTITATIVE ASSESSMENT OF DEFECTIVENESS IN GRANULATED NICKEL-BASE SUPERALLOYS

D.M. Gerasimov¹, I.S. Krasnov¹, M.A. Dalin¹

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

Abstract. The article addresses the problem of assessing the expected content of non-metallic inclusions and other defects in materials used for manufacturing rotary components of turbines and compressors for aircraft gas turbine engines. The importance of objective information on defects not detected by non-destructive testing methods for the reliable determination of the safe service life of the engine is highlighted. Various methods for collecting and processing information on the quantity and size of defects in the material are reviewed, with their advantages and disadvantages listed. The choice of research directions aimed at developing a methodology for quantitative assessment of defects in granulated alloys is reasoned.

Keywords: powder metallurgy nickel-based superalloys, defectiveness, gas turbine engine, non-destructive testing

For citation: Gerasimov D.M., Krasnov I.S., Dalin M.A. Problems of quantitative assessment of defectiveness in granulated nickel-base superalloys. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 21–34. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-21-34.

Введение

Жаропрочные никелевые сплавы нашли широкое применение в ответственных узлах газотурбинных двигателей (ГТД). Эти материалы обладают высокой термической стабильностью, жаропрочностью и устойчивостью к окислению при высоких температурах, что делает их идеальными для применения в экстремальных условиях [1]. К дискам и другим роторным деталям ГТД предъявляются строгие требования по качеству и надежности. Такие детали работают в условиях циклических нагрузжений [2], из-за чего даже небольшая внутренняя несплошность может стать причиной роста усталостной трещины и привести к разрушению детали.

В настоящее время диски турбин ГТД из жаропрочных никелевых сплавов изготавливают по двум различным технологиям: традиционным путем – деформацией слитка (деформируемые сплавы) и с применением порошковой металлургии (гранулируемые сплавы). Гранулируемые жаропрочные никелевые сплавы обладают рядом преимуществ по сравнению с деформируемыми. Кроме более высоких эксплуатационных характеристик, они свободны от ряда типичных металлургических дефектов, характерных для деформируемых сплавов. Примером такого дефекта деформируемых сплавов является несплошность «корона», возникающая при вакуумно-дуговом переплаве слитка, трудно выявляемая существующими методами неразрушающего контроля и способная привести к разрушению диска при эксплуатации [3].

Однако процесс изготовления гранулируемых материалов также сопряжен с риском возникновения дефектов. Основной тип металлургических дефектов у таких сплавов – неметаллические включения [4], которые могут привноситься из различных источников (например, из примесей в исходных шихтовых материалах, внутренней части футеровки тигля плавильной печи или являться частицами шлака). Другие виды дефектов – межгранульные и внутригранульные поры, однако их размер и объемное содержание крайне малы. Они редко являются причиной разрушения при малоцикловой усталости (МЦУ) – менее 1 % от всех разрушений образцов. Дефекты принято делить на присущие материалу (*intrinsic*) с размером <200 мкм и посторонние (*rogue*) с размером >200 мкм. Такое деление связано с технологией рассева гранул, практически исключающей попадание в материал заготовок любых частиц с максимальным линейным размером, превышающим в 1,6 раза размер ячейки сита, используемого для выделения гранул нужной фракции. Посторонние включения могут попасть в материал в результате нарушения технологического процесса переработки гранул или вследствие несовершенства применяемого оборудования. Количество присущих материалу дефектов может достигать >1000 шт. в 1 кг материала. Посторонние включения встречаются существенно реже – типичным является одно включение на несколько сотен килограммов материала [5]. Электростатическая сепарация гранул позволяет существенно снизить количество неметаллических включений любых размеров в материале. Применение методов неразрушающего контроля компактированных заготовок (в первую очередь ультразвукового) позволяет снизить вероятность наличия посторонних включений в готовой детали. Однако, несмотря на высокую контролепригодность гранулируемых сплавов и постоянное совершенствование методов и средств ультразвукового контроля (УЗК), сложность выявления дефектов в гранулируемых никелевых сплавах остается серьезной проблемой. Для объективной оценки и ограничения риска разрушения дисков ГТД за рубежом и в РФ при сертификации двигателя разработчик должен подтвердить (путем проведения соответствующих расчетов), что диск из гранулируемого сплава не разрушится в пределах одобренного ресурса из-за внутренней несплошности. Данное требование следует из указаний норм летной годности АП-33 (33.70) [5],

устанавливающих необходимость доказывать при сертификации двигателя, что его основные детали, ресурс которых устанавливается в циклах, не разрушатся в пределах одобренного ресурса из-за дефектов в материале.

В соответствии с рекомендательным циркуляром [6], основным рекомендуемым подходом для подтверждения того, что диски не разрушатся из-за дефектов в материале, является «вероятностная оценка риска допустимости повреждений», при которой входными данными для расчета безопасного ресурса являются в первую очередь механические свойства материала и условия нагружения детали в полете. Кроме этого, для расчета необходимы оценки ожидаемого количества металлургических дефектов различного размера в материале детали. При отсутствии таких данных о дефектности материала циркуляр РЦ-АП-33.70-2 допускает и другие промежуточные варианты установления соответствия. Однако только вероятностные оценки риска разрушения могут быть использованы применительно к проблемам поддержания летной годности, связанным с недостаточностью ресурса детали и некоторым состоянием детали, которые не могут быть исключены с помощью доступных технологических процессов изготовления и методов контроля состояния. Иными словами, наличие данных о дефектности материала может позволить при сертификации двигателя обоснованно увеличить назначенный ресурс детали или интервалы между техническими осмотрами двигателя, что существенно влияет на его конкурентоспособность.

Ведущие зарубежные моторостроительные корпорации не публикуют применяемые подходы к оценке допустимости повреждений, однако по косвенным данным [7] можно сделать вывод, что для гранулируемых никелевых сплавов применяется именно вероятностный подход, и количественная оценка дефектности используемых ими гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов на этапе сертификации двигателей была проведена.

Данная статья посвящена анализу состояния количественной оценки дефектности гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов в РФ и за рубежом.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.3. «Методы неразрушающих исследований и контроля» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Опасность неверной оценки дефектности гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов

Ошибки при оценке дефектности материалов основных деталей ГТД из гранулируемых сплавов могут привести к серьезным последствиям. Завышение оцененного значения дефектности может вызвать необоснованное снижение расчетного ресурса детали. В свою очередь занижение оценки дефектности основных деталей из гранулируемых никелевых сплавов, допущенное на этапе сертификации двигателя и обнаруженное после начала его широкой коммерческой эксплуатации, приводит к необходимости массового отзыва двигателей для проведения внепланового технического обслуживания и замены деталей с тяжелыми экономическими последствиями для изготовителей двигателя и эксплуатантов.

Известные случаи недооценки дефектности, приведшие к снижению безопасности эксплуатации двигателей, связаны с тем, что на этапе одобрения ресурса и сертификации двигателей разработчику не было известно о возможности попадания в материал нового типа дефекта. Так, например, в марте 2020 г. во Вьетнаме на самолете Airbus A321 при попытке взлета разрушился ГТД V2500 производства компании Pratt & Whitney. В результате расследования производитель установил, что при изготовлении заготовки

диска первой ступени турбины высокого давления из гранулируемого жаропрочного никелевого сплава в материал попало включение размером $0,40 \times 0,06$ мм. При высокотемпературной термообработке неметаллическое включение вызвало образование внутреннего трещиноподобного (плоскостного) дефекта размером $3,0 \times 1,9$ мм. Дефект располагался в ступичной части заготовки глубоко под поверхностью и имел радиально-аксиальную ориентацию, вследствие чего он не был выявлен при стандартном УЗК заготовки. Концентрация напряжений, вызванная наличием дефекта, под действием эксплуатационных нагрузок привела к росту усталостной трещины и последующему разрушению диска [8]. Далее, 24 декабря 2022 г. при взлете из аэропорта Гвадалахары (Мексика) на другом аэробусе произошло разрушение диска седьмой ступени компрессора высокого давления двигателя PW1100G того же производителя. Диск был изготовлен из другого гранулируемого жаропрочного никелевого сплава. Проведя анализ, компания Pratt & Whitney установила, что двигатель вышел из строя из-за дефекта такого же типа, который стал причиной инцидента в марте 2020 г. Для снижения риска попадания загрязнений в материал деталей, производитель ввел девять технологических мероприятий [7]. Однако поскольку до этого металл с повышенной дефектностью использовался компанией Pratt & Whitney для изготовления основных деталей ГТД в течение 6 лет, потребовалось экстренное (ранее первоначально одобренного срока) проведение инспекции дисков ~3000 находящихся в эксплуатации двигателей. Единственным эффективным способом обнаружить внутренний радиально-аксиальный дефект в дисках оказался УЗК с применением волн, вводимых под углом к поверхности (angled ultrasonic inspection – AUSI). Проведение такого контроля дисков требует снятия двигателя с самолета и занимает 250–300 дней. В результате с 2023 г. в среднем 350 самолетов по всему миру одновременно выведены из эксплуатации, авиакомпаниям приходится сокращать количество выполняемых рейсов. Финансовые потери компании Pratt & Whitney оцениваются в 6–7 млрд долл. США [7].

Похожая, но менее масштабная проблема была обнаружена в 2023 г. компанией General Electric. Загрязнение материала представляло собой включения из стали, попавшие в гранулируемый жаропрочный никелевый сплав из-за недостатков процесса производства гранул. Такие включения могут снижать усталостную долговечность материала и приводить к преждевременному разрушению диска. Диски нескольких двигателей CF6 и GE90, изготовленные из материала, потенциально способного содержать такие включения, было предписано заменить [9].

Представление результатов оценки дефектности

В циркуляре РЦ-АП-33.70-2 для вероятностного расчета безопасного ресурса предлагается использовать специализированное программное обеспечение (ПО). Входными данными в ПО в первую очередь являются механические свойства материала и условия нагружения детали в полете. Кроме этого, для расчета необходимы оценки ожидаемого количества металлургических дефектов различного размера в материале детали, обычно представляемые в виде распределения дефектов по размерам и частоте появления, т. е. графика функции обратного кумулятивного распределения, характеризующей ожидаемое количество дефектов (по оси ординат) с размером больше определенного (по оси абсцисс) в единице массы материала детали. В ПО при вероятностной оценке допустимой повреждаемости для гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов (как и для всех сплавов кроме титановых) под размером дефекта понимается его максимальный линейный размер. В данной статье (если не указано иное) под размером дефекта понимается именно его максимальный линейный размер. Следует

отметить, что для применения промежуточных подходов к допустимой повреждаемости в качестве размера на графике распределения размеров и частоты появления дефектов может потребоваться указание площади дефекта в максимальном сечении.

Диапазон размеров дефектов, в котором должна быть выполнена оценка, ограничен снизу тем фактом, что при размере дефекта <30 мкм усталостная трещина с большей вероятностью возникнет в материале не от дефекта, а от границы зерен, которая в анизотропных материалах также является концентратором напряжений [10].

Как показано в работе [11], дефекты в гранулируемых сплавах при решении стереологических задач с достаточной степенью достоверности можно представлять в виде эллипсоидов. Размер и форма эллипсоида однозначно характеризуется длиной его главных осей a , b и c , где a – длина наибольшей оси, c – наименьшей. Форма такой модели дефекта определяется соотношением длин осей (a/b и b/c) и при расчете в ПО задается в виде параметров математического ожидания и среднеквадратичного отклонения распределения этих соотношений. Эти параметры также должны быть установлены при оценке дефектности материала.

Ориентация дефекта в пространстве определяется тремя углами между главными осями эллипсоида и осями координат детали. Параметры распределения указанных углов, также как и параметры распределения размеров дефектов, вводятся при расчете в ПО. Следует отметить, что углы наклона дефекта в пространстве (в детали) могут иметь некоторую упорядоченность или преимущественную ориентацию в отдельных зонах детали только в случае применения технологии «горячее изостатическое прессование (ГИП) + деформация». Для отечественных деталей, получаемых методом прямого ГИП, ориентация дефектов в пространстве будет случайной. Это означает, что все три угла, задающие ориентацию дефекта в пространстве, будут распределены по равномерному закону в диапазоне от 0 до π радиан.

Анализ способов получения первичной информации для оценки дефектности

Для оценки дефектности гранулируемых сплавов могут применяться различные методы исследования. Агентством по авиационной безопасности Европейского союза разработан сертификационный меморандум [12], который предлагает следующие способы сбора количественной информации о дефектах в гранулируемых никелевых сплавах:

- металлографическое исследование шлифов позволяет определить все дефекты, будь то поры или включения, однако исследованию подвергается лишь относительно небольшой объем материала, что приводит к необходимости экстраполяции результатов;

- испытания на растяжение больших прутков и последующая фрактография – предполагается, что при этом пруток порвется в сечении, содержащем наибольший дефект, и размер этого дефекта можно будет измерить на изломе. Однако это произойдет, только если наибольший дефект будет соответствующим образом ориентирован к направлению приложения нагрузки. Данный способ позволяет исследовать достаточно большие объемы материала, но обнаружен при этом будет только дефект наибольшего размера в каждом образце. Утверждается, что для построения графика дефектности может быть использовано распределение Гумбеля;

- испытания на МЦУ и последующая фрактография – рекомендуется использовать образцы большего размера, чем обычно, для более быстрого набора статистических данных, однако размер образцов ограничен максимальным усилием имеющихся разрывных машин. При этом аналогично предыдущему способу будет обнаружен только дефект наибольшего размера в каждом образце, и для построения графика дефектности требуется специальная математическая обработка результатов;

– разделение гранул в тяжелой жидкости, при котором материал в виде порошка погружается в жидкость с плотностью меньше, чем у гранул, но больше, чем у керамических включений. Таким образом, металлические гранулы опускаются на дно, а неметаллические включения всплывают. Преимущества способа в том, что таким образом дефектность определяется непосредственно, без применения какого-либо математического аппарата и вероятностной оценки, для измерений доступны все габаритные размеры дефекта. Однако данный способ не учитывает деформацию заготовки и, таким образом, может использоваться только для материалов при прямом ГИП, а также не позволяет оценивать поры;

– растворение в кислотах, которые растворяют металл, но не керамику. Применять данный способ затруднительно на материалах, содержащих вольфрам, и, как и в предыдущем случае, невозможно оценивать поры;

– вскрытие дефектов, обнаруженных при исследовании ультразвуковым методом, возможно для больших объемов материала и выявления как керамических включений, так и пор. Способ позволяет выявлять относительно большие дефекты вследствие ограничений чувствительности УЗК.

Проблемы металлографических исследований

Как указано ранее, металлографические методы позволяют достоверно оценить дефектность только в диапазоне небольших размеров дефектов. По мнению зарубежных исследователей [13], необходимый объем металлографических исследований гранулируемых сплавов должен составлять существенно более 100 см^2 шлифов. Однако даже при такой внушительной площади исследуемых шлифов металлографические исследования позволяют оценить дефектность материала только в диапазоне размеров до 60–70 мкм. С увеличением размера дефектов их количество резко снижается, поэтому даже незначительное увеличение требуемого диапазона размеров дефектов приведет к необходимости кратного увеличения площади исследуемых шлифов и соответствующему увеличению трудоемкости. Для объективной оценки дефектности в диапазоне размеров >60 мкм целесообразно комбинировать металлографические исследования с другими методами оценки.

Другой научной проблемой применения металлографических методов является необходимость определения объемного содержания включений на основе информации о дефектах, обнаруженных на шлифах. Размер дефекта на шлифе, как правило, не совпадает с его максимальным размером в трехмерном объеме – сечение обычно случайно проходит через включение. В стереологических задачах нередко требуется построение графика, отражающего плотность вероятности наличия дефекта определенного размера $a \times b \times c$ в единице объема – это делается на основе статистических данных о числе и размерах дефектов, выявленных металлографическими методами.

В статье [14] доказано, что для дефектов произвольной формы, а также для эллипсоидов с произвольными осями a , b и c , строгое математическое решение задачи восстановления объемного распределения по срезам принципиально невозможно.

Тем не менее если соотношения между полуосями эллипсоидов известны, задачу удастся решить с использованием метода максимума правдоподобия [15]. Однако тестирование данного подхода на искусственных образцах, содержащих заранее заданные включения, продемонстрировало неоднозначные результаты: в одном случае достоверность была подтверждена, а в другом – метод максимума правдоподобия показал неудовлетворительное качество оценки.

В большинстве современных публикаций (например, в обзоре [11] по жаропрочным никелевым сплавам) содержатся ссылки на фундаментальную работу [14], в которой

предложен так называемый «развертывающий» алгоритм. Он позволяет с использованием распределения размеров дефектов на шлифах оценить параметры этих дефектов уже в объеме материала. Однако этот математический метод опирается на некоторые важные допущения:

- все включения имеют форму сфероидов, т. е. эллипсоидов с двумя равными полуосями;
- предполагается, что в материале содержатся либо только продолговатые сфероиды (с равными полуосями b и c), либо только сплюснутые сфероиды (с равными полуосями b и a).

В алгоритме, представленном в работе [15], численное решение стереологического уравнения выполняется для определенных дискретных размеров и форм дефектов. Для этого весь диапазон размеров и параметров формы разбивается на k и s интервалов соответственно, что неминуемо влечет за собой случайные ошибки дискретизации и снижает точность итоговой оценки. Таким образом, хотя использование алгоритма, представленного в работе [16], и возможно, представляется целесообразным продолжить исследования в направлении метода максимума правдоподобия, включая верификацию получаемых результатов.

Проблемы фрактографических исследований

Имея большой опыт испытания образцов из гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов, специалисты НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ выразили сомнение в возможности применения испытаний на растяжение больших прутков для оценки дефектности материала. Разрушение прутка по дефекту при статическом нагружении маловероятно. Возможно, рекомендации в сертификационном меморандуме [12] составлены для сплавов, получаемых методом «ГИП + деформация», и в этой части не применимы для материалов, получаемых методом прямого ГИП. Поэтому для оценки дефектности рассмотрим только фрактографические исследования изломов образцов, разрушенных в результате испытаний на МЦУ.

Несмотря на существенно больший (по сравнению с методом металлографии) объем исследуемого металла, диапазон размеров дефектов, в котором фрактографические исследования позволяют получить достоверную информацию о дефектности, также ограничен. Диаметр рабочей части образца, предназначенного для проведения испытаний на МЦУ, для жаропрочных сплавов составляет от 5 до 10 мм [17, 18], что соответствует объему рабочей части образца – не более 2 см^3 . Даже по результатам испытания нескольких десятков образцов обнаружить дефекты размером $>160\text{ мкм}$ невозможно.

К ключевым проблемам фрактографических исследований относится также их выраженная локальность: анализ ограничивается исключительно областью излома, вследствие чего получить комплексное представление о распределении дефектов по всему объему материала оказывается весьма затруднительно. В сертификационном меморандуме [12] для минимизации подобных неопределенностей рекомендовано использовать распределение Гумбеля. Этот метод позволяет оценивать параметры исходного распределения по наибольшим значениям, полученным в серии выборок (в предположении, что образец всегда разрушается по наибольшему дефекту). Однако этот статистический метод предполагает ряд ограничений – в частности, требуется, чтобы искомое распределение было ограничено, что не очевидно для распределения дефектов в материале. Кроме того, весь имеющийся математический аппарат по оценке параметров исходного распределения на основе данных о максимальных значениях в выборке при помощи статистики Гумбеля разработан для исходного распределения, подчиняющегося нормальному закону, и найти известное аналитическое решение для исходного распределения произвольной формы не удалось.

В качестве альтернативного, более универсального способа авторами данной статьи предложено применять сочетание методов Монте-Карло и максимума правдоподобия. Метод Монте-Карло основан на многократном статистическом моделировании случайных выборок, что позволяет получать приближенные численные результаты даже для сложных или неразрешимых аналитически задач, особенно при отсутствии точной информации о распределении дефектов. С помощью метода максимума правдоподобия можно оценивать неизвестные параметры распределения дефектов путем максимизации функции правдоподобия – универсальный статистический способ для работы с различными видами данных независимо от типа их распределения. Опробование этих методов на симулированных данных показало, что оценка возможна, но неопределенность в полученной оценке растет с уменьшением размера дефекта. Для снижения возникновения возможных ошибок целесообразно применять эти методы совместно с металлографическими исследованиями, имеющими низкую погрешность в диапазоне размеров дефекта <60 мкм.

Однако независимо от применяемых методов статистической обработки результатов следует учитывать, что образец не всегда разрушается по самому большому дефекту. Например, если разрушение происходит по дефекту, локализованному в середине образца, можно с большой долей уверенности считать, что этот дефект является самым большим по размеру во всей рабочей части образца. Но возникновение трещины ближе к поверхности заметно осложняет ситуацию: из-за возрастания концентрации напряжений именно на периферии зачастую инициируется разрушение [10]. Для дефектов плоскостного характера на вероятность разрушения образца влияет ориентация дефекта относительно направления нагружения. Это приводит к тому, что дефект, послуживший причиной разрушения, вовсе не обязательно максимален по размеру, а более крупные внутренние дефекты могут остаться необнаруженными. В подобных случаях использование распределения Гумбеля требует введения соответствующих корректировок.

Несмотря на перечисленные проблемы, фрактографические исследования остаются перспективным методом для количественной оценки дефектности в диапазоне размеров дефектов от 60 до 160 мкм.

Проблемы ультразвукового контроля

Основным ограничением применения ультразвукового исследования для сбора информации о дефектах является чувствительность метода. При серийном контроле заготовок из гранулируемых сплавов чувствительность контроля соответствует выявлению плоскостного отражателя диаметром 0,4 мм. Это означает, что при контроле будут выявлены дефекты, по своей отражающей способности эквивалентные указанному плоскостному отражателю. Однако дефект может быть значительно большего размера, но из-за своей формы и неоптимальной ориентации относительно направления ввода ультразвуковых колебаний может быть пропущен. О другой возможной причине пропуска дефекта упоминается в сертификационном меморандуме [12] на странице 6: выявляемость дефекта зависит от того, имеется ли когезия между материалом дефекта и основным материалом.

Очевидно, что если дефект будет выявлен при УЗК, заготовка будет забракована и не пойдет в дальнейшее производство. Но так как выявление дефекта при УЗК из-за описанных ранее причин носит вероятностный характер, необходима оценка вероятности обнаружения дефектов с целью определения количества «пропущенных» при УЗК дефектов. Определение вероятности обнаружения дефектов при УЗК – отдельная задача, которая требует либо изготовления специальных образцов, либо сложного математического аппарата, и ее необходимо решать для каждого отдельно взятого случая

применения УЗК: для различных материалов, способов изготовления и технологии контроля вероятность обнаружения дефектов будет различной [19, 20].

Поскольку проведение УЗК не гарантирует выявление всех дефектов заданного размера (т. е. существует ненулевая вероятность того, что после контроля в заготовках останутся необнаруженные дефекты), возникает необходимость оценивать дефектность для подобных дефектов. Использование металлографических и фрактографических исследований перекрывает диапазон размеров дефектов до 160 мкм, следовательно, необходимо увеличить чувствительность УЗК для обеспечения перекрытия всего диапазона размеров дефектов.

Для этого предложен и опробован факультативный контроль на повышенной чувствительности (плоскодонный отражатель диаметром 0,2 мм), а также контроль продольными волнами, вводимыми под углом к поверхности. Основными причинами ограничения чувствительности УЗК являются затухание и рассеяние ультразвуковых колебаний в материале из-за чего уменьшается отношение сигнал/структурный шум. Для увеличения этого отношения и, соответственно, увеличения чувствительности использовали фокусированные ультразвуковые преобразователи, которые позволяют сфокусировать ультразвуковой пучок на требуемой глубине, изменяя расстояние от торца преобразователя до поверхности ввода ультразвуковых колебаний. Фокальную зону преобразования, в которой ультразвуковой пучок обладает наибольшей интенсивностью, можно сдвигать по глубине и таким образом проводить «послойный» ультразвуковой контроль на повышенной чувствительности.

При опробовании такого контроля на заготовках из гранулируемого жаропрочного сплава обнаружено несколько эхо-сигналов, эквивалентных по своей отражающей способности плоскодонным отражателям диаметром от 0,2 до 0,26 мм. Места расположения указанных эхо-сигналов вырезаны из заготовок и вскрыты с помощью излома (рис. 1). Установлено, что все выявленные дефекты являются включениями. Площадь дефектов на изломе составила от 25542 до 34059 мкм². Эквивалентный площади диаметр включений на изломе составил от 180 до 211 мкм.

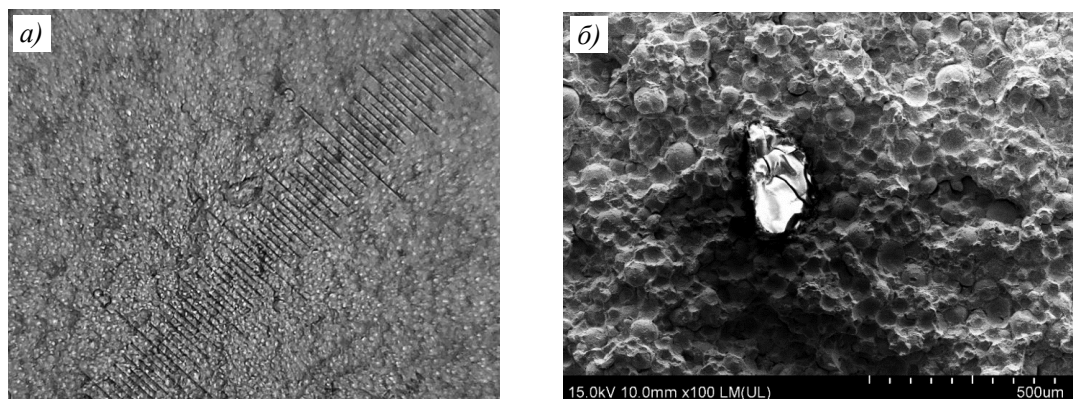


Рис. 1. Внешний вид включения на оптическом (а) и электронном (б) микроскопах

В настоящее время ультразвуковой метод неразрушающего контроля большого объема заготовок является единственным способом количественной оценки возможного содержания в материале дефектов, относящихся к «посторонним». К таким дефектам относятся и упомянутые ранее радиально-аксиальные трещины, и железные включения. На настоящий момент нет оснований предполагать, что эти два типа дефектов характерны для гранулированных жаропрочных никелевых сплавов, выпускаемых предприятиями РФ. Однако поскольку крупные посторонние включения с большой вероятностью могут

привести к преждевременному разрушению детали при эксплуатации, учет возможности наличия таких включений при построении графика дефектности, по-видимому, необходим.

Томография как альтернативный способ оценки дефектности

Помимо вышеперечисленных способов, для оценки дефектности может использоваться рентгеновская компьютерная томография (РКТ). Диапазон размеров дефектов, на который может распространяться оценка с использованием РКТ, – от 40 до 160 мкм. Нижняя граница размеров дефектов обусловлена тем, что даже при использовании микрофокусной рентгеновской трубки, максимально возможного увеличения и высокоразрешающего плоскопанельного детектора дефекты размером 40 мкм с высокой вероятностью могут быть пропущены. Верхняя граница связана с тем, что дефекты размером >160 мкм встречаются в материале крайне редко, и для обнаружения статистически значимого количества дефектов такого размера потребуется томографическое исследование сотен образцов. По перекрываемому диапазону размеров дефектов РКТ является альтернативой фрактографическим исследованиям изломов образцов, поэтому ее следует сравнивать именно с этим методом. К достоинствам РКТ следует отнести возможность регистрации дефектов всех размеров в исследуемом объеме материала, а не только одного наибольшего. Однако эксперименты, проведенные авторами данной статьи на образцах для испытаний на МЦУ, показали, что при РКТ не обнаруживается существенная часть дефектов размером 40–90 мкм, которые впоследствии становятся причиной разрушения образца при испытании на МЦУ. Причинами пропуска дефектов могут быть:

- плоскостной характер дефекта, при котором один из его габаритных размеров существенно меньше, чем два других, и в результате он не образует радиационного контраста, достаточного для его обнаружения;

- плотность материала включения, сопоставимая с плотностью никелевого сплава. Так, один из видов включений в сплаве ЭП741П содержит оксид гафния [21], плотность которого соответствует плотности никелевого сплава, что будет препятствовать формированию изображения этого дефекта на томограмме.

Еще одним известным недостатком РКТ является весьма сильная зависимость размера и количества зафиксированных дефектов от установленных параметров ПО, используемого при расшифровке и анализе томограмм. Дело в том, что результатом восстановления внутренней структуры исследуемого объекта после проведения его экспозиции является трехмерный цифровой массив вокселей (трехмерных пикселей), каждому из которых присвоено значение уровня серого, соответствующее среднему значению поглощения рентгеновского излучения материалом этого вокселя (больше поглощение – ниже уровень серого). Типичный размер вокселя при исследовании дефектности составляет $10 \times 10 \times 10$ мкм. Однако разрешающая способность системы ниже, чем это может показаться на основе размера вокселя. При этом величина уровня серого подвержена влиянию случайного шума. Упомянутый недостаток РКТ проявляется, например, при измерении пористости углепластиков. В работе [22] показано, как различные алгоритмы выбора порога обнаружения приводят к значениям этого порога от 35583 до 47086, в результате чего величина объемной доли пор одного образца, измеренная по одной и той же томограмме, варьируется от 3,81 до 10,42 % при фактическом значении ~6 %.

Эксперименты с проведением РКТ образцов для МЦУ с рабочей частью диаметром 4–5 мм показали, что автоматизированный способ поиска дефектов, основанный на пороговом значении уровня серого, при РКТ не применим. Применение модуля автоматизированного поиска дефектов Porosity/Inclusion Analysis неэффективно, так как

контраст как пор, так и плотных включений оказался слишком низким. Варьирование критериев поиска приводило либо к значительному пропуску дефектов, либо к отнесению к дефектам шумов изображения. На рис. 2 схематично показано, как разрешающая способность и шумовые характеристики делают невозможной точную оценку размера и количества дефектов: при выборе порога 1 оба дефекта будут зарегистрированы, но будет также ложно обнаружен отсутствующий дефект, обусловленный шумом, а при выборе порога 2 один из дефектов будет пропущен.

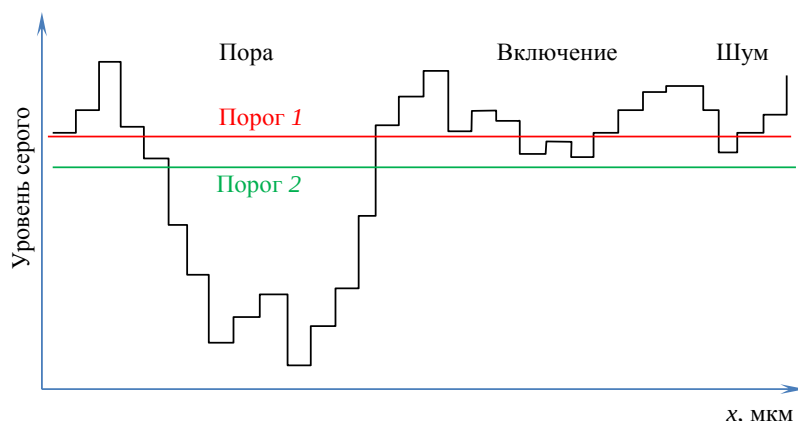


Рис. 2. Типичный график изменения уровня серого вдоль одной линии, проходящей через пору и включение. Меньшие значения уровня серого соответствуют меньшей плотности материала (дефекту)

Поэтому дефекты при использовании РКТ для оценки дефектности гранулируемых сплавов необходимо находить и определять размеры вручную. При этом методические указания для оператора, обеспечивающие однозначность и повторяемость такой расшифровки, позволяющие если не гарантированно фиксировать все дефекты с размером >60 мкм, то хотя бы исключить ложное обнаружение дефектов и обеспечить несмещенную оценку размеров обнаруженных дефектов, в настоящее время отсутствуют.

Таким образом, для получения надежных результатов оценки дефектности с применением РКТ следует, по-видимому, предварительно разработать методику такой оценки.

Казалось бы, к достоинствам томографии следует отнести более низкие (по сравнению с испытаниями на МЦУ) трудоемкость и стоимость работ, однако следует отметить, что РКТ одного образца занимает около одной смены, а с учетом амортизации оборудования и необходимости последующей обработки результатов себестоимость такого исследования соизмерима с себестоимостью испытаний на МЦУ.

Заключения

Для оценки дефектности заготовок из гранулируемых жаропрочных сплавов (с учетом преимуществ и недостатков рекомендованных методов) и перекрытия диапазона размеров дефектов, влияющих на эксплуатационные характеристики, целесообразно выбрать три способа: металлографическое исследование шлифов, испытания на МЦУ с последующей фрактографией, а также вскрытие дефектов, обнаруженных при исследовании ультразвуковым методом. Для использования вышеуказанных подходов необходимо совершенствовать математические методы обработки результатов, получаемых при металлографических и фрактографических исследованиях, повышать чувствительность УЗК и вероятностную оценку выявляемости дефектов при его применении. Возможно также применение РКТ взамен фрактографии, для чего необходимо разработать единый методический подход к оценке количества и размеров дефектов.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Основные итоги и направления развития материалов для перспективной авиационной техники // 75 лет. Авиационные материалы. М.: ВИАМ, 2007. С. 20–26.
2. Рыжков П.В., Горбовец М.А., Ходинев И.А. Определение параметров модели пластичности при циклическом нагружении жаропрочного никелевого сплава при повышенной температуре // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 1 (78). С. 72–87. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 09.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-72-87.
3. National Transportation Safety Board. Aircraft accident report. 2018. URL: <https://www.nts.gov> (дата обращения: 09.01.2025).
4. Domas P.A., Roth P.G. Probabilistic Life Prediction Methods // Meeting the Challenges for Practical Application: Sixth international fatigue congress. Berlin, Germany, 1996. Vol. II. P. 1251.
5. Нормы летной годности двигателей воздушных судов: АП-33: утв. Постановлением 32-й сессии Совета по авиации и использованию воздушного пространства. 6-е изд., с поправками 1–5. М.: Авиаиздат, 2025. С. 7–11.
6. РЦ-АП-33.70-2. Методические материалы для реализации требований к основным деталям двигателя, ресурс которых устанавливается в циклах: рекомендательный циркуляр АР МАК. М., 2023. С. 25.
7. Class action amended consolidated class action complaint for violation of the federal securities laws // United States District Court District of Connecticut. URL: <https://www.saxenawhite.com> (дата обращения: 09.01.2025).
8. Investigation result of serious incident Vietnam Airlines Uncontained Engine Failure AIRBUS A321 MSN 5306 (VN-A392) Flight VN92: Final Report / Civil Aviation Authority of Vietnam. 2020. 36 p.
9. Airworthiness Directives; International Aero Engines, AG Engines // Federal Register. 2024. Vol. 89. No. 15. P. 49098.
10. 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). С. 126–136. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 09.01.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-126-136.
11. McClung R.C., Enright M.P., Liang W. Integration of NASA-developed lifing technology for PM alloys into DARWIN: The NASA STI. San Antonio, Texas, 2011. 74 p.
12. The integrity of nickel powder metallurgy rotating critical parts for gas turbines: Certification Memorandum. European Union Aviation Safety Agency, 2017. P. 1–11.
13. Kantzos P., Bonacuse P., Telesman J. et al. The Effect of Powder Cleanliness on the Fatigue Behavior of Powder Metallurgy Ni-Disk Alloy Udimet 720 // Superalloys. Multidisciplinary Digital Publishing Institute, 2004. P. 409–417.
14. Cruz-Orive L.M. Particle Size-Shape Distributions: the General Spheroid Problem I: Mathematical Model // Journal of Microscopy. 1976. Vol. 107. P. 235–253.
15. Bonacuse P., Kantzos P., Telesman J. Ceramic inclusions in powder metallurgy disk alloys: characterization and modeling: NASA/CR-2002-211682. Cleveland, Ohio, 2002. 38 p.
16. Cruz-Orive L.M. Particle Size-Shape Distributions: the General Spheroid Problem II: Stochastic Model and Practical Guide // Journal of Microscopy. 1977. Vol. 112. P. 153–167.
17. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 1. Основные определения, параметры нагружения, представление результатов испытаний // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 4 (61). С. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-4-59-70.
18. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 2. Анализ уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина. Методики испытаний и обработки результатов // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 80–94. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 09.01.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-80-94.
19. Чертищев В.Ю., Далин М.А., Бойчук А.С., Краснов И.С. Обзор статистических методов оценки вероятности обнаружения дефектов при неразрушающем контроле // В мире неразрушающего контроля. 2021. Т. 24. № 2 (92). С. 4–14.

20. Краснов И.С., Ложкова Д.С., Далин М.А. Оценка дефектности заготовок из титановых сплавов для вероятностного расчета риска разрушения дисков газотурбинных двигателей в эксплуатации // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 2 (63). С. 115–122. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 09.01.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-115-122.
21. Трунькин И.Н., Артамонов М.А., Овчаров А.В., Васильев А.Л. Исследование содержащих гафний дефектов в гранулируемом никелевом сплаве ЭП741НП, используемом для изготовления авиационных двигателей // *Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение*. 2019. Т. 18. № 2. С. 89.
22. Kastner J., Plank B., Salaberger D., Sekelja J. Defect and Porosity Determination of Fibre Reinforced Polymers by X-ray Computed Tomography // 2nd International Symposium on NDT in Aerospace: Proceedings. Wels, Austria, 2010. P. 5.

References

1. Kablov E.N. Main results and directions of development of materials for advanced aviation technology. *75 years. Aviation materials*. Moscow: VIAM, 2007, pp. 20–26.
2. Ryzhkov P.V., Gorbovets M.A., Hodinev I.A. Determination of the parameters of the plasticity model under cyclic loading of a heat-resistant nickel alloy at elevated temperatures. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 1 (78), pp. 72–87. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 09, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-72-87.
3. *National Transportation Safety Board. Aircraft accident report*. 2018. Available at: <https://www.nts.gov> (accessed: January 09, 2025).
4. Domas P.A., Roth P.G. Probabilistic Life Prediction Methods. *Meeting the Challenges for Practical Application: Sixth international fatigue congress*. Berlin, Germany, 1996, vol. II, p. 1251.
5. *Airworthiness Standards for Aircraft Engines: AP-33: approved by the Resolution of the 32nd Session of the Aviation and Airspace Utilization Council*. 6th ed., with amendments 1–5. Moscow: Aviaizdat, 2025, pp. 7–11.
6. RC-AP-33.70-2. *Methodological Materials for the Implementation of Requirements for Main Engine Components, the Service Life of Which is Established in Cycles*: Advisory Circular of the Interstate Aviation Committee (AR IAC). Moscow, 2023, p. 25.
7. Class action amended consolidated class action complaint for violation of the federal securities laws. *United States District Court District of Connecticut*. Available at: <https://www.saxenawhite.com> (accessed: January 09, 2025).
8. *Investigation result of serious incident Vietnam Airlines Uncontained Engine Failure AIRBUS A321 MSN 5306 (VN-A392) Flight VN92: Final Report*. Civil Aviation Authority of Vietnam, 2020, 36 p.
9. *Airworthiness Directives; International Aero Engines, AG Engines*. Federal Register, 2024, vol. 89, no. 15, p. 49098.
10. 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), pp. 126–136. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 09, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-126-136.
11. McClung R.C., Enright M.P., Liang W. *Integration of NASA-developed lifing technology for PM alloys into DARWIN: The NASA STI*. San Antonio, Texas, 2011, 74 p.
12. *The integrity of nickel powder metallurgy rotating critical parts for gas turbines: Certification Memorandum*. European Union Aviation Safety Agency, 2017, pp. 1–11.
13. Kantzos P., Bonacuse P., Telesman J. et al. The Effect of Powder Cleanliness on the Fatigue Behavior of Powder Metallurgy Ni-Disk Alloy Udimet 720. *Superalloys*. Multidisciplinary Digital Publishing Institute, 2004, pp. 409–417.
14. Cruz-Orive L.M. Particle Size-Shape Distributions: the General Spheroid Problem I: Mathematical Model. *Journal of Microscopy*, 1976, vol. 107, pp. 235–253.
15. Bonacuse P., Kantzos P., Telesman J. *Ceramic inclusions in powder metallurgy disk alloys: characterization and modeling*: NASA/CR-2002-211682. Cleveland, Ohio, 2002, 38 p.

16. Cruz-Orive L.M. Particle Size-Shape Distributions: the General Spheroid Problem II: Stochastic Model and Practical Guide. *Journal of Microscopy*, 1977, vol. 112, pp. 153–167.
17. Erasov V.S., Oreshko E.I. Fatigue tests of metal materials (review). Part 1. Main definitions, loading parameters, representation of results of tests. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 59–70. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-4-59-70.
18. Erasov V.S., Oreshko E.I. Tests for fatigue of metal materials (review). Part 2. Analysis of the Basquin–Manson–Coffin equation. Methods of testing and processing of results. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 80–94. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 09, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-80-94.
19. Chertishchev V.Yu., Dalin M.A., Boychuk A.S., Krasnov I.S. Review of statistical methods for assessing the probability of detecting defects in non-destructive testing. *V mire nerazrushayushchego kontrolya*, 2021, vol. 24, no. 2 (92), pp. 4–14.
20. Krasnov I.S., Lozhkova D.S., Dalin M.A. Evaluation of deficiency of titanium alloy forgings for probabilistic calculation of gas turbine engine disks fracture risk. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 115–122. Available at: <https://www.journal.viam.ru> (accessed: January 09, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-115-122.
21. Trunkin I.N., Artamonov M.A., Ovcharov A.V., Vasiliev A.L. Study of hafnium-containing defects in granulated nickel alloy EP741NP used for the manufacture of aircraft engines. *Vestnik Samarskogo universiteta. Aerokosmicheskaya tekhnika, tekhnologii i mashinostroyeniye*, 2019, vol. 18, no. 2, p. 89.
22. Kastner J., Plank B., Salaberger D., Sekelja J. Defect and Porosity Determination of Fibre Reinforced Polymers by X-ray Computed Tomography. *2nd International Symposium on NDT in Aerospace: Proceedings*. Wels, Austria, 2010, p. 5.

Информация об авторах

Герасимов Дмитрий Михайлович, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Далин Михаил Альбертович, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Dmitry M. Gerasimov, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ivan S. Krasnov, Lead Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 03.10.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 21.10.2025.

The article was submitted 03.10.2025; approved and accepted for publication after reviewing 21.10.2025

Научная статья

УДК 669.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-35-44

АНАЛИЗ СКЛОННОСТИ К ДЕФОРМАЦИОННОМУ УПРОЧНЕНИЮ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ ТЕМПЕРАТУРЫ ОБРАБОТКИ ТОНКОСТЕННЫХ ТРУБ ИЗ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ КОРРОЗИОННОСТОЙКОЙ СТАЛИ

Г.С. Севальнев¹, К.В. Дульнев¹, К.Д. Обливанцев¹

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

Аннотация. Исследована склонность к деформационному упрочнению коррозионно-стойкой азотсодержащей стали 15X15N4AGM-Ш, применяемой для изготовления тонкостенных труб авиационного назначения. На основе упрощенной модели Джонсона–Кука по результатам испытаний рассчитаны параметры деформационного упрочнения A , B и n , а также введенный коэффициент упрочнения H_c . Установлено, что отпуск при 500 °С обеспечивает максимальные значения коэффициента B (500 МПа) и показателя n (0,23), тогда как при 600 °С формируется более низкий уровень прочностных свойств ($\sigma_{0,2} = 1165$ МПа) при сохранении достаточной пластичности.

Ключевые слова: высокопрочная коррозионностойкая сталь, высокоазотистая сталь, тонкостенные трубы, фазовый состав, механические свойства, технологичность

Для цитирования: Севальнев Г.С., Дульнев К.В., Обливанцев К.Д. Анализ склонности к деформационному упрочнению в зависимости от температуры обработки тонкостенных труб из азотсодержащей коррозионностойкой стали // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 35–44. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-35-44.

Scientific article

STUDY OF STRAIN HARDENING PROPENSITY AS A FUNCTION OF PROCESSING TEMPERATURE IN THIN-WALLED TUBES PRODUCED FROM NITROGEN-CONTAINING CORROSION-RESISTANT STEEL

G.S. Sevalnev¹, K.V. Dulnev¹, K.D. Oblivantsev¹

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 strain hardening propensity of nitrogen-containing corrosion-resistant steel 15Kh15N4AGM-Sh used for manufacturing thin-walled tubes for aviation applications was investigated. Based on the simplified Johnson–Cook model, strain hardening parameters A , B , and n , as well as the introduced hardening coefficient H_c , were calculated based on test results. It was determined that tempering at 500 °C provides maximum values of coefficient B (500 MPa) and exponent n (0,23), while tempering at 600 °C results in reduced strength properties ($\sigma_{0,2} = 1165$ MPa) while maintaining sufficient ductility.

Keywords: high-strength corrosion-resistant steel, high-nitrogen steel, thin-walled tubes, phase composition, mechanical properties, manufacturability

For citation: Sevalnev G.S., Dulnev K.V., Oblivantsev K.D. Study of strain hardening propensity as a function of processing temperature in thin-walled tubes produced from nitrogen-containing corrosion-resistant steel. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 35–44. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-35-44.

Введение

Холоднокатаные тонкостенные трубы из коррозионностойких сталей находят широкое применение в авиационной, ракетно-космической технике, энергетическом машиностроении и химической промышленности, где требуется сочетание высокой прочности, коррозионной стойкости и минимальной массы конструкции [1–5]. Особый интерес представляют трубы из высокопрочных мартенситных, мартенсито-аустенитных и мартенситно-старееющих коррозионностойких сталей с пределом прочности >1700 МПа, способных работать в агрессивных средах при высоких механических нагрузках [6–10]. Однако производство таких труб методами холодной деформации сопряжено со значительными технологическими трудностями, обусловленными комплексным взаимодействием процессов деформационного упрочнения, формирования структурной неоднородности и ограниченной технологической пластичности материала при обработке давлением [11].

Процесс изготовления труб на станах холодной прокатки или волочильных станах является многопроходной операцией, при которой материал испытывает значительные степени деформации (суммарно до 60–80 %) при комнатной температуре [12–16]. Для высокопрочных коррозионностойких сталей с исходным пределом прочности ≥ 1700 МПа характерны следующие особенности, осложняющие процесс:

- интенсивное деформационное упрочнение. Высокопрочные мартенситные и мартенсито-аустенитные стали демонстрируют значительное увеличение прочности в процессе холодной деформации. Согласно модели Джонсона–Кука, напряжение течения описывается уравнением $\sigma = A + B\varepsilon^n$, где A – условный предел текучести материала, МПа; B – коэффициент упрочнения, характеризующий способность материала сопротивляться деформации, МПа; ε – эффективная пластическая деформация; n – показатель степени упрочнения, характеризующий поведение материала при больших деформациях. Для сталей данного класса коэффициент деформационного упрочнения B может достигать 400–600 МПа, а показатель упрочнения n составляет 0,10–0,20 [17, 18]. Это приводит к тому, что уже после первых проходов прокатки напряжение течения материала возрастает на 20–30 %, что требует существенного увеличения усилий деформированием и может приводить к перегрузке оборудования [19];

- ограниченная технологическая пластичность. Высокопрочные стали характеризуются низким показателем деформационного упрочнения ($n < 0,15$) и малым равномерным удлинением ($\delta < 5–7$ %), что значительно сужает технологическое окно для холодной деформации [11]. При превышении критической степени деформации за один проход (обычно 15–25 % для данного класса сталей) происходит локализация деформации с образованием полос сдвига и микротрещин, что приводит к браку продукции [13, 14];

- высокие контактные напряжения и износ инструмента. Прокатка высокопрочных материалов сопровождается повышенными контактными напряжениями на границе «металл–инструмент», которые могут достигать 2000–2500 МПа [20]. Это приводит к интенсивному износу валков и оправок, образованию задиров на поверхности труб и снижению качества готовой продукции. Коэффициент трения в зоне деформации возрастает из-за прорыва смазочной пленки при высоких давлениях.

Интенсивное деформационное упрочнение металлических материалов при пластическом деформировании является одним из ключевых факторов, определяющих как технологичность при обработке давлением, так и надежность изделий авиационной и космической техники в условиях эксплуатационных нагрузок. Для высокопрочных конструкционных сталей и различных сплавов, применяемых в ответственных узлах авиационных конструкций, характеристики деформационного упрочнения приобретают особое значение, поскольку обеспечивают дополнительный запас прочности при локальных перегрузках и определяют стабильность процессов пластического формообразования [8, 21, 22].

Современные подходы к количественной оценке способности материалов к деформационному упрочнению основаны на анализе диаграмм растяжения и определении параметров феноменологических моделей пластического течения. Наибольшее распространение получили модели Холломона ($\sigma = K\varepsilon^n$, где K – коэффициент прочности металла) [23], Людвики ($\sigma = \sigma_0 + B\varepsilon^n$, где σ_0 – начальное напряжение течения, соответствующее пределу текучести материала) и Джонсона–Кука [17, 18], параметры которых имеют ясную физическую интерпретацию и непосредственно связаны с дислокационной структурой материала.

Отечественный и зарубежный опыт обработки высокопрочных сталей давлением показывает, что значение показателя деформационного упрочнения n в значительной степени определяет технологическую пластичность материала. Для обеспечения равномерного течения металла при штамповке сложнопрофильных деталей авиационного назначения рекомендуется использовать стали с показателем $n > 0,18$ – $0,20$ [17, 18]. При меньших значениях n возрастает риск локализации деформации и образования дефектов. В свою очередь коэффициент деформационного упрочнения B определяет абсолютную величину увеличения прочности при пластическом деформировании и непосредственно влияет на усилия формообразования при получении конечного полуфабриката.

В работе [8] показано, что высокопрочная коррозионностойкая мартенсито-аустенитная сталь 15X15H4АГМ-Ш при классической обработке, включающей закалку, обработку холодом и старение, обладает высокими показателями предела прочности, предела текучести и относительного удлинения. Однако для получения тонкостенных труб необходимо использовать высокотехнологичное оборудование, обеспечивающее большое усилие при обработке давлением. В противном случае узлы оборудования будут претерпевать значительный износ и ускоренный выход из строя. Для данной стали ключевой температурный интервал для обработки давлением составляет 600–700 °С: отпуск в этом диапазоне приводит к формированию высокоотпущенного мартенсита, значительному снижению прочности ($\sigma_b = 1320$ МПа, $\sigma_{0,2} = 990$ МПа) и сохранению достаточной пластичности ($\delta_5 \approx 19\%$) [8]. С целью повышения эффективности холодной обработки давлением необходимо проанализировать склонность к деформационному упрочнению в зависимости от температуры обработки и реализованного структурного состояния.

Цель данной работы – экспериментальная оценка параметров деформационного упрочнения высокопрочной коррозионностойкой стали 15X15H4АГМ-Ш по результатам механических испытаний образцов в соответствии с моделью Джонсона–Кука.

Материалы и методы

В качестве объектов исследования использовали цилиндрические заготовки из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали 15X15H4АГМ-Ш, которые используются для изготовления тонкостенных труб на стане холодной прокатки [8]. Для исследования механических свойств образцы подвергали термической обработке, включающей закалку для обеспечения однородной мартенсито-аустенитной структуры, и последующему отпуску при различных температурах в интервале 200–700 °С.

Механические свойства (σ_b , $\sigma_{0,2}$, δ_5) после термической обработки определяли путем испытания образцов, вырезанных из трубных заготовок, на статическое растяжение при температуре 20 °С в соответствии с ГОСТ 1497–2023 «Металлы. Методы испытаний на растяжение» с применением разрывной машины. Скорость испытаний образцов составила $0,01 \text{ с}^{-1}$.

Для определения скорости деформационного упрочнения в различных состояниях проводили расчеты в соответствии с упрощенным вариантом математической модели Джонсона–Кука, достаточной для определения склонности материала к деформационному упрочнению.

Помимо расчета коэффициентов, в соответствии с моделью определены показатель относительного упрочнения $\Delta U = ((\sigma - A)/A) \cdot 100 \%$, скорость упрочнения $\Theta = d\sigma/d\varepsilon$ и проанализирован коэффициент упрочнения $H_c = Bn$, введенный на основе анализа полученных данных.

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

Результаты и обсуждение

Вид диаграмм растяжения образцов в зависимости от температуры отпуска после испытаний при 20 °С представлен на рис. 1. Пилообразный вид диаграмм растяжения может быть связан либо с динамическим деформационным старением (взаимодействие дислокаций с атмосферами примесей С и N), либо с периодическим образованием и разрушением барьеров Ломер–Коттрелла. Стабильность аустенитной структуры в стали 15X15H4АГМ-Ш не способствует образованию полос Чернова–Людерса.

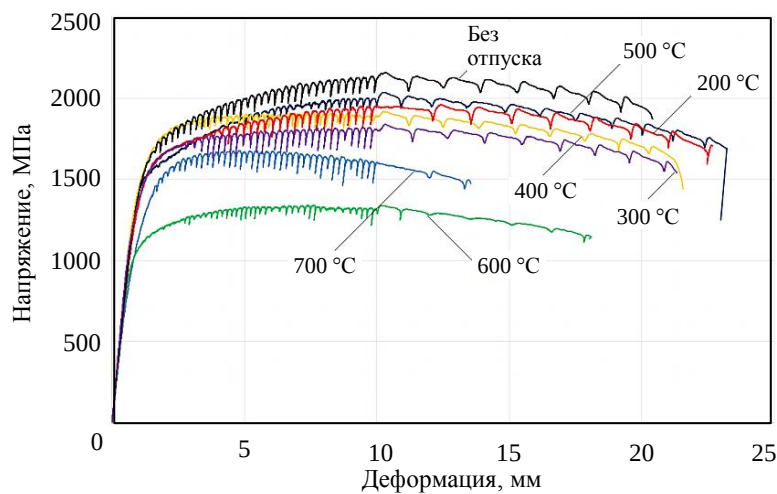


Рис. 1. Диаграммы растяжения образцов из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали 15X15H4АГМ-Ш при различных температурах отпуска

Для оценки степени деформационного упрочнения в соответствии с упрощенной моделью Джонсона–Кука первоначально определен условный предел текучести $\sigma_{0,2}$ (параметр A) по диаграммам растяжения (рис. 2).

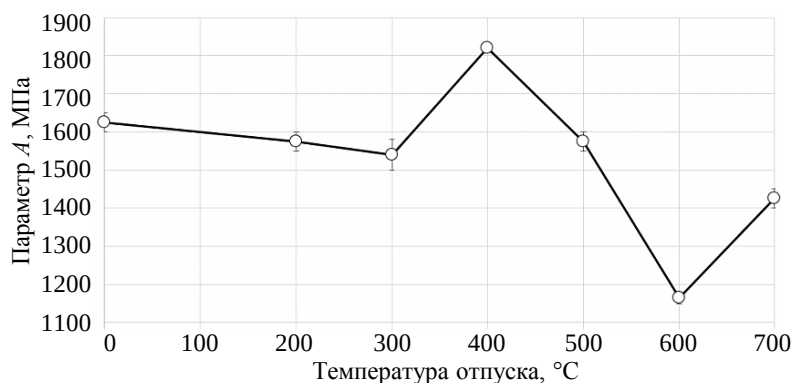


Рис. 2. Изменение параметра A для образцов из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали 15X15H4АГМ-Ш в зависимости от температуры отпуска

При отсутствии отпуска (точка 0 °С на рис. 2–4) и в интервале температур отпуска от 200 до 300 °С происходит снижение параметра A с 1625 до 1540 МПа, что связано с выделением углерода из твердого раствора. Значительное увеличение параметра A до 1820 МПа при температуре отпуска 400 °С связано с протеканием мартенситного ($\gamma \rightarrow \alpha$)-превращения и интенсивным выделением карбидов хрома $Cr_{23}C_6$. Дальнейшее уменьшение показателя до 1165 МПа в температурном интервале 400–600 °С связано с выделением карбидов и нитридов легирующих элементов из твердого раствора, подготовкой структуры для реализации ($\alpha \rightarrow \gamma$)-превращения.

Расчет параметров B и n (рис. 3) показал, что наиболее интенсивно деформационное упрочнение протекает при отсутствии отпуска (непосредственно после закалки), а также при температурах отпуска 200 и 500 °С. При увеличении температуры отпуска с 200 до 400 °С происходит снижение параметра B на 76 % (до 120 МПа), параметра n – на 47 %, что свидетельствует о значительном уменьшении интенсивности протекания деформационного превращения. Несмотря на то что при температуре отпуска 500 °С не реализуется наименьшее значение параметра A , параметры B и n максимальные, что, вероятно, связано с началом процесса перестаривания и интенсивного выделения карбидов и нитридов. Согласно расчетам, при данной температуре отпуска может реализоваться наилучшее деформационное упрочнение среди представленной выборки образцов, а также достигнута высокая технологичность материала. Однако, как упомянуто ранее, высокие прочностные характеристики требуют применения высокотехнологичного оборудования с высокими усилиями при холодной обработке давлением.

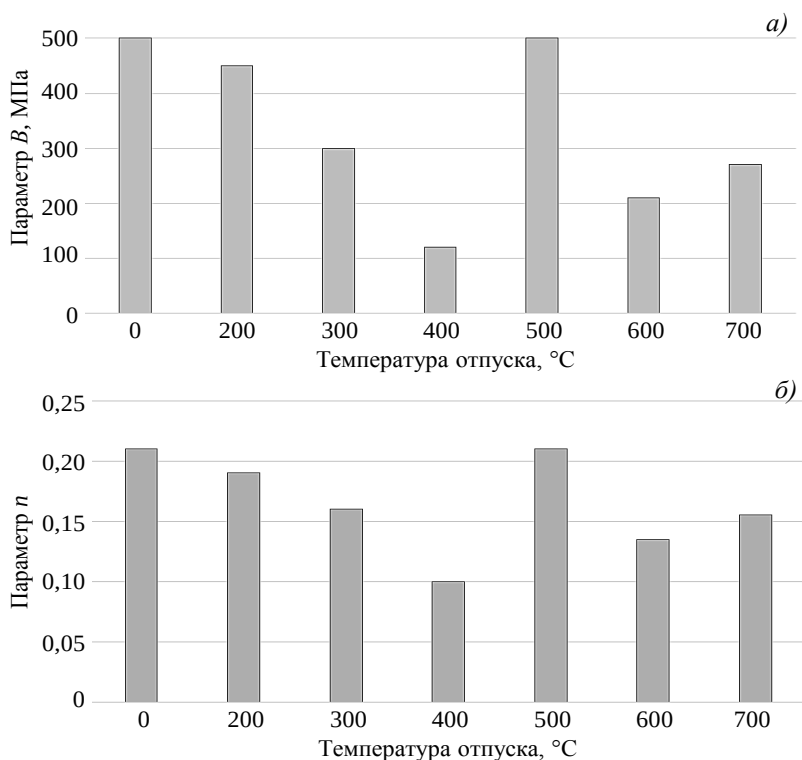


Рис. 3. Изменение параметров B (а) и n (б) для образцов из высокопрочной коррозионно-стойкой азотсодержащей стали 15X15H4AGM-III в зависимости от температуры отпуска

Для оценки деформационного упрочнения также рассмотрены показатели относительного упрочнения ΔU , скорости упрочнения Θ и введенный коэффициент упрочнения H_c . Результаты расчета показателей представлены на рис. 4.

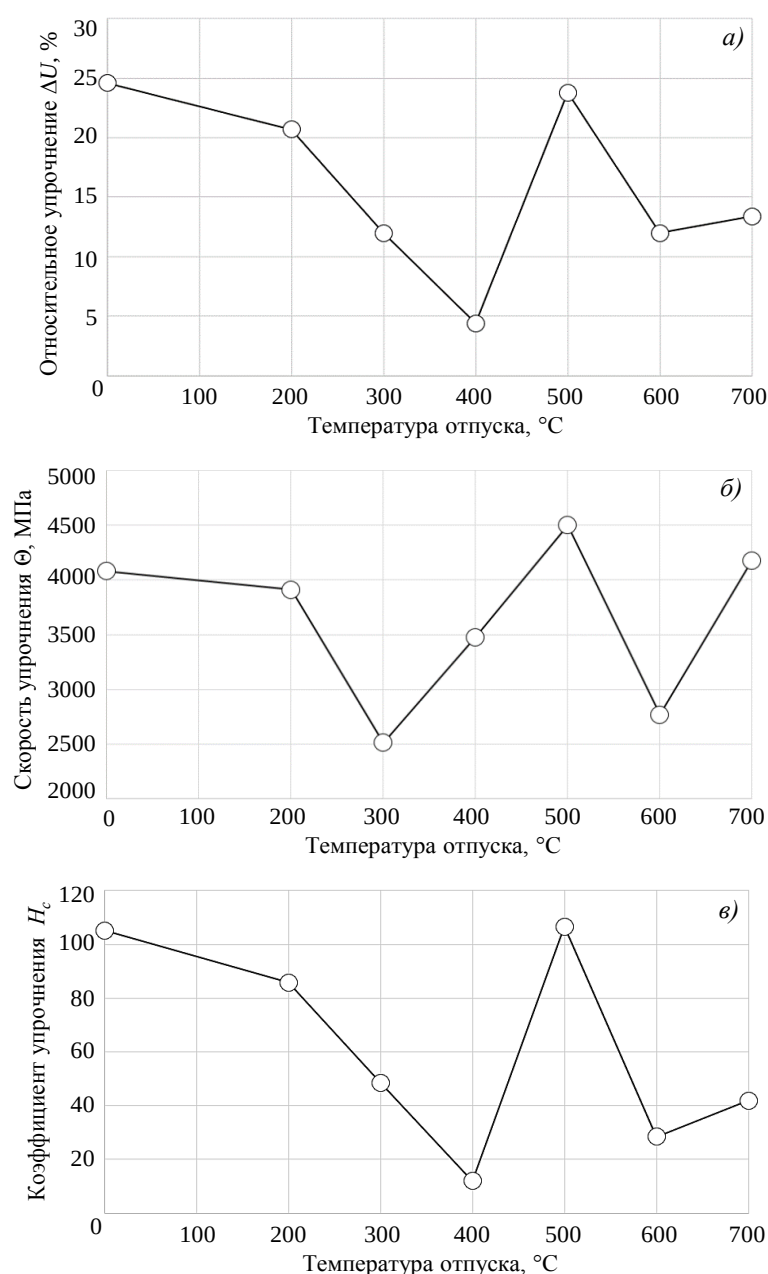


Рис. 4. Изменение относительного упрочнения ΔU (а), скорости упрочнения Θ (б) и коэффициента упрочнения H_c (в) для образцов из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали 15X15N4AGM-III в зависимости от температуры отпуска

Наибольшей степенью относительного упрочнения (>23 %) обладают образцы после закалки и после отпуска при 500 °C (рис. 4, а). При этом обработка при температуре 200 °C приводит к незначительному снижению относительного упрочнения (до 20 %), что, вероятно, связано с уменьшением доли аустенита в структуре вследствие его фазового перехода с промежуточным выделением карбидов из твердого раствора. Это косвенно подтверждается значительным уменьшением доли относительного упрочнения при увеличении температуры отпуска до 400 °C, при которой начинается активное выделение карбидов из твердого раствора. При этом скорость упрочнения (рис. 4, б) при температуре отпуска 500 °C выше на 10 % по сравнению с закалкой без отпуска, что может объясняться напряженностью мартенсито-аустенитной структуры при закалке. Высокие показатели скорости упрочнения для температур отпуска 400

и 700 °С обусловлены малым интервалом деформации при статическом нагружении, а не высокой способностью к деформационному упрочнению.

Выявлен идентичный характер изменения показателя относительного упрочнения и введенного коэффициента деформационного упрочнения H_c , представляющего собой произведение показателей B и n . Для образцов без отпуска, а также подвергнутых термической обработке при 500 °С реализуется наибольшая степень упрочнения. Минимальный показатель упрочнения после термической обработки при 400 °С обусловлен протяженной упругой зоной и малым запасом пластичности в связи с дополнительным выделением мелкодисперсных фаз из твердого раствора. Воздействие данной температуры приводит к значительному снижению технологичности материала при обработке давлением.

Для температур обработки 600 и 700 °С положение значений индекса упрочнения ниже по сравнению с другими температурами обработки. Данный момент обуславливает необходимость рассмотрения обоих показателей при разработке технологических режимов термической обработки и холодной деформации цилиндрических заготовок тонкостенных труб из высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали 15X15H4AGM-Ш.

С целью уменьшения износа технологического оборудования при холодной прокатке труб необходимо, чтобы материал обладал низкими показателями предела прочности и условного предела текучести. Обеспечиваемое в этом случае усилие позволяет пластически деформировать заготовку в направлении прокатки. При этом показатель деформационного упрочнения n для обеспечения технологичности материала должен превышать 0,2 с целью исключения ускоренного трещинообразования при холодной обработке давлением. В то же время наиболее интенсивное деформационное упрочнение может стать причиной ускоренного накопления дислокаций, что потребует увеличения усилий при прокатке и снизит технологичность конечной заготовки.

Температура обработки 600 °С при отпуске обеспечивает наименьший уровень прочностных характеристик, но при этом показатели B , n , ΔU и H_c немного выше, чем при 400 °С, что характеризует малый запас пластичности и низкую интенсивность деформационного упрочнения. Однако при холодной обработке давлением это может обеспечить более высокую технологичность материала, и рабочие узлы технологического оборудования будут изнашиваться в меньшей степени. С другой стороны, выделение карбидов и нитридов из твердого раствора при температуре обработки 500 °С может обеспечить более высокий уровень запаса пластичности и технологичности материала при обработке давлением. Для более корректного выбора режима обработки давлением необходимо провести прокатку цилиндрических заготовок и сравнительную оценку полученных результатов.

Заключения

Проведено экспериментальное исследование влияния температуры отпуска (200–700 °С) на параметры деформационного упрочнения высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали 15X15H4AGM-Ш по упрощенной модели Джонсона–Кука. Установлено, что параметр A изменяется в диапазоне 1165–1820 МПа в зависимости от температуры отпуска, достигая максимума при 400 °С вследствие мартенситного ($\gamma \rightarrow \alpha$)-превращения и выделения карбидов хрома $Cr_{23}C_6$.

Показано, что максимальные значения коэффициента упрочнения B (до 500 МПа) и показателя степени упрочнения n (до 0,23) реализуются при температуре отпуска 500 °С, что связано с интенсивным выделением карбидов и нитридов из твердого раствора.

При температуре отпуска 400 °С отмечены минимальные значения параметров деформационного упрочнения ($B = 120$ МПа, снижение на 76 %; n уменьшается на 47 %), что свидетельствует о низкой интенсивности деформационного упрочнения.

Установлено, что температура отпуска 600 °С обеспечивает оптимальное сочетание пониженных прочностных характеристик и умеренных показателей деформационного упрочнения, что может способствовать повышению технологичности при холодной прокатке труб и снижению износа оборудования.

Введенный коэффициент деформационного упрочнения $H_c = Bn$ продемонстрировал корреляцию с показателем относительного упрочнения ΔU , что подтверждает целесообразность его использования для комплексной оценки склонности материала к деформационному упрочнению.

Для окончательного выбора оптимального режима термической обработки перед холодной прокаткой необходимо провести промышленные испытания цилиндрических заготовок при температурах отпуска 500 и 600 °С с оценкой технологичности процесса и качества труб.

Список источников

1. Логинов Ю.Н., Шимов Г.В., Бушуева Н.И. К прогнозу развития мартенситного превращения при безоправочном волочении труб из аустенитной стали // Черные металлы. 2021. № 4. С. 25–31. DOI: 10.17580/chm.2021.04.05.
2. Приймак Е.Ю., Степанчукова А.В. Формирование структуры сталей для производства буровых труб при сварке трением // XIII Междунар. науч.-техн. Уральская школа-семинар молодых ученых-металловедов. II Междунар. научная школа для молодежи «Материаловедение и металлофизика легких сплавов». Екатеринбург, 2012. С. 3–4.
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. Никитин К.Н., Осадчий В.Я., Сафьянов А.В. и др. Разработка и освоение импортозамещающей технологии производства бесшовных биметаллических труб для атомной энергетики // Сталь. 2017. № 7. С. 44–50.
5. Комаров А.И., Никитин К.Н., Сафьянов А.В. и др. Совершенствование технологии производства бесшовных биметаллических труб для трубопроводов атомных энергетических установок // Черные металлы. 2017. № 9. С. 68–73.
6. Елисеев Э.А., Карпухин С.Д., Дружинина М.Э. Влияние никеля на структуру азотированного слоя низкоуглеродистых сталей мартенситного класса // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 1 (78). С. 18–27. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-18-27.
7. Алексеева М.С., Слободской П.А., Лукина Е.А., Якушева Н.А. Закономерности формирования структуры мартенситостареющей стали системы Fe–Cr–Ni–Mo–Ti в ходе термической обработки // Труды ВИАМ. 2024. № 2 (132). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-3-12.
8. Севальнев Г.С., Дульнев К.В., Рыжков П.В., Леонов А.В., Вознесенская Н.М. Оптимизация термической обработки высокопрочной коррозионностойкой азотсодержащей стали для получения бесшовных тонкостенных труб // Труды ВИАМ. 2025. № 8 (138). С. 41–52. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-41-52.
9. Банных И.О., Ашмарин А.А., Бецофен С.Я. и др. Оптимизация химического состава и параметров термомеханической обработки трип сталей на основе новых методов рентгеновской тензометрии, текстурного и фазового анализов // Металлы. 2022. № 6. С. 66–72.
10. Удод К.А., Трофименко Н.Н., Романенко Д.Н., Севальнев Г.С. Перспективы развития конструкционных сталей, легированных алюминием // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 3 (56). С. 9–13. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-9-13.
11. Полухин П.И., Гун Г.Я., Галкин А.М. Соппротивление пластической деформации металлов и сплавов. М.: Металлургия, 1976. 488 с.

12. Данченко В.Н., Коликов А.П., Романцев Б.А., Самусев С.В. Технология трубного производства: учеб. для студентов вузов, обучающихся по специальности «Обработка металлов давлением». М.: Интермет Инжиниринг, 2002. 638 с.
13. Королев А.А. Конструкция и расчет машин и механизмов прокатных станов. М.: Metallurgiya, 1985. 376 с.
14. Королев А.А. Механическое оборудование прокатных цехов черной и цветной металлургии. М.: Metallurgiya, 1976. 542 с.
15. Целиков А.И., Смирнов В.В. Прокатные станы. М.: Metallurgizdat, 1958. 432 с.
16. Слоним А.З., Сонин А.Л. Машины для правки листового и сортового проката. М.: Машиностроение, 1975. 208 с.
17. Johnson G.R., Cook W.N. A constitutive model and data for metals subjected to large strains. High rates and high temperatures // Proceedings of the 7th International symposium on ballistics. Hague, 1983. P. 541–547.
18. Johnson G.R., Cook W.H. Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures, and pressures // Engineering Fracture Mechanics. 1985. Vol. 21. No. 1. P. 31–48.
19. Колмогоров В.Л. Механика обработки металлов давлением. М.: Metallurgiya, 1986. 688 с.
20. Третьяков А.В., Зюзин В.И. Механические свойства металлов и сплавов при обработке давлением. М.: Metallurgiya, 1973. 224 с.
21. Лукин Е.И., Ашмарин А.А., Банных И.О. и др. Исследование влияния величины обжатия при холодной прокатке на фазовый состав, текстуру и остаточные напряжения в стали 20X15АНЗМД2 // Металлы. 2023. № 6. С. 26–34. DOI: 10.31857/S0869573323060046.
22. Власов И.И., Севальнев Г.С., Ляхов А.А., Нефедкин Д.Ю. Исследование структуры и механических свойств Ni–Co–Cr энтропийного сплава в литом состоянии // Труды ВИАМ. 2024. № 12 (142). С. 18–30. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 22.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-12-18-30.
23. Hollomon J.H. Tensile deformation // Transactions of the Metallurgical Society of AIME. 1945. Vol. 162. P. 268–290.

References

1. Loginov Yu.N., Shimov G.V., Bushueva N.I. On the forecast of martensitic transformation development during mandrel-free drawing of austenitic steel pipes. *Chernye metally*, 2021, no. 4, pp. 25–31. DOI: 10.17580/chm.2021.04.05.
2. Priymak E.Yu., Stepanchukova A.V. Formation of steel structure for the production of drill pipes during friction welding. *XIII Int. sci.-tech. Ural School-Seminar of Young Scientists-Metallophysicists. II Int. Sc. School for Youth «Materials Science and Metal Physics of Light Alloys»*. Ekaterinburg, 2012, pp. 3–4.
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. Nikitin K.N., Osadchiy V.Ya., Safyanov A.V. et al. Development and implementation of import-substituting technology for the production of seamless bimetallic pipes for nuclear power engineering. *Stal*, 2017, no. 7, pp. 44–50.
5. Komarov A.I., Nikitin K.N., Safyanov A.V. et al. Improvement of the production technology of seamless bimetallic pipes for pipelines of nuclear power plants. *Chernye metally*, 2017, no. 9, pp. 68–73.
6. Eliseev E.A., Karpukhin S.D., Druzhinina M.E. The effect of nickel on the structure of the nitrided layer of low-carbon martensitic steels. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 1 (78), pp. 18–27. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-18-27.
7. Alekseeva M.S., Slobodskoy P.A., Lukina E.A., Yakusheva N.A. Patterns of structure formation for open-hearth steel of the Fe–Cr–Ni–Mo–Ti system during heat treatment. *Trudy VIAM*, 2024, no. 2 (132), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 11, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-3-12.

8. Sevalnev G.S., Dulnev K.V., Ryzhkov P.V., Leonov A.V., Voznesenskaya N.M. Optimization of heat treatment for high-strength corrosion-resistant nitrogen-containing steel to produce seamless thin-walled tubes. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 41–52. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 11, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-41-52.
9. Bannykh I.O., Ashmarin A.A., Betzofen S.Ya. et al. Optimization of chemical composition and parameters of thermomechanical processing of TRIP steels based on new methods of X-ray tensiometry, texture and phase analysis. *Metally*, 2022, no. 6, pp. 66–72.
10. Udod K.A., Trofimenko N.N., Romanenko D.N., Sevalnev G.S. Prospects for the development of constructional aluminium-doped steels. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 3 (56), pp. 9–13. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-9-13.
11. Polukhin P.I., Gun G.Ya., Galkin A.M. Resistance to Plastic Deformation of Metals and Alloys. Moscow: Metallurgiya, 1976, 488 p.
12. Danchenko V.N., Kolikov A.P., Romantsev B.A., Samusev S.V. *Pipe Production Technology: a textbook for university students majoring in Metal Forming*. Moscow: Intermet Inzhiniring, 2002, 638 p.
13. Korolev A.A. *Design and Calculation of Rolling Mill Machines and Mechanisms*. Moscow: Metallurgiya, 1985, 376 p.
14. Korolev A.A. *Mechanical Equipment of Rolling Shops of Ferrous and Non-Ferrous Metallurgy*. Moscow: Metallurgiya, 1976, 542 p.
15. Tselikov A.I., Smirnov V.V. *Rolling mills*. Moscow: Metallurgizdat, 1958, 432 p.
16. Slonim A.Z., Sonin A.L. *Machines for straightening sheet and rolled products*. Moscow: Mashinostroenie, 1975, 208 p.
17. Johnson G.R., Cook W.N. A constitutive model and data for metals subjected to large strains. High rates and high temperatures. *Proceedings of the 7th International symposium on ballistics*. Hague, 1983, pp. 541–547.
18. Johnson G.R., Cook W.H. Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures, and pressures. *Engineering Fracture Mechanics*, 1985, vol. 21, no. 1, pp. 31–48.
19. Kolmogorov V.L. *Mechanics of Metal Forming*. Moscow: Metallurgiya, 1986, 688 p.
20. Tretyakov A.V., Zyuzin V.I. *Mechanical Properties of Metals and Alloys during Forming*. Moscow: Metallurgiya, 1973, 224 p.
21. Lukin E.I., Ashmarin A.A., Bannykh I.O. et al. Study of the Effect of Reduction Amount during Cold Rolling on the Phase Composition, Texture, and Residual Stresses in 20Kh15AN3MD2 Steel. *Metally*, 2023, no. 6, pp. 26–34. DOI: 10.31857/S0869573323060046.
22. Vlasov I.I., Sevalnev G.S., Lyahov A.A., Nefedkin D.Yu. Study of the structure and mechanical properties of Ni–Co–Cr entropy alloy in the cast state. *Trudy VIAM*, 2024, no. 12 (142), pp. 18–30. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 22, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-12-18-30.
23. Hollomon J.H. Tensile deformation. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 1945, vol. 162, pp. 268–290.

Информация об авторах

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

Дульнев Константин Владимирович, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Обливанцев Кирилл Дмитриевич, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

Konstantin V. Dulnev, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Kirill D. Oblivantsev, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 10.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 28.11.2025.
The article was submitted 10.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 28.11.2025.

Научная статья

УДК 621.792.053

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-45-55

ПОДХОДЫ К СОЗДАНИЮ КЛЕЕВ ДЛЯ СКЛЕИВАНИЯ НЕПОЛЯРНЫХ РЕЗИН НА ОСНОВЕ НАТУРАЛЬНОГО КАУЧУКА С МЕТАЛЛАМИ В ПРОЦЕССЕ ВУЛКАНИЗАЦИИ

Е.Н. Манжосова¹, Н.Ф. Лукина¹, А.Ю. Исаев¹, О.И. Смирнов¹

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

Аннотация. Рассмотрены основные компоненты, применяющиеся при создании эластичных клеев для склеивания неполярных резин на основе натурального каучука в процессе вулканизации. Представлена информация о некоторых отечественных разработках клеевых систем с характеристиками на уровне зарубежной клеевой системы Хемосил 211/411. Представлены результаты исследований клеевых соединений неполярной резины на основе натурального каучука с металлом, выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы «клей–клеевой подслои», в исходном состоянии и после воздействия факторов, имитирующих эксплуатационные.

Ключевые слова: клеевая система, эластичный клей, клеевой подслои, резина на основе натурального каучука, прочность при отрыве резины от металла

Для цитирования: Манжосова Е.Н., Лукина Н.Ф., Исаев А.Ю., Смирнов О.И. Подходы к созданию клеев для склеивания неполярных резин на основе натурального каучука с металлами в процессе вулканизации // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 45–55. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-45-55.

Scientific article

APPROACHES TO CREATION OF ADHESIVES FOR GLUING OF NON-POLAR RUBBERS BASED ON NATURAL RUBBER WITH METALS IN CURING PROCESS

Е.Н. Manzhosova¹, N.F. Lukina¹, A.Yu. Isayev¹, O.I. Smirnov¹

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 basic components which are applying at creation of elastic adhesives for gluing of non-polar rubbers on the basis of natural rubber during vulcanization are considered. Information on some domestic developed adhesive systems with characteristics is presented comparable to the international adhesive system Hemosil 211/411. The results of researches of adhesive joints of non-polar rubber on the basis of natural rubber with metal, executed with use of experimental adhesive system «adhesive – adhesive intermediate layer» in initial condition and after influence of the factors simulating operational are provided.

Keywords: glue system, elastic glue, glue intermediate layer, rubber on basis natural rubber, durability at rubber separation from metal

For citation: Manzhosova E.N., Lukina N.F., Isayev A.Yu., Smirnov O.I. Approaches to creation of adhesives for gluing of non-polar rubbers based on natural rubber with metals in curing process. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 45–55. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-45-55.

Введение

Одними из наиболее востребованных полимерных материалов в авиационной и других отраслях промышленности являются эластичные клеи, в том числе клеи холодного отверждения, используемые для соединения резин между собой или с металлическими материалами, а также клеи горячего отверждения, используемые для склеивания невулканизированных резин различной химической природы (на основе полярных и неполярных эластомеров, в том числе изопреновых, полихлоропреновых, натуральных и т. д.) с металлическими материалами в процессе вулканизации.

В авиационной отрасли широко применяются эластичные клеи холодного отверждения (так называемые резиновые клеи), в том числе разработанные ранее в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ клеи марок 4НБув, ВКР-24, ВКР-27, которые обеспечивают следующий уровень прочности соединений резины: при расслаивании – до 2,0 кН/м, при отслаивании – до 0,25 кН/м [1, 2]. В сравнении с клеями холодного отверждения использование эластичных клеев для склеивания резин с металлами в процессе вулканизации, для которых требуется более сложная технология, позволяет получить клеевые соединения с высокой механической, термической и химической стойкостью. Применяемые в промышленности отечественные резиновые клеи горячего отверждения марок Кр-5-18, Кр-6-18, Лейконат, ВКР-85 и другие позволяют обеспечить прочностные характеристики клеевых соединений при отслаивании до 4,0 кН/м. С применением эластичных клеев перечисленных марок решается задача по склеиванию полярных резин, но эти же клеи не имеют адгезии к поверхности неполярных резин, в том числе резины на основе натурального каучука.

В настоящее время наиболее высокие прочностные характеристики клеевых соединений при соединении неполярных резин с металлическими материалами достигаются с использованием линейки клеев общей марки Хемосил импортного производства [3]. В отечественной промышленности наиболее широко применяется клеевая система марки Хемосил 211/411NL, включающая клей, который обеспечивает адгезию к поверхности неполярной резины, и клеевой подслои, имеющий хорошую адгезию к поверхности металла. Прочность связи резины с металлом при отрыве, полученная с применением клеевой системы Хемосил 211/411NL, составляет не менее 6,8 МПа, при этом разрушение клеевого соединения происходит в основном по массиву резины. Клеевые соединения способны выдерживать действие различных факторов, возникающих в процессе эксплуатации: температуры от –60 до +130 °С, агрессивных жидкостей, вибрации и др. Указанные свойства достигаются благодаря рецептурному составу, используемому в клеях Хемосил, которые в качестве полимерной основы содержат ди-, три-, полихлорбутадиены, бромсодержащие бутадиены и хлорированный натуральный каучук (аллопрен) с достаточно высоким содержанием галогена: ~30 % (по массе). В составе этих клеев используются также модификаторы – фенольные или эпоксидные олигомеры, которые обеспечивают повышение твердости отвержденного клея, и дополнительно – технический углерод или кремниевая кислота, способствующие повышению прочности клея. В качестве вулканизирующих агентов в состав клеев Хемосил входят оксиды и соли металлов.

Создание отечественных аналогов клеевых систем Хемосил является актуальной задачей.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 15.1. «Многофункциональные клеящие системы» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») на оборудовании ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ [4–11].

Материалы и методы

В качестве эластичного клея и клеевого подслоя исследовали экспериментальные клеевые композиции на основе каучуков различного типа, модификаторов, наполнителей и растворителей.

Применяли следующие методики по оценке показателей характеристик модельных клеевых композиций:

- механические характеристики – прочность связи резины с металлом при отрыве – по ГОСТ 209–75 (метод В);
- термическое старение – по СТО 1-595-20-101–2016;
- тепловлажностное старение – по ГОСТ 9.707–81;
- влияние изменения температуры среды (термоциклирование) – по ГОСТ 9.707–81;
- влияние воздействия условий камеры тропиков – по СТП 1-595-20-100–2002;
- влияние воздействия микологической среды – по ГОСТ 9.049–91.

Результаты и обсуждение

С целью импортозамещения клеев Хемосил, российскими исследователями (начиная с советского периода) предпринимаются усилия, направленные на разработку клеев аналогичного назначения на основе отечественного сырья. Так, систему клеев 51-К-19-2 + 51-К-24-30, разработанную в НИИРП, применяли в процессе вулканизации для склеивания резин на основе каучуков общего назначения, таких как НК, СКИ, СКД, СКЭПТ, СКМС-10, 30, 50, СКН-18, 40, хлоропреновые каучуки. В результате проведенной работы по совершенствованию рецептуры клея 51-К-19-2 фирмой ООО «Элад-Гермес» создана клеевая система, состоящая из клея Элад-К-19-3 с клеевым подслоем (грунтом) Элад К-24-30, предназначенная для крепления к металлу резин на основе каучуков общего назначения: НК, БНКС, СКБ, СКС, СКМС, СКЭПТ, бутил- и хлорбутилкаучуков [12–15]. Данная клеевая система – это отечественный аналог системы клеев Хемосил 211/220, однако в качестве полимерной основы системы используют импортные хлорсодержащие олигомеры.

Исследования в данном направлении выполняются во ФГБОУ ВО «Московский технологический университет» (Институт тонких химических технологий, МИТХТ) [16–18].

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана клеевая система, включающая клей горячего отверждения для склеивания с металлами в процессе вулканизации резин на основе каучука СКН и клеевой подслоя, повышающий адгезию клея к резинам на основе неполярных каучуков (СКИ, СКИ + СКД и др.). Клей горячего отверждения на основе синтетического каучука в смеси растворителей представляет собой двухкомпонентную композицию горячего отверждения и рекомендован для склеивания в процессе вулканизации резин на основе бутадиен-нитрильных каучуков с металлами (конструкционными сталями и алюминиевыми сплавами), а также резин на основе натуральных, изопреновых и полихлоропреновых каучуков с металлами (конструкционными сталями и алюминиевыми сплавами) в сочетании с клеевым подслоем. Клей горячего отверждения может эксплуатироваться в интервале температур от –50 до +130 °С. Квотами преимущества клея горячего отверждения перед клеем аналогичного назначения марки ВКР-85 являются: повышенная прочность при отрыве клеевых соединений резины различной химической природы с металлами при температуре 20 °С (до 50 %); повышенная прочность при отрыве клеевых соединений резины марки 3826 со сталью 30ХГСА после выдержки в топливе ТС-1 при температуре 100 °С в течение 5 сут (до 10 %). По уровню свойств клей горячего отверждения аналогичен клею марки

Хемосил 211, а в сочетании с клеевым подслоем – клеевой системе Хемосил 211/220 [19–21]. Однако в составе клеевой системы использован хлорсодержащий импортный компонент, в связи с чем в настоящее время клеевая система не выпускается.

Исследования сотрудников НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ в области выявления научных подходов к созданию клеевых систем на основе отечественного сырья с характеристиками на уровне свойств клеевых систем Хемосил продолжаются.

Выполнены исследования экспериментальных клеевых композиций, включающих бутадиен-нитрильный каучук в качестве полимерной основы в сочетании с модификаторами различной химической природы (низкомолекулярными каучуками, хлорированными и фенольными смолами, хиноловым эфиром и другими), сшивающими агентами (оксидами металлов, серой, техническим углеродом) и смесью растворителей. В результате разработан состав экспериментальной клеевой системы, включающей эластичный клей и адгезионный подслои.

Исследованы и выбраны оптимальные технологические режимы изготовления (температура и продолжительность смешения исходных компонентов) и нанесения клея и клеевого подслоя на склеиваемые поверхности (расход клея, температура и продолжительность сушки нанесенных слоев) и режимов вулканизации клеевых соединений.

Проведены исследования прочностных характеристик клеевых соединений, выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы, при склеивании резиновой смеси на основе натурального каучука марки 9-2959 и металла – алюминиевого сплава марки Д16-АТ анодированного (Ан.Окс.хром) и углеродистой стали 30ХГСА опескоструенной. Результаты испытаний (средние значения) представлены в табл. 1–8.

Проведены испытания клеевых соединений, выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы, в исходном состоянии в диапазоне температур от –60 до +155 °С.

Таблица 1

**Прочность связи резины с металлом при отрыве по ГОСТ 209–75 (метод В)
клеевых соединений, выполненных с использованием
экспериментальной клеевой системы в исходном состоянии**

Склеиваемые материалы	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С			
	–60	20	130	155
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	12,3	7,5	2,6	2,3
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	13,9	7,8	2,4	1,9

Видно (табл. 1), что при склеивании неполярной резины марки 9-2959 с металлом с использованием разработанной экспериментальной клеевой системы достигается указанный максимальный уровень прочности клеевых соединений (с разбросом значений от 6,9 до 8,6 МПа при температуре испытаний 20 °С и от 1,5 до 3,3 МПа при температуре испытаний 130 °С) со 100%-ным разрушением клеевых соединений по массиву резины.

Проведены испытания клеевых соединений резины марки 9-5929 с металлом (алюминиевый сплав Д16-АТ и углеродистая сталь 30ХГСА), выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы, после воздействия термического

старения при температуре 130 °С в течение 500 и 1000 ч. Результаты испытаний (средние значения) представлены в табл. 2.

Таблица 2

**Влияние термического старения на свойства клеевых соединений,
выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы**

Склеиваемые материалы	Воздействующий фактор	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С	
		20	130
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	Контрольные образцы	7,5	2,6
	Тепловое старение при температуре 130 °С в течение, ч:		
	500	5,7	3,0
	1000	4,3	2,1
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	Контрольные образцы	7,8	2,4
	Тепловое старение при температуре 130 °С в течение, ч:		
	500	5,5	3,2
	1000	5,0	2,1

По результатам испытаний клеевых соединений «резина + металл» установлено, что разрушение клеевых соединений происходило по массиву резины.

Выполнены исследования по влиянию термоциклирования по режиму: –60 °С в течение 1 ч + 20 °С в течение 18,5 ч + 130 °С в течение 4,5 ч (количество циклов: 10), на прочность клеевых соединений резины марки 9-5929 с металлом, склеенных экспериментальной клеевой системой. Результаты испытаний представлены в табл. 3.

Таблица 3

**Влияние термоциклирования на свойства клеевых соединений,
выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы**

Склеиваемые материалы	Воздействующий фактор	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С	
		20	130
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	Контрольные образцы	7,5	2,6
	Термоциклирование в течение 10 циклов	6,4	2,7
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	Контрольные образцы	7,8	2,4
	Термоциклирование в течение 10 циклов	6,4	2,9

В результате проведенных испытаний установлена устойчивость исследуемых клеевых соединений к воздействию циклического перепада температур. Разрушение клеевых соединений на 95 % происходит по массиву резины.

Исследовано влияние тепловлажностного старения по режиму: температура 60 °С, относительная влажность воздуха $\phi = 85\%$, время экспозиции 1 мес., а также воды, повышенной влажности и условий камеры тропического климата на прочность клеевых соединений резины марки 9-2959 с металлом, склеенных с использованием экспериментальной клеевой композиции. Данные представлены в табл. 4–6.

Таблица 4

**Влияние тепловлажностного старения на свойства клеевых соединений,
выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы**

Склеиваемые материалы	Воздействующий фактор	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С	
		20	130
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	Контрольные образцы	7,5	2,6
	Тепловлажностное старение в течение 1 мес.	5,0	2,6
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	Контрольные образцы	7,8	2,4
	Тепловлажностное старение в течение 1 мес.	3,9	2,3
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (кадмированная)	Контрольные образцы	7,8	2,4
	Термовлажностное старение в течение 1 мес.	5,2	—

В результате испытаний показано, что тепловлажностное старение оказывает достаточно агрессивное влияние на прочность клеевых соединений, разрушение которых происходит до 60 % по массиву резины и до 40 % по границе «клеевой подслои–металл», однако при обработке стали 30ХГСА кадмиевым покрытием разрушение клеевых соединений происходит по массиву резины с более высоким значением прочности при отрыве.

Таблица 5

**Влияние воды и влаги на свойства клеевых соединений,
выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы**

Склеиваемые материалы	Воздействующий фактор/время выдержки	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С		
		20	130	155
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	Контрольные образцы	7,5	2,6	2,0
	Влажность $\phi = 98\%$ в течение, сут:			
	15	5,5	2,2	2,0
	30	5,7	2,2	1,6
	Вода в течение, сут:			
	15	6,0	2,0	2,0
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	30	4,9	1,7	1,4
	Контрольные образцы	7,8	2,4	1,9
	Влажность $\phi = 98\%$ в течение, сут:			
	15	4,7	1,7	1,5
	30	3,4	2,1	1,8
	Вода в течение, сут:			
	15	4,5	1,9	1,7
	30	4,0	1,9	1,7

Таблица 6

Влияние условий камеры тропического климата (КТК) на свойства клеевых соединений, выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы

Склеиваемые материалы	Воздействующий фактор/время выдержки	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С	
		20	130
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	Контрольные образцы	7,5	2,6
	КТК в течение, мес.:		
	1	6,4	2,7
	3	6,0	2,3
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	Контрольные образцы	7,8	2,4
	КТК в течение, мес.:		
	1	6,4	2,9
	3	4,6	1,9

Анализ результатов испытаний клеевых соединений, представленных в табл. 4–6, показывает, что наиболее агрессивное воздействие на клеевые соединения оказывает длительная (в течение 3 мес.) выдержка образцов в воде, в условиях повышенной влажности и камеры тропического климата.

В табл. 7 представлены результаты испытаний клеевых соединений после воздействия микологической среды.

Таблица 7

Влияние воздействия плесневых грибов на свойства клеевых соединений, выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы

Склеиваемые материалы	Воздействующий фактор/время выдержки	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С	
		20	130
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	Контрольные образцы	7,5	2,6
	Влажность $\phi = 98\%$ при температуре 28 °С в течение 3 мес.	6,1	2,3
	Микологическая среда: $\phi = 98\%$ при температуре 28 °С (методы 1–3) в течение 3 мес.	6,9	2,2
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	Контрольные образцы	7,8	2,4
	Влажность $\phi = 98\%$ при температуре 28 °С в течение 3 мес.	4,8	2,0
	Микологическая среда: $\phi = 98\%$ при температуре 28 °С (метод 1–3) в течение 3 мес.	5,1	1,8

Видно (табл. 7), что наибольшее снижение прочностных характеристик наблюдается после длительной (в течение 3 мес.) экспозиции образцов клеевых соединений в условиях воздействия влажности и микологической среды.

Исследовано влияние на прочность клеевых соединений натуральных климатических условий (климатической зоны г. Геленджика с умеренным теплым климатом с мягкой зимой и в условиях промышленной зоны г. Москвы с умеренным климатом). Результаты испытаний представлены в табл. 8.

Таблица 8

**Влияние природных климатических условий на прочность клеевых соединений,
выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы**

Склеиваемые материалы	Воздействующий фактор	Прочность связи резины с металлом при отрыве, МПа, при температуре испытаний, °С	
		20	130
Резиновая смесь марки 9-2959 + сплав Д16-АТ (Ан.Окс.хром)	Контрольные образцы	7,5	2,6
	Климатическая зона г. Геленджика	6,6	2,5
	Климатическая зона г. Москвы	6,7	2,4
Резиновая смесь марки 9-2959 + сталь 30ХГСА (опескоструенная)	Контрольные образцы	7,8	2,4
	Климатическая зона г. Геленджика	5,3	2,2
	Климатическая зона г. Москвы	5,7	2,5

В результате испытаний, представленных в табл. 1–8, выявлен характер изменения прочностных характеристик клеевых соединений, выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы, включающей эластичный клей и клеевой подслои, при воздействии внешних факторов, имитирующих эксплуатационные. Анализ характера разрушения клеевых соединений показал, что в исходном состоянии в диапазоне температур от –60 до +155 °С, после длительного воздействия (до 1000 ч) температуры 130 °С и термоциклирования по режиму: –60 °С в течение 1 ч + 20 °С в течение 18,5 ч + 130 °С в течение 4,5 ч, разрушение клеевых соединений происходит по массиву резины. Показано также, что длительная экспозиция (до 3 мес.) клеевых соединений в условиях воздействия воды, термовлажностных и тропических условий вызывает снижение прочностных характеристик, при этом наблюдается смешанный характер разрушения клеевых соединений: по массиву резины и по границе «клеевой подслои–металл».

Заключения

Рассмотрены основные исходные компоненты, которые применяются при создании эластичных клеев, предназначенных для склеивания в процессе вулканизации неполярных резин на основе натурального каучука. Представлена информация о некоторых отечественных разработках клеевых систем с характеристиками на уровне зарубежной клеевой системы Хемосил 211/411. Представлены результаты исследований клеевых соединений неполярной резины марки 9-5929 на основе натурального каучука с металлом, выполненных с использованием экспериментальной клеевой системы, включающей клей и клеевой подслои, в исходном состоянии в диапазоне рабочих температур и после воздействия факторов, имитирующих эксплуатационные. Показано, что при использовании экспериментальной клеевой системы для склеивания неполярной резины марки 9-2959 на основе натурального каучука с металлами (алюминиевым сплавом Д16-АТ и углеродистой сталью 30ХГСА) достигается высокий уровень связи резины с металлом при отрыве.

Результаты поисковых исследований, в ходе которых разработана экспериментальная клеевая система, будут использованы в дальнейших исследованиях,

направленных на модификацию экспериментального состава с целью повышения устойчивости клеевой системы к тепловлажностному воздействию и разработку клеевой системы (эластичный клей + клеевой подслои) с характеристиками на уровне клеевой системы Хемосил 211/411, что обеспечит импортозамещение этого материала.

Список источников

1. Петрова А.П. Резиновые клеи // Большой справочник резинщика: в 2 ч. М.: Техинформ, 2012. Ч. 2. С. 138–145.
2. Козлов В.А., Лякин Ю.И., Киселев В.Я. Влияние модификации поверхности вулканизированных резин на адгезионную прочность // Клеи. Герметики. Технологии. 2006. № 12. С. 11–15.
3. Клеи для резины и металла // Полар: офиц. сайт. URL: <https://chemosil.ru/catalog/adhesives-and-adhesive/glue-rubber-metal/> (дата обращения: 02.07.2025).
4. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 5. С. 7–17.
5. Петрова А.П., Малышева Г.В. Клеи, клеевые связующие и клеевые препреги: учеб. пособие. М.: ВИАМ, 2017. 472 с.
6. Петрова А.П. Клеящие материалы: справочник / под ред. Е.Н. Каблова, С.В. Резниченко. М.: Редакция журнала «Каучук и резина», 2002. 196 с.
7. Каблов Е.Н., Лаптев А.Б., Прокопенко А.Н., Гуляев А.И. Релаксация полимерных композиционных материалов под длительным действием статической нагрузки и климата // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 4 (98). С. 70–80. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
8. Авиационные материалы: справочник в 13 т. / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2019. Т. 10: Клеи, герметики, резины, гидрожидкости, ч. 1: Клеи, клеевые препреги. 276 с.
9. Застрогина О.Б., Серкова Е.А., Сарычев И.А., Вавилова М.И. Влияние винифлекса российского и китайского производства на свойства связующего ВФТ и стеклотекстолита на его основе // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 3 (60). С. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-3-3-9.
10. Кузнецова В.А. Влияние эластомерного модификатора на механические и вязкоупругие свойства эпоксидно-каучуковых композиций для эрозионностойких покрытий // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 2 (59). С. 56–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-56-62.
11. Абрамова М.Г., Луценко А.Н., Варченко Е.А. Об особенностях подтверждения соответствия климатической стойкости материалов авиационного назначения на всех этапах жизненного цикла (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 1 (58). С. 86–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-86-94.
12. Клеи для крепления резин к металлу в процессе вулканизации // Элад-Гермес: офиц. сайт. URL: <http://www.elad-germes.ru/kley.htm#1> (дата обращения: 02.07.2025).
13. Клеевая композиция: пат. 1008229А1 Рос. Федерация; заявл. 10.11.81; опубл. 30.03.83.
14. Способ склеивания резины с металлом: пат. 2400512С1 Рос. Федерация; заявл. 16.03.09; опубл. 27.09.10.
15. Кейбал Н.В., Бондаренко С.Н., Каблов В.Ф. Модификация клеевых составов на основе полихлоропрена элементосодержащими промоторами адгезии // Клеи. Герметики. Технологии. 2011. № 2. С. 6–13.
16. Зуев А.А., Люсова Л.Р., Борейко Н.П. Хлорированные изопреновые каучуки в адгезионных композициях // Каучук и резина. 2016. № 4. С. 24–26.
17. Алехин А.К., Люсова Л.Р., Наумова Ю.А. и др. Повышение адгезионных свойств клеев на основе смеси бутадиен-нитрильного и хлоркаучуков с хелатами металлов // Клеи. Герметики. Технологии. 2019. № 6. С. 2–8.
18. Малышева М.А., Люсова Л.Р., Зуев А.А., Брык Я.А., Чайкун А.М. Клеевые композиции на основе хлорированных полиизопренов // Клеи. Герметики. Технологии. 2019. № 8. С. 7–12.

19. Тюменева Т.Ю., Жадова Н.С., Лукина Н.Ф. Разработки ФГУП «ВИАМ» в области клеев резинотехнического назначения и самоклеящихся материалов // Труды ВИАМ. 2014. № 7. С. 23–28. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-23-28.
20. Исаев А.Ю., Смирнов О.И., Е. Рубцова Е.В., Петрова А.П. Свойства и области применения клея ВКР-85 // Труды ВИАМ. 2021. № 5 (99). С. 48–55. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-48-55.
21. Тюменева Т.Ю., Лукина Н.Ф. Разработки в области эластомерных клеев авиационного назначения // Труды ВИАМ. 2016. № 8 (44). С. 67–71. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-67-71.

References

1. Petrova A.P. Rubber adhesives. *The Big Handbook of the Rubber Manufacturer*: in 2 parts. Moscow: Tekhninform, 2012, part 2, pp. 138–145.
2. Kozlov V.A., Lyakin Yu.I., Kiselev V.Ya. The Effect of Surface Modification of Vulcanized Rubbers on Adhesive Strength. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2006, no. 12, pp. 11–15.
3. *Glue for rubber and metal*. Available at: <https://chemosil.ru/catalog/adhesives-and-adhesive/glue-rubber-metal/> (accessed: July 02, 2025).
4. Kablov E.N. The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period to 2030. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 7–17.
5. Petrova A.P., Malysheva G.V. *Adhesives, adhesive binders, and adhesive prepregs*: a textbook. Moscow: VIAM, 2017, 472 p.
6. Petrova A.P. *Adhesives*: Handbook. Eds. E.N. Kablov, S.V. Reznichenko. Moscow: Redaktsiya zhurnala «Kauchuk i rezina», 2002, 196 p.
7. 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), pp. 70–80. (accessed: July 02, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
8. *Aviation materials*: reference book in 13 vols. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2019, vol. 10: Adhesives, sealants, rubbers, hydraulic fluids, part 1: Adhesives, adhesive prepregs, 276 p.
9. Zastrogina O.B., Serkova E.A., Sarychev I.A., Vavilova M.I. Influence of Russian and Chinese vinyflex on the properties of the VFT binder and fiberglass based on it. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 3 (60), pp. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-3-3-9.
10. Kuznetsova V.A. Influence of the elastomeric modifier on mechanical and viscoelastic properties of epoxy and rubber compositions for erosion resistant coatings. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 56–62. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-56-62.
11. Abramova M.G., Lutsenko A.N., Varchenko E.A. Concerning the aspects of validation of climate resistance of airborne materials at all life cycle stages (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 1 (58), pp. 86–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-86-94.
12. *Adhesives for bonding rubber to metal during vulcanization*. Available at: <http://www.elad-germes.ru/kley.htm#1> (accessed: July 02, 2025).
13. *Adhesive composition*: pat. 1008229A1 Rus. Federation; appl. 10.11.81; publ. 30.03.83.
14. *Method of bonding rubber to metal*: pat. 2400512C1 Rus. Federation; appl. 16.03.09; publ. 27.09.10.
15. Keibal N.V., Bondarenko S.N., Kablov V.F. Modification of polychloroprene-based adhesive compositions with element-containing adhesion promoters. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2011, no. 2, pp. 6–13.
16. Zuev A.A., Lyusova L.R., Boreiko N.P. Chlorinated isoprene rubbers in adhesive compositions. *Kauchuk i rezina*, 2016, no. 4, pp. 24–26.
17. Alekhine A.K., Lyusova L.R., Naumova Yu.A. et al. Improving the adhesive properties of adhesives based on a mixture of nitrile butadiene and chlorinated rubbers with metal chelates. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2019, no. 6, pp. 2–8.

18. Malysheva M.A., Lyusova L.R., Zuev A.A., Bryk Ya.A., Chaykun A.M. Adhesive compositions based on chlorinated polyisoprenes. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2019, no. 8, pp. 7–12.
19. Tyumeneva T.Yu., Zhadova N.S., Lukina N.F. Development of VIAM Federal State Unitary Enterprise in the field of adhesives of industrial rubber assignment and being self-glued materials. *Trudy VIAM*, 2014, no. 7, pp. 23–28. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 02, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-23-28.
20. Isaev A.Yu., Smirnov O.I., Rubtsova E.V., Petrova A.P. Properties and applications areas of the adhesive VKR-85. *Trudy VIAM*, 2021, no. 5 (99), pp. 48–55. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 02, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-48-55.
21. Tyumeneva T.Yu., Lukina N.F. Development in the field of elastomeric adhesives for aviation. *Trudy VIAM*, 2016, no. 8, pp. 67–71. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 02, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-67-71.

Информация об авторах

Манжосова Елизавета Николаевна, инженер, 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

Лукина Наталия Филипповна, главный научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Information about the authors

Elizaveta N. Manzhosova, Engineer, 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

Natalia F. Lukina, Chief Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 29.08.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 06.10.2025.

The article was submitted 29.08.2025; approved and accepted for publication after reviewing 06.10.2025

Научная статья

УДК 678.744.33

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-56-67

ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И ОБРАЗОВАНИЯ КРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ФАЗ В МАТЕРИАЛАХ ДЛЯ ФУТЕРОВКИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПЕЧЕЙ

В.Г. Бабашов¹, В.Г. Максимов¹, В.В. Бутаков¹, Н.М. Варрик¹

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

Аннотация. Для промышленных электрических печей с рабочими температурами 1650–1800 °С потребовалось создание высокоогнеупорных материалов с хорошими теплоизолирующими свойствами. На производствах, где температуры печей более 1500 °С, используют муллитокорундовые огнеупорные материалы, содержащие кристаллические волокна из высокоглиноземистого корунда и муллита. Цель данной работы – исследование фазовых превращений и поведения экспериментального футеровочного материала производства НИИ «Курчатовский институт» – ВИАМ в условиях эксплуатации печи и сравнение его свойств со свойствами аналогичного импортного материала.

Ключевые слова: футеровка печи, керамический огнеупор, муллит, усадка, волокнистая теплоизоляция

Для цитирования: Бабашов В.Г., Максимов В.Г., Бутаков В.В., Варрик Н.М. Исследование фазовых превращений и образования кристаллических фаз в материалах для футеровки высокотемпературных электрических печей // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 56–67. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-56-67.

Scientific article

INVESTIGATION OF PHASE TRANSFORMATIONS AND FORMATION OF CRYSTALLINE PHASES IN MATERIALS FOR LINING HIGH-TEMPERATURE ELECTRIC FURNACES

V.G. Babashov¹, V.G. Maksimov¹, V.V. Butakov¹, N.M. Varrik¹

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

Abstract. Use of industrial electric furnaces with operating temperatures of 1650–1800 °C required development of highly refractory materials with good thermal insulation properties. In industries where furnace temperatures exceed 1500 °C, mullite-corundum refractory materials containing crystalline fibers of high-alumina corundum and mullite are applied. The purpose of this work is to study the phase transformations and behavior of an experimental lining material produced by NRC «Kurchatov Institute» – VIAM under furnace operating conditions and to compare its properties with a similar imported material.

Keywords: furnace lining, ceramic refractory, mullite, shrinkage, fibrous thermal insulation

For citation: Babashov V.G., Maksimov V.G., Butakov V.V., Varrik N.M. Investigation of phase transformations and formation of crystalline phases in materials for lining high-temperature electric furnaces. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 56–67. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-56-67.

Введение

Нагревательные установки, печное и другие виды теплотехнического оборудования используются практически во всех отраслях промышленности, включая нефтегазовую, металлургическую, энергетическую и обрабатывающую отрасли. В современных теплотехнических агрегатах часто соединяются несколько видов оборудования, приборов контроля и регулирования температуры, трубопроводов для подачи топлива и удаления продуктов сгорания. Промышленные печи для термической обработки материалов имеют теплоизолированное рабочее пространство, обеспечивающее требуемые тепловые и атмосферные условия для технологического процесса. Срок службы таких печей и качество обработки в большой степени зависят от стойкости их футеровки. Повышение эксплуатационных свойств теплоизоляционных футеровочных материалов дает существенный экономический эффект за счет увеличения межремонтного срока, снижения массы и материалоемкости изоляции и повышения ее тепловых свойств [1–3].

В последние годы среди большого числа типов теплоизоляционных материалов для изготовления футеровки печей прочное место заняла волокнистая теплоизоляция благодаря своим высоким эксплуатационным свойствам: низкой теплопроводности, небольшой плотности и стойкости к различным атмосферным воздействиям [4–6].

Следует отметить, что каждый из видов теплоизоляции для промышленных печей, таких как кладка из огнеупорных блоков и кирпичей, заливки и пасты на основе огнеупорных глин, гибкие волокнистые маты и войлоки, имеют свои достоинства и недостатки, а их выбор зависит от конкретных условий применения. При высокотемпературном обжиге обрабатываемых материалов атмосфера в печи оказывает вредное воздействие на футеровку, вызывая ее деградацию, а перепады температур приводят к ее усадке и растрескиванию. В частности, при изготовлении керамических изделий алюмосиликатного состава температура их обжига должна составлять от 1600 до 1700 °С, что обуславливает одно из основных требований к огнеупорной оснастке – ее способность выдерживать под нагрузкой максимальную температуру обжига без разрушений и деформаций при циклическом режиме работы.

Монолитные огнеупоры, такие как высокоглиноземистые кирпичи, обладают высокой прочностью, однако имеют низкую стойкость к тепловому удару, что приводит к их разрушению при колебаниях температуры. Кроме того, плотная керамика, помимо повышенной массы, обладает недостаточно низкой теплопроводностью, из-за чего требуется больше энергии для поддержания требуемой температуры в печи. Как правило, высокотемпературные огнеупоры этого класса имеют муллитокорундовый состав с незначительным содержанием примесей в виде оксидов железа, калия и натрия, а также могут содержать оксид магния в качестве модифицирующей добавки [7–10]. По структуре огнеупорный керамический материал содержит зерна муллита и мелкокристаллическую фазу корунда, причем в процессе эксплуатации при нагревах происходит рекристаллизация муллита, сопровождающаяся ростом кристаллов, что приводит к постепенному снижению прочности огнеупора. Огнеупорные керамические материалы на основе оксидов алюминия и циркония также используются для создания пенокерамических фильтров для очистки расплавов металлов от неметаллических включений [11, 12].

Более эффективными материалами для изготовления футеровки стали волокнистые огнеупоры, имеющие низкую плотность при высокой термостойкости и низкой теплопроводности, их доля от общего объема применяемых теплоизоляционных материалов превышает 50 %. Разработано большое количество вариантов волокнистых огнеупоров для футеровки теплотехнических агрегатов [13–15]. В качестве волокнистого

наполнителя огнеупорных плит и блоков наиболее часто используют относительно недорогие алюмосиликатные, муллитокремнеземистые или алюмоциркониевые силикатные волокна [16].

Теплоизоляционные материалы этого типа широко представлены на рынке огнеупоров и применяются для футеровок печей. В качестве примера можно привести продукцию торговых марок Isofrax и Fiberfrax компании Unifrax (США), теплоизоляционные плиты Altraform компании Rath (ФРГ), продукцию на основе волокна торговой марки LYTX компании Luyang (КНР), а также отечественную продукцию на основе муллитокремнеземистого волокна МКРВ (производители: ООО «Корда», ООО ОТМ, АО «Подольскогнеупор», ОгнеупорЭнергоХолдинг) и др. Кроме того, российские производители создают новые виды волокнистой теплоизоляции [17–25].

Как известно, муллитокремнеземистые волокна содержат до 62 % оксида алюминия, их получают методом раздува расплава, содержащего плавленные оксиды алюминия и кремния. Введение модифицирующих добавок может повысить их рабочую температуру с 1100 до 1250 °С. Такое волокно рентгеноаморфно, однако при длительных нагревах склонно к девитрификации, в результате чего выделяются кристаллические фазы, такие как муллит и кристобалит, которые негативно влияют на гибкость и прочность волокна при сохранении теплофизических свойств [17].

Разработчики предлагают использовать волокнистую теплоизоляцию в виде «мокрого войлока», т. е. материала на основе алюмосиликатного волокна, пропитанного неорганическим связующим. Такой материал способен принимать сложную геометрическую форму и отверждаться при последующем нагреве [20]. Для этого поверхность огнеупорной панели подвергают лазерному нагреву для упрочнения поверхностного слоя [21], используют магнезиальное вяжущее связующее для повышения физико-механических свойств огнеупорной волокнистой панели [23].

В настоящее время создание отечественных высокотермостойких огнеупоров с требуемым комплексом эксплуатационных свойств – актуальная задача для материаловедов. Научно-технические публикации о разработке и опробовании материалов данного класса свидетельствуют о потребностях производства огнеупоров и успешных решениях в этой области [26–30].

Для широко распространившихся в последнее время электрических печей с рабочими температурами 1650–1800 °С потребовалось создание высокоогнеупорных материалов с хорошими теплоизолирующими свойствами, длительно работоспособных в условиях градиентного нагрева при данных температурах. На производствах, где используются теплотехнические агрегаты с рабочими температурами >1500 °С (например, в металлургических промышленных печах, нефтехимическом оборудовании, производстве керамических изделий), хорошо зарекомендовали себя муллитокорундовые огнеупорные материалы, содержащие кристаллические волокна из высокоглиноземистого корунда (Al_2O_3) и муллита ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$). В настоящее время для таких футеровок используются жестковолокнистые блоки из дискретных волокон муллитокорундового состава (наиболее распространенные материалы поставляются из ФРГ и КНР).

Производство подобных изделий имеется и в России. Для импортозамещения широко используемого в промышленности огнеупорного материала в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана технология получения подобного волокна и проведено исследование его применимости при изготовлении материалов для высокотемпературных футеровок [31].

Особый интерес представляет работа футеровок такого типа при температурах >1650 °С, т. е. выше температуры начала интенсивного спекания материалов на основе

смесей муллита и корунда. Наблюдения за состоянием футеровок серийных печей с силицидмолибденовыми нагревателями с заявленной рабочей температурой 1800 °С показали, что при температурах >1650 °С (а особенно – выше 1710–1720 °С) происходит существенная усадка поверхностного слоя блоков, сопровождаемая его растрескиванием. В печах более позднего выпуска использована модифицированная конструкция горячего слоя футеровки с уменьшенным размером блоков, что снизило усадочное растрескивание, но не устранило его полностью (рис. 1). Исследование данного явления, а также определение пригодности волокна для практического применения описано далее.

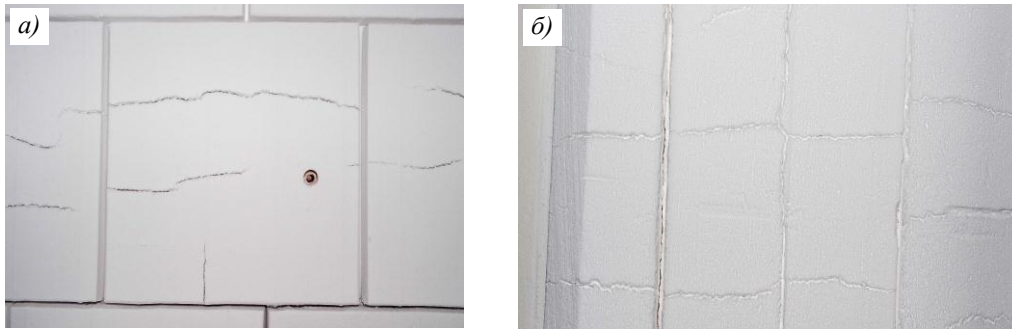


Рис. 1. Импортный футеровочный материал после термоциклирования для футеровки стенок (а) и дверцы печи (б)

Ранее авторами исследованы образцы теплоизоляционного материала на основе муллитокорундового волокна и определены его теплофизические свойства – термостойкость, усадка, прочность при сжатии при тепловом воздействии [32–34]. Цель данной работы – исследование фазовых превращений и поведения футеровочного материала в условиях эксплуатации и сравнение его свойств со свойствами импортного материала аналогичного назначения.

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

Материалы и методы

Образцы огнеупорного материала получали из муллитокорундовых волокон производства НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ методом вакуумного формования с использованием различного количества кремнезоля в качестве связующего. Поливиниловый спирт применяли в качестве временного технологического связующего. Сформованные и высушенные блоки обжигали при температурах 1700 и 1750 °С. Для исследований изготавливали образцы разной плотности. Фазовый состав материала определяли методом рентгенофазового анализа. Регистрация дифрактограмм проведена при $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучении в геометрии Брэгга–Брентано. Усадку определяли по ГОСТ 17177–94.

Эксперимент 1

Образцы из огнеупорного материала размером 65×65×50 мм устанавливали на необогреваемый под печи и защищали с боков блоками из аналогичного материала. Поверхность образцов и защитных блоков выравнивали подсыпкой под блоки крупного электрокорунда с величиной частиц 1 мм. Термообработку проводили по режиму: нагрев до 1750 °С за 8 ч, 3 ч выдержки и инерционное охлаждение.

Данное испытание, по мнению авторов статьи, достаточно корректно отражает условия работы материала во внутренних (высокотемпературных) слоях изоляции печей с температурой эксплуатации 1750 °С. Результаты измерения усадки, полученные при испытаниях, приведены в таблице. Высоту угасания усадки определяли по изменению геометрических размеров образца после воздействия температуры (рис. 2).

Усадка образцов материала футеровки после термообработки

Условный номер образца	Температура технологического обжига, °С	Усадка «шапки», %	Плотность, г/см ³	Высота обнуления усадки, мм
1	1700	3,5	0,28	15–18
2	1740	3	0,68	15
3	1740	2	0,58	12



Рис. 2. Профиль образца материала после градиентного нагрева (показана линия, ниже которой эксплуатационная усадка угасает)

Эксперимент 2

Определение фазового состава образцов футеровочного материала проводили с помощью рентгеновской съемки в диапазоне углов $2\theta = 15\text{--}70$ градусов. Исследовали образцы экспериментального футеровочного материала до обжига, после обжига при температуре 1740 °С и после нескольких циклов эксплуатации в печи. На рис. 3, а приведена дифрактограмма отформованного экспериментального образца до обжига. Видно, что основной фазой образца является муллит. Присутствуют пики малой интенсивности, соответствующие переходным фазам оксида алюминия – в основном $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$ (~10 %).

На рис. 3, б приведена дифрактограмма того же образца после обжига при температуре 1740 °С. Видно, что основной фазой образца (как и до обжига) является муллит, дополнительной фазой – корунд (~10 %). Из сравнительного анализа дифрактограмм образцов можно предположить, что при обжиге произошла рекристаллизация муллита и оксида алюминия. Мелкодисперсная фаза корунда стабилизировала рост кристаллов муллита.

На рис. 3, в приведена дифрактограмма образца после нескольких циклов эксплуатации в печи. Видно, что основной фазой образца является муллит, дополнительной фазой – корунд (чуть больше 10 %). Дифрактограмма подтверждает гипотезу о том, что мелкодисперсная фаза корунда блокирует рост кристаллов муллита и стабилизирует материал плиты. Это снижает (сводит к минимуму) усадку теплоизоляционной плиты.

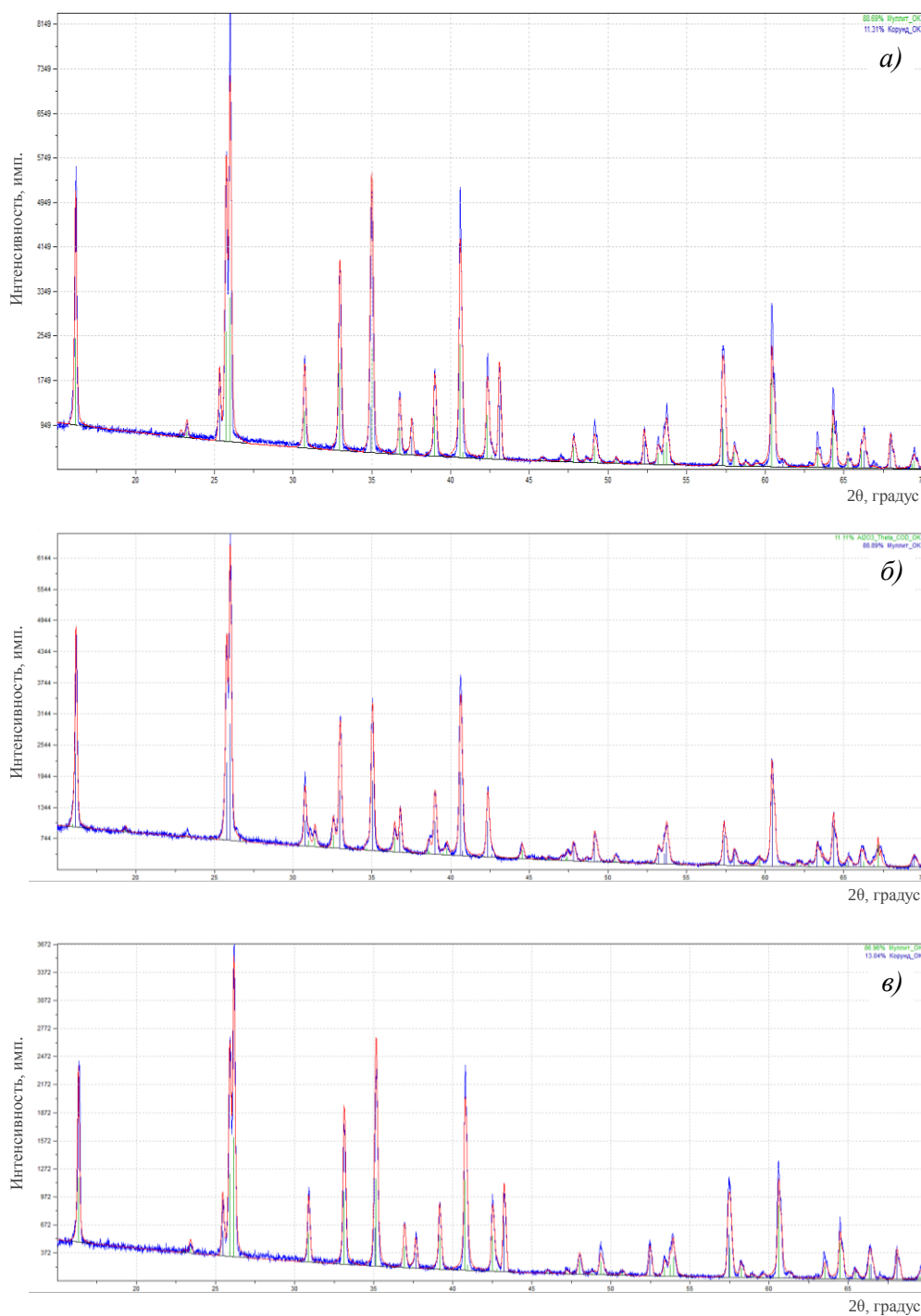


Рис. 3. Дифрактограммы образца футеровочного материала до обжига (а), после обжига при температуре 1740 °С (б) и после нескольких циклов эксплуатации в печи (в)

Эксперимент 3

Панель из материала высокой твердости (с большим количеством связующего) после обжига при температуре 1750 °С использована в качестве дверки реальной печи в течение нескольких циклов при 1750 °С с контролем температуры в объеме и на поверхности материала. Горячая поверхность материала разделена на секции на определенную в эксперименте 1 глубину угасания усадки. Состояние образца до и после испытаний можно наблюдать на рис. 4.

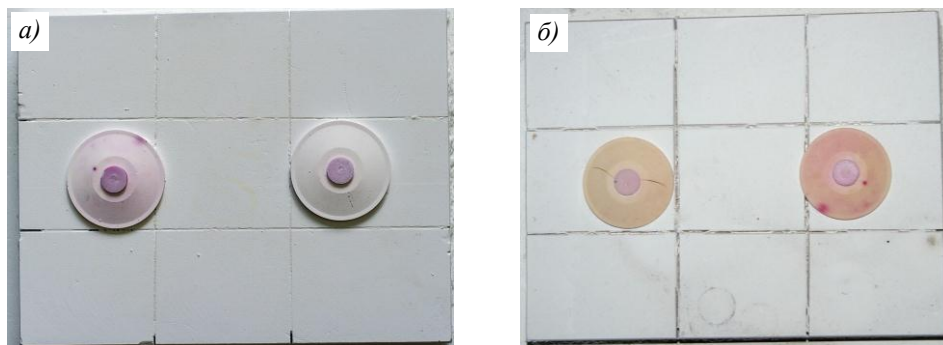


Рис. 4. Дверка печи из экспериментального футеровочного материала до (а) и после испытаний (б)

Видно, что благодаря выведению усадки в деформационные швы растрескивание на поверхности футеровочного материала отсутствует, теплоизоляционные свойства не ухудшились. На рис. 4, б видно уширение деформационных швов вследствие усадки.

Эксперимент 4

После оптимизации технологии получения экспериментальных образцов футеровочных плит из жестких волокнистых материалов изготовлена футеровка серийной печи. Использованы плиты с различной плотностью и ориентацией слоев волокна по отношению к поверхности. Внутренняя поверхность плит разделена на секции. Печь с экспериментальной футеровкой подвергнута контрольному термоциклированию при температурах 1650, 1700 и 1750 °С при продолжительности пребывания при максимальной температуре 8, 10 и 2 ч соответственно.

Фотографии футеровки после термоциклирования при указанных режимах приведены на рис. 5. На рис. 5, а левая панель задней стенки выполнена из футеровочного материала с высокой твердостью, а правая – с низкой (с минимальным содержанием связующего). Заметна существенно бóльшая усадка левой панели высокой твердости по сравнению с правой низкой твердости.

Поскольку футеровка свода печи наиболее жестко нагружена как термически, так и механически, то экспериментальные панели свода имеют направление слоев материала, перпендикулярное к внутренней поверхности, остальные элементы футеровки – параллельное (более технологичное при формовке). Видно (рис. 5, б), что усадка по ширине панели существенно меньше, чем в плоскости слоев (по длине).



Рис. 5. Экспериментальные футеровочные материалы после термоциклирования в печи: а – задняя стенка; б – свод

В результате эксперимента установлено, что усадка (оцениваемая по раскрытию деформационных швов) существенно меньше на панели с минимальным количеством

связующего (правой), а перпендикулярная поверхности ориентация слоев дает явно меньшую усадку в высотном направлении, чем параллельная. Последний прием (расположение материала с ориентацией на «торец») также используется в современных модификациях печей ведущих производителей (рис. 1, б).

Результаты и обсуждение

Из проведенных экспериментов можно сделать следующие выводы:

- фазовый состав исследованных огнеупоров стабилен при эксплуатации печи в режиме циклических нагревов;
- усадка всех волокнистых материалов муллитокорундового состава при температурах выше 1650–1700 °С протекает непрерывно (не затухая) в течение всего срока службы печи и ограничивает ее ресурс;
- существенная с точки зрения эксплуатации усадка затухает на глубине 10–12 мм от поверхности;
- повышение температуры технологического обжига материала >1700 °С дает минимальный эффект с точки зрения улучшения его работоспособности, но значительно (до двух раз) увеличивает плотность и создает существенные производственные затруднения вследствие возникновения высокой технологической усадки;
- «мягкие» материалы с небольшим количеством связующего обладают существенно более благоприятным характером поверхностной усадки. Это позволяет сделать вывод о целесообразности использования дополнительного связующего только при необходимости существенного повышения твердости материала, например при изготовлении плит для пода;
- ориентация слоев волокон в материале перпендикулярно к поверхности позволяет значительно уменьшить отрицательные эффекты усадки;
- разделение на секции горячей поверхности футеровочных плит позволяет радикально снизить их растрескивание при циклических нагревах до температур, близких к предельной.

Заключения

Широко применяемые для футеровки печей алюмокремниевые волокна имеют высокие теплоизоляционные свойства, однако ограничения по температуре применения не более 1300 °С, обусловленные значительной усадкой и их деградацией при повышенных температурах, ставят перед материаловедами задачу получения термостойких огнеупоров для футеровки печей, рассчитанных на эксплуатацию при температурах 1700 °С и более.

В данной работе для такого применения опробован огнеупорный материал на основе муллитокорундового волокна на кварцевом связующем. Эксперименты показали, что в качестве импортозамещающего материала могут использоваться огнеупоры указанного состава. Их конструкция должна предусматривать компенсацию усадки, которая неизбежно имеет место на всем протяжении работы печи.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Антипов В.В. Роль материалов нового поколения в обеспечении технологического суверенитета Российской Федерации // Вестник Российской академии наук. 2023. Т. 93. № 10. С. 907–916. DOI: 10.31857/S0869587323100055.
2. Земляной К.Г. Служба огнеупоров: учеб.-метод. пособие. Екатеринбург: Изд-во Уральского ун-та, 2018. 172 с.

3. Стрелов К.К., Кашеев И.Д., Мамыкин П.С. Технология огнеупоров: учеб. для средн. спец. учеб. заведений. 4-е изд., перераб. и доп. М.: Металлургия, 1988. 528 с.
4. Мартыненко В.В., Дергапуцкая Л.А. Эффективные теплоизоляционные легковесные и волокнистые огнеупоры // Огнеупоры. 1993. № 6. С. 14–21.
5. Алленштейн Й., Роучка Г., Вутнау Х. Огнеупорные материалы. Структура, свойства, испытания: справочник. Пер. с нем. М.: Интермет Инжиниринг, 2010. 392 с.
6. Sadik C., El Amranib I.-E., Albizane A. Recent advances in silica-alumina refractory: a review // Journal of Asian Ceramic Societies. 2014. Vol. 2. P. 83–96.
7. Плетнев П.М., Тюлькин Д.С. Экспериментальные составы корундомуллитовых огнеупоров на основе отечественного сырья // Огнеупоры и техническая керамика. 2013. № 3. С. 10–14.
8. Плетнев П.М., Тюлькин Д.С. Структурно-фазовые характеристики импортного огнеупора и муллитокорундовые составы с использованием его боя // Огнеупоры и техническая керамика. 2013. № 1–2. С. 20–25.
9. Сизов В.И., Гороховский А.М., Карпец Л.А. Применение отечественных огнеупоров для футеровки агрегатов плавки и переработки алюминия и его сплавов // Новые огнеупоры. 2006. № 4. С. 86–94.
10. Сизов В.И., Гороховский А.М., Карпец Л.А. и др. Огнеупоры для футеровки агрегатов цветной металлургии // Огнеупоры и техническая керамика. 2008. № 8. С. 31–40.
11. Дейнега Г.И., Кузьмина И.Г., Битюцкая О.Н., Нарский А.Р. Пенокерамические фильтры на основе отечественных огнеупорных материалов. Часть 1 // Труды ВИАМ. 2023. № 11 (129). С. 17–25. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-11-17-25.
12. Дейнега Г.И., Кузьмина И.Г., Битюцкая О.Н., Нарский А.Р. Пенокерамические фильтры на основе отечественных огнеупорных материалов. Часть 2 // Труды ВИАМ. 2024. № 2 (132). С. 13–22. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-13-22.
13. Теплоизоляционное изделие: пат. 2467877 Рос. Федерация; заявл. 31.05.07; опубл. 10.07.10.
14. Огнеупорный теплоизоляционный материал: пат. 908782 СССР; заявл. 11.04.80; опубл. 22.08.82.
15. Fire-resistant thermal-insulation inorganic plate and preparation method thereof: pat. CN112521122; appl. 16.12.20; publ. 19.03.21.
16. Красный Б.Л., Иконников К.И., Лемешев Д.О., Сизова А.С. Оксидсодержащие минеральные волокна: виды, способы получения, применение и производители (обзор) // Стекло и керамика. 2022. Т. 95. № 1 (1129). С. 39–50. DOI: 10.14489/glc.2022.01.pp.039-050.
17. Косенко Н.Ф., Пимков Ю.В., Филатова Н.В. Влияние механической обработки на процесс девитрификации в муллитокремнеземистых волокнах // Огнеупоры и техническая керамика. 2013. № 4-5. С. 3–9.
18. Мешков В.И. Высокотемпературная волокнистая теплоизоляция компании «Unifrax», представляемая фирмой «Изомат» // Новые огнеупоры. 2006. № 4. С. 115–117.
19. Запольских И.В. Применение продукции ОАО СОЗ и МТК СЛ в различных отраслях промышленности // Огнеупоры и техническая керамика. 2008. № 10. С. 22–29.
20. Сошкин В.Е., Байздренко В.С. Волокнистые огнеупоры для термоизоляции крышек и заслонок тепловых агрегатов // Литейное производство. 2013. № 4. С. 27–29.
21. Павлов М.Д., Окунькова А.А., Смуrow И.Ю. Получение волокнистого термоизоляционного материала на основе алюмосиликатной керамики методом лазерной обработки // Перспективные материалы. 2013. № 8. С. 80–84.
22. Зубашенко Р.В. Опыт применения термостойких теплоизоляционных изделий на основе алюмосиликатного волокна в футеровке тепловых агрегатов керамической промышленности // Стекло и керамика. 2017. № 6. С. 21–23.
23. Абызов А.Н., Подкопаев В.Н., Абызов В.А., Пак Ч.Г. Разработка и исследование огнеупорного волокнистого материала на магнезильном связующем // Огнеупоры и техническая керамика. 2010. № 1–2. С. 3–7.

24. Ковылов В.М., Томилин Ю.И., Лебедев Ю.Н., Клинов О.А. Эффективность применения волокнистых материалов и изделий в теплоограждениях печей // Новые огнеупоры. 2003. № 4. С. 22–25.
25. Попов Р.Ю., Дятлова Е.М., Сергеевич О.А., Погребенков В.М. Влияние модифицирующих огнеупорных и высокопрочных добавок на физико-технические характеристики муллитокордиеритовой керамики // Труды Кольского научного центра РАН. 2018. Т. 9. № 2-2. С. 889–894. DOI: 10.25702/KSC.2307-5252.2018.9.1.889-894.
26. Керамические волокнистые теплоизоляционные плиты до 1900 °С // Компания «Термокомпоненты»: офиц. сайт. URL: <https://thermocomponents.ru/catalog/vysokotemperaturnaya-teploizolyatsiya/keramicheskie-voloknistye-teploizolyatsionnye-plity/> (дата обращения: 29.08.2025).
27. Кондратенко А.П., Кузьмина М.Ю. Совершенствование футеровки электрических тигельных печей сопротивления за счет применения современных волокнистых огнеупорных материалов // Молодежный вестник ИРГТУ. 2023. Т. 13. № 2. С. 546–556.
28. Пашков Е.И., Пермьяков М.Б., Краснова Т.В. Защита теплотехнических агрегатов в агрессивной высокотемпературной среде строительными теплоизоляционными материалами // Вестник евразийской науки. 2021. Т. 13. № 2. Ст. 14.
29. Мойзис Е.С., Капустин Р.Д., Илюхин М.А. Разработка и применение новых высокоэффективных конструкционных огнеупорных материалов // Огнеупоры и техническая керамика. 2015. № 11–12. С. 34–37.
30. Аксельрод Л.М., Аникиевич И.Г., Смертин В.В., Назмиев М.И. Особенности новых разработок в области основных огнеупоров // Новые огнеупоры. 2008. № 9. С. 23–28.
31. Гращенков Д.В., Балинова Ю.А., Тинякова Е.В. Керамические волокна оксида алюминия и материалы на их основе // Стекло и керамика. 2012. № 4. С. 32–35.
32. Варрик Н.М., Максимов В.Г. Исследование структурных изменений в оксидной керамике методом поляризационной микроскопии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2022. Т. 88. № 7. С. 29–35. DOI: 10.26896/1028-6861-2022-88-7-29-35.
33. Антипов В.В., Варрик Н.М., Максимов В.Г., Луговой А.А., Бабашов В.Г., Шавнев А.А. Изучение механических и термических характеристик пористого керамического материала на основе муллита // Труды ВИАМ. 2023. № 6 (124). С. 38–45. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-6-38-45.
34. Бутаков В.В., Луговой А.А., Варрик Н.М., Бабашов В.Г. Оценка теплопроводности слоистого высокопористого теплоизоляционного материала // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). С. 120–129. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 29.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-120-129.

References

1. Kablov E.N., Antipov V.V. The Role of New Generation Materials in Ensuring the Technological Sovereignty of the Russian Federation. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2023, vol. 93, no. 10, pp. 907–916. DOI: 10.31857/S0869587323100055.
2. Zemlyanoy K.G. *Refractory Service: a textbook and methodological manual*. Ekaterinburg: Ural Univ. Publ. House, 2018, 172 p.
3. Strelov K.K., Kashcheev I.D., Mamykin P.S. *Refractory Technology: A Textbook for Secondary Specialized Educational Institutions*, 4th ed., rev. and ad. Moscow: Metallurgiya, 1988, 528 p.
4. Martynenko V.V., Dergaputskaya L.A. Effective thermal insulation lightweight and fibrous refractories. *Ogneupory*, 1993, no. 6, pp. 14–21.
5. Allenstein J., Rouchka G., Wuthnau H. *Refractory materials. Structure, properties, testing: a reference book*: trans. from Germ. Moscow: Intermet Inzhiniring, 2010, 392 p.
6. Sadik C., El Amranib I.-E., Albizane A. Recent advances in silica-alumina refractory: a review. *Journal of Asian Ceramic Societies*, 2014, vol. 2, pp. 83–96.
7. Pletnev P.M., Tyulkin D.S. Experimental Compositions of Corundum-Mullite Refractories Based on Domestic Raw Materials. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2013, no. 3, pp. 10–14.

8. Pletnev P.M., Tyulkin D.S. Structural and Phase Characteristics of Imported Refractory and Mullite-Corundum Compositions Using Its Crushed Material. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2013, no. 1–2, pp. 20–25.
9. Sizov V.I., Gorokhovskiy A.M., Karpets L.A. Use of Domestic Refractories for Lining Units for Melting and Processing Aluminum and Its Alloys. *Novye ogneupory*, 2006, no. 4, pp. 86–94.
10. Sizov V.I., Gorokhovskiy A.M., Karpets L.A. et al. Refractories for lining non-ferrous metallurgy units. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2008, no. 8, pp. 31–40.
11. Deynaga G.I., Kuzmina I.G., Bityutskaya O.N., Narsky A.R. Foam ceramic filters based on domestic refractory materials. Part 1. *Trudy VIAM*, 2023, no. 11 (129), pp. 17–25. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 29, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-11-17-25.
12. Deynaga G.I., Kuzmina I.G., Bityutskaya O.N., Narsky A.R. Foam ceramic filters based on domestic refractory materials. Part 2. *Trudy VIAM*, 2024, no. 2 (132), pp. 13–22. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 29, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-13-22.
13. *Thermal insulation product*: pat. 2467877 Rus. Federation; appl. 31.05.07; publ. 10.07.10.
14. *Refractory thermal insulation material*: pat. 908782 USSR; appl. 11.04.80; publ. 22.08.82.
15. *Fire-resistant thermal-insulation inorganic plate and preparation method thereof*: pat. CN112521122; appl. 16.12.20; publ. 19.03.21.
16. Krasnyy B.L., Ikonnikov K.I., Lemeshev D.O., Sizova A.S. Oxide-containing mineral fibers: types, production methods, application, and manufacturers (review). *Steklo i keramika*, 2022, vol. 95, no. 1 (1129), pp. 39–50. DOI: 10.14489/glc.2022.01.pp.039-050.
17. Kosenko N.F., Pimkov Yu.V., Filatova N.V. Influence of Mechanical Treatment on the Devitrification Process in Mullite-Siliceous Fibers. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2013, no. 4–5, pp. 3–9.
18. Meshkov V.I. High-Temperature Fibrous Thermal Insulation by Unifrax, Presented by Izomat. *Novye ogneupory*, 2006, no. 4, pp. 115–117.
19. Zapolskikh I.V. Application of products of JSC SOZ and MTK SL in various industries. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2008, no. 10, pp. 22–29.
20. Soshkin V.E., Baizdrenko V.S. Fibrous refractories for thermal insulation of covers and dampers of heating units. *Liteynoe proizvodstvo*, 2013, no. 4, pp. 27–29.
21. Pavlov M.D., Okunkova A.A., Smurov I.Yu. Production of fibrous thermal insulation material based on aluminosilicate ceramics by laser processing. *Perspektivnye materialy*, 2013, no. 8, pp. 80–84.
22. Zubashchenko R.V. Experience in the use of heat-resistant thermal insulation products based on aluminosilicate fiber in the lining of heating units in the ceramic industry. *Steklo i keramika*, 2017, no. 6, pp. 21–23.
23. Abyzov A.N., Podkopaev V.N., Abyzov V.A., Pak Ch.G. Development and study of refractory fibrous material on a magnesia binder. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2010, no. 1–2, pp. 3–7.
24. Kovylov V.M., Tomilin Yu.I., Lebedev Yu.N., Klinov O.A. Efficiency of using fibrous materials and products in furnace thermal barriers. *Novye ogneupory*, 2003, no. 4, pp. 22–25.
25. Popov R.Yu., Dyatlova E.M., Sergievich O.A., Pogrebenkov V.M. Influence of modifying refractory and high-strength additives on the physical and technical characteristics of mullite-cordierite ceramics. *Trudy Kolskogo nauchnogo tsentra RAN*, 2018, vol. 9, no. 2-2, pp. 889–894. DOI: 10.25702/KSC.2307-5252.2018.9.1.889-894.
26. *Ceramic fiber insulation boards up to 1900 °C*. Available at: <https://thermoccomponents.ru/catalog/vysokotemperaturnaya-teploizolyatsiya/keramicheskie-voloknistye-teploizolyatsionnye-plity/> (accessed: August 29, 2025).
27. Kondratenko A.P., Kuzmina M.Yu. Improving the lining of electric crucible resistance furnaces through the use of modern fibrous refractory materials. *Molodezhnyy vestnik IrGTU*, 2023, vol. 13, no. 2, pp. 546–556.
28. Pashkov E.I., Permyakov M.B., Krasnova T.V. Protection of heating units in an aggressive high-temperature environment with building thermal insulation materials. *Vestnik evraziyskoy nauki*, 2021, vol. 13, no. 2, art. 14.

29. Moizis E.S., Kapustin R.D., Ilyukhin M.A. Development and application of new highly efficient structural refractory materials. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2015, no. 11–12, pp. 34–37.
30. Akselrod L.M., Anikievich I.G., Smertin V.V., Nazmiev M.I. Features of New Developments in the Field of Basic Refractories. *Novye ogneupory*, 2008, no. 9, pp. 23–28.
31. Grashchenkov D.V., Balinova Yu.A., Tinyakova E.V. Ceramic Aluminum Oxide Fibers and Materials Based on Them. *Steklo i keramika*, 2012, no. 4, pp. 32–35.
32. Varrik N.M., Maksimov V.G. Study of Structural Changes in Oxide Ceramics by Polarization Microscopy. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2022, vol. 88, no. 7, pp. 29–35. DOI: 10.26896/1028-6861-2022-88-7-29-35.
33. Antipov V.V., Varrik N.M., Maksimov V.G., Lugovoy A.A., Babashov V.G., Shavnev A.A. Study of mechanical and thermal characteristics of a porous ceramic material based on mullite. *Trudy VIAM*, 2023, no. 6 (124), pp. 38–45. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 29, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-6-38-45.
34. Butakov V.V., Lugovoy A.A., Varrik N.M., Babashov V.G. Assessment of thermal conductivity of a layered highly porous thermal insulation material. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 120–129. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 29, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-120-129.

Информация об авторах

Бабашов Владимир Георгиевич, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Бутаков Вячеслав Владимирович, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Варрик Наталья Мироновна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

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

Vyacheslav V. Butakov, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Natalya M. Varrik, Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 10.10.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 30.10.2025.

The article was submitted 10.10.2025; approved and accepted for publication after reviewing 30.10.2025

Научная статья

УДК 678.019.3

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-68-84

ВЛИЯНИЕ СОРБИРОВАННОЙ ВЛАГИ НА ПРОЧНОСТЬ И ДОЛГОВЕЧНОСТЬ УГЛЕПЛАСТИКА

О.В. Старцев¹, Е.В. Двирная¹, Г.В. Корниенко¹, М.Г. Петров²

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

²Федеральное автономное учреждение «Сибирский научно-исследовательский институт авиации им. С. А. Чаплыгина», Новосибирск, Россия; sibnia@sibnia.ru

Аннотация. Исследовано изменение долговечности углепластика ВКУ-39/ВТКУ-2.200 в процессе сорбции влаги. Для этого для образцов в высушенном состоянии и на разных этапах увлажнения проведены испытания на межслойный сдвиг методом короткой балки при скоростях нагружения, отличающихся на 3–4 порядка, циклические испытания на растяжение-сжатие с нарастающей амплитудой нагружения, а также динамический механический анализ. В результате исследования показано, что прочностные свойства углепластика, содержащего разное количество влаги, подчиняются принципу температурно-влажностной аналогии и линейно снижаются с увеличением влагосодержания.

Ключевые слова: углепластик, долговечность, параметр прочности, влагосодержание, температура стеклования

Для цитирования: Старцев О.В., Двирная Е.В., Корниенко Г.В., Петров М.Г. Влияние сорбированной влаги на прочность и долговечность углепластика // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 68–84. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-68-84.

Scientific article

THE EFFECT OF MOISTURE ON THE STRENGTH AND DURABILITY OF CARBON FIBER REINFORCED PLASTIC

O.V. Startsev¹, E.V. Dvirnaya¹, G.V. Kornienko¹, M.G. Petrov²

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

²S.A. CHAPLYGIN SIBERIAN RESEARCH INSTITUTE OF AVIATION, Novosibirsk, Russia; sibnia@sibnia.ru

Abstract. This paper presents studies on the change in the durability of carbon fiber reinforced plastic during moisture sorption. For this purpose, at different stages of material moistening and in the dried state of it, short beam shear tests at loading rates differing by 3–4 orders of magnitude, cyclic tension-compression tests with increasing loading amplitude and a dynamic mechanical analysis were carried out. The study shows that the strength properties and the glass transition temperature of the carbon fiber reinforced polymer with different moisture content conform to the temperature-humidity analogy and ramp-down with the increase of moisture content.

Keywords: carbon fiber reinforced plastic, durability, strength parameter, moisture content, glass transition temperature

For citation: Startsev O.V., Dvirnaya E.V., Kornienko G.V., Petrov M.G. The effect of moisture on the strength and durability of carbon fiber reinforced plastic. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 68–84. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-68-84.

Введение

В ряду полимерных композиционных материалов (ПКМ), разработанных в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, ведущее место занимают углепластики [1]. Эти материалы широко используются в различных элементах авиационной техники, обеспечивая им сочетание прочности и устойчивости к условиям эксплуатации [2]. Наиболее перспективными материалами этого класса являются углепластик ВКУ-39/ВТкУ-2.200 и его аналоги с использованием альтернативных наполнителей с полимерной матрицей на основе расплавленного эпоксидного связующего ВСЭ-1212 отечественной разработки [3].

Для расширенного использования углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 в авиационных элементах внешнего контура требуются детальные сведения о его долговечности и стойкости к старению. Некоторые результаты испытаний, полученные за последние 3–5 лет [4], представлены в табл. 1. На основе этих данных можно получить представление о коэффициентах сохранения механических показателей $k_R = R/R_0$, где R и R_0 – пределы прочности при растяжении (σ_t), сжатии (σ_c), изгибе (σ_b) и сдвиге (σ_s), измеренные после выдержки образцов в климатических условиях и в исходном состоянии соответственно.

Таблица 1

Влияние условий климатических испытаний на изменение прочностных показателей углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200

Условия испытаний	Показатель R	Значение показателя в исходном состоянии R_0 , МПа	Коэффициент сохранения показателя $k_R = R/R_0$	Источник литерату- ры
3 года экспонирования в восьми клима- тических зонах России и в тропиках Кубы	σ_b	920	1,0–1,14	[4]
	σ_c	670	1,0–1,14	
3 года экспонирования в умеренно холодном климате (г. Москва)	σ_b	920/840	0,99/0,88	[5]
	σ_c	740/570	0,84/0,86	
3 года экспонирования в умеренно теплом климате (г. Геленджик)	σ_b	920/840	0,98/0,82	
	σ_c	740/570	0,83/0,80	
3 года экспонирования в умеренно теплом климате (г. Геленджик)	σ_b	742/646	0,92/0,85	[6]
	σ_c	682/518	0,94/0,97	
	σ_s	68/48	0,88/0,79	
3 года экспонирования в тропическом климате КНР	σ_b	735/690	0,86/0,84	
	σ_c	636/477	0,97/0,77	
	σ_s	62/45	0,98/0,76	
3 мес. выдержки при температуре 60 °C и относительной влажности 85 %	σ_b	884	0,99	[7]
	σ_c	427	0,85	
Примечание. Пределы прочности при сжатии (σ_c), изгибе (σ_b) и сдвиге (σ_s) измерены при комнатной температуре, в знаменателе указаны данные, полученные при температуре 120 °C.				

По данным работы [4], после 3 лет пребывания пластин углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 в типовых климатических зонах России и тропиках Кубы показатели R остались на уровне исходных значений или даже незначительно превысили их. По-видимому, связующее ВСЭ-1212 этого углепластика было не полностью отверждено, и в климатических условиях происходила дополимеризация.

В открытых климатических условиях пределы прочности при изгибе и сжатии изменяются в большей степени, чем при растяжении [2]. Поэтому при аналогичном экспонировании в течение 3 лет в умеренно холодном и умеренно теплом климате [5] показатели σ_b и σ_c снизились на 10–20 % (табл. 1).

Для другой партии углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200, экспонированной 3 года в умеренно теплом климате [6], снижение коэффициента k_R до 0,88 определено для прочностных показателей, измеренных при комнатной температуре. При температуре изменений 120 °С коэффициент k_R уменьшился до 0,79. Параллельные испытания в тропическом климате г. Ваньнинь привели к снижению k_R до 0,76 [6] (табл. 1).

Главной причиной снижения прочностных показателей углепластика является деструкция эпоксидной матрицы под действием сочетания температуры, относительной влажности и ультрафиолетовой компоненты солнечной радиации. Вторая причина заключается в проникновении воды во внутренние слои композита. Сорбированная влага пластифицирует эпоксидную матрицу и способствует ее деструкции. При сушке влага удаляется, и механические показатели частично восстанавливаются. Указанный механизм физико-химических превращений в ПКМ подробно проанализирован и обоснован в работах [5, 6].

По данным работы [7], после 3 мес. пребывания углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 при температуре 60 °С и относительной влажности 85 % предел прочности при сжатии снижается на 15 % (табл. 1).

Чувствительность углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 к влагосодержанию после 7 лет старения в умеренно теплом климате исследована по изменению модуля сдвига G в плоскости листа [8]. После сорбции 0,9 % воды показатель G снижается с 7,5 до 5,7 ГПа.

Установлено [4, 5], что в открытых климатических условиях пластины углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 накапливают 0,3–0,7 % воды. Такая умеренная гидрофильность показывает преимущество данного материала перед другими ПКМ, которые в открытых климатических условиях присоединяют 0,7–1,3 [9], 1,2–1,5 [10] и даже 2,7 % [11] влаги. Поэтому нахождение количественных соотношений между величинами прочности ПКМ и количеством содержащейся в них воды представляет большой научный и практический интерес.

Известны примеры линейного снижения механических показателей в зависимости от влагосодержания w [8, 12–14]:

$$R = R_0 - \psi_R w, \quad (1)$$

где R_0 и R – механический показатель ПКМ в исходном состоянии и при содержании влаги w ; ψ_R – коэффициент пластифицирующего воздействия влаги по показателю R .

Соотношение (1) в большинстве случаев справедливо при малом значении w , при котором молекулы воды посредством водородных связей взаимодействуют с активными группами полимерной матрицы, ослабляют межмолекулярное взаимодействие, но не активируют реакции гидролиза или дополимеризации. При дальнейшем увеличении влагосодержания, особенно при повышенных температурах, зависимость $R(w)$ становится нелинейной из-за химических и структурных превращений в терморезистивных матрицах. Для таких случаев вместо соотношения (1) используют нелинейное уравнение [15]

$$R = a(1 - e^{-b \exp(-cw)}) + d, \quad (2)$$

где a , b , c , d – эмпирические константы, значения которых не зависят от температуры влагонасыщения.

Другим вариантом представления зависимости $R(w)$, учитывающей пластификацию и гидролиз, является нелинейная модель, изложенная в работе [16].

Во всех приведенных примерах рассмотрены частные случаи изменения показателей при выбранных квазистатических схемах нагружения. Такой ограниченный набор данных не позволяет моделировать долговечность ПКМ, зависящую от влагосодержания, скорости нагружения и температуры испытаний. Перспективный подход, основанный на использовании принципа температурно-временной аналогии, проанализирован в обзоре [17]. Согласно этому принципу, существует подобие в изменении свойств полимеров и ПКМ в зависимости от температуры и скорости/частоты нагружения. Это подобие выражено эмпирическим уравнением Вильямса–Ландела–Ферри [17]:

$$\log a_T = -\frac{C_1(T - T_0)}{C_2 + T - T_0}, \quad (3)$$

где a_T – температурный сдвиг (коэффициент, показывающий, на сколько нужно сдвинуть кривую зависимости свойства от времени/частоты, чтобы учесть влияние температуры); T – температура; T_0 – референтная температура (обычно температура стеклования T_g); C_1 и C_2 – эмпирические константы, зависящие от конкретного материала.

Например, если при циклическом нагружении при частоте ω_1 механический показатель R при переходе от температуры T_1 до температуры T_2 изменился на ΔR , то с помощью уравнения (3) можно определить частоту нагружения ω_2 , при которой будет достигнуто то же изменение ΔR при неизменной температуре T_1 . Современный подход к нахождению констант C_1 и C_2 для эпоксидного углепластика рассмотрен в работе [18].

Результаты работ [17, 19–21] доказали, что в общем случае температурный сдвиг a_T в уравнении (3) можно заменить на температурно-влажностный сдвиг $a_{T, w}$, т. е. воздействие тепла на полимерный композит аналогично воздействию влаги и наоборот. Методика построения обобщенной кривой ползучести углепластика IM7/977-2 при трехточечном изгибе образцов с различным содержанием влаги в широком интервале температур обоснована в работе [22].

Принцип температурно-временной [17, 18] и температурно-влажностной [19–22] аналогии можно учитывать при исследовании влияния влаги на прочность и долговечность углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200.

Для этого в данной работе выполнен обширный эксперимент на основе методического подхода, представленного в работе [23]. Цель исследования – сравнение и анализ результатов испытаний углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с различным содержанием влаги на циклическое растяжение-сжатие с нарастающей амплитудой и межслойный сдвиг.

Материалы и методы

Для реализации запланированной программы исследований изготовлены пластины углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 на основе углеродного тканого наполнителя ВТкУ-2.200 и эпоксидного термореактивного связующего ВСЭ-1212. Свойства этого углепластика подробно охарактеризованы в работе [24].

Для проведения испытаний углепластика с разным содержанием влаги образцы выдерживали в камере с относительной влажностью $95 \pm 5\%$ при 60°C в течение 103 сут. Промежуточные съемы образцов для испытаний на межслойный сдвиг осуществляли после 3, 7, 14, 28 и 70 сут, для испытаний на растяжение-сжатие – после 3, 7, 14, 28, 56 и 100 сут, для выполнения динамического механического анализа (ДМА) –

после 1, 3, 7, 14, 28, 56 и 103 сут увлажнения. Для оценки количества влаги, содержащейся в исходных образцах, проведена сушка при 60 °С до достижения постоянной массы углепластика. Массу образцов измеряли с помощью аналитических весов с погрешностью 0,1 мг.

Предел прочности при межслойном сдвиге определяли методом короткой балки в соответствии с ГОСТ 32659–2014 (ISO 14130:1997) [25]. Для этих испытаний вырезали образцы размером 40×20×4 мм. Образец помещали на две параллельные горизонтальные опоры. Усилие прикладывали по всей ширине образца. Испытания проводили со скоростями нагружения 0,005–5 мм/мин. По аналогичной программе нагружения проведены испытания образцов в исходном состоянии при температурах 25, 60, 100 и 150 °С. Для этого предварительно образцы выдерживали 80 мин при заданной температуре испытаний (20 мин на 1 мм толщины образца). Максимальные значения касательных напряжений σ_s определены по формуле

$$\sigma_s = 3F/4bh, \quad (4)$$

где F – разрушающая или максимальная нагрузка, Н; b и h – ширина и толщина испытуемого образца, мм.

Испытания на растяжение-сжатие проводили со ступенчатым увеличением амплитуды нагружения. Образцы имели форму лопатки длиной 150 мм и шириной 25 мм с радиусом скругления 40 мм (так называемые корсетные образцы), обеспечивающим ширину рабочей части 10 мм. Частота нагружения составила 0,5 Гц при нулевом значении средних напряжений. Начиная с нагрузки, равной 12,5 МПа, на каждой ступени выполняли по четыре цикла, после чего амплитуду нагрузки увеличивали с шагом 12,5 МПа до полного разрушения образца. После достижения максимальной нагрузки при растяжении и сжатии в каждом цикле образец выдерживали в течение 0,35 с для циклов с нагрузкой <200 МПа, а затем продолжительность выдержки увеличивали на 0,25 с на каждой последующей ступени.

Мерой пластифицирующего действия влаги на углепластик ВКУ-39/ВТкУ-2.200 выбрано изменение температуры стеклования эпоксидной матрицы углепластика. С помощью термоанализатора измерен динамический модуль упругости E' и динамический модуль потерь E'' при изгибных колебаниях полосок размером 50×10 мм, вырезанных из пластин углепластика. В каждом цикле измерений использовали по три параллельных образца. Измерения проводили в интервале температур от 25 до 250 °С в потоке аргона при скорости потока 70 мл/мин, частоте 1 Гц и скорости нагрева 2 °С/мин. Измеренные зависимости $E''(T)$ позволили определить температуру стеклования T_g (по положению максимума E''), нижнюю T_{g1} и верхнюю T_{g2} границы перехода эпоксидной матрицы композита из стеклообразного в высокоэластическое состояние с точностью 0,5 °С [18]. Для этого использовали рекомендации стандарта ISO 6721-11 [26] и численные методы динамической механической спектроскопии полимеров [27].

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

Результаты и обсуждение

Определение пластифицирующего действия влаги по результатам динамического механического анализа

Пластификацию влагой углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 исследовали методом ДМА аналогично работам [4, 5]. Образцы размером 50×10 мм увлажняли при температуре 60 °С в камере с относительной влажностью 95 % в течение 103 сут. За это время

они присоединили $0,94 \pm 0,01$ % влаги. Часть образцов подвергли предварительной сушке при той же температуре. В процессе сушки удалено $0,16 \pm 0,01$ % влаги. Таким образом, максимальное содержание влаги составило $1,10 \pm 0,01$ %.

Температурные зависимости $E''(T)$ углепластика с различным содержанием влаги представлены на рис. 1. Температура стеклования T_g , определенная по положению максимума E'' , для высушенных образцов составила 195 ± 1 °С, для образцов в максимально увлажненном состоянии ($w = 1,1 \pm 0,01$ %) $T_g = 116 \pm 1$ °С, т. е. показатель снизился на 79 ± 1 °С.

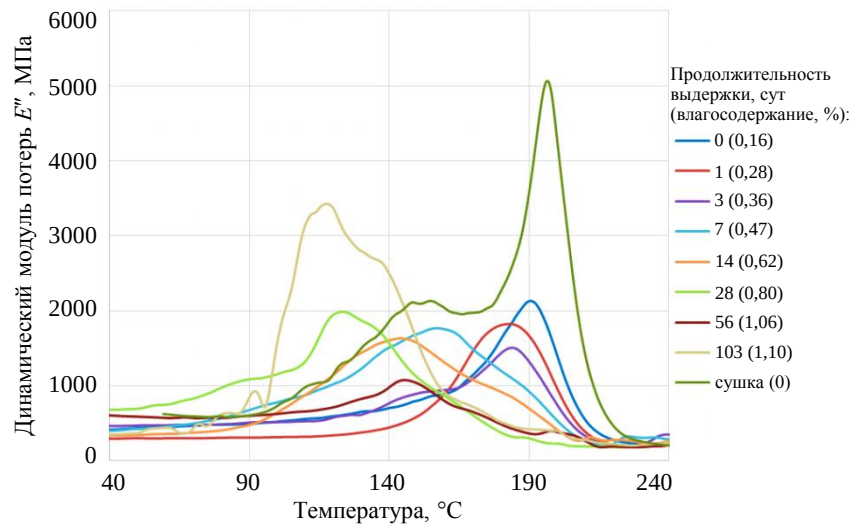


Рис. 1. Температурные зависимости динамического модуля потерь E'' углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 при различном влагосодержании образцов

Зависимость T_g от w для всей серии выполненных ДМА-измерений представлена на рис. 2. Показано, что эта зависимость линейна и полностью соответствует уравнению (1) с коэффициентом пластифицирующего воздействия $\psi_{T_g} = 71,8 \pm 2$ °С. Влага существенно пластифицирует связующее ВСЭ-1212, что соответствует данным, полученным ранее [4, 5].

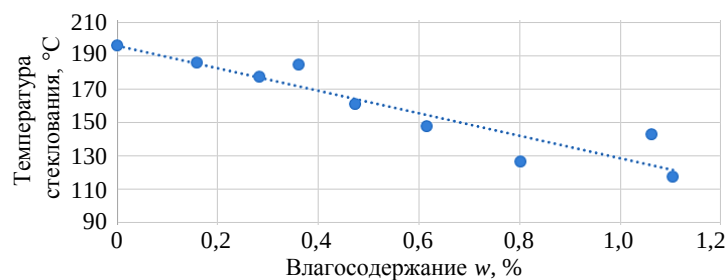


Рис. 2. Зависимость температуры стеклования T_g углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 от влагосодержания w

Испытания на межслойный сдвиг углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с различным влагосодержанием

В данной статье разрушение углепластика рассмотрено с позиций кинетической концепции прочности, примененной ранее для ПКМ в работе [23]. Разрушение ПКМ зависит от напряжения при выбранной схеме нагрузки (растяжение, сжатие, сдвиг,

изгиб и др.), скорости приложения нагрузки и температуры измерений. Долговечность τ нагруженного ПКМ определяется по формуле Журкова:

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{U_0 - \gamma\sigma}{R_{mol}T}\right), \quad (5)$$

где τ_0 – период тепловых колебаний атомов в твердом теле, 10^{-13} с; U_0 – начальная энергия активации разрушения, кДж/моль; R_{mol} – универсальная газовая постоянная, кДж/(моль·К); γ – структурно-чувствительный коэффициент (активационный объем); σ – действующие в материале напряжения при выбранной схеме нагружения, МПа; T – температура, °С.

При испытаниях на межслойный сдвиг в формуле (5) используются максимальные значения касательных напряжений σ_s , определенные по формуле (4).

После испытаний на межслойный сдвиг исходных образцов углепластика ВКУ-39/ВТКУ-2.200 со скоростями 0,005; 0,05; 0,5; 5 и 10 мм/мин при температурах 25, 60, 100 и 150 °С, исходя из формулы (5), вычислены значения энергии активации разрушения

$$U(\sigma_s) = U_0 - \gamma\sigma_s = R_{mol}T \ln(\tau/\tau_0). \quad (6)$$

График ее силовой зависимости (зависимости от напряжений) представлен на рис. 3.

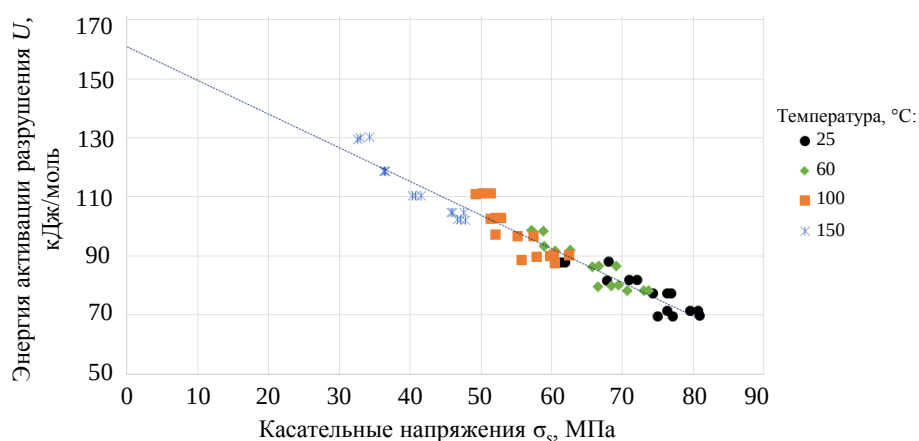


Рис. 3. Силовая зависимость энергии активации разрушения U образцов углепластика ВКУ-39/ВТКУ-2.200, испытанных на межслойный сдвиг, при различных температурах и скоростях нагружения

Линейность графика $U(\sigma_s)$ является надежным критерием применимости кинетической концепции прочности для определения долговечности при межслойном сдвиге углепластика ВКУ-39/ВТКУ-2.200 в интервале температур от 25 до 150 °С (в стеклообразном состоянии эпоксидной матрицы ВСЭ-1212, для которой $T_g = 195 \pm 1$ °С).

Следует отметить, что показатель экспоненты в уравнении Журкова (5) зависит от температуры испытаний, т. е. термоактивационный анализ по уравнению (6) является аналогом принципа температурно-временной эквивалентности, выраженного уравнением (3).

Аналогичные испытания на межслойный сдвиг выполнены для углепластика ВКУ-39/ВТКУ-2.200 после 3, 7, 14, 28 и 70 сут увлажнения. По результатам испытаний вычислены значения $U(\sigma_s)$ и построены силовые зависимости энергии активации разрушения (рис. 4).

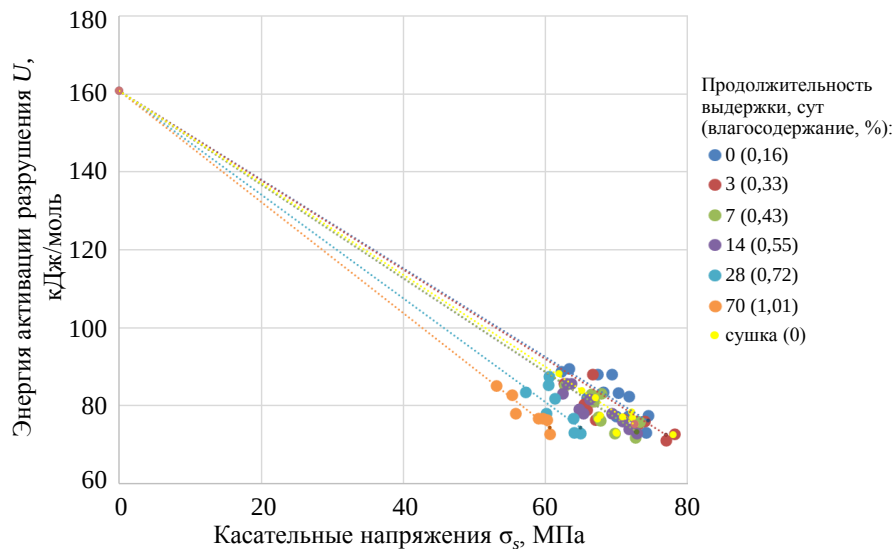


Рис. 4. Силовые зависимости энергии активации разрушения образцов углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с разным влагосодержанием при пяти скоростях деформирования при комнатной температуре

Для количественной оценки прочности при межслойном сдвиге (табл. 2) увлажненного углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 использован параметр прочности

$$P_s = \frac{\sigma_s}{U_0 - U_w} = \frac{1}{\gamma}, \quad (7)$$

где $U_0 = 160,8$ кДж/моль – начальная энергия активации разрушения данного материала (при нулевой нагрузке); U_w – энергия активации разрушения образца с влагосодержанием w , кДж/моль.

Зависимость P_s от w оказалась линейной (рис. 5).

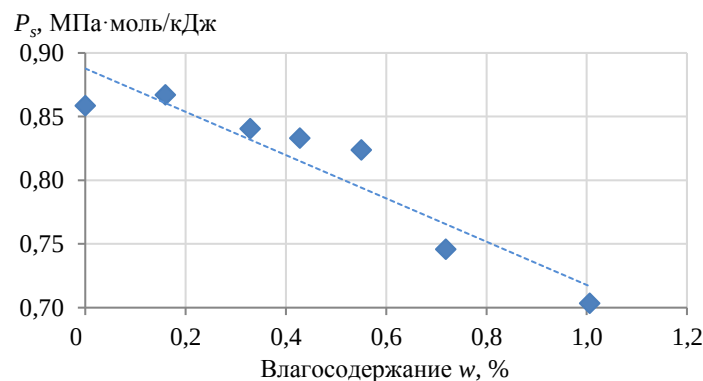


Рис. 5. Зависимость параметра прочности при межслойном сдвиге P_s углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 от влагосодержания w

Учитывая линейность зависимостей $T_g(w)$ на рис. 2 и $P_s(w)$ на рис. 5, можно утверждать, что зависимость $P_s(T_g)$ также является линейной. Это обстоятельство позволяет использовать принцип температурно-влажностной аналогии [19–21] в кинетической концепции прочности для ПКМ, содержащих влагу, и представить уравнение Журкова (5) в виде

$$\tau = \tau_0 \exp \left(\frac{U_0 - \gamma \sigma_s}{R_{mol}(T + \Delta T_g)} \right), \quad (8)$$

где $\Delta T_g = T_{g0} - T_{gw}$; T_{g0} – температура стеклования сухого образца; T_{gw} – температура стеклования образца с содержанием влаги w .

Вычисления, проведенные по уравнению (8), позволили преобразовать семейство прямых линий на рис. 4 в единую прямую линию, представленную на рис. 6.

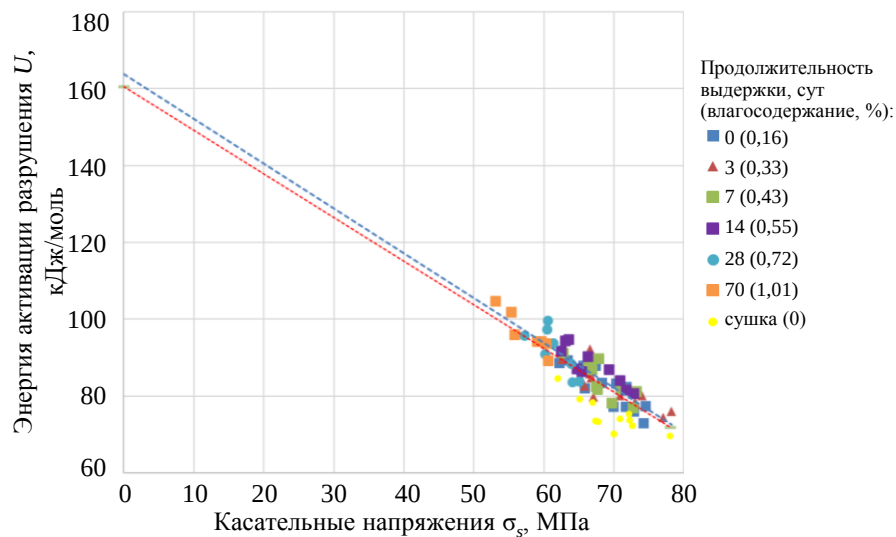


Рис. 6. Зависимость энергии активации разрушения U образцов углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с разным влагосодержанием от касательных напряжений σ_s при межслойном сдвиге с различными скоростями нагружения. Красной пунктирной линией проведена аппроксимация с $U_0 = 160,8$ кДж/моль, синей – обозначена средняя линия для расчета по формуле (8)

Значения показателей термоактивационного анализа, определенные по формулам (5)–(8) для образцов углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 при разном содержании влаги, сгруппированы в табл. 2.

Таблица 2

Межслойная прочность и долговечность углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с различным влагосодержанием после испытаний на межслойный сдвиг с разной скоростью нагружения

Показатели	Значения показателей при продолжительности увлажнения, сут					
	0	3	7	14	28	70
Влагосодержание w , %	0,16	0,33	0,46	0,55	0,72	1,01
Параметр прочности при межслойном сдвиге P_s , МПа·моль/кДж	0,88	0,84	0,83	0,82	0,75	0,70
Долговечность τ , годы (при температуре 298 К и нагрузке 30 МПа)	44	29	26	21	2	2

По данным работы [4], после 3 лет экспонирования в различных климатических зонах углепластик ВКУ-39/ВТкУ-2.200 присоединяет 0,6 % воды. Из данных табл. 2

следует, что при таком влагосодержании параметр прочности при межслойном сдвиге уменьшается незначительно (менее чем на 10 %), тогда как долговечность при нагрузке 30 МПа снижается на порядок. Следовательно, в открытых климатических условиях сорбированная влага незначительно уменьшает межслоевую прочность углепластика, но вызывает существенное снижение долговечности при сдвиговых нагрузках.

Возможна и другая интерпретация результатов, полученных в этом разделе. Прежде всего, следует подчеркнуть, что формула (5) отражает закон разрушения как термодинамический процесс, описываемый в терминах теории скоростей реакций [23]. Абсолютная температура T в данном выражении определяет скорость реакции разрушения и величину внутренней тепловой энергии твердого тела, за счет которой происходит разрушение. Температура стеклования (в данном случае называемая температурой размягчения) в опытах была гораздо меньше, и никакой связи с ее величиной заметить было бы невозможно. Если бы испытания проводили при температуре T_g , то получилась бы другая силовая зависимость энергии активации разрушения. Обычно энергия активации разрушения при вязком течении материала имеет постоянное значение, не зависящее от напряжений. Зависимость $\gamma(\sigma)$ свидетельствует о пластических деформациях в материале, сопровождающих процесс разрушения.

Поэтому естественной характеристикой влияния степени увлажнения на прочность является зависимость активационного объема γ от влагосодержания w . Коэффициент γ характеризует уровень внутренних напряжений, которые определяют скорость разрушения наряду с температурой. Физическое обоснование его величины дается в ссылках [8, 11] в публикации [23]. Он является количественной характеристикой структуры материала в отношении прочности в так называемых центрах разрушения, а распределение внутренних напряжений по объему материала – количественной мерой неоднородности этой структуры. Параметр прочности, вычисляемый по уравнению (7), служит лишь удобной для восприятия характеристикой различия прочностных свойств материала, зависящих от влагосодержания.

На следующем этапе сопоставлены зависимость $\gamma(w)$ и температура стеклования, имеющая подобную связь с влагосодержанием (рис. 2 и 5). Поскольку переход из стеклообразного в высокоэластичное и вязкотекучее состояния требует времени и протекает с определенной скоростью, зависимость $T_g(w)$ как термодинамический процесс представлена зависимостью обратной величины абсолютной температуры стеклования от влагосодержания. Результаты сопоставления приведены на рис. 7.

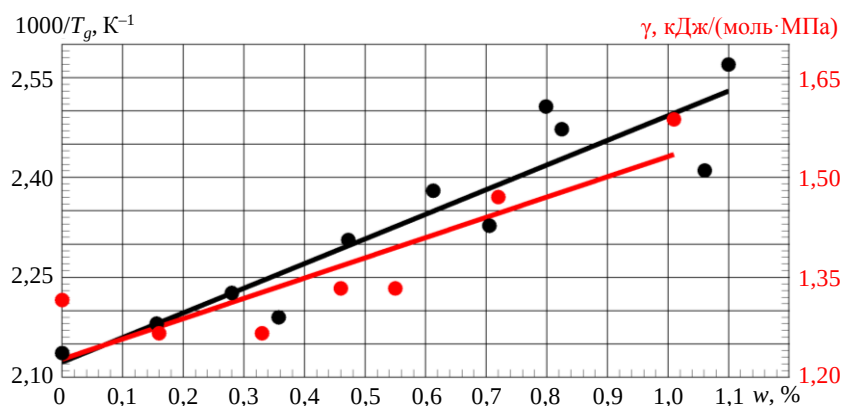


Рис. 7. Изменение обратной величины абсолютной температуры стеклования $1000/T_g$ (—) и активационного объема γ (—) при возрастании в материале влагосодержания w

Видно, что изменение данных величин в небольшом интервале влагосодержания можно также представить линейными зависимостями, которые пропорциональны друг другу. Это демонстрирует связь между ними, но не означает, что величину T_g надо подставлять в формулу (8). Коэффициент γ можно выразить через T_g , но необходимость в этом отсутствует. Кроме того, T_g зависит от напряжений, при которых находится материал. Зависимости $\gamma(w)$ вполне достаточно для описания изменений прочности углепластика по мере увеличения влагосодержания.

Использование формулы (8) приводит к необъяснимым последствиям: получаются другие величины U_0 . Если на рис. 6 они различаются незначительно, то для другого напряженно-деформированного состояния это различие необъяснимо. В этом случае активационный объем имеет совершенно другие значения (рассмотрено в следующем разделе), связанные с видом напряженно-деформированного состояния, что может приводить к каким-то иным зависимостям. Начальная энергия активации разрушения U_0 определяет энергию связи атомов в твердом теле и одинакова в различных опытах [23].

Именно изменение активационного объема γ по мере увеличения влагосодержания будет характеризовать изменение структуры материала, т. е. изменение внутренних напряжений, влияющих на скорость разрушения. Это и будет той необходимой информацией об изменениях прочностных свойств материала. Взаимосвязь прочностных свойств и температуры стеклования требует изучения на других ПКМ, причем с вариациями режимов ее определения.

Испытания на циклическое растяжение-сжатие с нарастающей амплитудой образцов углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с различным влагосодержанием

Подобным образом, по методике работы [23], исследовано влияние влагосодержания на прочность и долговечность образцов углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 при циклическом растяжении-сжатии с нарастающей амплитудой. По результатам испытаний вычислены значения и построены силовые зависимости энергии активации разрушения $U(\sigma_t)$ от разрушающей нагрузки σ_t (рис. 8).

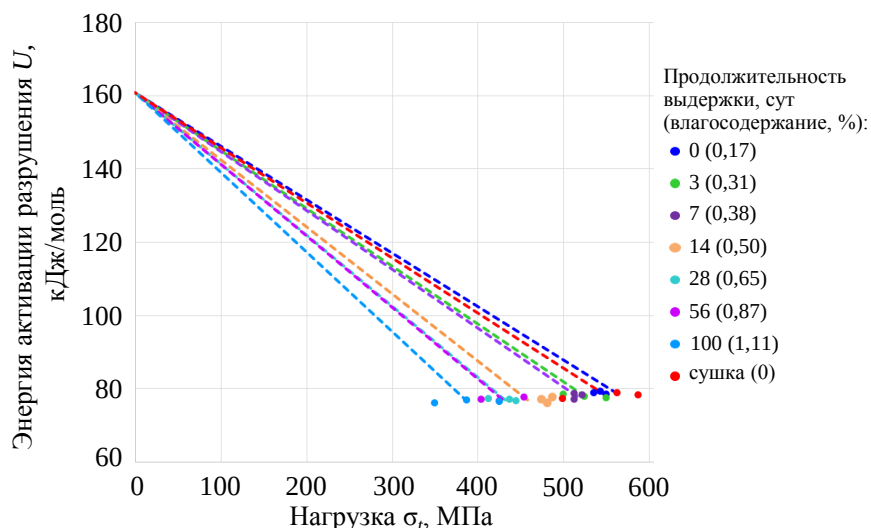


Рис. 8. Зависимости энергии активации разрушения U от нагрузки σ_t образцов углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с разным влагосодержанием при циклическом растяжении-сжатии с нарастающей амплитудой при комнатной температуре

Результаты вычислений данных испытаний при сжатии, также проведенных по уравнению (8), привели к преобразованию прямых линий, полученных по результатам термоактивационного анализа на рис. 4, в единую линию, изображенную на рис. 9. Несмотря на высокую степень принадлежности точек для образца в нативном (высушенном) состоянии и при увлажнении от 3 до 14 дней прямой, проведенной с заданным значением U_0 , для результатов образцов после 28 дней увлажнения наблюдаются отклонения. Данное явление можно объяснить особенностями реализации нагружения, высокой флуктуации значений прочности при сжатии. Важно также отметить, что при испытаниях на межслойный сдвиг и методом ДМА образцы имели схожую форму и размеры, в то время как лопатки для испытаний на растяжение-сжатие значительно отличались от них, что в свою очередь могло привести к неоднородному распределению влаги в процессе диффузии.

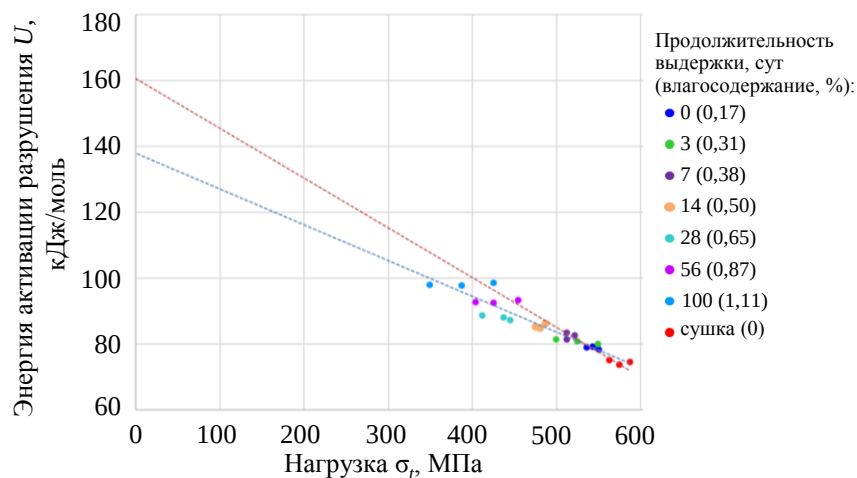


Рис. 9. Силовая зависимость энергии активации разрушения U при растяжении-сжатии образцов углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с разным влагосодержанием. Красной пунктирной линией проведена аппроксимация с $U_0 = 160,8$ кДж/моль, синей — обозначена средняя линия для расчета по формуле (8)

Дальнейшие вычисления по формуле (7) показали, что параметр прочности при циклическом растяжении-сжатии с нарастающей амплитудой P_t линейно уменьшается с увеличением влагосодержания (рис. 10).

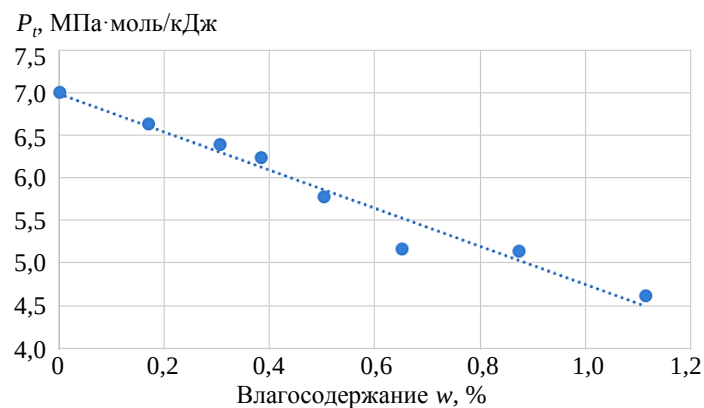


Рис. 10. Зависимость параметра прочности при циклическом растяжении-сжатии с нарастающей амплитудой P_t углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 от влагосодержания w

Из этого следует вывод, что образцы углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200, содержащие влагу, в случае разрушения при циклическом растяжении-сжатии с нарастающей амплитудой также подчиняются принципу температурно-влажностной аналогии, для них справедливо уравнение (8) при замене σ_s на σ_t .

Результаты расчета прочности и долговечности для этого способа разрушения представлены в табл. 3.

Таблица 3

Прочность и долговечность углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200 с разным влагосодержанием после испытаний на циклическое растяжение-сжатие с нарастающей амплитудой

Показатели	Значения показателей при продолжительности увлажнения, сут					
	0	3	7	14	28	56
Влагосодержание w , %	0,17	0,31	0,38	0,50	0,65	0,87
Параметр прочности при циклическом растяжении-сжатии с нарастающей амплитудой P_t , МПа·моль/кДж	6,7	6,3	6,3	5,9	5,2	5,0
Долговечность τ , годы (при температуре 298 К и нагрузке 200 МПа)	260	160	120	43	8	7

Параметр разрушения в образце с влагосодержанием $w = 0,87$ % по сравнению с образцом в сухом состоянии уменьшился с 6,7 до 5,0 МПа·моль/кДж (на 25 %), тогда как долговечность сократилась более чем на 2 порядка.

Заключения

Исследовано влияние воздействия влаги на прочностные свойства и долговечность углепластика авиационного назначения ВКУ-39/ВТкУ-2.200. С помощью ДМА продемонстрировано снижение температуры стеклования по мере влагонасыщения материала. Линейность изменения данной характеристики в зависимости от влагосодержания демонстрирует пластифицирующий характер действия влаги на вязкоупругое состояние материала.

Результаты термоактивационного анализа позволили оценить вклад влаги в прочность и долговечность углепластика ВКУ-39/ВТкУ-2.200. Установлено, что термодинамический параметр прочности также линейно зависит от влагосодержания и при увлажнении снижается на 20,5 и 25,4 % при межслойном сдвиге и растяжении-сжатии соответственно.

Показано, что модификация уравнения Журкова с учетом температуры стеклования позволяет привести к единому значению долговечности результаты испытаний материала в разном состоянии, что соответствует принципу температурно-влажностной эквивалентности, но требует доказательств правомерности такой интерпретации результатов. Изучение связи температуры стеклования с долговечностью материала является перспективным направлением в исследованиях свойств материалов.

Данная работа выполнена за счет гранта Российского научного фонда № 24-19-00009, <https://rscf.ru/project/24-19-00009/>.

Список источников

1. Старцев В.О., Антипов В.В., Славин А.В., Горбовец М.А. Современные отечественные полимерные композиционные материалы для авиастроения (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 122–144. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 05.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
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). С. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-47-58.
3. 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 Porsher Ind. и Toho Tenax // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 3 (52). С. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26.
4. 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). С. 113–128. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-113-128.
5. Старцев В.О., Славин А.В. Стойкость углепластиков и стеклопластиков на основе расплавных связующих к воздействию умеренно холодного и умеренно теплого климата // *Труды ВИАМ*. 2021. № 5 (99). С. 114–126. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-114-126.
6. Startsev O.V., Skirta A.A., Startsev V.O., Valevin E.O., Kogan A.M. Ageing of VKU-39 carbon plastic under moderately warm and tropical climate conditions. 1. Changes of strength indicators // *Science. Series D*. 2025. Vol. 178. P. 382–386. DOI: 10.1134/S1995421225700236.
7. Николаев Е.В., Барботько С.Л., Андреева Н.П., Павлов М.Р., Гращенков Д.В. Комплексное исследование воздействия климатических и эксплуатационных факторов на новое поколение эпоксидного связующего и полимерных композиционных материалов на его основе. Часть 3. Расчет энергии активации и теплового ресурса полимерных композиционных материалов на основе эпоксидной матрицы // *Труды ВИАМ*. 2016. № 5 (41). С. 100–112. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-5-11-11.
8. Startsev O.V., Kornienko G.V., Gladkikh A.V., Gorbovets M.A. Nondestructive measurements of shear modulus in a sheet plane upon aging of polymeric composites // *Polymer Science. Series D*. 2024. Vol. 17. P. 606–614. DOI: 10.1134/s1995421224701041.
9. Pride R.A. Environment effects of composites for aircraft // *CTOL Transport Technology: conference proceedings*. Hampton, VR, 1978. P. 239–258. URL: <https://ntrs.nasa.gov/api/citations/19780019118> (дата обращения: 28.07.2025).
10. Collings T.A. The effect of observed climatic conditions on the moisture equilibrium level of fiber-reinforced plastics // *Composites*. 1986. Vol. 17. P. 33–41. DOI: 10.1016/0010-4361(86)90731-7.
11. Baker D.J. Ten-Year Ground Exposure of Composite Materials Used on the Bell Model 206L Helicopter Flight Service Program. NASA, 1994. URL: <https://ntrs.nasa.gov/citations/19950005944> (дата обращения: 29.07.2025).
12. Ramesh C., Arumugam V., Stanley J., Kumar V. Effects of hydrolytic aging on glass/epoxy, kevlar/epoxy, and hybrid (glass/kevlar/epoxy) composites // *International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT)*. 2013. Vol. 2. P. 1589–1596. DOI: 10.17577/IJERTV2IS50859.
13. Bone J.E., Sims G.D., Maxwell A.S. et al. On the relationship between moisture uptake and mechanical property changes in a carbon fibre/epoxy composite // *Journal of Composite Materials*. 2022. Vol. 65. P. 2189–2199. DOI: 10.1177/00219983221091465.
14. Anderson E., Gunawan B., Nicholas J. et al. A multicontinuum theory based approach to the analysis of fiber-reinforced polymer composites with degraded stiffness and strength properties due to moisture absorption // *Journal of Marine Science and Engineering*. 2023. Vol. 11. Art. 421. DOI: 10.3390/jmse11020421.

15. Pritchard G., Speake S.D. The use of water absorption kinetic data to predict laminate property changes // *Composites*. 1987. Vol. 18. P. 227–232. DOI: 10.1590/0104-1428.2106.
16. Nandagopal R.A., Boay C.G., Narasimalu S. An empirical model to predict the strength degradation of the hygrothermal aged CFRP material // *Composite Structures*. 2020. Vol. 236. Art. 111876.
17. Urzhumtsev Yu.S. Time-temperature superposition. Review // *Mechanics of Composite Materials*. 1976. Vol. 11. P. 57–72. DOI: 10.1007/bf00855426.
18. Cha J.Y., Yoon S.B. Determination of shift factor for long-term life prediction of carbon/fiber epoxy composites using the time-temperature superposition principle // *Functional Composites and Structures*. 2022. Vol. 4. Art. 015003. DOI: 10.1088/2631-6331/ac529e.
19. Maksimov R.D., Sokolov E.A., Mochalov V.P. Effect of temperature and moisture on the creep of polymeric materials. 1. One-dimensional extension under stationary temperature-moisture conditions // *Polymer Mechanics*. 1975. Vol. 11. P. 334–339. DOI: 10.1007/BF00863977.
20. Maksimov R.D., Sokolov E.A., Mochalov V.P. Effect of temperature and humidity on the creep of polymer materials. 2. Uniaxial elongation under variable temperature-humidity conditions // *Polymer Mechanics*. 1975. Vol. 11. P. 834–839. DOI: 10.1007/BF00857602.
21. Maksimov R.D., Mochalov V.P., Sokolov E.A. Influence of temperature and humidity on the creep of polymer materials. 3. Shear, and shear and tensile strain acting together // *Polymer Mechanics*. 1976. Vol. 12. P. 562–567. DOI: 10.1007/BF00857006.
22. Hafiz T.A. Life prediction of carbon fiber reinforced polymers using time temperature shift factor // *International Journal of Engineering Transactions A: Basics*. 2020. Vol. 33. P. 1340–1346. DOI: 10.5829/ije.2020.33.07a.21.
23. Петров М.Г., Старцев О.В., Лебедев М.П. Исследование прочности конструкционных углепластиков при растяжении, сжатии и межслойном сдвиге // *Деформация и разрушение материалов*. 2025. № 3. С. 19–27. DOI: 10.31044/1814-4632-2025-3-19-27.
24. Гуляев И.Н., Сафронов А.М., Сатдинов Р.А. Сравнение онлайн- и офлайн-технологий изготовления препрегов и свойств углепластиков // *Труды ВИАМ*. 2022. № 6 (112). С. 49–57. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-6-49-57.
25. ГОСТ 32659–2014 (ISO 14130:1997). Композиты полимерные. Методы испытаний. Определение кажущегося предела прочности при межслойном сдвиге методом испытания короткой балки. М.: Стандартинформ, 2014. 16 с.
26. ISO 6721-11. Plastics – Determination of dynamic mechanical properties – Part 11: Glass transition temperature. ISO, 2012. 22 p.
27. Исупов В.В., Старцев О.В. Численные методы в динамической механической спектроскопии полимеров // Тез. докл. Междунар. конф. «Математические модели и численные методы механики сплошных сред» / под ред. Ю.И. Шокина. Новосибирск, 1996. С. 293–294.

References

1. Startsev V.O., Antipov V.V., Slavin A.V., Gorbovets M.A. Modern domestic polymer composite materials for aviation industry (review). *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 122–144. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 05, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
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. Gunyaeva A.G., Sidorina A.I., Kurnosov A.O., Klimenko O.N. Polymeric composite materials of new generation on the basis of binder VSE-1212 and the filling agents alternative to ones of Porcher Ind. and Toho Tenax. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3 (52), pp. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26.
4. 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), pp. 113–128. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 09, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-113-128.

5. Startsev V.O., Slavin A.V. Carbon and glass reinforced polymer based on solventfree binders resistance to the impact of a moderate cold and moderate warm climate. *Trudy VIAM*, 2021, no. 5 (99), pp. 114–126. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 13, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-114-126.
6. Startsev O.V., Skirta A.A., Startsev V.O., Valevin E.O., Kogan A.M. Ageing of VKU-39 carbon plastic under moderately warm and tropical climate conditions. 1. Changes of strength indicators. *Science. Series D*, 2025, vol. 178, pp. 382–386. DOI: 10.1134/S1995421225700236.
7. Nikolaev E.V., Barbotko S.L., Andreeva N.P., Pavlov M.R., Grashchenkov D.V. Comprehensive research of the influence of climatic and operational factors on new generation epoxy binding and polymeric composite materials on its basis. Part 3. Calculation of activation energy and thermal resource of polymeric composite materials on the basis of epoxy matrix. *Trudy VIAM*, 2016, no. 5 (41), pp. 100–112. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 13, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-5-11-11.
8. Startsev O.V., Kornienko G.V., Gladkikh A.V., Gorbovets M.A. Nondestructive measurements of shear modulus in a sheet plane upon aging of polymeric composites. *Polymer Science. Series D*, 2024, vol. 17, pp. 606–614. DOI: 10.1134/s1995421224701041.
9. Pride R.A. Environment effects of composites for aircraft. *CTOL Transport Technology: conference proceedings*. Hampton, VR, 1978, pp. 239–258. Available at: <https://ntrs.nasa.gov/api/citations/19780019118> (accessed: July 28, 2025).
10. Collings T.A. The effect of observed climatic conditions on the moisture equilibrium level of fiber-reinforced plastics. *Composites*, 1986, vol. 17, pp. 33–41. DOI: 10.1016/0010-4361(86)90731-7.
11. Baker D.J. *Ten-Year Ground Exposure of Composite Materials Used on the Bell Model 206L Helicopter Flight Service Program*. NASA, 1994. Available at: <https://ntrs.nasa.gov/citations/19950005944> (accessed: July 29, 2025).
12. Ramesh C., Arumugam V., Stanley J., Kumar V. Effects of hydrolytic aging on glass/epoxy, kevlar/epoxy, and hybrid (glass/kevlar/epoxy) composites. *International Journal of Engineering Research & Technology (IJERT)*, 2013, vol. 2, pp. 1589–1596. DOI: 10.17577/IJERTV2IS50859.
13. Bone J.E., Sims G.D., Maxwell A.S. et al. On the relationship between moisture uptake and mechanical property changes in a carbon fibre/epoxy composite. *Journal of Composite Materials*, 2022, vol. 65, pp. 2189–2199. DOI: 10.1177/00219983221091465.
14. Anderson E., Gunawan B., Nicholas J. et al. A multicontinuum theory based approach to the analysis of fiber-reinforced polymer composites with degraded stiffness and strength properties due to moisture absorption. *Journal of Marine Science and Engineering*, 2023, vol. 11, art. 421. DOI: 10.3390/jmse11020421.
15. Pritchard G., Speake S.D. The use of water absorption kinetic data to predict laminate property changes. *Composites*, 1987, vol. 18, pp. 227–232. DOI: 10.1590/0104-1428.2106.
16. Nandagopal R.A., Boay C.G., Narasimalu S. An empirical model to predict the strength degradation of the hygrothermal aged CFRP material. *Composite Structures*, 2020, vol. 236, art. 111876.
17. Urzhumtsev Yu.S. Time-temperature superposition. Review. *Mechanics of Composite Materials*, 1976, vol. 11, pp. 57–72. DOI: 10.1007/bf00855426.
18. Cha J.Y., Yoon S.B. Determination of shift factor for long-term life prediction of carbon/fiber epoxy composites using the time-temperature superposition principle. *Functional Composites and Structures*, 2022, vol. 4, art. 015003. DOI: 10.1088/2631-6331/ac529e.
19. Maksimov R.D., Sokolov E.A., Mochalov V.P. Effect of temperature and moisture on the creep of polymeric materials. 1. One-dimensional extension under stationary temperature-moisture conditions. *Polymer Mechanics*, 1975, vol. 11, pp. 334–339. DOI: 10.1007/BF00863977.
20. Maksimov R.D., Sokolov E.A., Mochalov V.P. Effect of temperature and humidity on the creep of polymer materials. 2. Uniaxial elongation under variable temperature-humidity conditions. *Polymer Mechanics*, 1975, vol. 11, pp. 834–839. DOI: 10.1007/BF00857602.
21. Maksimov R.D., Mochalov V.P., Sokolov E.A. Influence of temperature and humidity on the creep of polymer materials. 3. Shear, and shear and tensile strain acting together. *Polymer Mechanics*, 1976, vol. 12, pp. 562–567. DOI: 10.1007/BF00857006.

22. Hafiz T.A. Life prediction of carbon fiber reinforced polymers using time temperature shift factor. *International Journal of Engineering Transactions A: Basics*, 2020, vol. 33, pp. 1340–1346. DOI: 10.5829/ije.2020.33.07a.21.
23. Petrov M.G., Startsev O.V., Lebedev M.P. Study of the strength of structural carbon fiber reinforced plastics under tension, compression and interlayer shear. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2025, no. 3, pp. 19–27. DOI: 10.31044/1814-4632-2025-3-19-27.
24. Gulyaev I.N., Safronov A.M., Satdinov R.A. Comparison online and offline of prepregs manufacturing technologies and properties of carbon fiber plastics. *Trudy VIAM*, 2022, no. 6 (112), pp. 49–57. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-6-49-57.
25. State Standard 32659–2014 (ISO 14130:1997). *Polymer composites. Test methods. Determination of apparent interlaminar shear strength by the short beam test method*. Moscow: Standartinform, 2014, 16 p.
26. ISO 6721-11. *Plastics – Determination of dynamic mechanical properties – Part 11: Glass transition temperature*. ISO, 2012, 22 p.
27. Isupov V.V., Startsev O.V. Numerical methods in dynamic mechanical spectroscopy of polymers. *Reports of the Int. Conf. «Mathematical Models and Numerical Methods of Continuum Mechanics»*. Ed. Yu.I. Shokin. Novosibirsk, 1996, pp. 293–294.

Информация об авторах

Старцев Олег Владимирович, ведущий научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Двирная Елена Вячеславовна, инженер-исследователь, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Корниенко Герман Викторович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Петров Марк Григорьевич, ведущий научный сотрудник, к.т.н., ФАУ «СибНИА им. С.А. Чаплыгина», sibnia@sibnia.ru

Information about the authors

Oleg V. Startsev, Leading Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Elena V. Dvirnaya, Research Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

German V. Kornienko, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Mark G. Petrov, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), SIBNIA, sibnia@sibnia.ru

Статья поступила в редакцию 03.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 15.12.2025.
The article was submitted 03.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 15.12.2025.

Научная статья

УДК 666.3

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-85-103

ВЛИЯНИЕ ПРИРОДЫ И КОНЦЕНТРАЦИИ СМАЧИВАЮЩЕ-ДИСПЕРГИРУЮЩЕЙ ДОБАВКИ НА РЕОЛОГИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТАБИЛЬНОСТЬ ВЫСОКОНАПОЛНЕННЫХ КЕРАМИЧЕСКИХ СУСПЕНЗИЙ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

А.В. Бутузов¹, Ю.Е. Лебедева¹, А.В. Семина¹, Е.А. Серкова¹, С.Л. Лонский¹

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

Аннотация. Исследовано влияние природы и концентрации смачивающе-диспергирующих добавок на реологические свойства и стабильность модельных керамических суспензий на основе (мет)акрилатной смолы и оксида алюминия. Изучено влияние массовой доли оксида алюминия на реологическое поведение и стабильность керамических суспензий. Получены стабильные высоконаполненные керамические суспензии с содержанием частиц оксида алюминия 51,5; 55,4 и 60,0 % (объемн.) и низкой вязкостью (2,16; 4,09 и 6,06 Па·с при скорости сдвига 30 с⁻¹ и температуре 25 °С).

Ключевые слова: оксид алюминия, керамические суспензии, аддитивные технологии, смачивающе-диспергирующие добавки, реология, седиментация

Для цитирования: Бутузов А.В., Лебедева Ю.Е., Семина А.В., Серкова Е.А., Лонский С.Л. Влияние природы и концентрации смачивающе-диспергирующей добавки на реологические свойства и стабильность высоконаполненных керамических суспензий на основе оксида алюминия // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 85–103. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-85-103.

Scientific article

INFLUENCE OF THE NATURE AND CONCENTRATION OF THE WETTING-DISPERSING ADDITIVE ON THE RHEOLOGICAL PROPERTIES AND STABILITY OF HIGHLY FILLED CERAMIC SLURRIES BASED ON ALUMINUM OXIDE

A.V. Butuzov¹, Yu.E. Lebedeva¹, A.V. Semina¹, E.A. Serkova¹, S.L. Lonskii¹

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

Abstract. The article investigates the effect of the nature and concentration of wetting and dispersing additives on the rheological properties and stability of model ceramic slurries based on (meth)acrylate resin and aluminum oxide. The influence of the mass fraction of aluminum oxide on the rheology and stability of ceramic slurries is presented. Stable highly filled ceramic slurries with an alumina particle content of 51,5; 55,4 and 60,0 vol. % and low viscosity 2,16; 4,09 and 6,06 Pa·s at a shear rate of 30 s⁻¹ at a temperature of 25 °C were obtained.

Keywords: aluminum oxide, ceramic slurries, additive technologies, wetting and dispersing additives, rheology, sedimentation

For citation: Butuzov A.V., Lebedeva Yu.E., Semina A.V., Serkova E.A., Lonskii S.L. Influence of the nature and concentration of the wetting-dispersing additive on the rheological properties and stability of highly filled ceramic slurries based on aluminum oxide. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 85–103. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-85-103.

Введение

Благодаря комплексу высоких физико-механических, теплоизоляционных и электрических характеристик, хорошей термостойкости, отличной коррозионной стойкости и биосовместимости [1, 2] материалы на основе оксида алюминия получили широкое распространение в самых разных областях промышленности, особенно в аэрокосмической, электротехнической, биоинженерной, стоматологической и др. [3–7]. Из алюмооксидной керамики изготавливают изделия вакуумплотной керамики, подложки для микроэлектроники, керамические топливные элементы, изоляторы, пьезоэлектрические материалы, тонкостенные стержни со сложной формой для литья охлаждаемых лопаток газотурбинных двигателей и др. [8, 9]. В настоящее время потребность в алюмооксидной керамике с большой удельной площадью поверхности и сложной структурой постепенно возрастает по мере улучшения характеристик устройств [10, 11]. Однако традиционные технологии производства сталкиваются с рядом ограничений при изготовлении сложнопрофильных керамических изделий, особенно микродеталей [12–16].

В связи с этим перспективной задачей представляется использование новых методов, таких как аддитивные технологии [17–20], которые позволили бы получить керамические изделия любой сложности и исключить механическую обработку керамики из производственного цикла, что существенно снизит трудоемкость и продолжительность технологического процесса. В настоящее время методы фотополимеризации в ванне (Vat-photopolymerization – VP), такие как лазерная стереолитография (Stereolithography apparatus) и цифровая обработка светом (Digital light processing – DLP), наиболее распространены среди технологий аддитивного производства в области изготовления керамических материалов [21]. Данные методы позволяют изготавливать высокоэффективную керамику, изделия сложной конфигурации с относительной плотностью >99 % и свойствами, сравнимыми со свойствами деталей, полученных традиционными методами [22, 23]. Однако аддитивные технологии не лишены ограничений и недостатков, которые усложняют процесс получения керамических изделий [24].

Для аддитивного производства керамических изделий с помощью метода VP разработка стабильной фотоотверждаемой керамической суспензии с высоким содержанием частиц и низкой вязкостью имеет особое значение [25]. Для решения данной задачи необходимо учитывать влияние многих факторов, таких как природа, форма и распределение по размерам керамических частиц; объемная концентрация керамического порошка; природа, состав и вязкость дисперсионной среды и др. Все перечисленные факторы влияют на реологические свойства фотоотверждаемой керамической суспензии, такие как вязкость, «разжижение» или «загущение» при сдвиге, критическая скорость сдвига, предел текучести, тиксотропия и реопексия. В качестве дисперсионной среды в составе керамических суспензий для VP-процесса обычно используют фотоотверждаемое полимерное связующее, которое состоит в основном из смеси мономеров и/или олигомеров, имеющих светоотверждаемые функциональные группы, и фотоинициаторов [25–27]. Важным фактором является выбор смачивающе-диспергирующих и/или модифицирующих поверхность керамических частиц добавок, обеспечивающих одновременно более низкую вязкость, высокое наполнение и стабильность фотоотверждаемой керамической суспензии [25].

Однако следует отметить, что исследования реологического поведения фотоотверждаемой керамической суспензии немногочисленны, а изучение взаимосвязи между типом смачивающе-диспергирующих добавок, объемной концентрацией керамических частиц и реологическим поведением является актуальной задачей. Так, например, в работе [28] исследовано влияние природы и концентрации диспергаторов на реологические свойства и седиментационную устойчивость керамической суспензии на основе Al_2O_3 . В результате разработан стабильный состав с содержанием 5 % (по массе)

сополимера с кислотными группами (KOS110) в качестве диспергатора, который имел высокое количество керамических частиц (60 % (объемн.)) и вязкость 15,4 Па·с при скорости сдвига 200 с^{-1} .

Авторы работы [29] исследовали влияние диспергирующей способности различных дикарбоновых кислот, содержащих от трех до десяти атомов углерода, на стабильность, вязкость и реологическое поведение керамических суспензий оксида алюминия. Отмечено, что в зависимости от длины цепи дикарбоновой кислоты возможно получить керамические суспензии с различной псевдопластичностью, стабильностью, вязкостью и «разжижением» при сдвиге. В качестве оптимального варианта для процесса диспергирования частиц выбрана себациновая кислота, которая при содержании 0,4 % (по массе) позволила получить керамическую суспензию с наиболее низкой вязкостью (1,62 Па·с при скорости сдвига 30 с^{-1}) и содержанием порошка 45 % (объемн.).

Другие исследования [30–37] влияния перечисленных факторов на реологические свойства суспензий показали, что получение седиментационно-стабильной фотоотверждаемой суспензии с высоким содержанием оксида алюминия (>50 % (объемн.)) и низкой вязкостью (<10 Па·с в диапазоне скоростей сдвига $30\text{--}100 \text{ с}^{-1}$) представляет собой трудную задачу.

В данной работе представлены результаты изучения реологического поведения и процесса седиментации дисперсий с целью получения стабильной во времени, низковязкой, высоконаполненной, фотоотверждаемой керамической суспензии, пригодной для синтеза керамических изделий по технологии DLP. Подробно исследовано влияние природы и концентрации смачивающе-диспергирующих добавок, а также концентрации частиц дисперсной фазы на реологическое поведение керамических суспензий.

Материалы и методы

В данной работе объектом исследования служила модельная система, в которой в качестве дисперсионной среды использовали (мет)акрилатную смолу на основе смеси уретандиметакрилата (до 70 % (по массе)) и низкомолекулярного и, соответственно, относительно низковязкого диакрилата дипропиленгликоля (от 30 до 90 % (по массе)). Смола представляла собой прозрачную жидкость плотностью $1,051 \text{ г/см}^3$ и вязкостью 82,8 мПа·с при температуре $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Низкая вязкость среды позволила провести эксперименты в комфортных условиях при комнатной температуре и добиться хорошей воспроизводимости результатов.

В качестве дисперсной фазы использовали смесь порошков оксида алюминия с бимодальным распределением частиц по размеру – от субмикронного до микронного. Соотношение долей порошка с частицами субмикронного и микронного размера варьируется в пределах от 1:1 до 1:2,5. Структура порошка и размер частиц показаны на рис. 1.

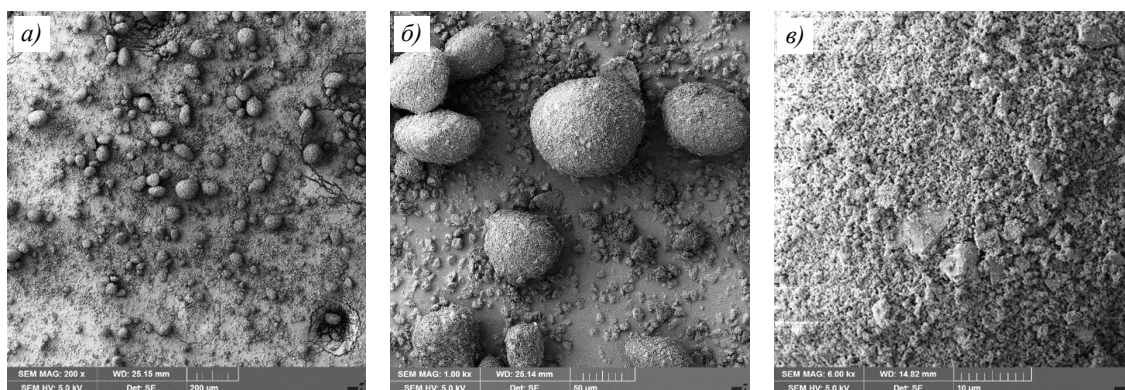


Рис. 1. Микроструктура порошка Al_2O_3 , используемого для приготовления керамических суспензий, при увеличениях $\times 200$ (а), $\times 1000$ (б) и $\times 6000$ (в)

В качестве смачивающе-диспергирующих добавок выбраны: моноэфир орто-фосфорной кислоты и длинноцепочечного алифатического спирта (диспергатор 1), сложный эфир карбоновой кислоты (диспергатор 2), раствор электронейтральной соли поликарбоновой кислоты с производными амина (диспергатор 3), раствор гидроксил функциональной алкиламмониевой соли кислого полиэфира в 2-феноксиэтаноле (диспергатор 4), сополимер с пигмент-аффинными группами (диспергатор 5), алкиламмониевая соль эфира фосфорной кислоты (диспергатор 6), сегментированный сополимер и соль алкилгидроксил аммония с кислотными группами (диспергатор 7).

Модельные керамические дисперсии изготавливали путем смешения смолы, смачивателей-диспергаторов и оксида алюминия. В чистую и сухую полиэтиленовую банку объемом 20 мл с плотно закручивающейся крышкой загружали расчетное количество (мет)акрилатной жидкой смолы, диспергатора (3 % (по массе) от содержания керамического порошка) и смеси порошков оксида алюминия. Содержание дисперсной фазы в составах композиций варьировали от 30 до 85 % (по массе). Перемешивание проводили в орбитально-планетарном смесителе при скорости 2200 мин^{-1} в течение 30 с (рис. 2).

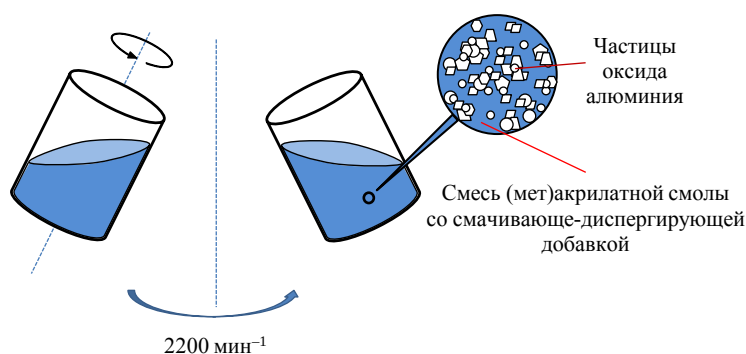


Рис. 2. Схематическое изображение смешения компонентов керамической дисперсии в орбитально-планетарном смесителе

Микроструктурные исследования проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме вторичных электронов при увеличениях от $\times 200$ до $\times 6000$.

Реологические исследования модельных композиций проводили на реометре в рабочем узле «плоскость–плоскость» в соответствии с ГОСТ 25276–82 при температуре $25,0 \pm 1,0$ °С. Метод заключается в том, что исследуемый образец помещается в малый зазор между двумя поверхностями, необходимый для сдвига исследуемой среды – модельной композиции. Одна из поверхностей на протяжении всего опыта остается неподвижной, другая совершает вращение с постоянной скоростью. Измерительный зазор составил 1 мм.

Стабильность керамических суспензий на основе порошка Al_2O_3 измеряли с помощью статического седиментационного испытания путем загрузки суспензии в пробирку объемом 2 мл, как показано на рис. 3. Для оценки стабильности суспензии после проведения опытов по седиментации в течение определенного времени регистрировали высоту верхней отделившейся фазы смолы (H_1) по отношению к начальной высоте суспензии (H_0). Затем рассчитывали значение соотношения H_1/H_0 для оценки стабильности суспензии. Очевидно, что чем выше значение H_1/H_0 , тем меньше стабильность суспензии.

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

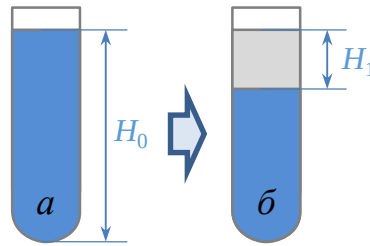


Рис. 3. Пробирка с керамической суспензией до (а) и после (б) седиментации

Результаты и обсуждение

Влияние природы смачивающе-диспергирующей добавки на седиментационную устойчивость и реологическое поведение керамических суспензий

Одним из ключевых требований аддитивного производства высококачественных деталей из керамики с применением процессов фотополимеризации в ванне являются однородность и седиментационная стабильность фотоотверждаемых керамических суспензий на протяжении длительного времени. Использование нестабильных керамических суспензий, особенно при длительном процессе печати, будет приводить к значительной неоднородности и разнице концентраций частиц порошка в слоях «зеленых» заготовок деталей, что впоследствии будет вызывать расслоение и разрушение изделий в процессе выжигания связующего. Можно выделить два основных механизма процесса седиментации керамических частиц – под действием гравитационных сил и за счет флокуляции мелких керамических частиц. Таким образом, скорость седиментации, т. е. скорость осаждения частиц, является результатом равновесия вязкостных и гравитационных сил. В работе [38] представлено модифицированное уравнение Стокса, в котором учитывается влияние объемного содержания дисперсной фазы:

$$v_c = v_{\text{Стокса}} (1 - \phi)^{4,65} = \frac{d^2 (\rho_{\text{частиц}} - \rho_{\text{среды}}) g}{18 \eta_{\text{среды}}} (1 - \phi)^{4,65},$$

где v_c – скорость осаждения частиц; $v_{\text{Стокса}}$ – скорость Стокса; d – диаметр частиц; ϕ – объемная доля дисперсной фазы; $\rho_{\text{частиц}}$ – плотность дисперсной фазы; $\rho_{\text{среды}}$ – плотность дисперсионной среды; $\eta_{\text{среды}}$ – вязкость дисперсионной среды; g – ускорение свободного падения.

Хотя данное уравнение описывает поведение частиц размером >100 мкм, с его использованием можно вывести некоторые общие принципы. Повышению седиментационной стабильности будут способствовать следующие факторы: уменьшение диаметра частиц, разности плотностей дисперсной фазы и дисперсионной среды, увеличение вязкости дисперсионной среды и объемной доли дисперсной фазы. Поскольку для изготовления керамических деталей методом DLP используются фотоотверждаемые керамические суспензии с высоким содержанием частиц размером намного меньше 100 мкм, с помощью данного уравнения была бы получена незначительная скорость их седиментации. Однако для коллоидных суспензий закон Стокса не применим, поскольку из-за размера частиц уменьшается их сила тяжести, а взаимодействие между частицами, броуновское движение и диффузия становятся более значимыми факторами. Соответственно, для керамических суспензий, содержащих подверженные флокуляции частицы, выбор смачивающе-диспергирующих добавок имеет основополагающее значение для минимизации притяжения между частицами и поддержания устойчивости взвеси.

Приготовлены керамические суспензии с содержанием 30 % (по массе) оксида алюминия с разными типами диспергаторов, концентрация которых составила 3 % (по

массе) от содержания керамического порошка в составе композиции. В ходе эксперимента в течение 5 дней фиксировали изменение границы отделившейся фазы (H_1). На основе полученных данных построен график зависимостей объемного седиментационного соотношения H_1/H_0 от продолжительности эксперимента (рис. 4).

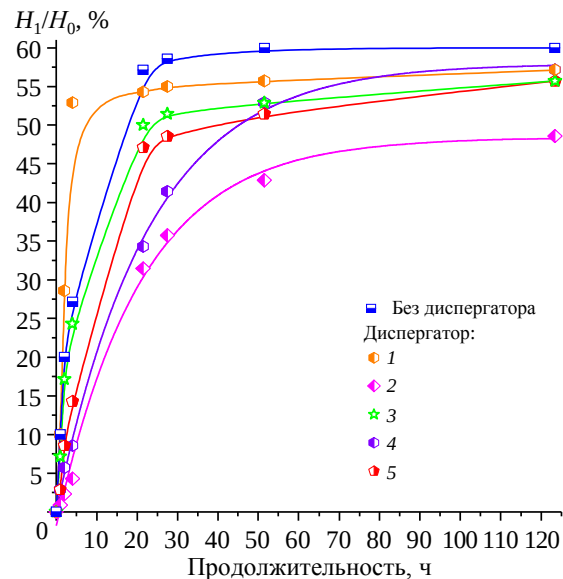


Рис. 4. Зависимости объемного седиментационного соотношения H_1/H_0 от продолжительности эксперимента для модельных составов керамических суспензий с содержанием 30 % (по массе) Al_2O_3 и различными смачивающе-диспергирующими добавками

Во всех случаях (как без смачивающе-диспергирующих добавок, так и с их использованием) происходило быстрое осаждение частиц микронного размера. При этом наибольшую седиментационную устойчивость показали керамические суспензии, содержащие диспергаторы 6 и 7, у которых не наблюдали четкой границы раздела фаз. Даже спустя 30 сут они демонстрировали высокую стабильность (рис. 5). Керамические суспензии, содержащие другие смачивающе-диспергирующие добавки, подвергались значительной коагуляции частиц субмикронного размера и проявляли плохую седиментационную устойчивость. Таким образом, можно предположить, что в следующем ряду смачивающе-диспергирующих добавок скорость седиментации уменьшалась: $1 > 3 > 5 > 4 > 2 > 6 \approx 7$. Следует отметить, что в случае диспергатора 1 первые 10 ч наблюдали наиболее быстрое осаждение частиц, но в дальнейшем процесс замедлялся и даже спустя 720 ч часть частиц оставалась в виде взвеси, в то время как для диспергаторов 2–5 процесс полностью прекращался.

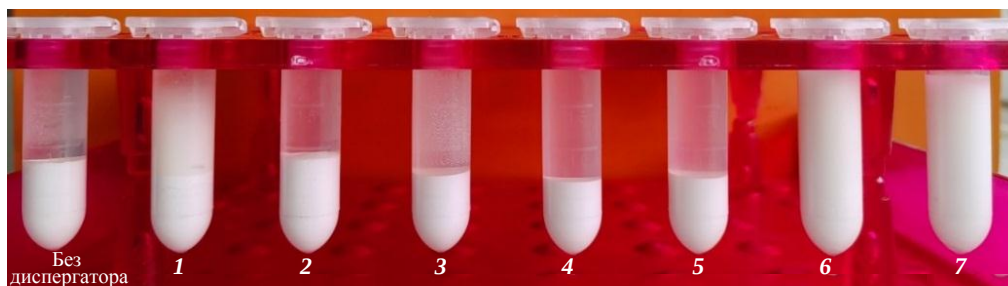


Рис. 5. Керамические суспензии с содержанием 30 % (по массе) Al_2O_3 и смачивающе-диспергирующими добавками 1–7 после седиментации в течение 720 ч

На основании данных реологического анализа суспензий построены графики зависимостей вязкости и течения (рис. 6). Реологическое поведение данных суспензий хорошо описывается с помощью модели Гершеля–Балкли (рис. 6, б, в):

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n,$$

где τ – напряжение сдвига; τ_0 – предел текучести (показывает наличие у суспензии пространственной структуры, вызванной силами Ван-дер-Ваальса, полярным взаимодействием и др.); K – показатель консистенции; $\dot{\gamma}$ – скорость сдвига; n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения (если $n < 1$, то дисперсия проявляет «разжижение» при сдвиге, если $n > 1$ – «загущение»).

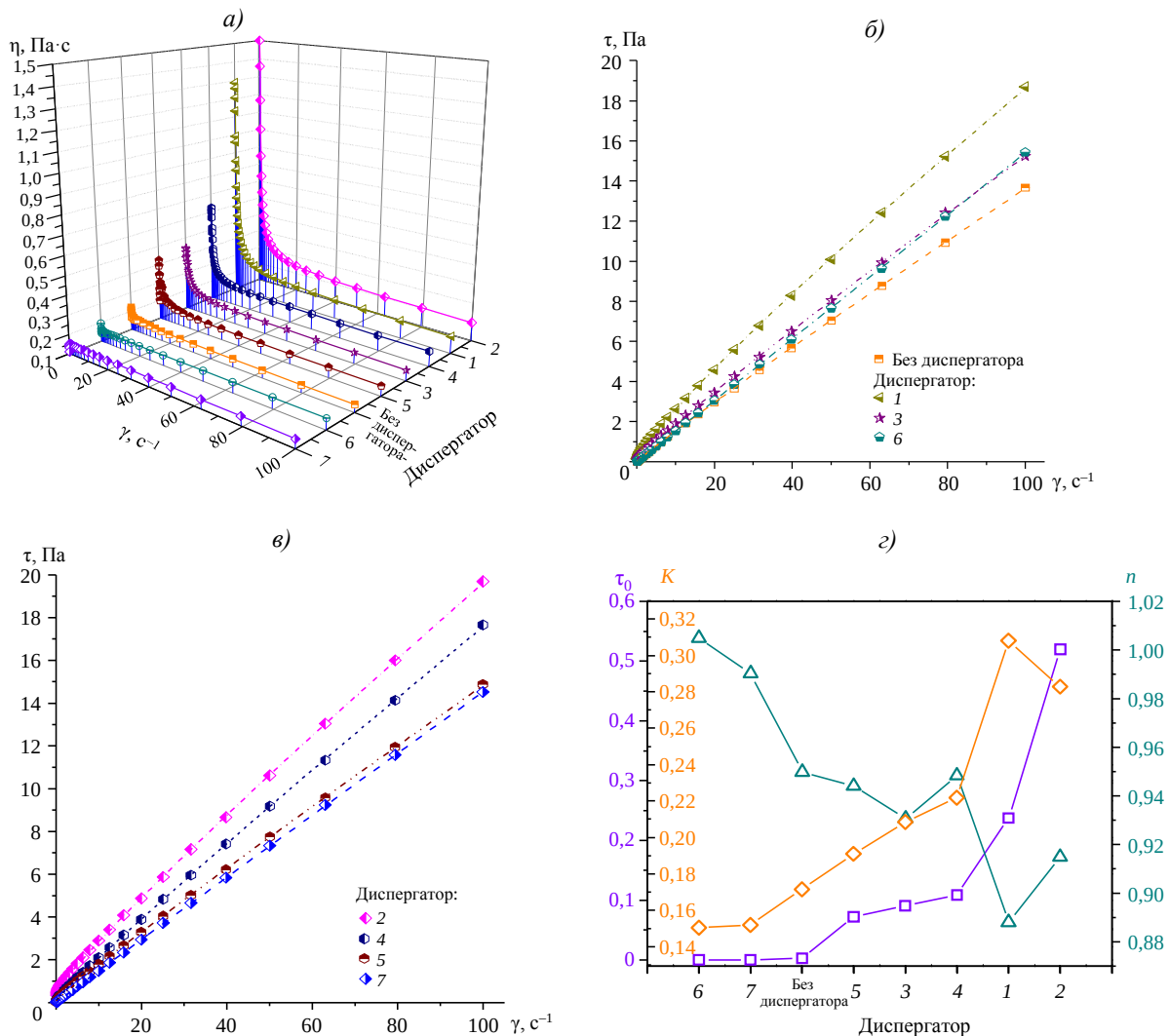


Рис. 6. Влияние природы смачивающе-диспергирующих добавок на реологическое поведение керамических суспензий: а – зависимости динамической вязкости η от скорости сдвига $\dot{\gamma}$; б, в – зависимости напряжения τ от скорости сдвига $\dot{\gamma}$ (пунктирными линиями показана аппроксимация с использованием модели Гершеля–Балкли); г – зависимости параметров модели Гершеля–Балкли от природы диспергатора (τ_0 – предел текучести, K – показатель консистенции, n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения)

В результате проведенной аппроксимации экспериментальных данных вычислены эмпирические параметры модели Гершеля–Балкли (табл. 1). Высокое значение коэффициента детерминации ($R^2 \geq 0,9999$) свидетельствует о хорошей сходимости экспериментальных данных с расчетными. На основе полученных значений построены

графики зависимостей параметров модели от природы смачивающе-диспергирующей добавки в составе фотоотверждаемой керамической суспензии (рис. 6, з). В ряду диспергаторов $7 \approx 6 < 5 < 3 < 4 < 1 < 2$ предел текучести увеличивается, что свидетельствует об усилении взаимодействия между частицами оксида алюминия с образованием пространственных структур. Керамические суспензии, содержащие диспергаторы 6 и 7, демонстрировали реологическое поведение, наиболее близкое к ньютоновскому течению. В других случаях (как с диспергатором, так и без его использования) суспензии проявляли пластичное течение. Показатель консистенции возрастает в ряду диспергаторов $6 < 7 < 5 < 3 < 4 < 2 < 1$, который является практически идентичным ряду увеличения предела текучести.

Таблица 1

Параметры модели Гершеля–Балкли для керамических суспензий со смачивающе-диспергирующими добавками различной природы

Параметры	Значения параметров для суспензии							
	без диспергатора	с диспергатором						
		1	2	3	4	5	6	7
τ_0	0,0029	0,2375	0,5197	0,0907	0,1084	0,0722	0	0
K	0,1716	0,3080	0,2827	0,2084	0,2218	0,1910	0,1504	0,1520
n	0,9498	0,8880	0,9148	0,9306	0,9483	0,9440	1,0049	0,9903
R^2	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	1,0000
Примечание. τ_0 – предел текучести; K – показатель консистенции; n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения; R^2 – коэффициент детерминации.								

Влияние природы смачивающе-диспергирующей добавки и содержания дисперсной фазы на реологическое поведение и стабильность керамических суспензий

Содержание частиц оксида алюминия в составе фотоотверждаемой керамической суспензии имеет основополагающее значение для процесса DLP. Только высокое содержание частиц Al_2O_3 позволит изготовить высокоплотное изделие из алюмооксидной керамики с низкой усадкой без дефектов типа расслоений и трещин. Содержание керамических частиц значительно влияет на вязкость, реологическое поведение и свойства керамических дисперсий, такие как предел текучести и критическое напряжение сдвига. Поскольку объемная доля керамического порошка в составе суспензии обратно пропорциональна ее вязкости, важно найти компромисс между этими показателями.

Приготовлены керамические суспензии с содержанием от 60 до 85 % (по массе) оксида алюминия без смачивающе-диспергирующей добавки и с диспергаторами 1–6, концентрация которых составляла 3 % (по массе) от содержания керамического порошка в составе композиции. Результаты проведенных реологических испытаний данных суспензий в диапазоне скоростей сдвига от 0 до 100 с^{-1} представлены на рис. 7. Несмотря на то что (мет)акрилатная смола, которая является дисперсионной средой, проявляет ньютоновское течение при сдвиге, изготовленные на ее основе керамические суспензии обладали неньютоновским поведением из-за диспергированных частиц оксида алюминия бимодального распределения. Керамические суспензии без смачивающе-диспергирующей добавки характеризовались сложным реологическим поведением с типичным «разжижением» при сдвиге (рис. 7, а). Реологическое поведение керамических суспензий, проявляющих «разжижение» при сдвиге, является предпочтительным для технологии DLP, поскольку оно препятствует седиментации частиц в состоянии покоя и способствует надлежащему течению суспензии при сдвиге. Однако в данном случае для керамических суспензий с содержанием оксида алюминия >70 % (по массе)

кривые зависимостей имеют участок «загущения» при низких скоростях сдвига ($1,0\text{--}2,5\text{ с}^{-1}$), что может отрицательно сказаться на изготовлении изделия в ходе 3D-печати при подъеме и опускании платформы построения в ванну с суспензией. Суспензии с диспергаторами 1 и 2 (рис. 7, б, в) также имеют подобное сложное реологическое поведение, однако эффект «загущения» при малых скоростях сдвига в них усиливается. Керамические суспензии с диспергаторами 3–7 (рис. 7, г–з) проявляли вязко-пластичное течение, которое хорошо описывается с помощью модели Гершеля–Балкли.

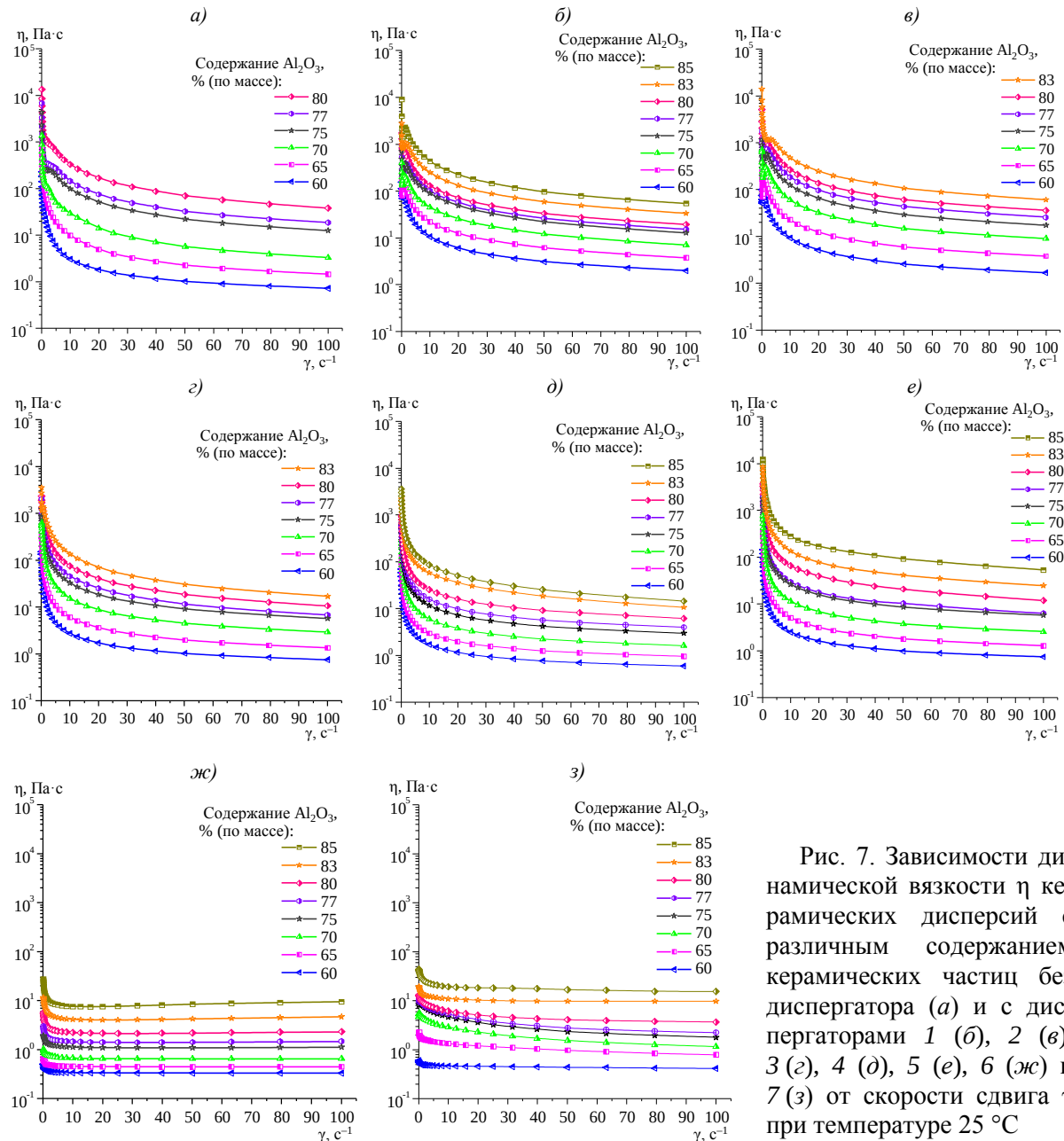


Рис. 7. Зависимости динамической вязкости η керамических дисперсий с различным содержанием керамических частиц без диспергатора (а) и с диспергаторами 1 (б), 2 (в), 3 (г), 4 (д), 5 (е), 6 (ж) и 7 (з) от скорости сдвига γ при температуре $25\text{ }^{\circ}\text{C}$

Для оценки влияния смачивающе-диспергирующих добавок на зависимости вязкости суспензий от содержания керамических частиц построен график, представленный на рис. 8. Для всех керамических суспензий характерно экспоненциальное возрастание вязкости при достижении предельного наполнения системы керамическим порошком.

Данное явление можно объяснить доминированием физико-химических взаимодействий над объемным фактором и агрегированием отдельных керамических частиц при переходе в область высоких концентраций керамического порошка в составе суспензии. Важно отметить, что все смачивающе-диспергирующие добавки позволяют увеличить содержание керамического порошка в системе и получить более наполненные композиции по сравнению с композициями, в которых данные добавки не использовались. При этом диспергаторы 1 и 2 оказывали эффект «загущения», суспензии с содержанием до 75 % (по массе) керамических частиц представляли собой густые пастообразные композиции. Наиболее перспективной из представленных смачивающе-диспергирующих добавок оказался диспергатор 6, с которым керамические суспензии проявляли наименьшие значения вязкости во всем исследуемом диапазоне концентраций частиц оксида алюминия.

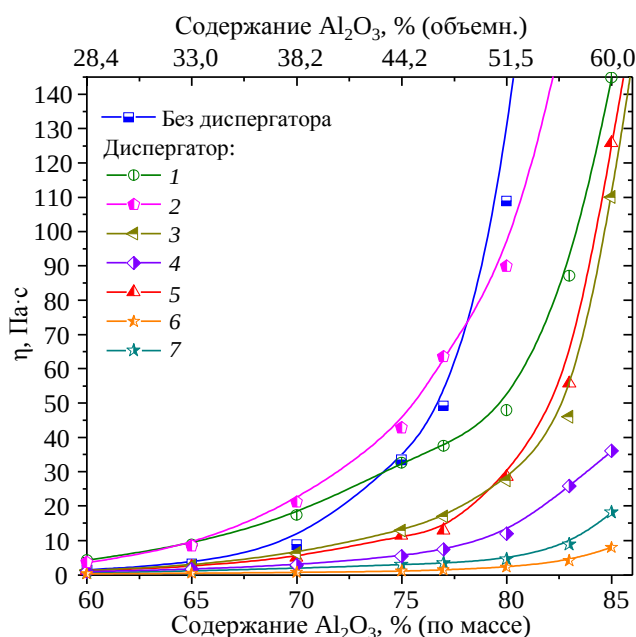


Рис. 8. Влияние природы смачивающе-диспергирующих добавок на зависимости динамической вязкости η модельных составов керамических суспензий (при скорости сдвига 30 с^{-1} и температуре 25°C) от содержания порошка оксида алюминия

Многие научные коллективы [25, 39] для описания влияния объемной доли керамических частиц на вязкость суспензий использовали различные модели, например Кригера–Даферти, Бринкмана–Росоу, Муни и др. В данной работе для описания этого влияния использовано уравнение Лю [40]:

$$\eta_r = \eta_{\text{сусп}}/\eta_{\text{среды}} = [a(\varphi_{\text{max}} - \varphi)]^{-n},$$

где η_r — относительная вязкость; $\eta_{\text{сусп}}$ — вязкость суспензии; $\eta_{\text{среды}}$ — вязкость среды; φ — объемная доля керамических частиц; φ_{max} — предельное значение объемной доли керамических частиц (максимальное уплотнение); a, n — эмпирически подобранные константы.

Экспериментально полученная зависимость динамической вязкости керамических суспензий, содержащих диспергатор 6, от объемной доли частиц оксида алюминия имеет высокое согласование с моделью Лю ($R^2 = 0,9997$) и может быть представлена в виде уравнения

$$\eta_r = [3,1751 \cdot (0,702 - \varphi)]^{-2,1496}.$$

Для понимания влияния объемной доли керамических частиц на реологическое поведение керамических суспензий, содержащих диспергатор 6, аппроксимированы экспериментальные данные и вычислены эмпирические параметры модели Гершеля–Балкли (табл. 2). Высокое значение коэффициента детерминации ($R^2 \geq 0,9994$) свидетельствует о хорошей сходимости экспериментальных данных с расчетными. На основе полученных значений построены графики зависимостей параметров модели от содержания порошка оксида алюминия в составе композиции (рис. 9). С увеличением содержания керамических частиц показатели K , n и τ_0 повышаются. Таким образом, можно утверждать, что с увеличением массовой доли керамических частиц в составе суспензии не только повышается вязкость суспензии, но также изменяется ее реологическое поведение от ньютоновского к дилатантному с возрастанием прочности начальной структуры.

Таблица 2

Параметры модели Гершеля–Балкли для керамических суспензий, содержащих 60–85 % (по массе) оксида алюминия и 3 % (по массе) диспергатора 6

Параметры	Значения параметров для суспензий с содержанием Al_2O_3 , % (по массе)							
	60	65	70	75	77	80	83	85
τ_0	0,0476	0,0748	0,1509	0,4317	0,7107	1,5558	3,9273	7,4223
K	0,3281	0,4393	0,6409	0,9883	1,2142	1,6812	2,5747	4,3805
n	1,0026	1,0032	1,0044	1,0264	1,0412	1,0687	1,1279	1,1670
R^2	0,9999	0,9999	0,9999	0,9999	0,9998	0,9996	0,9994	0,9996

Примечание. τ_0 – предел текучести; K – показатель консистенции; n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения; R^2 – коэффициент детерминации.

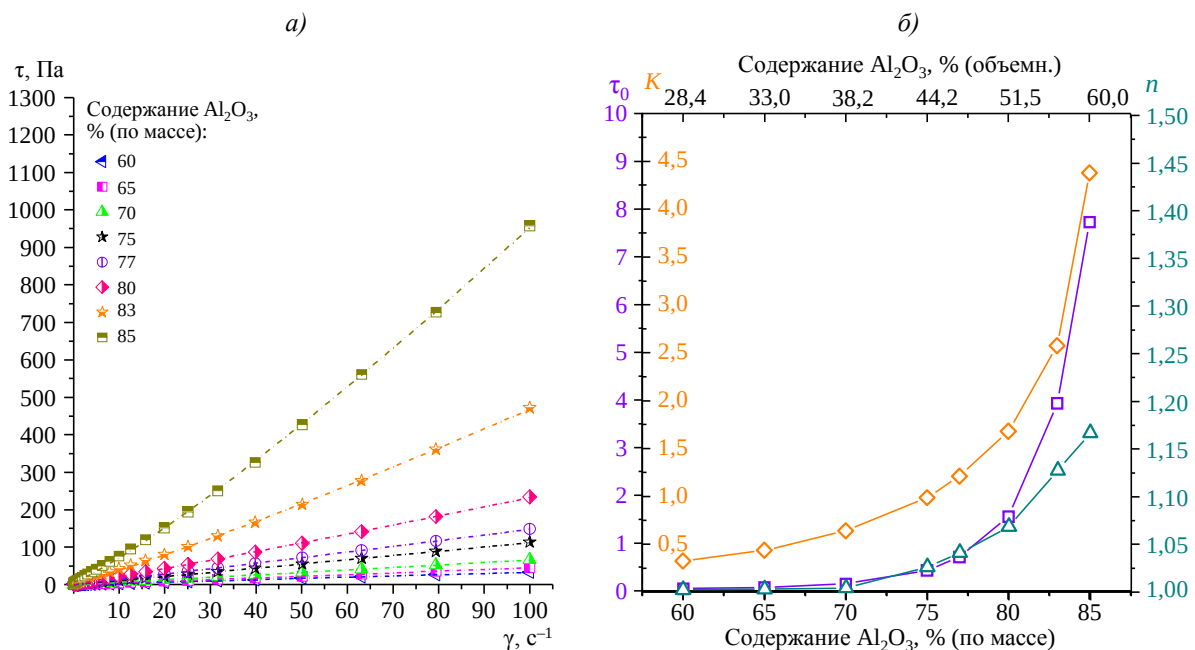


Рис. 9. Зависимости напряжения τ от скорости сдвига γ (а, пунктирными линиями показана аппроксимация с использованием модели Гершеля–Балкли) и зависимостей реологических параметров модели Гершеля–Балкли от содержания керамических частиц (б) для суспензий, содержащих 3 % (по массе) диспергатора 6 (τ_0 – предел текучести; K – показатель консистенции; n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения)

Важно подчеркнуть, что с увеличением объемной доли оксида алюминия также улучшается стабильность керамической суспензии. В состав данного керамического порошка оксида алюминия входят мелкие частицы субмикронного размера и крупные частицы микронного размера. Мелкие частицы стабилизируются за счет взаимодействия с их поверхностью смачивающе-диспергирующей добавки 6, обеспечивающей стерическую стабилизацию, что предотвращает процессы флокуляции с последующим осаждением под действием гравитационных сил. Крупные частицы керамического порошка, которые подвержены осаждению под действием гравитационных сил, стабилизируются за счет плотной упаковки мелких и крупных частиц оксида алюминия, сочетание которых препятствует оседанию последних. Обнаружено, что при содержании в составе керамической суспензии ≥ 80 % (по массе) частиц оксида алюминия седиментация керамических частиц полностью прекращается.

Влияние концентрации смачивающе-диспергирующей добавки на реологическое поведение керамических суспензий

С целью определения оптимальной концентрации смачивающе-диспергирующей добавки в составе керамической суспензии приготовлены композиции с содержанием 80, 83 и 85 % (по массе) оксида алюминия и с концентрацией диспергатора 6 в диапазоне от 0,25 до 5,00 % (по массе) от содержания керамического порошка. На рис. 10 представлены зависимости динамической вязкости керамических суспензий от массовой доли диспергатора 6 в составе композиции.

Для всех керамических суспензий на основе оксида алюминия с содержанием 80, 83 и 85 % (по массе) керамических частиц с увеличением концентрации диспергатора 6 сначала наблюдается резкое снижение вязкости. При концентрации смачивающе-диспергирующей добавки 2,5 % (по массе) отмечено минимальное значение вязкости. При концентрации смачивающе-диспергирующей добавки $\geq 3,0$ % (по массе) вязкость композиций увеличивается. Таким образом, оптимальное количество смачивающе-диспергирующей добавки 6 в составе керамических суспензий с содержанием 80–85 % (по массе) оксида алюминия составляет $\sim 2,5$ % (по массе), что соответствует композициям с минимальной вязкостью.

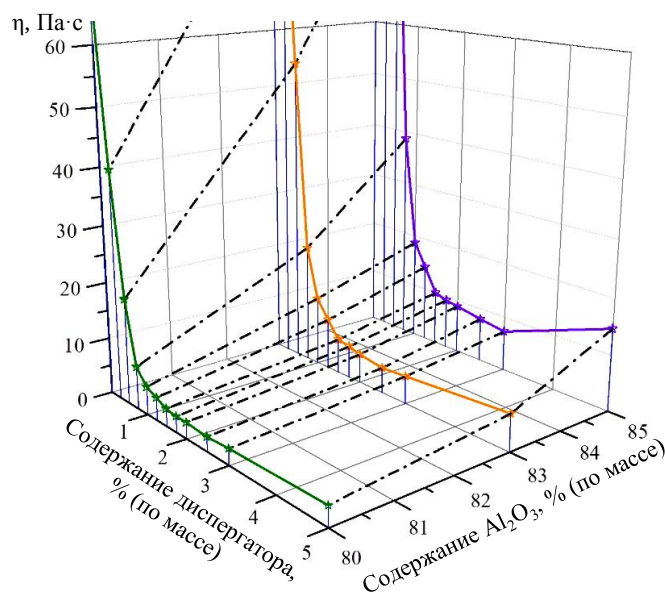


Рис. 10. Зависимости динамической вязкости η керамической суспензии от содержания диспергатора 6 в составе композиции (при скорости сдвига 30 с^{-1} и температуре 25°C)

На рис. 11 показано схематическое изображение процесса адсорбции диспергатора 6 на поверхности частиц оксида алюминия. При концентрации молекул диспергатора, недостаточной для полного образования адсорбционной оболочки на частицах (рис. 11, *а*), формируются коагуляционные структуры и агрегаты в результате действия молекулярных сил сцепления непосредственно между поверхностями этих частиц. При оптимальном количестве диспергатора 6 (рис. 11, *б*) на частицах оксида алюминия образуется защитная адсорбционная оболочка, которая препятствует столкновению и слипанию частиц, что в результате способствует снижению вязкости и предела текучести керамической суспензии. В случае, когда концентрация диспергатора в композиции превысит предел адсорбции, избыточные молекулы диспергатора занимают пространство между частицами, запутываются с уже адсорбированными молекулами и выступают в качестве мостиков между частицами, тем самым вызывая их флокуляцию, которая приводит к увеличению вязкости керамической суспензии.

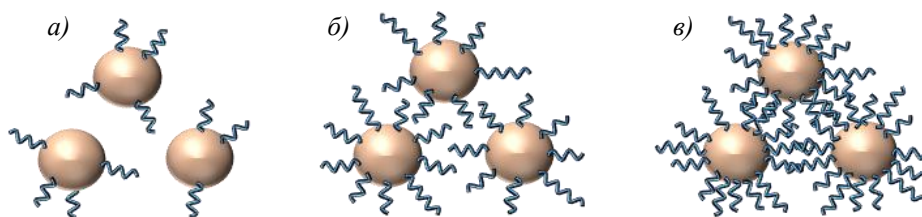


Рис. 11. Схематическое изображение процесса адсорбции на частицах оксида алюминия при недостаточном (*а*), оптимальном (*б*) и избыточном (*в*) количестве диспергатора 6

На рис. 12 представлен сравнительный график результатов, опубликованных авторами работ [28–37] и полученных в данной работе, для керамических суспензий на основе оксида алюминия. В данной работе удалось получить стабильные керамические суспензии, доля частиц оксида алюминия ($\geq 51,5$ % (объемн.)) в которых значительно превышала результаты, представленные в других научно-технических литературных источниках, в том же диапазоне вязкости.

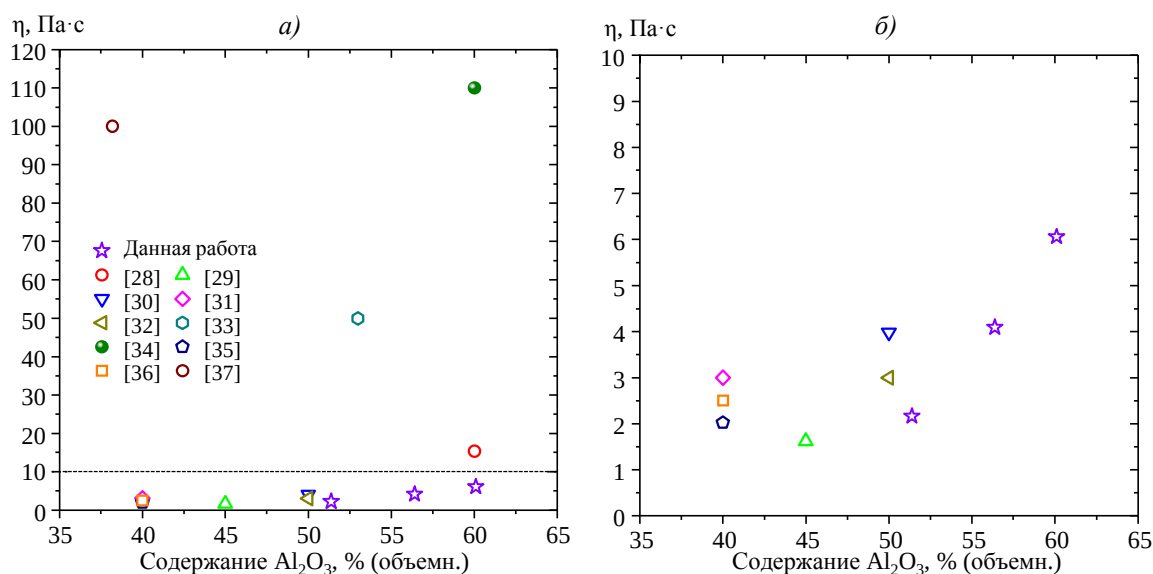


Рис. 12. Зависимости динамической вязкости η керамических суспензий в диапазонах 0–120 (*а*) и 0–10 Па·с (*б*) от концентрации частиц оксида алюминия, полученные в данной работе и опубликованные в работах других авторов

На основе разработанных высоконаполненных фотоотверждаемых керамических суспензий с помощью технологии DLP напечатаны «зеленые» керамические изделия сложной формы (рис. 13). В дальнейших работах будут представлены результаты исследований свойств изделий из алюмооксидной керамики, полученных после стадий выжигания полимерного связующего и спекания керамики.



Рис. 13. Изделия, напечатанные из разработанных высоконаполненных керамических суспензий на основе оксида алюминия по технологии цифровой обработки светом

Заключения

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработаны стабильные керамические суспензии на основе оксида алюминия с высоким содержанием частиц (51,5; 55,4 и 60,0 % (объемн.)) и низкой вязкостью (2,16; 4,09 и 6,06 Па·с), которые можно использовать для получения изделий из алюмооксидной керамики с помощью метода DLP.

Исследовано влияние природы и концентрации смачивающе-диспергирующих добавок, а также объемной доли дисперсной фазы на вязкость и реологическое поведение керамических суспензий на основе оксида алюминия. Установлено, что наибольшую седиментационную устойчивость показали керамические суспензии, содержащие в качестве диспергатора алкиламмониевую соль эфира фосфорной кислоты, у которых не наблюдали четкой границы раздела фаз. Показано, что с увеличением объемной доли оксида алюминия повышаются вязкость суспензий и прочность начальной структуры, их реологическое поведение изменяется от ньютоновского к дилатантному.

Работа выполнена в рамках комплексной научной проблемы 14.1. «Конструкционные керамические композиционные материалы (ККМ)» комплексного научного направления 14. «Высокотемпературные керамические, теплозащитные и керамоподобные материалы».

Благодарности

Авторы выражают благодарность сотрудникам лаборатории «Полимерные связующие, клеи и специальные жидкости» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ – ведущему инженеру Е.В. Куршеву и ведущему научному сотруднику Ю.А. Егорову за помощь в проведении исследований и подготовке статьи.

Список источников

1. Aza A., Chevalier J., Fantozzi G. et al. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses // *Biomaterials*. 2002. No. 23 (3). P. 937–945. DOI: 10.1016/s0142-9612(01)00206-x.
2. Толкачева А.С. Технология керамики для материалов электронной промышленности. Часть 1. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2019. 124 с.
3. 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.

4. Kang J., Song X.G., Hu S.P. et al. Wetting and brazing of alumina by Sn₀,3Ag₀,7Cu–Ti alloy // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2017. Vol. 48 (12). P. 5870–5878. DOI: 10.1007/s11661-017-4371-8.
5. Willmann G. Ceramic femoral heads for total hip arthroplasty // *Advanced Engineering Materials*. 2000. Vol. 2 (3). P. 114–122.
6. Denry I., Kelly J.R. Emerging ceramic-based materials for dentistry // *Journal of Dental Research*. 2014. Vol. 93 (12). P. 1235–1242. DOI: 10.1177/0022034514553627.
7. Wei L., Zhang J., Yu F. A novel fabrication of yttrium-stabilized-zirconia dense electrolyte for solid oxide fuel cells by 3D printing technique // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2019. Vol. 44 (12). P. 6182–6191. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2019.01.071.
8. Fei J., Qiaolei L., Kun Y. et al. Optimisation and application of high solid loading stereolithography 3D printing ceramic cores slurry // *Ceramics International*. 2024. Vol. 50 (2). P. 3574–3583. DOI: 10.1016/j.ceramint.2023.11.107.
9. Турченко М.В., Лебедева Ю.Е., Бутузов А.В., Светогоров К.И., Ваганова М.Л., Чайникова А.С. Получение высокоплотной алюмооксидной керамики методом лазерной стереолитографии // *Жидкие кристаллы и «умные» наноматериалы (XI Чистяковские чтения): сб. тез. докл. Всерос. науч. конф. с международным участием*. Иваново: Изд-во Ивановск. гос. ун-та, 2025. С. 40.
10. Bondareva N.S., Buonomo B., Manca O., Sheremet M.A. Heat transfer inside cooling system based on phase change material with alumina nanoparticles // *Applied Thermal Engineering*. 2018. Vol. 144. P. 972–981. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2018.09.002.
11. Huang D.-S., Chen T.-C., Tsai L.-T., Lin M.-T. Design of fins with a grooved heat pipe for dissipation of heat from high-powered automotive LED headlights // *Energy Conversion Management*. 2019. Vol. 180. P. 550–558. DOI: 10.1016/j.enconman.2018.11.021.
12. Minatto F.D., Milak P., De Noni A. et al. Multilayered ceramic composites – a review // *Advances in Applied Ceramics*. 2015. Vol. 114 (3). P. 127–138. DOI: 10.1179/1743676114Y.0000000215.
13. Leo S., Tallon C., Stone N., Franks G.V. Near-netshaping methods for ceramic elements of (body) armor systems // *Journal of the American Ceramic Society*. 2015. Vol. 97. P. 3013–3033. DOI: 10.1111/jace.13192.
14. Klocke F. Modern approaches for the production of ceramic components // *Journal of the European Ceramic Society*. 1997. Vol. 17. P. 457–465. DOI: 10.1016/S0955-2219(96)00163-X.
15. Wang X., Luo Y. Diameter prediction of removal particles in Al₂O₃ ceramic laser cutting based on vapor-to-melt ratio // *Journal of Materials Processing Technology*. 2018. Vol. 251. P. 109–117. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2017.08.011.
16. Wang J., Zhang J., Feng P. Effects of tool vibration on fiber fracture in rotary ultrasonic machining of C/SiC ceramic matrix composites // *Composites Part B: Engineering*. 2017. Vol. 129. P. 233–242. DOI: 10.1016/j.compositesb.2017.07.081.
17. Каблов Е.Н. Настоящее и будущее аддитивных технологий // *Металлы Евразии*. 2017. № 1. С. 2–6.
18. Каблов Е.Н. Аддитивные технологии – доминанта национальной технологической инициативы // *Интеллект и технологии*. 2015. № 2 (11). С. 52–55.
19. Турченко М.В., Лебедева Ю.Е., Беляченков И.О., Прокофьев В.А. Получение керамических материалов методом стереолитографии // *Труды ВИАМ*. 2023. № 9 (127). С. 79–89. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-79-89.
20. Турченко М.В., Лебедева Ю.Е., Колмогоров А.Ю., Гуров Д.А., Чайникова А.С. Возможность применения технологии послойного наплавления (FDM) для получения керамических изделий // *Труды ВИАМ*. 2024. № 8 (138). С. 64–76. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-8-64-76.
21. Lacelle T., Sampson K.L., Sarvestani H.Y. et al. Additive manufacturing of polymer derived ceramics: materials, methods, and applications // *APL Materials*. 2023. Vol. 11. P. 1–29. DOI: 10.1063/5.0151661.

22. Tumbleston J.R., Shirvanyants D., Ermoshkin N. et al. Continuous liquid interface production of 3D objects // *Science*. 2015. Vol. 347. P. 1349–1352. DOI: 10.1126/science.aaa2397.
23. Малаев И.А., Пивоваров М.Л. Аддитивные технологии: применение в медицине и фармации // *Вестник фармации*. 2019. № 2 (84). С. 98–107.
24. Бутузов А.В., Семина А.В. Предкерамические полимеры для производства керамических изделий путем фотополимеризации в ванне. Часть 1. Способы получения и свойства // *Труды ВИАМ*. 2025. № 3 (145). С. 70–88. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.
25. Camargo I.L., Morais M.M., Fortulan C.A., Branciforti M.C. A review on the rheological behavior and formulations of ceramic suspensions for vat photopolymerization // *Ceramics International*. 2021. Vol. 47. P. 11906–11921. DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.01.031.
26. Сарычев И.А., Бутузов А.В., Серкова Е.А., Долгова Е.В. Фотоотверждаемые акрилатные композиции (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2022. № 9 (115). С. 68–82. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.04.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-9-68-82.
27. Ligon S.C., Liska R., Stampfl J. et al. Polymers for 3D printing and customized additive manufacturing // *Chemical Reviews*. 2017. Vol. 117. P. 10212–10290. DOI: 10.1021/acs.chemrev.7b00074.
28. Zhang K., Xie C., Wang G. et al. High solid loading, low photosensitive Al_2O_3 slurry for stereolithography based additive manufacturing // *Ceramics International*. 2019. Vol. 45 (1). P. 203–208. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.09.152.
29. Zhang S., Sha N., Zhao Z. Surface modification of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, with dicarboxylic acids for the preparation of UV-curable ceramic suspensions // *Journal of the European Ceramic Society*. 2017. Vol. 37. P. 1607–1616. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2016.12.013.
30. Wu X., Lian Q., Li D. et al. Influence of boundary masks on dimensions and surface roughness using segmented exposure in ceramic 3D printing // *Ceramics International*. 2019. Vol. 45 (3). P. 3687–3697. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.11.031.
31. Goswami A., Ankit K., Balashanmugam N. et al. Optimization of rheological properties of photopolymerizable alumina suspensions for ceramic microstereolithography // *Ceramics International*. 2014. Vol. 40 (2). P. 3655–3665. DOI: 10.1016/j.ceramint.2013.09.059.
32. Chartier T., Dupas C., Geffroy P.M. et al. Influence of irradiation parameters on the polymerization of ceramic reactive suspensions for stereolithography // *Journal of the European Ceramic Society*. 2017. Vol. 37 (15). P. 4431–4436. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2017.05.050.
33. Hinczewski C., Corbel S., Chartier T. Ceramic suspensions suitable for stereolithography // *Journal of the European Ceramic Society*. 1998. Vol. 18. P. 583–590. DOI: 10.1016/S0955-2219(97)00186-6.
34. Chartier T., Chaput C., Doreau F., Loiseau M. Stereolithography of structural complex ceramic parts // *Journal of Materials Science*. 2002. Vol. 37. P. 3141–3147. DOI: 10.1023/A:1016102210277.
35. Li K.H., Zhao Z. The effect of the surfactants on the formulation of UV-curable SLA alumina suspension // *Ceramics International*. 2017. Vol. 43. P. 4761–4767. DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.11.143.
36. Alves P.L., Verza J.R., Luz A.P. Rheological behavior of alumina suspensions for additive manufacturing using digital light processing // *Materials Research*. 2023. Vol. 26 (1). P. 1–6. DOI: 10.1590/1980-5373-MR-2023-0270.
37. Верхошанский Я.Ю., Ткачев Д.А. Разработка и исследование материала для стереолитографической 3D-печати на основе Al_2O_3 // *Физика. Технологии. Инновации: тез. докл. XI Междунар. молодежной науч. конф. Екатеринбург: Изд-во УрФУ, 2024. С. 580–581.*
38. Richardson J.F., Zaki W.N. Sedimentation and fluidisation: Part I // *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*. 1954. Vol. 32. P. 35–53. DOI: 10.1016/S0263-8762(97)80006-8.
39. Митюков А.В. Высококонцентрированные суспензии с матрицами на основе полимерных композиций для порошкового литья под давлением: дис. ... канд. техн. наук. М., 2022. 145 с.
40. Liu D.M. Particle packing and rheological property of highly-concentrated ceramic suspensions: ϕ_m determination and viscosity prediction // *Journal of Materials Science*. 2000. Vol. 35. P. 5503–5507. DOI: 10.1023/A:1004885432221.

References

1. Aza A., Chevalier J., Fantozzi G. et al. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials*, 2002, no. 23 (3), pp. 937–945. DOI: 10.1016/S0142-9612(01)00206-X.
2. Tolkacheva A.S. *Ceramic Technology for Electronics Materials. Part 1*. Ekaterinburg: Ural Univ. Press, 2019, 124 p.
3. 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.
4. Kang J., Song X.G., Hu S.P. et al. Wetting and brazing of alumina by Sn0,3Ag0,7Cu–Ti alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2017, vol. 48 (12), pp. 5870–5878. DOI: 10.1007/s11661-017-4371-8.
5. Willmann G. Ceramic femoral heads for total hip arthroplasty. *Advanced Engineering Materials*, 2000, vol. 2 (3), pp. 114–122.
6. Denry I., Kelly J.R. Emerging ceramic-based materials for dentistry. *Journal of Dental Research*, 2014, vol. 93 (12), pp. 1235–1242. DOI: 10.1177/0022034514553627.
7. Wei L., Zhang J., Yu F. A novel fabrication of yttrium-stabilized-zirconia dense electrolyte for solid oxide fuel cells by 3D printing technique. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2019, vol. 44 (12), pp. 6182–6191. DOI: 10.1016/j.ijhydene.2019.01.071.
8. Fei J., Qiaolei L., Kun Y. et al. Optimisation and application of high solid loading stereolithography 3D printing ceramic cores slurry. *Ceramics International*, 2024, vol. 50 (2), pp. 3574–3583. DOI: 10.1016/j.ceramint.2023.11.107.
9. Turchenko M.V., Lebedeva Yu.E., Butuzov A.V., Svetogorov K.I., Vaganova M.L., Chainikova A.S. Production of high-density alumina ceramics by laser stereolithography. *Liquid crystals and «smart» nanomaterials (XI Chistyakov readings)*: collection of papers. All-Rus. sci. conf. with Int. participation. Ivanovo: Publ. house of Ivanovo State Univ., 2025, p. 40.
10. Bondareva N.S., Buonomo B., Manca O., Sheremet M.A. Heat transfer inside cooling system based on phase change material with alumina nanoparticles. *Applied Thermal Engineering*, 2018, vol. 144, pp. 972–981. DOI: 10.1016/j.applthermaleng.2018.09.002.
11. Huang D.-S., Chen T.-C., Tsai L.-T., Lin M.-T. Design of fins with a grooved heat pipe for dissipation of heat from high-powered automotive LED headlights. *Energy Conversion Management*, 2019, vol. 180, pp. 550–558. DOI: 10.1016/j.enconman.2018.11.021.
12. Minatto F.D., Milak P., De Noni A. et al. Multilayered ceramic composites – a review. *Advances in Applied Ceramics*, 2015, vol. 114 (3), pp. 127–138. DOI: 10.1179/1743676114Y.00000000215.
13. Leo S., Tallon C., Stone N., Franks G.V. Near-netshaping methods for ceramic elements of (body) armor systems. *Journal of the American Ceramic Society*, 2015, vol. 97, pp. 3013–3033. DOI: 10.1111/jace.13192.
14. Klocke F. Modern approaches for the production of ceramic components. *Journal of the European Ceramic Society*, 1997, vol. 17, pp. 457–465. DOI: 10.1016/S0955-2219(96)00163-X.
15. Wang X., Luo Y. Diameter prediction of removal particles in Al₂O₃ ceramic laser cutting based on vapor-to-melt ratio. *Journal of Materials Processing Technology*, 2018, vol. 251, pp. 109–117. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2017.08.011.
16. Wang J., Zhang J., Feng P. Effects of tool vibration on fiber fracture in rotary ultrasonic machining of C/SiC ceramic matrix composites. *Composites Part B: Engineering*, 2017, vol. 129, pp. 233–242. DOI: 10.1016/j.compositesb.2017.07.081.
17. Kablov E.N. The Present and Future of Additive Technologies. *Metally Evrazii*, 2017, no. 1, pp. 2–6.
18. Kablov E.N. Additive Technologies – the Dominant Focus of the National Technological Initiative. *Intellekt i tekhnologii*, 2015, no. 2 (11), pp. 52–55.
19. Turchenko M.V., Lebedeva Yu.E., Belyachenkov I.O., Prokofiev V.A. Obtaining of ceramic materials by stereolithography method. *Trudy VIAM*, 2023, no. 9 (127), pp. 79–89. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-79-89.

20. Turchenko M.V., Lebedeva Yu.E., Kolmogorov A.Yu., Gurov D.A., Chainikova A.S. Possibility of using layer-by-layer deposition technology (FDM) to produce ceramic products. *Trudy VIAM*, 2024, no. 8 (138), pp. 64–76. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 12, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-8-64-76.
21. Lacelle T., Sampson K.L., Sarvestani H.Y. et al. Additive manufacturing of polymer derived ceramics: materials, methods, and applications. *APL Materials*, 2023, vol. 11, pp. 1–29. DOI: 10.1063/5.0151661.
22. Tumbleston J.R., Shirvanyants D., Ermoshkin N. et al. Continuous liquid interface production of 3D objects. *Science*, 2015, vol. 347, pp. 1349–1352. DOI: 10.1126/science.aaa2397.
23. Malaev I.A., Pivovarov M.L. Additive technologies: application in medicine and pharmacy. *Vestnik farmatsii*, 2019, no. 2 (84), pp. 98–107.
24. Butuzov A.V., Semina A.V. Preceramic polymers for the production of ceramic products by vat photopolymerization. Part 1. Methods of production and properties. *Trudy VIAM*, 2025, no. 3 (145), pp. 70–88. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.
25. Camargo I.L., Morais M.M., Fortulan C.A., Branciforti M.C. A review on the rheological behavior and formulations of ceramic suspensions for vat photopolymerization. *Ceramics International*, 2021, vol. 47, pp. 11906–11921. DOI: 10.1016/j.ceramint.2021.01.031.
26. Sarychev I.A., Butuzov A.V., Serkova E.A., Dolgova E.V. Photocurable acrylate compositions (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 9 (115), pp. 68–82. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-9-68-82.
27. Ligon S.C., Liska R., Stampfl J. et al. Polymers for 3D printing and customized additive manufacturing. *Chemical Reviews*, 2017, vol. 117, pp. 10212–10290. DOI: 10.1021/acs.chemrev.7b00074.
28. Zhang K., Xie C., Wang G. et al. High solid loading, low photosensitive Al₂O₃ slurry for stereolithography based additive manufacturing. *Ceramics International*, 2019, vol. 45 (1), pp. 203–208. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.09.152.
29. Zhang S., Sha N., Zhao Z. Surface modification of α -Al₂O₃ with dicarboxylic acids for the preparation of UV-curable ceramic suspensions. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, vol. 37, pp. 1607–1616. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2016.12.013.
30. Wu X., Lian Q., Li D. et al. Influence of boundary masks on dimensions and surface roughness using segmented exposure in ceramic 3D printing. *Ceramics International*, 2019, vol. 45 (3), pp. 3687–3697. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.11.031.
31. Goswami A., Ankit K., Balashanmugam N. et al. Optimization of rheological properties of photopolymerizable alumina suspensions for ceramic microstereolithography. *Ceramics International*, 2014, vol. 40 (2), pp. 3655–3665. DOI: 10.1016/j.ceramint.2013.09.059.
32. Chartier T., Dupas C., Geffroy P.M. et al. Influence of irradiation parameters on the polymerization of ceramic reactive suspensions for stereolithography. *Journal of the European Ceramic Society*, 2017, vol. 37 (15), pp. 4431–4436. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2017.05.050.
33. Hinczewski C., Corbel S., Chartier T. Ceramic suspensions suitable for stereolithography. *Journal of the European Ceramic Society*, 1998, vol. 18, pp. 583–590. DOI: 10.1016/S0955-2219(97)00186-6.
34. Chartier T., Chaput C., Doreau F., Loiseau M. Stereolithography of structural complex ceramic parts. *Journal of Materials Science*, 2002, vol. 37, pp. 3141–3147. DOI: 10.1023/A:1016102210277.
35. Li K.H., Zhao Z. The effect of the surfactants on the formulation of UV-curable SLA alumina suspension. *Ceramics International*, 2017, vol. 43, pp. 4761–4767. DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.11.143.
36. Alves P.L., Verza J.R., Luz A.P. Rheological behavior of alumina suspensions for additive manufacturing using digital light processing. *Materials Research*, 2023, vol. 26 (1), pp. 1–6. DOI: 10.1590/1980-5373-MR-2023-0270.

37. Verkhoshansky Ya.Yu., Tkachev D.A. Development and study of material for stereolithographic 3D printing based on Al_2O_3 . *Physics. Technologies. Innovations*: abstract of report. XI Int. Youth Scientific Conf. Ekaterinburg: Ural Federal Univ. Publ. House, 2024, pp. 580–581.
38. Richardson J.F., Zaki W.N. Sedimentation and fluidisation: Part I. *Transactions of the Institution of Chemical Engineers*, 1954, vol. 32, pp. 35–53. DOI: 10.1016/S0263-8762(97)80006-8.
39. Mityukov A.V. *Highly concentrated suspensions with matrices based on polymer compositions for powder injection molding*: thesis, Cand. Sc. (Tech.), Moscow, 2022, 145 p.
40. Liu D.M. Particle packing and rheological property of highly-concentrated ceramic suspensions: ϕ_m determination and viscosity prediction. *Journal of Materials Science*, 2000, vol. 35, pp. 5503–5507. DOI: 10.1023/A:1004885432221.

Информация об авторах

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

Лебедева Юлия Евгеньевна, заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Семина Анна Владимировна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Серкова Евгения Алексеевна, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Лонский Станислав Леонардович, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

Yulia E. Lebedeva, Deputy Head of Laboratory of Science, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Anna V. Semina, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Stanislav L. Lonskii, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 11.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 20.01.2026.

The article was submitted 11.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 20.01.2026.

Научная статья

УДК 666.3

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-104-120

ОБЗОР КЕРАМИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ ИЗ ПОЛИМЕРОВ (PDC)* Часть 2. Свойства керамики и влияние наполнителей на них

Н.М. Паращенко^{1, 2}, А.С. Тупиков²

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

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Российский химико-технологический университет имени Д.И. Менделеева», Москва, Россия; pochta@muctr.ru

Аннотация. Рассмотрены классификация и влияние наполнителей на свойства керамических материалов, полученных из предкерамических полимеров (PDC), а также их функциональные характеристики. Проанализированы химическая стойкость, тепловые, диэлектрические, магнитные, оптические и механические свойства PDC-материалов. Особое внимание уделено методам минимизации усадки и пористости при пиролизе, а также перспективам применения PDC-материалов в высокотехнологичных областях.

Ключевые слова: PDC-керамика, наполнители, пиролиз, термическая стабильность, функциональные свойства, композиционные материалы

Для цитирования: Паращенко Н.М., Тупиков А.С. Обзор керамических материалов, получаемых из полимеров (PDC). Часть 2. Свойства керамики и влияние наполнителей на них // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 104–120. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-104-120.

Scientific article

REVIEW OF POLYMER-DERIVED CERAMICS (PDC) Part 2. Properties of ceramics and the effect of fillers on them

N.M. Parashchenko^{1, 2}, A.S. Tupikov²

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

²Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education «D.I. Mendeleev Russian University of Chemical Technology», Moscow, Russia; pochta@muctr.ru

Abstract. This article examines the classification and influence of fillers on the properties of PDC (polymer-derived ceramics) materials, along with their functional characteristics. The study analyzes chemical resistance, thermal, dielectric, magnetic, optical and mechanical properties of PDC materials. Particular attention is given to methods for minimizing shrinkage and porosity during pyrolysis, as well as potential applications of PDC materials in high-tech industries.

Keywords: PDC ceramics, fillers, pyrolysis, thermal stability, functional properties, composite materials

For citation: Parashchenko N.M., Tupikov A.S. Review of polymer-derived ceramics (PDC). Part 2. Properties of ceramics and the effect of fillers on them. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 104–120. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-104-120.

* Часть 1 – см. «Труды ВИАМ», № 8 (150), 2025.

Введение

Современное материаловедение демонстрирует возрастающий интерес к керамике из полимерных прекурсоров (Polymer-Derived Ceramics (PDC)). Технология заключается в превращении предкерамических полимеров в керамические материалы путем контролируемого пиролиза.

Особую ценность PDC-материалам придает уникальное сочетание технологических и эксплуатационных характеристик. С одной стороны, они сохраняют все преимущества полимерных технологий обработки, включая возможность формования сложных изделий методами литья или экструзии [1], с другой – после термической обработки приобретают свойства, характерные для традиционной керамики (исключительная термостойкость, химическая инертность и механическая прочность) [2].

Однако процесс преобразования полимера в керамику сопровождается рядом технологических сложностей. Наиболее существенными из них являются значительная усадка материала и образование пор в ходе пиролиза. Эти факторы не только ограничивают точность изготовления изделий, но и могут негативно влиять на их конечные эксплуатационные характеристики [3].

Одним из наиболее эффективных подходов к решению указанных проблем является использование различных типов наполнителей. Их введение в полимерную матрицу позволяет не только минимизировать негативные эффекты, связанные с усадкой, но и целенаправленно модифицировать свойства получаемой керамики. При этом выбор типа наполнителя, его концентрации и дисперсности открывает широкие возможности для проектирования материалов с заданным комплексом характеристик.

В первой части статьи описаны основные классы предкерамических полимеров и стадии производства PDC-материалов [4]. Данная работа представляет собой вторую часть обзорной статьи по керамическим материалам, получаемым из полимеров. В ней рассмотрены классификация и влияние различных наполнителей на свойства PDC-материалов. Третья часть сфокусирована на анализе микроструктуры PDC-материалов и сферах их применения, в частности в высокотемпературных приложениях.

Наполнители для керамических материалов

Использование наполнителей предполагает альтернативный способ контроля усадки и снижения пористости, а также позволяет изменять микроструктуру и конечные характеристики керамики [5]. Их добавляют перед этапом формования для получения:

- относительно плотной керамики без трещин и дефектов;
- керамики с определенной пористостью;
- керамики с желаемыми функциональными свойствами.

Наполнители представляют собой различные типы порошков, которые характеризуются разными размерами и формами [6].

Содержание вводимых наполнителей является переменной величиной. Существуют разного рода композиции (слабо и высоко наполненные), в которых полимер выступает в качестве связующего. В итоге получается композиционный материал, состоящий из фазы, полученной в результате пиролиза предкерамического полимера, и одной или нескольких вторичных фаз, связанных с включением наполнителей.

Пассивные наполнители

Особенность пассивных наполнителей заключается в их инертности. Это означает, что исходный состав, масса и размер частиц остаются неизменными в процессе превращения полимера в керамику. Типичными примерами пассивных наполнителей являются такие керамические материалы, как SiC, Si₃N₄, ZrO₂, TiO₂, BN, Al₂O₃ и SiO₂. Эти наполнители формируют жесткую скелетную структуру с меньшим количеством макродефектов, способствуя лучшему выходу газов, образующихся при пиролизе, по

сравнению с керамикой без наполнителей. Однако некоторые наполнители остаются инертными только при определенных условиях, таких как неокислительная атмосфера или пониженная температура. С точки зрения функций уменьшение усадки связано с тем, что добавление наполнителя снижает объемную долю усадочной фазы – предкерамического полимера, что приводит к макроскопическому уменьшению размеров, следовательно, при использовании пассивных наполнителей, особенно в средних и высоких объемных долях, присутствует остаточная пористость (обычно <10 % (объемн.)).

Активные наполнители

Активные наполнители, также называемые реактивными, обладают способностью реагировать с углеродсодержащими газами, которые образуются в процессе превращения полимера в керамику, а также со средой и керамическими остатками [6]. Подходящими активными наполнителями являются металлические (Ti, Cr, V, Mo) и интерметаллидные (MoSi_2 , CrSi_2) частицы, которые способствуют образованию карбидов, нитридов или силицидов металлов в процессе пиролиза через реакцию восстановления. Наполнители могут также использоваться для образования новых фаз в системе, изменяя ее функциональность и характеристики, или для создания совершенно новых материалов. Схематически действие активного наполнителя представлено на рис. 1. Керамика, для изготовления которой использовался активный наполнитель, обладает улучшенными магнитными свойствами, электропроводностью, температурным коэффициентом линейного расширения, а также более высоким уровнем механических свойств и твердости.

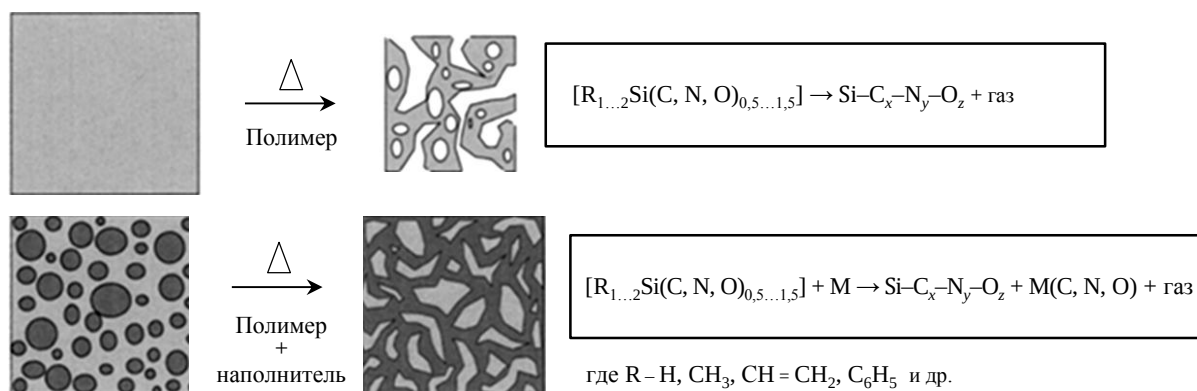


Рис. 1. Принцип действия активного наполнителя при пиролизе PDC-материалов (M – наполнитель)

Расплавляемые наполнители

Расплавляемые наполнители обычно представляют собой стекла, способные плавиться или размягчаться на стадии пиролиза, что позволяет запечатывать пористость и уплотнять керамику, обеспечивая защиту от коррозии и окисления. При высоких температурах расплавляемые наполнители также способствуют релаксации термомеханических напряжений, возникающих из-за разницы в тепловом расширении между фазами наполнителя и керамики.

Расплавляемые наполнители иногда могут вести себя как реактивные, что приводит к реакции с другими компонентами системы. Однако существуют недостатки, связанные с типом используемого стекла: при низких температурах неверно подобранный наполнитель может оставаться пассивным и не размягчаться, а при высоких температурах его добавление может привести к снижению вязкости расплава предкерамического полимера или его кристаллизации и разложению [5].

Жертвенные наполнители

К жертвенным наполнителям в основном относятся органические соединения [5]. Они способны после добавления в прекурсор растворяться в растворителе или разлагаться при повышенных температурах, создавая пористость после удаления из системы. Такой метод позволяет контролировать напряжения, возникающие внутри изделия, и пористость керамики.

Однако форма, количество, размер и распределение пор могут варьироваться в зависимости от размера и формы частиц наполнителя.

Свойства керамических материалов, полученных из полимеров-прекурсоров *Тепловые свойства*

Тепловые свойства определяют возможность применения керамических материалов при высоких и сверхвысоких температурах. К основным тепловым параметрам керамики относятся теплопроводность, температурный коэффициент линейного расширения, удельная теплоемкость, скорость тепловой диффузии и сопротивление тепловому удару.

Теплопроводность является важнейшим фактором, поэтому необходимо учитывать микроструктуру материалов, включая наличие примесей, кристалличность, границы зерен, микротрещины и микропоры, так как они значительно влияют на рассеяние данных частиц [7]. Например, добавление нанотрубок нитрида бора (BNNT) увеличивает теплопроводность PDC-материалов пропорционально их количеству. Когда содержание BNNT превышает порог перколяции (36 % (объемн.)), формируется перколяционная сеть, что приводит к резкому увеличению теплопроводности [7, 8].

Диэлектрические и проводящие свойства

В настоящее время научно-техническая литература, посвященная диэлектрическим свойствам керамических материалов из полимеров, охватывает системы SiCN [9] и SiCO. Электропроводность керамики на основе предкерамических полимеров при комнатной температуре варьируется на 15 порядков (обычно в диапазоне от 10^{-10} – 10^{-8} до 1 См/см) и зависит от вида прекурсора, температуры и состава среды, в которой проходит пиролиз. При пониженной температуре (<600 °C) пиролиза PDC-материалы можно рассматривать как изоляционные с электропроводностью $<10^{-10}$ См/см. Электропроводность аморфных материалов, полученных при температуре пиролиза >800 °C, повышается с увеличением температуры согласно классической полупроводниковой картине. Металлоподобная (электронная) проводимость, достигающая 0,1–1,0 См/см, наблюдается в системе SiCO, полученной из $\text{CH}_3\text{SiO}_{1,5}$ и пиролизованной при высоких температурах (>1400 °C), когда формируется перколяционная сеть.

Электропроводность керамического изделия из PDC также можно изменить путем добавления частиц наполнителя в предкерамическую матрицу. Например, добавление MoSi_2 к метилсодержащим силоксанам приводит к резкому увеличению (до 14 порядков) электропроводности композитов $\text{MoSi}_2/\text{SiCO}$ благодаря образованию перколяционных дорожек через частицы MoSi_2 [10]. В более поздних исследованиях показано равномерное распределение многостенных углеродных нанотрубок в изолирующем карбонитриде кремния SiCN, приводящее к увеличению электропроводности до 7 порядков при доле нанотрубок <1 % (объемн.) [11].

Сверхвысокая пьезорезистивность, представляющая собой изменение удельного электрического сопротивления под воздействием внешнего напряжения, является относительно новым открытием для аморфных керамических материалов [12]. Пьезорезистивность выявлена в керамике SiCO, полученной из метилсодержащего полисилоксана,

пиролизованного при температуре 1400 °C [13]. В отличие от системы SiCN, для керамики SiCO наблюдается увеличение электрического сопротивления при приложении сжимающего напряжения. На рис. 2 представлено поведение пьезорезистивности керамики на основе SiCO.

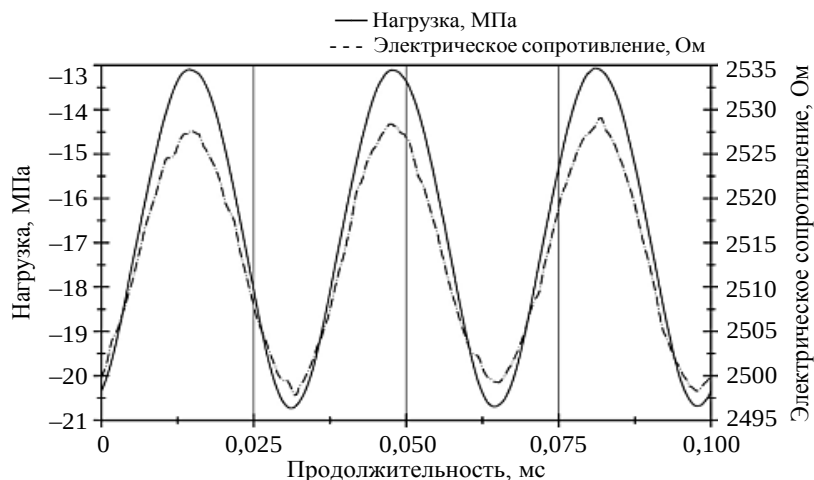


Рис. 2. Пьезорезистивность керамики SiCO [6]

Изменяемые электрические свойства, высокая пьезорезистивность, возможность производства компонентов микрометрового масштаба, отличные тепловые и механические характеристики при высоких температурах делают полимеры SiCN и SiCO превосходными материалами для высокотемпературных датчиков и керамических микроэлектромеханических систем, предназначенных для работы в условиях высоких температур или агрессивной среды, микросвечей накаливания и электродных материалов для литий-ионных батарей [14].

Магнитные свойства

В научно-технической литературе описаны железосодержащие PDC-материалы с магнитными свойствами. Получены композиты, состоящие из диспергированных в SiCN частиц α -железа, путем включения порошка Fe_3O_4 в жидкий полисилазановый прекурсор с последующим восстановлением графитом или порошком железа [15] и отжигом при температуре 1100 °C в аргоне [16]. В последнем случае получен мягкий ферромагнитный композит на основе железа и SiCN.

Другой подход к получению PDC-материалов с магнитными свойствами заключается во включении металлических атомов железа в основу полимерного прекурсора. Ферроцен является ярким примером металлоорганического соединения, которое можно использовать для данных целей. Авторы работы [17] сообщили об успешной полимеризации путем раскрытия цикла напряженных силаферроценофанов с получением растворимых высокомолекулярных полиферроценилсиланов, которые можно пиролизовать при температуре 1000 °C в атмосфере азота для синтеза керамического материала с ферромагнитными кристаллитами α -Fe, встроенными в матрицу SiC или SiN.

Оптические свойства

Оптические свойства керамических материалов, полученных из полимеров, часто остаются без должного внимания, так как они обычно имеют черный цвет. Эта особенность тройной системы SiCO привлекла интерес исследователей, в результате чего

стекла из оксикарида кремния стали известны как «черные стекла» [18]. Черный цвет PDC-материалов обычно объясняется наличием в керамической структуре атомов углерода в sp^2 -гибридизации, которые формируют поглощающие графеновые слои. Из-за этого оптические свойства данных керамических материалов практически не применяются, так как поглощение видимого света делает невозможным их использование для создания оптических устройств. Однако авторы работ [19, 20] исследовали возможность тщательного контроля химического состава стекол SiCO с целью минимизации содержания свободного углерода для получения прозрачного материала, используя предкерамические полимеры с группами SiH , влияние которых двойственно: они способствуют снижению содержания углерода, с одной стороны, и обеспечивают реакционную способность при пиролизе – с другой, что позволяет интегрировать углерод в неорганическую сеть с образованием новых связей Si-C .

Авторы работы [21] изучили процесс синтеза тонких пленок керамики SiCO , содержащих нанокластеры Si , SiC и C . Низкие температуры пиролиза (800–1000 °C) приводят к люминесценции в синей ультрафиолетовой области спектра, в то время как высокие температуры способствуют смещению люминесценции в зелено-желтую область. Для пленок SiCO с высоким содержанием кремния зафиксирована интенсивная белая люминесценция с широким спектром излучения – от 430 до 900 нм (рис. 3). Пленки SiCO , богатые углеродом, не проявляли заметной люминесценции из-за поглощения углеродными кластерами. Кроме того, представлена информация о синтезе и люминесцентных характеристиках керамических порошков на основе полимеров SiCNO и SiCN [22]. В обоих случаях максимальная интенсивность люминесценции зафиксирована при температурах пиролиза в диапазоне 500–600 °C.

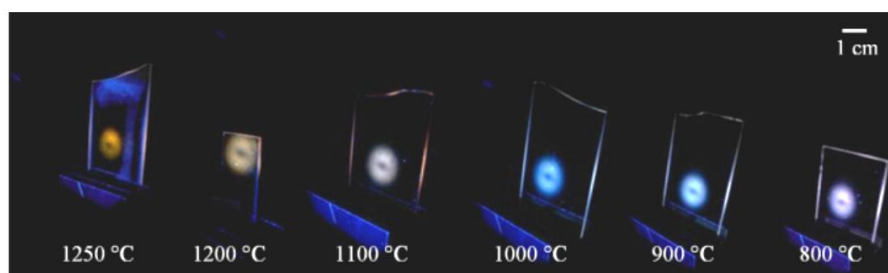


Рис. 3. Фотографии пленок из керамики SiCO , пиролизованной под воздействием ультрафиолетового лазера при температурах от 800 до 1250 °C [21]

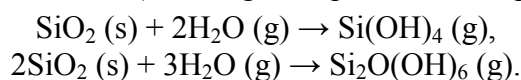
Химические свойства

Стойкость к окислению

Большое количество исследований окислительной стойкости полимерной керамики объясняется ее предназначением для работы при высоких температурах [23]. Характер окисления такой керамики часто является параболическим [24], а научные работы подтверждают образование плотного защитного оксидного слоя. Интересно, что кинетика этого процесса для PDC-материалов совпадает с кинетикой для чистых кристаллических фаз [24]. Однако ключевое различие раскрывается при изучении влияния свободного углерода: его повышенное содержание ускоряет окисление, но при этом его активность в материале оказывается ниже ожидаемой. Это явление объясняют калориметрические данные, которые свидетельствуют об отрицательной энтальпии образования стекол SiCO [25] и SiCNO [26] по сравнению с механической смесью кристаллов. Предполагается, что причина повышенной стабильности PDC-материалов заключается в наличии смешанных связей и частиц $\text{SiC}_x\text{O}_{4-x}$. Важно отметить, что эта

стабильность не абсолютна: для некоторых систем, например SiCN, энтальпия образования может быть близка к нулю [27], что еще раз подчеркивает определяющее влияние атомной структуры и смешанных связей на свойства материала.

В работе [28] для оценки защитной способности покрытий из PDC-материалов проведены испытания на статическое окисление, при этом в качестве эталонного материала выбрана сталь AISI 441 без покрытия. Образцы с покрытиями (C2c и D4) и без них помещали в горизонтальную трубчатую печь и нагревали до заданной температуры со скоростью 5 °C/мин в проточной атмосфере. Образцы подвергали воздействию как синтетического воздуха, так и воздуха, насыщенного водяным паром (равновесная температура 80 °C), при температурах 900, 950 и 1000 °C и продолжительности выдержки 24 и 96 ч (табл. 1). При всех условиях наблюдали значительное увеличение массы стальных подложек без покрытия за счет образования оксидных продуктов на их поверхности. Скорость увеличения массы образца из стали после испытаний на окисление возрастает с повышением температуры. Проведен также анализ методом рентгеновской рефрактометрии. Отсутствие пиков, относящихся к SiO₂, в покрытиях, испытанных в водяном паре, объясняется включением SiO₂ в другие кристаллические/аморфные фазы или реакцией SiO₂ с водяным паром и последующим выделением летучих продуктов, что согласуется с измеренными значениями потери массы при небольшой продолжительности окисления. Возможная реакция SiO₂ с водяным паром может быть описана уравнениями (где s и g – твердое и газообразное состояния):



Изучено также влияние дополнительных элементов на окислительное поведение керамики SiCN. Введение Al в керамику SiCNO приводит к непараболическому характеру окисления при температуре 1000 °C, интенсивность которого со временем достигает настолько малого уровня, что им можно пренебречь [29]. Стационарную параболическую скорость окисления можно наблюдать при температуре ≥1400 °C и продолжительности >420 ч, когда параболические константы в ~10 раз меньше, чем у образцов керамики SiCN без добавления Al.

Таблица 1

**Изменение массы покрытий C2c и D4 в ходе окислительных тестов
в синтетическом воздухе и водяном паре**

Образец	Продолжительность воздействия, ч	Изменение удельной массы в ходе окислительных тестов, мг/см ² , при температуре, °C					
		900	950	1000	900	950	1000
		в синтетическом воздухе			в водяном паре		
Без покрытия	24	0,21	0,44	0,72	0,21	0,38	0,70
	96	0,45	0,77	1,21	0,48	0,80	15,46
С покрытием C2c	24	–0,11	–1,33	–4,95	–0,24	–0,20	–0,13
	96	–0,14	–5,06	–5,48	–0,10	0,12	13,33
С покрытием D4	24	–0,07	–0,03	0,03	–0,11	–0,14	–0,01
	96	0	0,15	0,27	–0,05	0	0,56

Химическая стойкость

Как установили авторы работы [30], химическая стойкость керамики SiCO в концентрированных кислотах и щелочах превосходит стойкость кварцевого стекла.

Однако ее снижение наблюдается после высокотемпературного пиролиза (≥ 1200 °C), вызывающего фазовое разделение материала на SiO_2 , SiC и углерод и делающего диоксид кремния уязвимым для выщелачивания. Однако данный процесс можно использовать для синтеза новых материалов: продолжительное травление (до 6 ч) в 20%-ном фтороводороде приводит к полному удалению фазы SiO_2 . Результатом является формирование высокопористой структуры оксикарида кремния с исключительно высокими значениями удельной поверхности (до $700 \text{ м}^2/\text{г}$) и удельного объема пор (до $1,2 \text{ см}^3/\text{г}$) [31].

Механические свойства

При превращении полимера в PDC-материале выделяется значительное количество низкомолекулярных газов, таких как CH_4 , H_2 , CO и CO_2 , при пиролизе приводящих к образованию пористости и усадке, из-за чего полученная керамика обладает худшими механическими свойствами по сравнению с традиционными материалами. Этот недостаток существенно ограничивает применение данных материалов в таких областях, как аэрокосмическая промышленность и производство турбин, что создает необходимость в их совершенствовании. Кроме того, исследование механических свойств затрудняется необходимостью изготовления подходящих образцов для испытаний.

Основные методы улучшения механических свойств включают легирование и уплотнение. Легирование подразумевает использование в качестве второй фазы твердых частиц, которая усиливает и упрочняет материал за счет отклонения трещин, обхода, разветвления, питтинга и других эффектов. Чаще всего используются соли алюминия, циркония и титана. Уплотнение как метод улучшения свойств керамических материалов включает три различных процесса: пиролиз полимерной пропитки, химическую паровую инфильтрацию и инфильтрацию жидким кремнием. Хотя эти процессы различаются по механизмам действия, все они направлены на заполнение таких дефектов, как поры и трещины. Важным аспектом является содержание кислорода, которое существенно влияет на механические свойства, особенно при высоких температурах. С увеличением содержания кислорода наблюдается снижение плотности получаемой аморфной керамики. При слишком высоком уровне кислорода ускоряется реакция карботермического восстановления, что приводит к выделению большого количества низкомолекулярных газов и затрудняет достижение необходимой плотности матрицы.

Волокна

Интерес к пиролизу полимеров для получения усовершенствованной керамики возник благодаря стремлению найти керамические волокна с выдающимися термомеханическими свойствами [32]. Последующие работы привели к созданию волокон SiC (Nicalon) с прочностью при разрыве до 6,2 ГПа и модулем упругости до 440 ГПа (табл. 2). Однако из-за кислородного отверждения (до 12 % O_2) первое поколение волокон, по сути, являлось SiCO -материалом. Наличие кислорода негативно сказывалось на термостабильности: при температурах >1200 °C фаза оксикарида разлагалась, что вело к деградации свойств [33]. Для решения этой проблемы разработан подход, основанный на легировании: введение титана в форме алкоксида позволило получить волокна SiTiCO с повышенной термостойкостью (>1200 °C) и хорошими механическими характеристиками (прочность при разрыве 3 ГПа, модуль упругости 220 ГПа). Данная стратегия оказалась успешной и для других элементов, таких как алюминий и цирконий. Наиболее впечатляющих результатов удалось достичь для волокон SiAlCO , которые сохраняют прочность при разрыве 2,5 ГПа и модуль упругости 300 ГПа даже после воздействия температур ~ 1900 °C [34].

Таблица 2

Прочность при разрыве, модуль упругости и плотность волокон из PDC-материалов

Система	Прекурсор	Прочность при разрыве, ГПа	Модуль упругости, ГПа	Плотность, г/см ³
SiCO	Поликарбосилан	3	200	2,55
SiC	Поликарбосилан	2,5	400	3,05
SiTiCO	Полититаноккарбосилан	3	220	2,35
SiAlCO	Полиалюмокарбосилан	3	300	3
SiBCN	Бор-модифицированный полисилазан	1,3	170	–
BN	Поли(метиламино)боразан	1,48	365	1,95
SiAlNO	Полиалюмокарбосилан	1,75	–	2,6

Объемные образцы

Исследование механических свойств PDC-материалов долгое время было ограничено сложностью изготовления объемных образцов, пригодных для испытаний. Для создания небольших монолитных образцов разработаны два основных метода: порошковый – горячее прессование частично сшитых полимеров с последующим пиролизом для получения плотных образцов без трещин [35]; жидкостный – литье жидкого прекурсора с последующим отверждением и пиролизом, позволяющее получать стержни и пластины для испытаний на изгиб и определения характеристик разрушения [36]. Наиболее изученными системами являются SiCO (из золь-гель прекурсоров или силоксановых смол) и SiCN (из полиуреаметилвинилсилазана [37] и других полисилазанов). Хотя свойства этих систем измеряли после пиролиза при разных температурах, систематическое изучение влияния именно химического состава проведено лишь для керамики SiCO.

Упругость и плотность

Модули упругости керамик SiCN и SiCO находятся в диапазонах 80–155 и 57–113 ГПа соответственно. Значения модуля упругости для кристаллических форм SiC и Si₃N₄ значительно выше, чем для PDC-материалов, что связано с их более плотной структурой. Низкая плотность аморфных материалов SiCN и SiCO, находящаяся в диапазоне от 1,85 до 2,35 г/см³, подтверждается не только экспериментально, но и результатами компьютерного моделирования. Наблюдаемая зависимость увеличения модуля упругости и плотности от температуры пиролиза объясняется процессом дальнейшего уплотнения и сшивания структуры, который происходит благодаря удалению водорода из оставшихся связей C–H [38].

Коэффициент Пуассона

Коэффициент Пуассона получен для ограниченного количества керамических материалов, и его значения, как правило, довольно низкие. Коэффициент Пуассона демонстрирует значительную разницу между системами: для SiCN он находится в диапазоне 0,21–0,24, тогда как для SiCO получено аномально низкое значение (0,11) не только для стекол, но и для всей поликристаллической керамики в целом. Основная причина такого поведения заключается в специфической атомной структуре стекол оксикарида кремния, для которой характерны одновременно низкая плотность упаковки атомов и очень высокая степень сшивки.

Твердость

Твердость по Виккерсу аморфной системы SiCO находится в диапазоне 5–9 ГПа и обнаруживает зависимость от двух ключевых параметров: она увеличивается с повышением температуры пиролиза и количества углерода, введенного в структуру (рис. 4). Схожая зависимость от температуры наблюдается и у керамик SiCN и SiCO, твердость (8–15 ГПа) которых больше, чем у керамики SiCO [39]. Низкая плотность и открытая структура этих материалов определяют их механический отклик: деформация под индентором происходит преимущественно за счет механизма объемного уплотнения, что инициирует образование конических трещин Герца. Уникальным свойством керамики SiCN является значительное увеличение твердости с повышением прилагаемой нагрузки при вдавливании [40]. Это деформационное упрочнение является следствием того, что прогрессирующее уплотнение в зоне пластической деформации постепенно уменьшает возможность дальнейшего уплотнения материала.

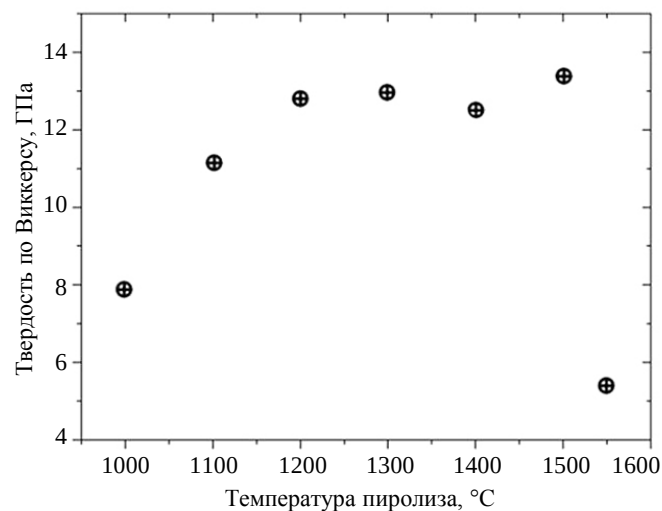


Рис. 4. Зависимость твердости по Виккерсу полисилазана от температуры [41]

Вязкость разрушения

Вязкость разрушения измерена для керамик SiCN и SiCO, изготовленных как жидкостным, так и порошковым методом. Получены значения от 0,56 до 3,00 МПа√м [42]. Более высокие значения (2–3 МПа√м) наблюдаются для керамик SiCN и SiCO, полученных порошковым методом. Наблюдаемый разброс значений объясняется микроструктурными особенностями, которые напрямую зависят от применяемого метода синтеза. В частности, PDC-материал, изготовленный жидкостным способом, демонстрирует значительно более низкие значения вязкости разрушения, которые варьируются в пределах от 0,56 до 1,30 МПа√м.

Вязкость, вязкоупругость и ползучесть

Керамические материалы на основе кремния обладают исключительной стойкостью к ползучести, которая сохраняется до температур 1300 и 1550 °C для систем SiCO и SiBCN соответственно.

Уникальным свойством аморфных PDC-материалов, отличающим их от всех известных керамических материалов, является чрезвычайно высокая вязкость. Она превышает вязкость стекловидного кремнезема на 2–3 порядка и характеризуется наивысшими

значениями, когда-либо зарегистрированными для стекол при высоких температурах. Эти данные получены в ходе экспериментов по определению ползучести при изгибе, внутреннего трения аморфных систем SiCN [43], SiAlCO и SiBCN [44], а также испытаний на ползучесть при сжатии. Вязкость материала SiCN близка к показателю керамики SiCO, в то время как система SiBCN демонстрирует более высокие значения [45].

Для оксикарида кремния состава $\text{SiO}_{1,39}\text{C}_{0,32}$, синтезированного золь-гель методом, определена температура стеклования, равная 1350 °C. Это значение получено путем экстраполяции данных по вязкости в стандартный диапазон, соответствующий стеклованию (10^{12} – $10^{12,6}$ Па·с). Введение алюминия в состав с образованием стекол SiAlCO приводит к снижению вязкости. Предполагается, что процесс релаксации в этих материалах осуществляется посредством вязкого течения в обогащенных кислородом областях, имеющих атомную структуру, сходную с аморфным кремнеземом, через каналы между графеновыми сетями. Таким образом, неупругое поведение этих аморфных материалов связано с передачей нагрузки от кремнезема (который подвергается вязкому течению в данном температурном диапазоне) к графеновой сети. При снятии напряжения упругая энергия, накопленная в графеновых областях, способствует восстановлению деформации. Основные свойства PDC-материалов представлены на рис. 5.

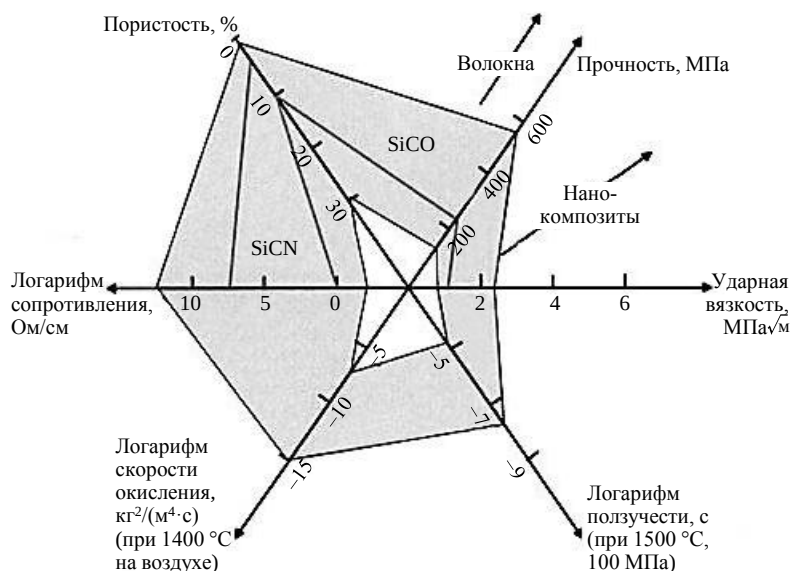


Рис. 5. Свойства PDC-материалов

Заключения

Ключевым преимуществом PDC-материалов является возможность точного контроля состава и микроструктуры на молекулярном уровне, что открывает возможности для проектирования материалов с заданными свойствами [46, 47].

Особое значение имеют разработки в области модификации PDC-материалов различными типами наполнителей. Введение наполнителей позволяет не только минимизировать традиционные проблемы технологии (усадка при пиролизе и образование пор), но и регулировать функциональные характеристики получаемой керамики. При этом важно отметить, что свойства конечного материала определяются сложным взаимодействием между предкерамическим полимером, типом и количеством наполнителя, а также условиями термической обработки.

Уникальное сочетание технологичности процессов формования полимерных материалов и выдающихся эксплуатационных характеристик получаемой на их основе керамики открывают широкие возможности для их использования в таких высокотехнологичных областях, как аэрокосмическая промышленность, энергетика и микросистемная техника.

Особый научный и практический интерес представляют разработки многофункциональных PDC-материалов, интегрирующих несколько целевых свойств. Примером служат композиции, сочетающие высокую термостойкость с заданными электрическими характеристиками, что делает их перспективными для применения в производстве критически важных компонентов, таких как сопловые лопатки и камеры сгорания.

В настоящее время в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ создан значительный научно-технический задел в области разработки и получения непрерывных высокотемпературных волокон, нитей и текстильных материалов, рассчитанных на эксплуатацию при температурах до 1200 °С. Данный обзор описывает класс материалов, которые обладают значительным потенциалом для использования в качестве одного из видов сырья для производства перспективных высокотемпературных изделий в рамках исследовательских и опытно-конструкторских работ института.

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

Список источников

1. Турченко М.В., Лебедева Ю.Е., Колмогоров А.Ю., Гуров Д.А., Чайникова А.С. Возможность применения технологии послойного наплавления (FDM) для получения керамических изделий // Труды ВИАМ. 2024. № 8 (138). С. 64–76. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-8-64-76.
2. Кузнецов Б.Ю., Сорокин О.Ю., Ваганова М.Л., Осин И.В. Синтез модельных высокотемпературных керамических матриц методом искрового плазменного спекания и изучение их свойств для получения композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2018. № 4 (53). С. 37–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-37-44.
3. Шестаков А.М. Керамика на основе кремнийорганических полимеров-прекурсоров: свойства и области применения (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 2 (120). С. 113–131. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-2-113-131.
4. Парашенко Н.М., Тупиков А.С., Лыженков З.А., Головки Д.С. Обзор керамических материалов, получаемых из полимеров (PDC). Часть 1. Предкерамические полимеры и производство PDC-материалов // Труды ВИАМ. 2025. № 8 (150). С. 134–151. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-134-151.
5. Barroso G., Quan L., Rajendra K.B., Günter M. Polymeric and ceramic silicon-based coatings – a review // Journal of Materials Chemistry A. 2019. Vol. 7. No. 5. P. 1936–1963. DOI: 10.1039/C8TA09054H.
6. Colombo P., Mera G., Riedel R., Sorarù G.D. Polymer-Derived Ceramics: 40 Years of Research and Innovation in Advanced Ceramics // Journal of the American Ceramic Society. 2010. Vol. 93. No. 7. P. 1805–1837. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2010.03876.x.
7. Xia A., Yin J., Chen X. et al. Polymer-Derived Si-Based Ceramics: Recent Developments and Perspectives // Crystals. 2020. Vol. 10. No. 9. P. 824. DOI: 10.3390/cryst10090824.
8. Jia Y., Ajayi T.D., Morales J. et al. Thermal properties of polymer-derived ceramic reinforced with boron nitride nanotubes // Journal of the American Ceramic Society. 2019. Vol. 102. No. 12. P. 7584–7593. DOI: 10.1111/jace.16670.
9. Haluschka C., Engel C., Riedel R. Silicon carbonitride ceramics derived from polysilazanes. Part II. Investigation of electrical properties // Journal of the European Ceramic Society. 2000. Vol. 20. No. 9. P. 1365–1374. DOI: 10.1016/S0955-2219(00)00009-1.

10. Plachký T., Lenčák Z., Hric L. et al. Processing and mechanical properties of Si_3N_4 composites employing polymer-derived SiAlOC as sintering aid // *Journal of the European Ceramic Society*. 2010. Vol. 30. No. 3. P. 759–767. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2009.08.014.
11. Ionescu E., Francis A., Riedel R. Dispersion assessment and studies on AC percolative conductivity in polymer-derived Si-C-N/CNT ceramic nanocomposites // *Journal of Materials Science*. 2009. Vol. 44. No. 8. P. 2055–2062. DOI: 10.1007/s10853-009-3304-3.
12. Zhang L., Wang Y., Wei Y. et al. A Silicon Carbonitride Ceramic with Anomalous High Piezoresistivity // *Journal of the American Ceramic Society*. 2008. Vol. 91. No. 4. P. 1346–1349. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2008.02275.x.
13. Riedel R., Toma L., Janssen E. et al. Piezoresistive Effect in SiOC Ceramics for Integrated Pressure Sensors // *Journal of the American Ceramic Society*. 2010. Vol. 93. No. 4. P. 920–924. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2009.03496.x.
14. Xing W., Wilson A.M., Eguchi K. et al. Pyrolyzed Polysiloxanes for Use as Anode Materials in Lithium-Ion Batteries // *Journal of the Electrochemical Society*. 1997. Vol. 144. No. 7. P. 2410–2416. DOI: 10.1149/1.1837828.
15. Saha A., Shah S.R., Raj R., Russek S.E. Polymer-derived SiCN composites with magnetic properties // *Journal of Materials Research*. 2003. Vol. 18. No. 11. P. 2549–2551. DOI: 10.1557/JMR.2003.0356.
16. Hauser R., Francis A., Theismann R., Riedel R. Processing and magnetic properties of metal-containing SiCN ceramic micro- and nano-composites // *Journal of Materials Science*. 2008. Vol. 43. No. 12. P. 4042–4049. DOI: 10.1007/s10853-007-2143-3.
17. Tang B.-Z., Petersen R., Foucher D.A. et al. Novel ceramic and organometallic depolymerization products from poly(ferrocenylsilanes) via pyrolysis // *Journal of the Chemical Society Chemical Communications*. 1993. No. 6. P. 523. DOI: 10.1039/c39930000523.
18. MacLachlan M.J., Ginzburg M., Coombs N. et al. Shaped Ceramics with Tunable Magnetic Properties from Metal-Containing Polymers // *Science*. 2000. Vol. 287. No. 5457. P. 1460–1463. DOI: 10.1126/science.287.5457.1460.
19. Babonneau F., Soraru G.D., D'Andrea G. et al. Silicon Oxycarbide Glasses from Sol-Gel Precursors // *MRS Proceedings*. 1992. Vol. 271. P. 789. DOI: 10.1557/PROC-271-789.
20. Soraru G.D., D'Andrea G., Campostrini R. et al. Structural Characterization and High-Temperature Behavior of Silicon Oxycarbide Glasses Prepared from Sol-Gel Precursors Containing Si-H Bonds // *Journal of the American Ceramic Society*. 1995. Vol. 78. No. 2. P. 379–387. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1995.tb08811.x.
21. Karakuscu A., Guider R., Pavesi L., Soraru G.D. White Luminescence from Sol-Gel-Derived SiOC Thin Films // *Journal of the American Ceramic Society*. 2009. Vol. 92. No. 12. P. 2969–2974. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2009.03343.x.
22. Menapace I., Mera G., Riedel R. et al. Luminescence of heat-treated silicon-based polymers: promising materials for LED applications // *Journal of Materials Science*. 2008. Vol. 43. No. 17. P. 5790–5796. DOI: 10.1007/s10853-008-2882-9.
23. Chollon G. Oxidation behaviour of polymer-derived ceramics // *Polymer Derived Ceramics: From Nano-structure to Applications*. Lancaster: Destech Publication, 2010. P. 292–308.
24. Chollon G. Oxidation behaviour of ceramic fibres from the Si-C-N-O system and related sub-systems // *Journal of the European Ceramic Society*. 2000. Vol. 20. No. 12. P. 1959–1974. DOI: 10.1016/S0955-2219(00)00101-1.
25. Varga T., Navrotsky A., Moats J.L. et al. Thermodynamically Stable $\text{Si}_x\text{O}_y\text{C}_z$ Polymer-Like Amorphous Ceramics // *Journal of the American Ceramic Society*. 2007. Vol. 90. No. 10. P. 3213–3219. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2007.01874.x.
26. Morcos R.M., Navrotsky A., Varga T. et al. Thermodynamically Stable $\text{Si}_w\text{C}_x\text{N}_y\text{O}_z$ Polymer-Like, Amorphous Ceramics Made from Organic Precursors // *Journal of the American Ceramic Society*. 2008. Vol. 91. No. 7. P. 2391–2393. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2008.02427.x.
27. Morcos R.M., Mera G., Navrotsky A. et al. Enthalpy of Formation of Carbon-Rich Polymer-Derived Amorphous SiCN Ceramics // *Journal of the American Ceramic Society*. 2008. Vol. 91. No. 10. P. 3349–3354. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2008.02626.x.
28. Parchovianský M., Parchovianská I., Švančárek P. et al. High-Temperature Oxidation Resistance of PDC Coatings in Synthetic Air and Water Vapor Atmospheres // *Molecules*. 2021. Vol. 26. No. 8. P. 2388. DOI: 10.3390/molecules26082388.

29. Wang Y., Fan Y., Zhang L. et al. Polymer-derived SiAlCN ceramics resist oxidation at 1400 °C // Scripta Materialia. 2006. Vol. 55. No. 4. P. 295–297. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2006.05.004.
30. Sorarù G.D., Modena S., Guadagnino E. et al. Chemical Durability of Silicon Oxycarbide Glasses // Journal of the American Ceramic Society. 2002. Vol. 85. No. 6. P. 1529–1536. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2002.tb00308.x.
31. Wilson A.M., Zank G., Eguchi K. et al. Pore Creation in Silicon Oxycarbides by Rinsing in Dilute Hydrofluoric Acid // Chemical Materials. 1997. Vol. 9. No. 10. P. 2139–2144. DOI: 10.1021/cm970224p.
32. Production of shaped articles of homogeneous mixtures of silicon carbide and nitride: pat. 3853567 USA; appl. 02.04.73; publ. 10.12.74.
33. Hasegawa Y., Okamura K. Synthesis of continuous silicon carbide fibre: Part 3 Pyrolysis process of polycarbosilane and structure of the products // Journal of Materials Science. 1983. Vol. 18. No. 12. P. 3633–3648. DOI: 10.1007/BF00540736.
34. Yamamura T., Ishikawa T., Shibuya M. et al. Development of a new continuous Si–Ti–C–O fibre using an organometallic polymer precursor // Journal of Materials Science. 1988. Vol. 23. No. 7. P. 2589–2594. DOI: 10.1007/BF0111919.
35. Ishikawa T., Kohtoku Y., Kumagawa K. et al. High-strength alkali-resistant sintered SiC fibre stable to 2,200 °C // Nature. 1998. Vol. 391. No. 6669. P. 773–775. DOI: 10.1038/35820.
36. Bernard S., Ayadi K., Berthet M.P. et al. Evolution of structural features and mechanical properties during the conversion of poly[(methylamino)borazine] fibers into boron nitride fibers // Journal of Solid State Chemistry. 2004. Vol. 177. No. 6. P. 1803–1810. DOI: 10.1016/j.jssc.2004.01.004.
37. Sorarù G.D., Dallapiccola E., D’Andrea G. Mechanical Characterization of Sol-Gel-Derived Silicon Oxycarbide Glasses // Journal of the American Ceramic Society. 1996. Vol. 79. No. 8. P. 2074–2080. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1996.tb08939.x.
38. Janakiraman N., Aldinger F. Fabrication and characterization of fully dense Si–C–N ceramics from a poly(ureamethylvinyl)silazane precursor // Journal of the European Ceramic Society. 2009. Vol. 29. No. 1. P. 163–173. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.05.028.
39. Moraes K.V., Interrante L.V. Processing, Fracture Toughness, and Vickers Hardness of Allylhydridopolycarbosilane-Derived Silicon Carbide // Journal of the American Ceramic Society. 2003. Vol. 86. No. 2. P. 342–346. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2003.tb00020.x.
40. Janakiraman N., Aldinger F. Indentation analysis of elastic and plastic deformation of precursor-derived Si–C–N ceramics // Journal of the European Ceramic Society. 2010. Vol. 30. No. 3. P. 775–785. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2009.09.006.
41. Bechelany M.C., Proust V., Gervais C. et al. In Situ Controlled Growth of Titanium Nitride in Amorphous Silicon Nitride: A General Route Toward Bulk Nitride Nanocomposites with Very High Hardness // Advanced Materials. 2014. Vol. 26. No. 38. P. 6548–6553. DOI: 10.1002/adma.201402356.
42. Bauer A., Christ M., Zimmermann A., Aldinger F. Fracture Toughness of Amorphous Precursor-Derived Ceramics in the Silicon–Carbon–Nitrogen System // Journal of the American Ceramic Society. 2001. Vol. 84. No. 10. P. 2203–2207. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2001.tb00988.x.
43. Zimmermann A., Bauer A., Christ M., Cai Y. High-temperature deformation of amorphous Si–C–N and Si–B–C–N ceramics derived from polymers // Acta Materialia. 2002. Vol. 50. No. 5. P. 1187–1196. DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00420-7.
44. Riedel R., Mera G., Hauser R., Klonczynski A. Silicon-Based Polymer-Derived Ceramics: Synthesis Properties and Applications – A Review: Dedicated to Prof. Dr. Fritz Aldinger on the occasion of his 65th birthday // Nippon Seramikkusu Kyokai gakujutsu ronbunshi. 2006. Vol. 114. No. 1330. P. 425–444. DOI: 10.2109/jcersj.114.425.
45. Riedel R., Ruswisch L.M., An L., Raj R. Amorphous Silicoboron Carbonitride Ceramic with Very High Viscosity at Temperatures above 1500 °C // Journal of the American Ceramic Society. 1998. Vol. 81. No. 12. P. 3341–3344. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02780.x.
46. Житнюк С.В., Медведев П.Н., Сорокин О.Ю., Качаев А.А. Формирование кристаллографической текстуры в поликристаллической керамике как способ повышения свойств (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 5 (111). С. 74–86. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-74-86.

47. Бутузов А.В., Семина А.В. Предкерамические полимеры для производства керамических изделий путем фотополимеризации в ванне. Часть 1. Способы получения и свойства // Труды ВИАМ. 2025. № 3 (145). С. 70–88. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.

References

1. Turchenko M.V., Lebedeva Yu.E., Kolmogorov A.Yu., Gurov D.A., Chainikova A.S. Possibility of using layer-by-layer deposition technology (FDM) to produce ceramic products. *Trudy VIAM*, 2024, no. 8 (138), pp. 64–76. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 03, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-8-64-76.
2. Kuznetsov B.Yu., Sorokin O.Yu., Vaganova M.L., Osin I.V. Synthesis of model high-temperature ceramic matrices by the method of spark plasma sintering and the study of their properties for the production of composite materials. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 4 (53), pp. 37–44. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-37-44.
3. Shestakov A.M. Ceramics based on organo-silicon polymers-precursors: properties and applications (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 2 (120), pp. 113–131. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 03, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-2-113-131.
4. Parashchenko N.M., Tupikov A.S., Lyzhenkov Z.A., Golovko D.S. Review of Polymer-Derived Ceramics (PDC). Part 1. Preceramic polymers and production of PDC materials. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 134–151. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 07, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-134-151.
5. Barroso G., Quan L., Rajendra K.B., Günter M. Polymeric and ceramic silicon-based coatings – a review. *Journal of Materials Chemistry A*, 2019, vol. 7, no. 5, pp. 1936–1963. DOI: 10.1039/C8TA09054H.
6. Colombo P., Mera G., Riedel R., Sorarù G.D. Polymer-Derived Ceramics: 40 Years of Research and Innovation in Advanced Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 2010, vol. 93, no. 7, pp. 1805–1837. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2010.03876.x.
7. Xia A., Yin J., Chen X. et al. Polymer-Derived Si-Based Ceramics: Recent Developments and Perspectives. *Crystals*, 2020, vol. 10, no. 9, p. 824. DOI: 10.3390/cryst10090824.
8. Jia Y., Ajayi T.D., Morales J. et al. Thermal properties of polymer-derived ceramic reinforced with boron nitride nanotubes. *Journal of the American Ceramic Society*, 2019, vol. 102, no. 12, pp. 7584–7593. DOI: 10.1111/jace.16670.
9. Haluschka C., Engel C., Riedel R. Silicon carbonitride ceramics derived from polysilazanes. Part II. Investigation of electrical properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 2000, vol. 20, no. 9, pp. 1365–1374. DOI: 10.1016/S0955-2219(00)00009-1.
10. Plachký T., Lenčák Z., Hric L. et al. Processing and mechanical properties of Si₃N₄ composites employing polymer-derived SiAlOC as sintering aid. *Journal of the European Ceramic Society*, 2010, vol. 30, no. 3, pp. 759–767. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2009.08.014.
11. Ionescu E., Francis A., Riedel R. Dispersion assessment and studies on AC percolative conductivity in polymer-derived Si–C–N/CNT ceramic nanocomposites. *Journal of Materials Science*, 2009, vol. 44, no. 8, pp. 2055–2062. DOI: 10.1007/s10853-009-3304-3.
12. Zhang L., Wang Y., Wei Y. et al. A Silicon Carbonitride Ceramic with Anomalously High Piezoresistivity. *Journal of the American Ceramic Society*, 2008, vol. 91, no. 4, pp. 1346–1349. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2008.02275.x.
13. Riedel R., Toma L., Janssen E. et al. Piezoresistive Effect in SiOC Ceramics for Integrated Pressure Sensors. *Journal of the American Ceramic Society*, 2010, vol. 93, no. 4, pp. 920–924. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2009.03496.x.
14. Xing W., Wilson A.M., Eguchi K. et al. Pyrolyzed Polysiloxanes for Use as Anode Materials in Lithium-Ion Batteries. *Journal of the Electrochemical Society*, 1997, vol. 144, no. 7, pp. 2410–2416. DOI: 10.1149/1.1837828.
15. Saha A., Shah S.R., Raj R., Russek S.E. Polymer-derived SiCN composites with magnetic properties. *Journal of Materials Research*, 2003, vol. 18, no. 11, pp. 2549–2551. DOI: 10.1557/JMR.2003.0356.

16. Hauser R., Francis A., Theismann R., Riedel R. Processing and magnetic properties of metal-containing SiCN ceramic micro- and nano-composites. *Journal of Materials Science*, 2008, vol. 43, no. 12, pp. 4042–4049. DOI: 10.1007/s10853-007-2143-3.
17. Tang B.-Z., Petersen R., Foucher D.A. et al. Novel ceramic and organometallic depolymerization products from poly(ferrocenylsilanes) via pyrolysis. *Journal of the Chemical Society Chemical Communications*, 1993, no. 6, p. 523. DOI: 10.1039/c39930000523.
18. MacLachlan M.J., Ginzburg M., Coombs N. et al. Shaped Ceramics with Tunable Magnetic Properties from Metal-Containing Polymers. *Science*, 2000, vol. 287, no. 5457, pp. 1460–1463. DOI: 10.1126/science.287.5457.1460.
19. Babonneau F., Soraru G.D., D'Andrea G. et al. Silicon Oxycarbide Glasses from Sol-Gel Precursors. *MRS Proceedings*, 1992, vol. 271, p. 789. DOI: 10.1557/PROC-271-789.
20. Sorarù G.D., D'Andrea G., Campostrini R. et al. Structural Characterization and High-Temperature Behavior of Silicon Oxycarbide Glasses Prepared from Sol-Gel Precursors Containing Si–H Bonds. *Journal of the American Ceramic Society*, 1995, vol. 78, no. 2, pp. 379–387. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1995.tb08811.x.
21. Karakuscu A., Guider R., Pavesi L., Sorarù G.D. White Luminescence from Sol-Gel-Derived SiOC Thin Films. *Journal of the American Ceramic Society*, 2009, vol. 92, no. 12, pp. 2969–2974. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2009.03343.x.
22. Menapace I., Mera G., Riedel R. et al. Luminescence of heat-treated silicon-based polymers: promising materials for LED applications. *Journal of Materials Science*, 2008, vol. 43, no. 17, pp. 5790–5796. DOI: 10.1007/s10853-008-2882-9.
23. Chollon G. Oxidation behaviour of polymer-derived ceramics. *Polymer Derived Ceramics: From Nano-structure to Applications*. Lancaster: Destech Publication, 2010, pp. 292–308.
24. Chollon G. Oxidation behaviour of ceramic fibres from the Si–C–N–O system and related sub-systems. *Journal of the European Ceramic Society*, 2000, vol. 20, no. 12, pp. 1959–1974. DOI: 10.1016/S0955-2219(00)00101-1.
25. Varga T., Navrotsky A., Moats J.L. et al. Thermodynamically Stable $\text{Si}_x\text{O}_y\text{C}_z$ Polymer-Like Amorphous Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 2007, vol. 90, no. 10, pp. 3213–3219. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2007.01874.x.
26. Morcos R.M., Navrotsky A., Varga T. et al. Thermodynamically Stable $\text{Si}_w\text{C}_x\text{N}_y\text{O}_z$ Polymer-Like, Amorphous Ceramics Made from Organic Precursors. *Journal of the American Ceramic Society*, 2008, vol. 91, no. 7, pp. 2391–2393. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2008.02427.x.
27. Morcos R.M., Mera G., Navrotsky A. et al. Enthalpy of Formation of Carbon-Rich Polymer-Derived Amorphous SiCN Ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 2008, vol. 91, no. 10, pp. 3349–3354. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2008.02626.x.
28. Parchovianský M., Parchovianská I., Švančárek P. et al. High-Temperature Oxidation Resistance of PDC Coatings in Synthetic Air and Water Vapor Atmospheres. *Molecules*, 2021, vol. 26, no. 8, p. 2388. DOI: 10.3390/molecules26082388.
29. Wang Y., Fan Y., Zhang L. et al. Polymer-derived SiAlCN ceramics resist oxidation at 1400 °C. *Scripta Materialia*, 2006, vol. 55, no. 4, pp. 295–297. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2006.05.004.
30. Sorarù G.D., Modena S., Guadagnino E. et al. Chemical Durability of Silicon Oxycarbide Glasses. *Journal of the American Ceramic Society*, 2002, vol. 85, no. 6, pp. 1529–1536. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2002.tb00308.x.
31. Wilson A.M., Zank G., Eguchi K. et al. Pore Creation in Silicon Oxycarbides by Rinsing in Dilute Hydrofluoric Acid. *Chemical Materials*, 1997, vol. 9, no. 10, pp. 2139–2144. DOI: 10.1021/cm970224p.
32. *Production of shaped articles of homogeneous mixtures of silicon carbide and nitride*: pat. 3853567 USA; appl. 02.04.73; publ. 10.12.74.
33. Hasegawa Y., Okamura K. Synthesis of continuous silicon carbide fibre: Part 3 Pyrolysis process of polycarbosilane and structure of the products. *Journal of Materials Science*, 1983, vol. 18, no. 12, pp. 3633–3648. DOI: 10.1007/BF00540736.
34. Yamamura T., Ishikawa T., Shibuya M. et al. Development of a new continuous Si–Ti–C–O fibre using an organometallic polymer precursor. *Journal of Materials Science*, 1988, vol. 23, no. 7, pp. 2589–2594. DOI: 10.1007/BF01111919.

35. Ishikawa T., Kohtoku Y., Kumagawa K. et al. High-strength alkali-resistant sintered SiC fibre stable to 2,200 °C. *Nature*, 1998, vol. 391, no. 6669, pp. 773–775. DOI: 10.1038/35820.
36. Bernard S., Ayadi K., Berthet M.P. et al. Evolution of structural features and mechanical properties during the conversion of poly[(methylamino)borazine] fibers into boron nitride fibers. *Journal of Solid State Chemistry*, 2004, vol. 177, no. 6, pp. 1803–1810. DOI: 10.1016/j.jssc.2004.01.004.
37. Sorarù G.D., Dallapiccola E., D'Andrea G. Mechanical Characterization of Sol-Gel-Derived Silicon Oxycarbide Glasses. *Journal of the American Ceramic Society*, 1996, vol. 79, no. 8, pp. 2074–2080. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1996.tb08939.x.
38. Janakiraman N., Aldinger F. Fabrication and characterization of fully dense Si–C–N ceramics from a poly(ureamethylvinyl)silazane precursor. *Journal of the European Ceramic Society*, 2009, vol. 29, no. 1, pp. 163–173. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2008.05.028.
39. Moraes K.V., Interrante L.V. Processing, Fracture Toughness, and Vickers Hardness of Allylhydridopolycarbosilane-Derived Silicon Carbide. *Journal of the American Ceramic Society*, 2003, vol. 86, no. 2, pp. 342–346. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2003.tb00020.x.
40. Janakiraman N., Aldinger F. Indentation analysis of elastic and plastic deformation of precursor-derived Si–C–N ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*, 2010, vol. 30, no. 3, pp. 775–785. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2009.09.006.
41. Bechelany M.C., Proust V., Gervais C. et al. In Situ Controlled Growth of Titanium Nitride in Amorphous Silicon Nitride: A General Route Toward Bulk Nitride Nanocomposites with Very High Hardness. *Advanced Materials*, 2014, vol. 26, no. 38, pp. 6548–6553. DOI: 10.1002/adma.201402356.
42. Bauer A., Christ M., Zimmermann A., Aldinger F. Fracture Toughness of Amorphous Precursor-Derived Ceramics in the Silicon–Carbon–Nitrogen System. *Journal of the American Ceramic Society*, 2001, vol. 84, no. 10, pp. 2203–2207. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2001.tb00988.x.
43. Zimmermann A., Bauer A., Christ M., Cai Y. High-temperature deformation of amorphous Si–C–N and Si–B–C–N ceramics derived from polymers. *Acta Materialia*, 2002, vol. 50, no. 5, pp. 1187–1196. DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00420-7.
44. Riedel R., Mera G., Hauser R., Klonczynski A. Silicon-Based Polymer-Derived Ceramics: Synthesis Properties and Applications – A Review: Dedicated to Prof. Dr. Fritz Aldinger on the occasion of his 65th birthday. *Nippon Seramikkusu Kyokai gakujutsu ronbunshi*, 2006, vol. 114, no. 1330, pp. 425–444. DOI: 10.2109/jcersj.114.425.
45. Riedel R., Ruswisch L.M., An L., Raj R. Amorphous Silicoboron Carbonitride Ceramic with Very High Viscosity at Temperatures above 1500 °C. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, vol. 81, no. 12, pp. 3341–3344. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02780.x.
46. Zhitnyuk S.V., Medvedev P.N., Sorokin O.Yu., Kachaev A.A. Formation of crystallographic texture in polycrystalline ceramics as a way to enhance properties (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 5 (111), pp. 74–86. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 07, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-74-86.
47. Butuzov A.V., Semina A.V. Preceramic polymers for the production of ceramic products by vat photopolymerization. Part 1. Methods of production and properties. *Trudy VIAM*, 2025, no. 3 (145), pp. 70–88. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 07, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.

Информация об авторах

Парашенко Никита Макарович, техник 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru; студент, РХТУ им. Д.И. Менделеева, pochta@muctr.ru
Тупиков Антон Сергеевич, доцент, к.х.н., РХТУ им. Д.И. Менделеева, pochta@muctr.ru

Information about the authors

Nikita M. Parashchenko, First Category Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru; Student, D.I. Mendeleev Russian State Technical University, pochta@muctr.ru
Anton S. Tupikov, Associate Professor, Candidate of Sciences (Chem.), D.I. Mendeleev Russian State Technical University, pochta@muctr.ru

Статья поступила в редакцию 10.10.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 27.11.2025.
The article was submitted 10.10.2025; approved and accepted for publication after reviewing 27.11.2025.

Научная статья

УДК 621.357.7

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-121-132

СОВРЕМЕННЫЕ ТЕНДЕНЦИИ РАЗВИТИЯ ГАЛЬВАНИЧЕСКИХ ЗАЩИТНЫХ ПОКРЫТИЙ, РАБОТОСПОСОБНЫХ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ДО 600 °С

А.С. Васильев¹, А.И. Вдовин¹, Л.И. Закирова¹, М.А. Кольцова¹

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

Аннотация. Представлен обзор зарубежной научно-технической литературы в области гальванических защитных покрытий, применяемых при температурах до 600 °С. Согласно обзору, более 60 % исследований посвящено получению композиционных покрытий на основе никеля и его сплавов. Выявлены наиболее распространенные системы легирования композиционных электролитических покрытий на основе никеля. Отмечено, что получение никель-кобальтовых композитов методом электроосаждения является перспективным направлением, но в основном ограничивается лабораторными экспериментами, а масштабирование для промышленного массового производства остается серьезным препятствием.

Ключевые слова: гальванические покрытия, высокотемпературная коррозия, композиционные электролитические покрытия, функциональные покрытия

Для цитирования: Васильев А.С., Вдовин А.И., Закирова Л.И., Кольцова М.А. Современные тенденции развития гальванических защитных покрытий, работоспособных при температуре до 600 °С // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 121–132. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-121-132.

Scientific article

MODERN TRENDS IN THE DEVELOPMENT OF GALVANIC PROTECTIVE COATING THAT CAN OPERATE AT TEMPERATURES UP TO 600 °C

A.S. Vasiliev¹, A.I. Vdovin¹, L.I. Zakirova¹, M.A. Koltsova¹

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 article presents a review of international scientific and technical literature on galvanic protective coatings used at temperatures up to 600 °C. According to the review, over 60 % of the research is devoted to the production of composite coatings based on nickel and its alloys. The most common alloying systems for composite electrolytic coatings based on nickel are identified. It is noted that the production of nickel-cobalt composites by electrodeposition is a promising approach, but it is primarily limited to laboratory experiments, and scaling up for industrial mass production remains a significant obstacle.

Keywords: galvanic coating, high-temperature corrosion, composite electrolytic coating, functional coating

For citation: Vasiliev A.S., Vdovin A.I., Zakirova L.I., Koltsova M.A. Modern trends in the development of galvanic protective coating that can operate at temperatures up to 600 °C. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 121–132. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-121-132.

Введение

Процессы электроосаждения широко используются для всевозможных отраслей промышленности – от пищевой до аэрокосмической. Гальванические покрытия служат различным целям – от технологических до декоративных. Нанесение гальванических покрытий – давно освоенная технология, но благодаря растущим требованиям к эксплуатационным характеристикам она вызывает неподдельный интерес к исследованиям в данной области. Применение новых составов и методов при гальваническом способе осаждения позволяет выявить нюансы и раздвинуть привычные рамки этого процесса.

Интерес к гальваническим покрытиям обусловлен их значительным теоретическим и практическим потенциалом, что обеспечивает неизменное внимание исследователей на протяжении многих лет. В последнее время в рамках гальванотехники сформировалось активно развивающееся направление, связанное с синтезом композиционных покрытий. Такие материалы представляют собой металлическую матрицу, усиленную диспергированными частицами различной химической природы. Основным методом модификации является введение в раствор электролита микро- и наноразмерных частиц (оксидов, карбидов, нитридов, полимеров), которые в процессе электроосаждения включаются в формирующееся покрытие, что позволяет целенаправленно изменять его структуру и состав, а также придавать новые эксплуатационные характеристики.

Типы и виды гальванических покрытий

В системе защиты металлических конструкций от атмосферной коррозии одно из ведущих мест принадлежит защитным покрытиям. По своей природе они делятся на органические (лакокрасочные, полимерные) и неорганические (металлические, оксидные, солевые), причем теоретические основы и технологии их нанесения имеют фундаментальные различия.

Критериями для выбора метода нанесения служат физико-химические свойства основного металла и покрытия, требуемая толщина, а также ряд технико-экономических факторов. Среди наиболее распространенных методов можно выделить:

- горячий метод (погружение в расплав), применимый для покрытий с температурой плавления на десятки градусов ниже, чем у основного металла;
- электролитический метод, который обладает преимуществами при создании покрытий из тугоплавких металлов.

В то же время диффузионные методы, напыление из расплава и вакуумное испарение находят ограниченное применение [1].

Широкое применение гальванических покрытий в промышленности обусловлено рядом ключевых преимуществ:

- технологическая и экономическая эффективность – простота процесса, низкая себестоимость, легкая автоматизация и контроль;
- гибкость и универсальность – возможность точного регулирования состава, толщины и свойств покрытия; нанесение на детали сложной формы; локальное наращивание и ремонт слоя;
- функциональность – возможность получения покрытий с особыми свойствами (композиционные, аморфные, нанокристаллические);
- разнообразные области применения – покрытия с повышенной износостойкостью (хром), защита от коррозии (цинк, кадмий, олово, никель), декоративная отделка (никель, хром, золото, серебро), создание поверхностей с высоким коэффициентом отражения (серебро, хром, кадмий), локальная защита от цементации (медь).

Гальванический метод является безальтернативным для нанесения тугоплавких металлов (вольфрам, хром, молибден) и их сплавов (например, вольфрам-железо, вольфрам-кобальт). Таким образом, одной из важнейших задач в этой области является

разработка технологий получения высокофункциональных покрытий (износо-, жаро- и коррозионностойких) и их активное внедрение в производство деталей машин [2].

Гальванические покрытия обладают различными технологическими характеристиками. Наиболее распространенными гальваническими покрытиями являются: медь, цинк, никель, хром, кадмий, олово, золото, серебро, палладий. Гораздо реже в качестве самостоятельного покрытия используются покрытия на основе кобальта и родия.

В таблице представлены сводные данные по допустимым рабочим температурам гальванических покрытий, а также их основные недостатки [3–6].

Допустимые рабочие температуры и основные недостатки гальванических покрытий

Тип покрытия	Рабочая температура, °C	Недостатки
Цинк	≤ 250	Низкая коррозионная стойкость
Кадмий	≤ 250	Токсичность
Олово	≤ 200	Низкая износостойкость
Медь	≤ 300	Низкая коррозионная стойкость
Хром	≤ 450	Токсичность, низкая рассеивающая способность
Никель	≤ 650	Пористость
Серебро	≤ 700	Высокая стоимость
Палладий	≤ 300	
Золото	≤ 200	

Защитными гальваническими покрытиями с рабочей температурой, близкой к 600 °C, являются хромовое, никелевое и серебряное. Однако серебряное покрытие из-за своей высокой стоимости используется нечасто, поэтому наиболее распространенными гальваническими покрытиями, работающими при температуре ~600 °C, являются никелевое и хромовое.

Гальванические покрытия, работающие при повышенных температурах до 600 °C

Хромовые и никелевые покрытия – одни из наиболее распространенных металлических покрытий для функциональных целей, которые применяются в различных отраслях промышленности благодаря своим выдающимся свойствам, таким как высокая коррозионная стойкость, износостойкость и твердость. Такие покрытия используются для продления срока службы различных деталей, а также для гальванического покрытия шестеренок, рулевых валов, корпусов двигателей, компонентов топливной системы и тормозных колодок [7].

В процессе получения качественных *хромовых покрытий* необходимо нагревание электролитов, но из-за токсичности паров хрома, наряду с другими недостатками, такими как многоступенчатый процесс для получения покрытия нужной толщины, низкая выравнивающая способность (в некоторых случаях возможно даже усугубление дефектов поверхности), наличие высокого напряжения на границе раздела между хромированным покрытием и подложкой, их применение нежелательно.

Таким образом, наиболее подходящим покрытием является *никелевое гальваническое покрытие*, которое также не лишено недостатков, однако основной недостаток такого покрытия – пористость. Ее можно уменьшить благодаря использованию дисперсной фазы и получению композиционных электрохимических покрытий (КЭП). Специально разработанные КЭП, обеспечивающие защиту от коррозии, гидрофобность, электропроводность, износостойкость и трибологические характеристики, нашли разнообразное применение в таких секторах промышленности, как аэрокосмическая и текстильная, а также в автомобилестроении и общем машиностроении [8].

Анализ источников ВИНТИ и Scopus 2000–2018 гг.

Мировые тенденции показывают стойкий интерес к данному виду покрытий благодаря широкому выбору металлических матриц и дисперсных фаз. На рис. 1, *а* представлены данные о распределении публикаций в научных журналах за период 2000–2018 гг. в зависимости от природы металлической матрицы. Так, 60 % исследований посвящено получению КЭП на основе никеля и его сплавов, что свидетельствует о большей применимости и актуальности данной металлической матрицы.

На рис. 1, *б* представлены данные о распределении исследований КЭП с дисперсной фазой различной природы. Очевидно, что приоритеты отданы оксидам, карбидам и различным модификациям углерода. Вероятно, такое распределение связано не только с их доступностью и изученностью, но и с тем, что они наиболее эффективно влияют на коррозионную стойкость, износостойкость и микротвердость получаемых гальванических покрытий.

В большинстве анализируемых научных работ из заявленных целей исследований следует, что улучшение именно этих показателей являлось приоритетным.

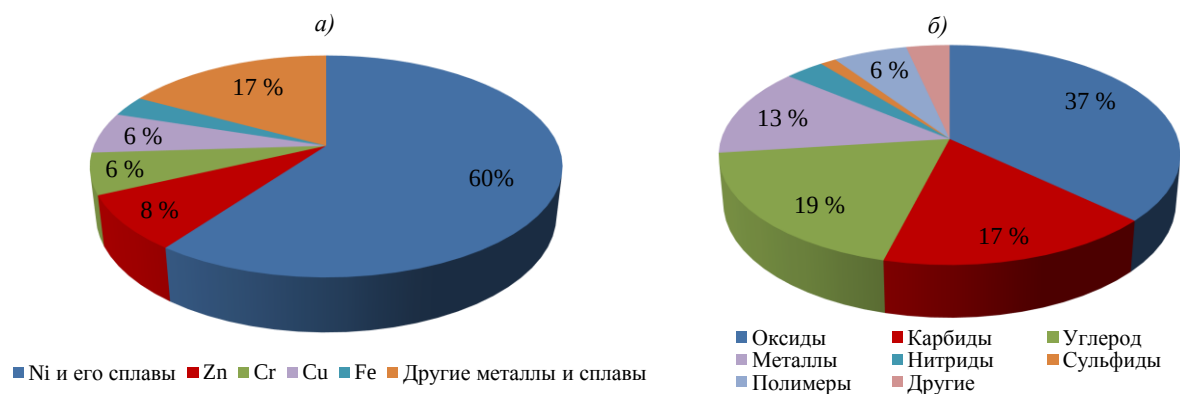


Рис. 1. Данные о распределении публикаций в научных журналах за период 2000–2018 гг. в зависимости от природы металлической матрицы (*а*) и дисперсной фазы (*б*)

Авторами работы [9] выбрано шесть параметров, которые наиболее важны для характеристики покрытий и зависят от природы металлической матрицы и дисперсной фазы. К ним отнесены: коррозионно-защитные характеристики, износостойкость, микротвердость, жаростойкость, жаропрочность, структурные характеристики, пористость и адгезия (рис. 2).

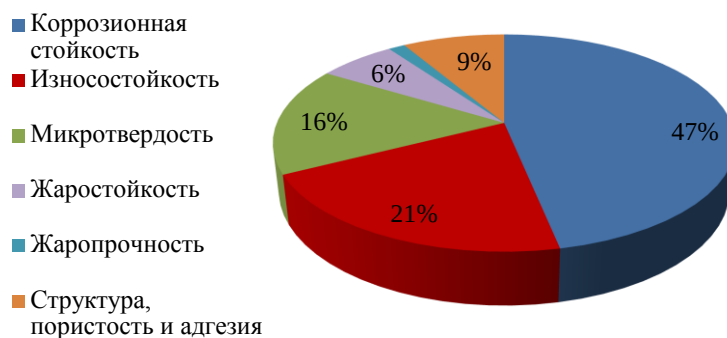


Рис. 2. Данные о распределении публикаций в научных журналах за период 2000–2018 гг. в зависимости от исследуемых свойств композиционных электрохимических покрытий

Анализ представленных в научно-технической литературе сведений показал перспективность исследований в области электрохимического осаждения КЭП, а также выявил отсутствующие сведения по исследованиям свойств получаемых гальванических покрытий (жаростойкость, жаропрочность, адгезия и др.) и их влиянию на свойства основного материала.

Никелевые композиционные электрохимические покрытия

Никелевые композиционные покрытия, полученные методом электроосаждения и содержащие армирующие элементы в виде керамических частиц, таких как SiC , Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , Si_3N_4 , нитриды TiN , AlN , карбиды TiC и т. д., являются одними из наиболее распространенных гальванических покрытий.

Эти покрытия можно использовать отдельно или в сочетании с разными керамическими частицами для формирования многослойных, а также композитных покрытий с несколькими армирующими элементами (например, $\text{Ni-SiC-Al}_2\text{O}_3$, Ni-Cr-SiC , Ni-Zn-TiO_2 и т. д.), которые обладают огромным потенциалом для создания покрытий с желаемыми свойствами, что является сложной задачей при использовании других методов их нанесения. Кроме того, использование многослойных покрытий на основе никеля улучшило общую структуру и обеспечило стабильность покрытий, которые при увеличении толщины разрушались из-за недостаточной адгезии и концентрации напряжений. Многослойные покрытия состоят из базового слоя с более высокой адгезией, чем у подложки, и последующих слоев, обладающих такими желательными свойствами, как повышенная износостойкость и коррозионная стойкость, твердость, химическая стабильность, теплопроводность, прочность и многими другими (по сравнению с однослойными покрытиями той же толщины).

Кроме того, возможность формирования на поверхности нанопокровов методом электроосаждения – это передовая технология нанесения покрытий благодаря своей простоте и экономичности.

Так, в статьях [10–15] рассмотрены некоторые важные свойства и применение различных КЭП на основе никеля. На рис. 3 и 4 указаны данные по применению и распределению различных никелевых КЭП в промышленности с указанием дисперсной фазы.

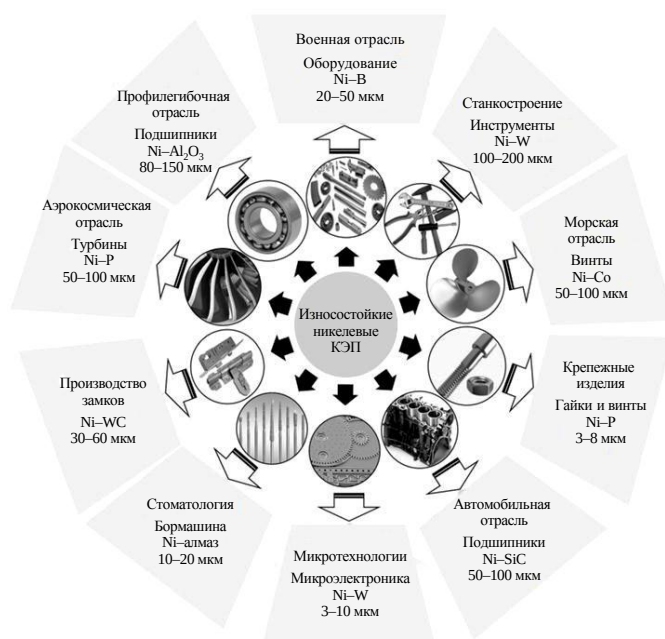


Рис. 3. Применение различных никелевых композиционных электрохимических покрытий (КЭП) в промышленности [16]



Рис. 4. Распределение различных никелевых композиционных электрохимических покрытий в промышленности [17]

Исследования показали, что армирование никелевой матрицы частицами Al_2O_3 , SiC, ZrO_2 , WC, TiO_2 , Ni-AlN, Ni-TiN для получения композитных никелевых покрытий может значительно улучшить их функциональные свойства. Кроме того, для придания противоизносных и антикоррозионных свойств используются материалы с многослойным армированием в виде Ni-SiC- Al_2O_3 , Ni-Cr-SiC, Ni-Zn- TiO_2 , Ni-TiC-TiN.

Никелевые композитные покрытия обладают огромным потенциалом для придания изделиям различных эксплуатационных свойств. Кроме того, никелевые КЭП сравнительно просты и экономичны в использовании, позволяют подбирать комбинации различных материалов в качестве упрочняющих элементов для покрытий, а с развитием технологий использование наноматериалов в качестве покрытий только увеличило этот потенциал. Проводятся многочисленные исследования по оптимизации покрытий на основе никеля, что открывает множество новых областей их применения. Одно из таких исследований – повышение прочности сцепления покрытия с поверхностью путем предварительной и последующей обработки поверхности, в том числе предварительной подготовки поверхности с помощью механического истирания и улучшения микроструктуры за счет предварительной и последующей криогенной обработки подложки.

Несмотря на определенные ограничения никелевых КЭП (от контроля входных переменных до недостаточной адгезии по сравнению с другими методами нанесения покрытий), исследования в области разработки композитных покрытий на основе никеля с высокими износостойкостью и коррозионной стойкостью, а также с адгезионными свойствами, твердостью и термостойкостью, сравнимыми с другими популярными методами нанесения покрытий (такими как PVD, CVD и т. д.), имеют огромную ценность [16, 17].

Однако для улучшения жаростойкости и жаропрочности покрытий перспективно осаждение КЭП на основе никель-кобальта, так как кобальт обладает превосходной износо- и термостойкостью и широко используется в различных областях промышленности в качестве компонента жаропрочных сплавов [18].

Так, в области некремниевой микроэлектроники никель (благодаря разработанному методу получения и превосходным механическим свойствам) – один из широко используемых конструкционных материалов для типичных технологических систем, таких как литография и гальванопластика. Однако в связи с быстрым развитием данной области материалы из чистого никеля больше не могут удовлетворять современным требованиям.

В качестве альтернативы, никель-кобальтовые композиционные материалы обладают превосходными механическими свойствами, термо- и коррозионной стойкостью, а также хорошей адаптируемостью к технологии обработки, поскольку кобальт имеет уникальные преимущества в качестве упрочняющей фазы, включая отличную износо- и термостойкость, коррозионную стойкость и высокую твердость [19].

Никель-кобальтовые композиционные электрохимические покрытия

На рис. 5. приведены основные области применения никель-кобальтовых КЭП.

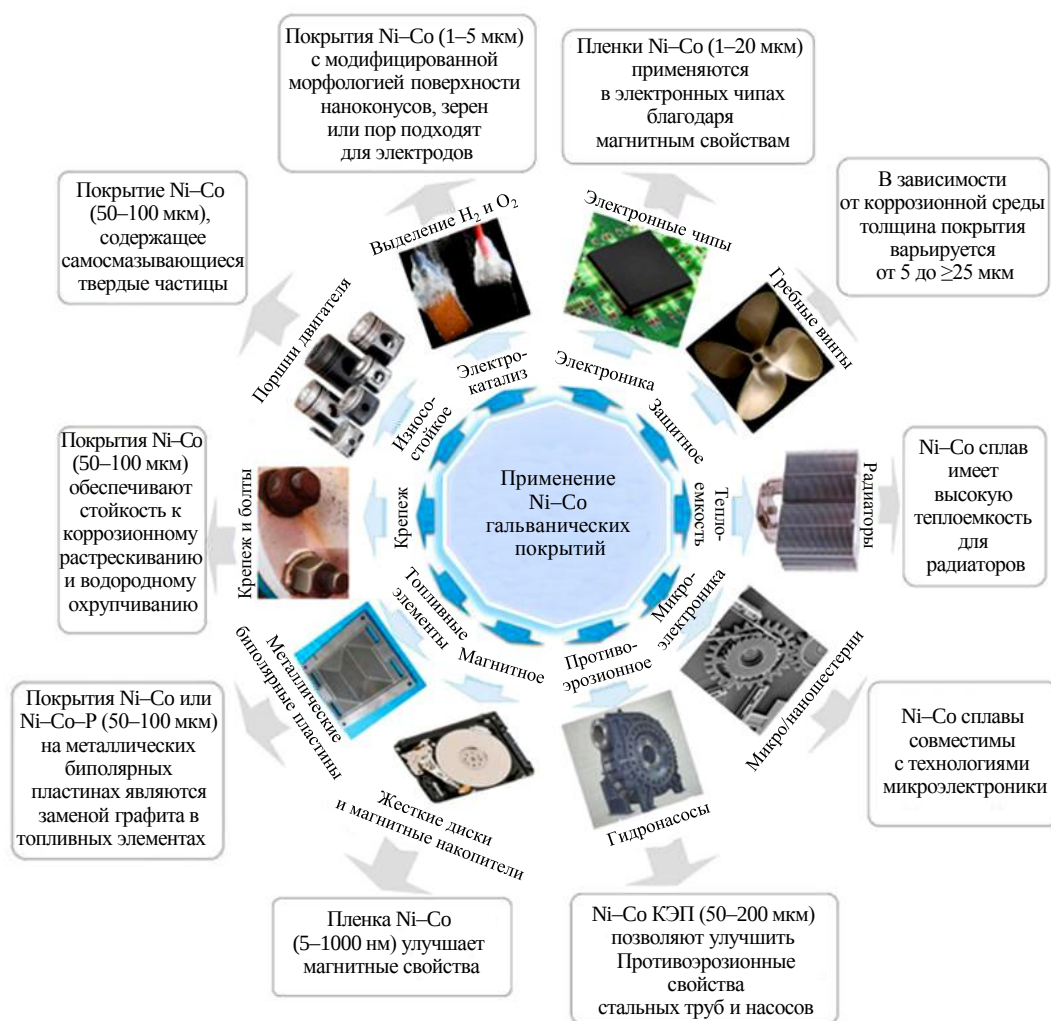


Рис. 5. Применение никель-кобальтовых композиционных электрохимических покрытий (КЭП) [20]

С развитием технологий никель-кобальтовые сплавы могут не в полной мере соответствовать определенным требованиям, предъявляемым к их применению, по таким свойствам, как твердость, износостойкость, коррозионная стойкость и т. д. Введение в никель-кобальтовые сплавы дисперсных фаз (таких как углеродные нанотрубки, керамические частицы, металлические наночастицы и т. д.) может придать таким композиционным покрытиям характеристики, отличающиеся от характеристик гальванических сплавов [19].

Так, рядом ученых рассмотрено влияние различных дисперсных фаз, а также параметров электроосаждения на функциональные свойства никель-кобальтовых КЭП [21–28]. В статьях для полученных покрытий представлены данные по коррозионной стойкости, износостойкости, коэффициенту трения и микротвердости. Помимо влияния размера дисперсных фаз на КЭП, различного содержания никеля и кобальта в составе покрытия, отмечается положительное влияние реверсивного режима электроосаждения на морфологию и распределение дисперсных фаз в покрытии.

В настоящее время получение никель-кобальтовых композитов методом электроосаждения в основном ограничивается экспериментами в лабораторных условиях, а масштабирование для промышленного массового производства остается серьезным препятствием из-за ряда трудностей – например, возникновение остаточных напряжений в покрытии, которое приводит к его разрушению, а также неравномерность распределения дисперсных фаз в металлической матрице в объеме КЭП. Для решения этих проблем необходимо провести дальнейшие исследования в области управления остаточными напряжениями и предотвращения агломерации частиц, особенно для некремниевой микроэлектроники.

Преодоление этих препятствий приведет к более широкому использованию композитного электроосаждения в промышленности, что позволит повысить эксплуатационные характеристики материалов для различных задач [19].

Исследования ВИАМ в области композиционных электрохимических покрытий и покрытий сплавами

В статье [29] показано, что работы по исследованию КЭП на основе Cr, Ni, Zn и сплавов систем Ni–Co [30], Ni–Cu, Zn–Ni и Zn–Co с добавлением дисперсных фаз на основе оксидов и карбидов, проводимые еще с 1992 г., позволили значительно улучшить эксплуатационные характеристики (микротвердость и коррозионную стойкость) гальванических покрытий. Однако в исследованиях покрытий заметно отсутствие данных по жаростойкости, адгезии и т. д.

В статье [31] также указаны основные направления развития материалов до 2030 г., в том числе композиционных материалов с комплексными защитными свойствами. Так, в статьях [32, 33] представлены данные о разработке и исследовании КЭП на основе никеля с добавлением карбидов кремния и вольфрама. Это объясняет постоянный интерес к развитию и исследованию композиционных материалов, в том числе и КЭП.

В статье [6] исследованы микротвердость, термостойкость и жаростойкость стандартного хромового покрытия и покрытия, легированного молибденом, при различных температурах. Данные исследования показывают критическое уменьшение (на 70 %) микротвердости хромового нелегированного молибденом покрытия в процессе нагрева до температуры 650 °С. Микротвердость покрытия, легированного молибденом, снижается на 30 %. Однако при проведении исследований на жаростойкость все образцы показывают относительно низкий привес окислы. Таким образом, допустимая температура при легировании молибденом повышается с 400 до 650 °С.

В статье [34] установлено, что введение нанопорошка Al_2O_3 в электролит никелирования не оказывает значительного влияния на рассеивающую способность, однако уменьшает выход по току по сравнению с электролитом без дисперсной фазы. Введение нанопорошка Al_2O_3 в электролит никелирования позволяет повысить рабочую плотность тока и улучшить однородность покрытия путем уменьшения размера зерен никелевого покрытия.

Так, в статье [35] указано, что повышение свойств гальванических покрытий может быть достигнуто за счет корректировки технологии нанесения покрытий, их модифицирования частицами. Однако информации по свойствам (твердость, адгезия и др.) получаемых гальванических покрытий и их влиянию на свойства основного материала в научно-технической литературе недостаточно. Таким образом, дальнейшие исследования в данном направлении целесообразно направить на подбор оптимального состава, разработку технологии нанесения высокотемпературных гальванических покрытий и оценку полного перечня их свойств.

Заключения

Ранее исследования гальванических покрытий часто преследовали цель – улучшить коррозионную стойкость, износостойкость и механические свойства материалов, но не получили широкого применения для защиты деталей, работающих при высоких температурах, что связано с ограничением рабочей температуры данных покрытий.

Анализ научно-технических зарубежных и российских литературных источников показал, что >60 % исследований посвящено получению КЭП на основе никеля и его сплавов, что показывает применимость и перспективность данного направления исследований.

При этом улучшение эксплуатационных свойств гальванических покрытий может быть достигнуто путем корректировки технологии нанесения покрытий, а также создания КЭП. Следует отметить, что информации по свойствам (структура, адгезия, жаростойкость и др.) получаемых гальванических покрытий, включая КЭП, и их влиянию на свойства основного материала в научно-технической литературе все еще недостаточно и требуются дальнейшие исследования.

Список источников

1. Емец Н.Е., Белова И.В., Михалко Л.В., Маркова С.А. Технология материалов и покрытий: в 2 ч: учеб. пособие. Комсомольск-на-Амуре: Изд-во КнАГТУ, 2013. Ч. 2. 111 с.
2. Лобанов М.Л., Кардолина Н.И., Россина Н.Г., Юровских А.С. Защитные покрытия. учеб. пособие. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2014. 200 с.
3. Giurlani W., Zangari G., Gambinossi F. Electroplating for Decorative Applications: Recent Trends in Research and Development // *Coatings*. 2018. No. 8. P. 260.
4. ГОСТ 9.303–84. Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Общие требования к выбору. М.: Стандартинформ, 2008. 34 с.
5. ОСТ 90171–83. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Выбор видов и толщин. М.: Опытнo-полиграфическое предприятие ЦНИИТЭИлегпрома, 1983. 95 с.
6. Салахова Р.К., Тихообразов А.Б. Термостойкость электролитических хромовых покрытий // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 2 (55). С. 60–67. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-60-67.
7. Okonkwo B.O., Jeong C., Jang C. Advances on Cr and Ni Electrodeposition for Industrial Applications – A Review // *Coatings*. 2022. No. 12. P. 1555.
8. Walsh F.C., Wang S., Zhou N. The electrodeposition of composite coatings: Diversity, applications and challenges // *Current Opinion in Electrochemistry*. 2020. No. 20. P. 8–19.
9. Винокуров Е.Г., Марголин Л.Н., Фарафонов В.В. Электроосаждение композиционных покрытий // *Химия и химическая технология*. 2020. Т. 63. С. 4–38.
10. Saini A., Singh G., Mehta S. et al. A review on mechanical behaviour of electrodeposited Ni-composite coatings // *International Journal on Interactive Design and Manufacturing*. 2023. No. 17. P. 2247–2258.
11. Zellele D.M., Yar-Mukhamedova G.S., Rutkowska-Gorczyca M. A Review on Properties of Electrodeposited Nickel Composite Coatings: Ni–Al₂O₃, Ni–SiC, Ni–ZrO₂, Ni–TiO₂ and Ni–WC // *Materials*. 2024. No. 17. P. 5715.
12. Petukhova P.M., Bushueva E.G., Novgorodtseva O.N., Kizimov V.D. Electrodeposition of Ni–WC composite coatings: formation, structure and properties // *Chimica Techno Acta*. 2024. Vol. 11 (4). P. 1–7. DOI: 10.15826/chimtech.2024.11.4.08.
13. Жачкин С.Ю., Трифонов Г.И., Сидоркин О.А., Пустоветов А.В. Износостойкость никелевых композиционных покрытий с микронными и субмикронными частицами SiC // *Инженерные технологии и системы*. 2024. Т. 34. № 4. С. 629–647.
14. Parida G., Chaira D., Basu A. Ni–ZrO₂ Composite Coating by Electro-Co-Deposition // *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2013. No. 66 (1). P. 5–11.
15. Bhogal S.S., Kumar V., Dhami S.S., Pabla B.S. Preparation and properties of electrodeposited Ni–TiO₂ composite coating // *Journal of Electrochemical Science and Engineering*. 2015. No. 5 (1). P. 37–45.

16. Mahidashti Z., Aliofkhazraei M., Lotfi N. Review of Nickel-Based Electrodeposited Tribo-Coatings // The Indian Institute of Metals – IIM. 2017. No. 71 (2). P. 123–162.
17. Hamidouche M. Mechanical and tribological characterization of electrolytically elaborated (Ni and Ni–Co) deposits: Thesis for PhD. Sétif, 2021. P. 149.
18. Мазалов П.Б., Сухов Д.И., Сульянова Е.А., Мазалов И.С. Жаропрочные сплавы на основе кобальта // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 3 (64). С. 3–10. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 18.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-3-10.
19. Lai L., Qian F., Bi Y. et al. Advancements in the Preparation and Application of Ni–Co System (Alloys, Composites, and Coatings): A Review // Nanomaterials. 2025. No. 15. P. 312.
20. Karimzadeh A., Aliofkhazraei M., Walsh F.C. A review of electrodeposited Ni–Co alloy and composite coatings: Microstructure, properties and applications // Surface & Coatings Technology. 2019. No. 372. P. 463–498.
21. Wang G.F., Jiang S.S., Lu Z., Zhang K.F. Preparation and tensile properties of Al₂O₃/Ni–Co nanocomposites // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2011. No. 21. P. 374–379.
22. Tian Y., Chengzhang P., Wei X. Ni–Co–Cr alloy co-deposition process // Journal of Hunan University Science and Technology (Natural Sciences Edition). 2015. No. 30. P. 36–40.
23. Li B., Zhang W., Li D. Synthesis and properties of a novel Ni–Co and Ni–Co/ZrO₂ composite coating by DC electrodeposition // Journal of Alloys and Compounds. 2019. No. 821. P. 153258.
24. Zhang Z.Q., Jiang C.H., Ma N.H. Electrodeposition and mechanical property of Ni–Co–ZrC coatings // Materials Research Innovations. 2015. Vol. 19. No. 2. P. 133–139.
25. Torabinejad V., Aliofkhazraei M., Rouhaghdam A.S., Allahyarzadeh M.H. Tribological properties of Ni–Fe–Co multilayer coatings fabricated by pulse electrodeposition // Tribology International. 2017. No. 106. P. 34–40.
26. Kumaraguru S., Gnanamuthu R.M. An efficient corrosion protection activity of electrodeposited Ni/Ni–Co–Mn oxide composite for surface modification of steel // Materials Letters. 2021. No. 295. P. 129804.
27. Ghazanlou S.I., Farhood A.H.S., Hosouli S. et al. Pulse and direct electrodeposition of Ni–Co/micro and nanosized SiO₂ particles // Materials and Manufacturing Processes. 2018. No. 33. P. 1067–1079.
28. Xu W., Xu T., Wang X.L. et al. Effect of Diamond Particle Size on the Microstructure and Wear Resistance of Ni–Co // Diamond Composite Coating. Equipment Manufacturing Technology. 2015. No. 6. P. 9–11.
29. Ильин В.А. Нанотехнологии нанесения кластерных гальванических покрытий // Авиационные материалы и технологии. 2009. № 2. С. 3–7.
30. Электролит никелирования: пат. 2293803С1 Рос. Федерация; заявл. 01.08.05; опубл. 20.02.07.
31. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года // Авиационные материалы и технологии. 2012. № 5. С. 7–17.
32. Киреев С.Ю., Киреева С.Н., Козлов Г.В., Кирилина Ю.Н., Янгуразова А.З. Разработка технологии формирования композиционных гальванических покрытий Ni–WC как альтернативы покрытиям Co–WC для изделий авиационной и космической техники // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 3 (80). С. 121–134. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 18.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-121-134.
33. Квятковская А.С., Сабурова Ю.Б., Белоногов В.А., Еникеев Р.Д., Ганеев А.В., Астанин В.В., Карабаев С.О. Исследование Ni–SiC покрытий и способов их нанесения на алюминиевые сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 4 (77). С. 128–139. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 18.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-128-139.
34. Нагаев В.В. Исследование электролитов никелирования, содержащих нанопорошки // Авиационные материалы и технологии. 2009. № 1. С. 18–20.
35. Хмелева К.М., Козлов И.А., Никитин Я.Ю., Никифоров А.А. Современные тенденции защитных гальванических покрытий, работающих при повышенных температурах (обзор) // Труды ВИАМ. 2020. № 12 (94). С. 75–86. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-12-75-86.

References

1. Yemets N.E., Belova I.V., Mikhalko L.V., Markova S.A. *Technology of Materials and Coatings*: in 2 parts: a textbook. Komsomolsk-on-Amur: KnAGTU Publ. House, 2013, part 2, 111 p.
2. Lobanov M.L., Kardonina N.I., Rossina N.G., Yurovskikh A.S. *Protective Coatings*. a textbook. Ekaterinburg: Ural Univ. Publ. House, 2014, 200 p.
3. Giurlani W., Zangari G., Gambinossi F. Electroplating for Decorative Applications: Recent Trends in Research and Development. *Coatings*, 2018, no. 8, p. 260.
4. State Standard 9.303–84. *Unified System of Protection against Corrosion and Aging. Metallic and Non-Metallic Inorganic Coatings. General Selection Requirements*. Moscow: Standartinform, 2008, 34 p.
5. Industry standard 90171–83. *Metallic and Non-Metallic Inorganic Coatings. Selection of Types and Thicknesses*. Moscow: Experimental Printing Enterprise TsNIITEllegprom, 1983, 95 p.
6. Salakhova R.K., Tikhobrazov A.B. Thermal resistance of electrolytic chromium coatings. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 2 (55), pp. 60–67. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-60-67.
7. Okonkwo B.O., Jeong C., Jang C. Advances on Cr and Ni Electrodeposition for Industrial Applications – A Review. *Coatings*, 2022, no. 12, p. 1555.
8. Walsh F.C., Wang S., Zhou N. The electrodeposition of composite coatings: Diversity, applications and challenges. *Current Opinion in Electrochemistry*, 2020, no. 20, pp. 8–19.
9. Vinokurov E.G., Margolin L.N., Farafonov V.V. Electrodeposition of composite coatings. *Khimiya i khimicheskaya tekhnologiya*, 2020, vol. 63, pp. 4–38.
10. Saini A., Singh G., Mehta S. et al. A review on mechanical behaviour of electrodeposited Ni-composite coatings. *International Journal on Interactive Design and Manufacturing*, 2023, no. 17, pp. 2247–2258.
11. Zellele D.M., Yar-Mukhamedova G.S., Rutkowska-Gorczyca M. A Review on Properties of Electrodeposited Nickel Composite Coatings: Ni–Al₂O₃, Ni–SiC, Ni–ZrO₂, Ni–TiO₂ and Ni–WC. *Materials*, 2024, no. 17, p. 5715.
12. Petukhova P.M., Bushueva E.G., Novgorodtseva O.N., Kizimov V.D. Electrodeposition of Ni–WC composite coatings: formation, structure and properties. *Chimica Techno Acta*, 2024, vol. 11 (4), pp. 1–7. DOI: 10.15826/chimtech.2024.11.4.08.
13. Zhachkin S.Yu., Trifonov G.I., Sidorkin O.A., Pustovetov A.V. Wear resistance of nickel composite coatings with micron and submicron SiC particles. *Inzhenernye tekhnologii i sistemy*, 2024, vol. 34, no. 4, pp. 629–647.
14. Parida G., Chaira D., Basu A. Ni–ZrO₂ Composite Coating by Electro-Co-Deposition. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2013, no. 66 (1), pp. 5–11.
15. Bhogal S.S., Kumar V., Dhami S.S., Pabla B.S. Preparation and properties of electrodeposited Ni–TiO₂ composite coating. *Journal of Electrochemical Science and Engineering*, 2015, no. 5 (1), pp. 37–45.
16. Mahidashti Z., Aliofkhazraei M., Lotfi N. Review of Nickel-Based Electrodeposited Tribo-Coatings. *The Indian Institute of Metals – IIM*, 2017, no. 71 (2), pp. 123–162.
17. Hamidouche M., Walsh F.C. *Mechanical and tribological characterization of electrolytically elaborated (Ni and Ni–Co) deposits*: Thesis for PhD. Sétif, 2021, p. 149.
18. Mazalov P.B., Suhov D.I., Sulyanova E.A., Mazalov I.S. Heat-resistant cobalt-based alloys. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 3 (64), pp. 3–10. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-3-3-10.
19. Lai L., Qian F., Bi Y. et al. Advancements in the Preparation and Application of Ni–Co System (Alloys, Composites, and Coatings): A Review. *Nanomaterials*, 2025, no. 15, p. 312.
20. Karimzadeh A., Aliofkhazraei M., Walsh F.C. A review of electrodeposited Ni–Co alloy and composite coatings: Microstructure, properties and applications. *Surface & Coatings Technology*, 2019, no. 372, pp. 463–498.
21. Wang G.F., Jiang S.S., Lu Z., Zhang K.F. Preparation and tensile properties of Al₂O₃/Ni–Co nanocomposites. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2011, no. 21, pp. 374–379.

22. Tian Y., Chengzhang P., Wei X. Ni–Co–Cr alloy co-deposition process. *Journal of Hunan University Science and Technology (Natural Sciences Edition)*, 2015, no. 30, pp. 36–40.
23. Li B., Zhang W., Li D. Synthesis and properties of a novel Ni–Co and Ni–Co/ZrO₂ composite coating by DC electrodeposition. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, no. 821, p. 153258.
24. Zhang Z.Q., Jiang C.H., Ma N.H. Electrodeposition and mechanical property of Ni–Co–ZrC coatings. *Materials Research Innovations*, 2015, vol. 19, no. 2, pp. 133–139.
25. Torabinejad V., Aliofkhaezai M., Rouhaghdam A.S., Allahyarzadeh M.H. Tribological properties of Ni–Fe–Co multilayer coatings fabricated by pulse electrodeposition. *Tribology International*, 2017, no. 106, pp. 34–40.
26. Kumaraguru S., Gnanamuthu R.M. An efficient corrosion protection activity of electrodeposited Ni/Ni–Co–Mn oxide composite for surface modification of steel. *Materials Letters*, 2021, no. 295, p. 129804.
27. Ghazanlou S.I., Farhood A.H.S., Hosouli S. et al. Pulse and direct electrodeposition of Ni–Co/micro and nanosized SiO₂ particles. *Materials and Manufacturing Processes*, 2018, no. 33, pp. 1067–1079.
28. Xu W., Xu T., Wang X.L. et al. Effect of Diamond Particle Size on the Microstructure and Wear Resistance of Ni–Co. *Diamond Composite Coating. Equipment Manufacturing Technology*, 2015, no. 6, pp. 9–11.
29. Ilyin V.A. Nanotechnology for applying cluster galvanic coatings. *Aviatsionnye materialy i tehnologii*, 2009, no. 2, pp. 3–7.
30. *Nickel plating electrolyte*: pat. 2293803C1 Rus. Federation; appl. 01.08.05; publ. 20.02.07.
31. Kablov E.N. The strategic directions of development of materials and technologies of their processing for the period to 2030. *Aviatsionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. S, pp. 7–17.
32. Kireev S.Yu., Kireeva S.N., Kozlov G.V., Kirilina Yu.N., Yangurazova A.Z. Development of the technology for electroplating composite Ni–WC coatings as an alternative to Co–WC coatings for aerospace components. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 3 (80), pp. 121–134. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-121-134.
33. Kvyatkovskaya A.S., Saburova Yu.B., Belonogov V.A. et al. The investigation of electrodeposited Ni–SiC coatings and the methods of its application on aluminum alloys. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 4 (77), pp. 128–139. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-128-139.
34. Nagaev V.V. Study of nickel plating electrolytes containing nanopowders. *Aviatsionnye materialy i tehnologii*, 2009, no. 1, pp. 18–20.
35. Khmeleva K.M., Kozlov I.A., Nikitin Ya.Yu., Nikiforov A.A. Modern trends of protective galvanic coatings working at high temperatures (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 12 (94), pp. 75–86. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 17, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-12-75-86.

Информация об авторах

Васильев Алексей Сергеевич, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Вдовин Александр Ильич, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Закирова Лилия Ильдусовна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Кольцова Марина Александровна, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Alexey S. Vasiliev, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Aleksander I. Vdovin, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Liliya I. Zakirova, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Marina A. Koltsova, Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 21.10.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 07.11.2025.
 The article was submitted 21.10.2025; approved and accepted for publication after reviewing 07.11.2025.

Научная статья

УДК 621.891

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-133-145

ЗАКОНОМЕРНОСТИ СУХОГО ТРЕНИЯ Si_3N_4 С МАТЕРИАЛАМИ РАЗНОГО ТИПА

Н.В. Севостьянов¹, Е.С. Пастух¹, Н.Е. Щеголева¹, Д.И. Вершинин¹, В.В. Викулин¹

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

Аннотация. Представлены закономерности трения нитрида кремния от нагрузки и скорости скольжения в паре с материалами разного типа. В качестве контртел выбраны материалы различных классов, наиболее часто используемые в механизмах узлов трения. В процессе трения различных материалов с нитридом кремния активное участие принимают оксидные пленки, поверхностная активность, энергия активации межплоскостного сдвига плоскостей. Наименьший коэффициент трения с нитридом кремния показали полимерные и самосмазывающиеся материалы.

Ключевые слова: коэффициент трения, износ, керамический материал, нитрид кремния, трибология, антифрикционный материал, страгивание

Для цитирования: Севостьянов Н.В., Пастух Е.С., Щеголева Н.Е., Вершинин Д.И., Викулин В.В. Закономерности сухого трения Si_3N_4 с материалами разного типа // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 133–145. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-133-145.

Scientific article

PATTERNS OF DRY FRICTION OF Si_3N_4 WITH DIFFERENT TYPES OF MATERIALS

N.V. Sevostyanov¹, E.S. Pastukh¹, N.E. Shchegoleva¹, D.I. Vershinin¹, V.V. Vikulin¹

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

Abstract. The article presents the patterns of friction of silicon nitride from load and sliding speed paired with materials of different types. Materials of various classes, which are most often used in the mechanisms of friction units, are selected as counterbells. In the process of friction of various materials with silicon nitride, oxide films, surface activity, and activation energy of the interplane shear of planes are actively involved. Polymer and self-lubricating materials showed the lowest coefficient of friction with silicon nitride.

Keywords: coefficient of friction, wear, ceramic material, silicon nitride, tribology, antifriction material, straining

For citation: Sevostyanov N.V., Pastukh E.S., Shchegoleva N.E., Vershinin D.I., Vikulin V.V. Patterns of dry friction of Si_3N_4 with different types of materials. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 133–145. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-133-145.

Введение

Подшипники разного типа применяются в авиастроении, машиностроении, космической и других отраслях промышленности. Наиболее распространенными видами подшипников являются шариковые, роликовые конические, упорные шариковые и т. д. [1, 2]. Материалами для подшипников зачастую служат металлические сплавы и композиционные составы на основе металлов. Однако такие материалы не всегда отвечают требованиям по жаростойкости, износостойкости и коррозионной стойкости в ответственных узлах конструкций, применяемых в авиастроении и других смежных отраслях, упомянутых ранее. В таком случае на первый план выходят керамические композиционные материалы [3–6].

Химическая инертность керамических материалов определяет небольшой адгезивный износ в сопрягаемых деталях опорных элементов. Это свойство керамических материалов обеспечивает возможность эксплуатации тел качения подшипников в условиях слабой смазки или даже без применения смазочных материалов. Поэтому подшипники с керамическими телами качения проявляют превосходные эксплуатационные ходовые качества в аварийных режимах и не приводят к внезапным отказам [7]. Среди композиционных керамических материалов выделяют составы на основе нитрида кремния.

В работе [1] установлено: прочность образцов из керамики на основе нитрида кремния при статическом изгибе при температуре 20 °С составляет 629–644 МПа и значительно превышает значения прочности шариков из стали [8]. Нитрид кремния характеризуется низкой плотностью, высокими твердостью и износостойкостью, а также устойчив ко многим химически агрессивным средам и к окислению на воздухе. Твердость и модуль упругости нитрида кремния более чем в 1,5 раза больше, чем аналогичные характеристики стали [1]. Возрастание твердости материалов подшипника увеличивает его ресурс при работе в условиях повышенного загрязнения. Такой комплекс свойств позволяет применять нитрид кремния не только в ответственных деталях, работающих при высоких нагрузках [9], но и в атомной энергетике.

Следует отметить, что подобные составы с нитридом кремния чаще всего получают методом спекания в контролируемой среде с использованием оксидных активаторов. Действие активаторов заключается в наиболее оптимальной схеме уплотнения нитрида кремния, что предопределяет прочностные свойства композиционной керамики [10]. Спеченные материалы при технологическом процессе всегда содержат микропоры, которые снижают прочностные свойства изделий, но положительно влияют на триботехнические характеристики [11].

Нитрид кремния (Si_3N_4) – полиморфное соединение, которое существует в четырех аллотропных модификациях и в природе не встречается [12, 13]. Высокопрочный нитрид кремния – керамический материал с ковалентными связями и тетрагональной кристаллической структурой, который может применяться в сильно нагруженных изделиях – например, в работающих при высоких температурах подшипниках качения и в горячих узлах двигателей. Микроструктура керамических материалов (рис. 1) напоминает микроструктуру металлов, но при этом зерна представляют собой кристаллиты с иным принципом образования границ, чем у металлов, из-за присущей им валентности [14].

В данной работе исследованы триботехнические характеристики нитрида кремния (коэффициент трения и износ), полученного горячим спеканием. Испытания проводили с различными контртелами, имитирующими пары трения тех материалов, которые наиболее часто применяются при изготовлении подшипников. Трение твердых тел – сложный процесс, включающий тепловые эффекты, макро- и микропластические

деформации, внутреннее и внешнее трение и другое. В последние годы трибология развивается на основе представлений об иерархической системе, в которой установлена общность событий, происходящих на нано-, мезо- и макромасштабных уровнях. К этому можно добавить, что последовательность событий при трении подчиняется принципам самоорганизации на всех масштабных уровнях [10]. Вследствие этого исследование триботехнических характеристик нитрида кремния и остальных подобных материалов перспективно для выявления закономерностей формирования тех или иных механизмов разрушения, а также для прогнозирования эксплуатационных свойств изделий, в том числе подшипников.

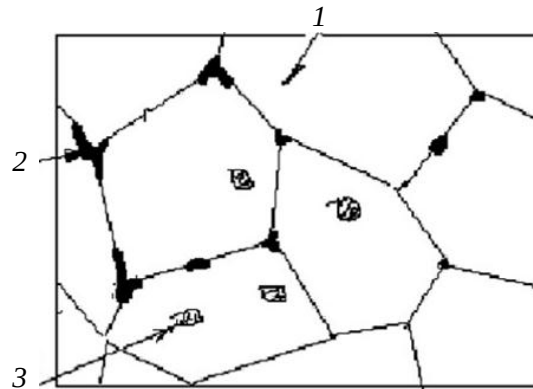


Рис. 1. Схематическое изображение микроструктуры керамического материала: 1 – зерно; 2 – микротрещины, образовавшиеся из пор в результате действия температурных и механических напряжений; 3 – частицы второй фазы

Ранее проведены исследования триботехнических характеристик нитрида кремния в воде, которые показали, что в процессе трения на нитриде кремния образуется аморфная гидратированная пленка и в паре с некоторыми металлами (медь, никель) коэффициент трения снижается [15]. Однако в условиях трения без смазки (т. е. с жесткой системой трения) нитрид кремния практически не исследован, несмотря на то, что другие виды керамики изучены тщательнее, – например, как в работе [16], в которой сделаны следующие выводы:

- при сухом трении керамические материалы в основном разрушаются, трескаются и ломаются, а затем возникает износ шлифовального зерна;
- в случае низких значений контактной нагрузки и скорости скольжения износ материала становится липким и отслаивающимся. Когда значения контактной нагрузки и скорости скольжения высокие, керамическая поверхность износа может расплавиться, а расплавленная часть керамики спадает во время трения и после охлаждения превращается в чешуйчатые обломки;
- неоксидная керамика может подвергаться фрикционному окислению и износу оксидного слоя [17, 18].

Помимо нитрида кремния, исследованы также триботехнические свойства других нитридов, применяющихся в качестве армированной фазы в металлических композиционных материалах, где они показали достаточно хороший уровень характеристик трения в качестве антифрикционных материалов [19, 20].

Цель данной работы – определение уровня возможных триботехнических характеристик нитрида кремния в паре трения с материалами разного типа для применения его в качестве компонента гибридных узлов трения перспективной техники.

Материалы и методы

Триботехнические испытания проводили на универсальной машине трения с линейным приводом. Нитрид кремния закрепляли на каретке, осуществляющей возвратно-поступательные движения, и задавали амплитуду цикла скольжения 15 мм. Каждое новое испытание проводили по новому пути подготовленной поверхности.

Нагрузку при испытаниях изменяли в диапазоне от 1 до 20 Н, а скорость скольжения для определения коэффициента страгивания варьировали от 0,001 до 0,005 м/с с шагом 0,001 м/с, для среднего коэффициента трения – от 0,01 до 0,02 м/с с шагом 0,005 м/с.

Образец для триботехнических испытаний изготовлен в виде плоскопараллельной призмы из нитрида кремния (Si_3N_4) методом порошковой технологии при помощи горячего прессования. Микроструктура горячепрессованного нитрида кремния приведена на рис. 2. Материал характеризуется высокой плотностью и однородностью структуры.

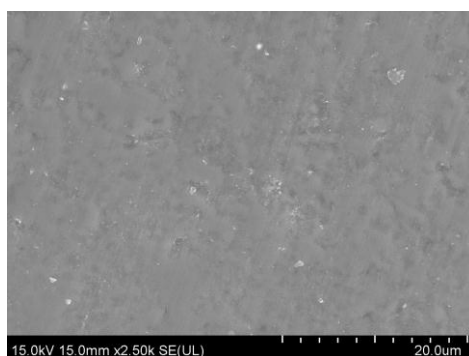


Рис. 2. Микроструктура образца Si_3N_4

Контртела представляли собой цилиндры диаметром 6,35 мм. Для исследований отобраны материалы различных классов: металлические сплавы, полимеры и самосмазывающиеся материалы. Из металлических сплавов выбраны: подшипниковая сталь 95Х18, сталь ШХ15, твердый сплав ВК8, бронзы БрАЖ9-4 и ВБ-23НЦ, чугун СЧ15. Из полимерных материалов основной интерес представляют политетрафторэтилен (ПТФЭ) марки Д-4 и полиамид марки ПА-6, применяемые в большинстве узлов трения. Основным самосмазывающимся материалом в узлах трения является графит, для испытаний использовали графит марки МПГ-7 и графитонаполненный полиамид марки ПА-6МГ.

Результаты и обсуждение

В данной работе исследованы закономерности трения нитрида кремния с различными типами материалов: металлические сплавы и стали (чугун СЧ15, стали ШХ15 и 95Х18), бронзы (БрАЖ9-4 и ВБ-23НЦ), твердый сплав ВК8; пластмассы (фторопласт ПТФЭ марки Д-4, нейлон марки ПА-6 и нейлон с графитом марки ПА-6МГ), графит марки МПГ-7. Испытания проведены в режиме скольжения на малых скоростях, при которых выявляется действие процессов страгивания (трение покоя).

В настоящее время из нитрида кремния изготавливают гибридные подшипники качения со стальными кольцами и керамическими шариками. Нитрид кремния также широко применяется в других узлах трения при сопряжении со сталями.

На рис. 3 приведены зависимости коэффициентов трения от нагрузки и скорости скольжения для нитрида кремния в паре с металлическими материалами.

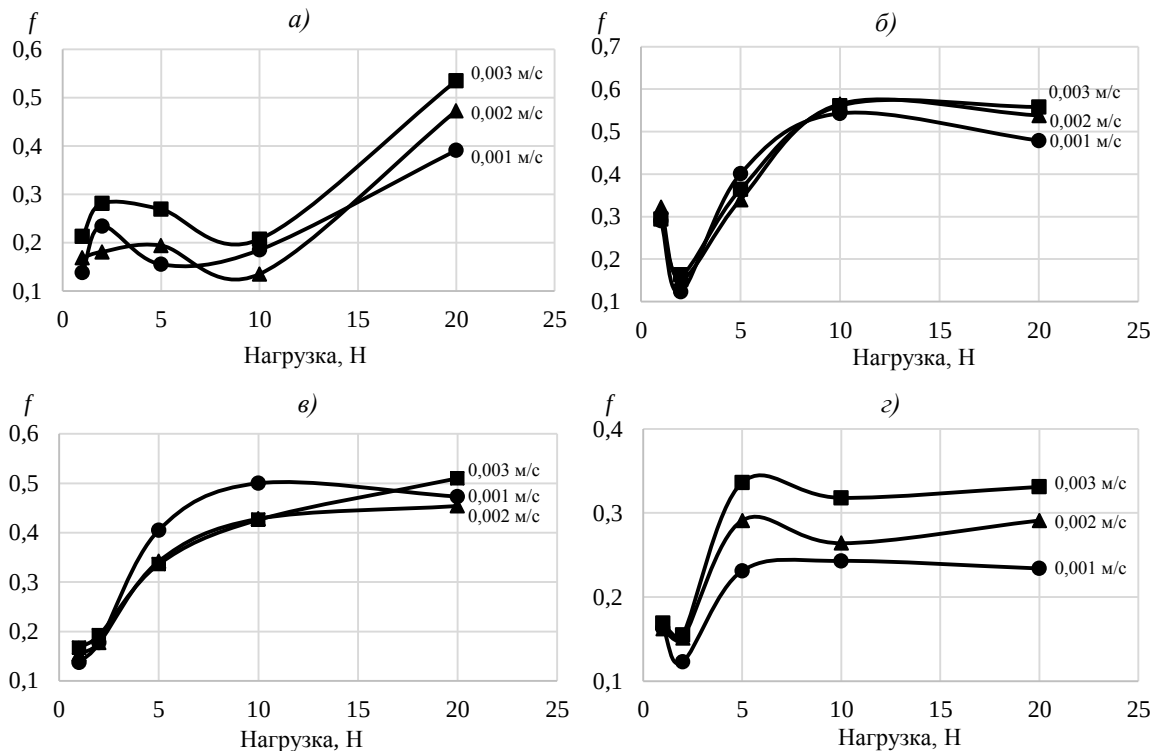


Рис. 3. Зависимости коэффициента трения f от нагрузки и скорости скольжения для нитрида кремния в паре с металлическими материалами: сталями 95X18 (а) и ШХ15 (б), чугуном СЧ15 (в) и твердым сплавом ВК8 (з)

Зависимости коэффициента трения от нагрузки для сталей 95X18 и ШХ15, являющихся однотипными материалами, имеют различный характер кривых (рис. 3, а, б). Так, сталь 95X18 имеет при малых нагрузках до 10 Н плато с низким коэффициентом трения, что связано, по-видимому, с плотной оксидной пленкой, образующейся на стали, и хорошей теплостойкостью стали – до 450 °С. Небольшое снижение коэффициента трения в диапазоне нагрузки от 5 до 10 Н связывается с разрушением оксидных пленок на стали в зоне трения и контактированием металла непосредственно с нитридом кремния. Как следует из графиков, коэффициент трения ювенильной поверхности стали по нитриду кремния имеет немного более низкие значения, в отличие от оксидов. Увеличение нагрузки >10 Н приводит к механическому повреждению оксидных слоев стали и локальному нагреву контактирующих участков со снижением механических свойств и, как результат, к резкому росту коэффициента трения.

Сталь ШХ15 имеет теплостойкость до 250 °С, что отражается на графиках зависимостей коэффициента трения от нагрузок. При низких нагрузках до 2 Н наблюдается смешанное трение оксидных пленок стали с нитридом кремния. При увеличении нагрузки окисные пленки разрушаются, что сопровождается снижением коэффициента трения, который достигает минимума при нагрузке 2 Н. Увеличение нагрузки на контактную поверхность трения >2 Н приводит к резкому росту коэффициента трения, что можно объяснить низкой теплостойкостью стали ШХ15. В отличие от стали 95X18 у стали ШХ15 уже при нагрузке 10 Н наблюдается стабилизация коэффициента трения.

Чугун марки СЧ15 имеет значительно более низкие механические характеристики по сравнению с подшипниковыми сталями. Как видно из графиков зависимостей коэффициента трения от нагрузки (рис. 3, в), оксидные пленки на чугуне практически не оказывают влияния на процессы трения. После нагружения >5 Н коэффициент трения

выходит на плато и незначительно изменяется с дальнейшим увеличением нагрузки. Скорость скольжения чугуна по нитриду кремния не оказывает заметного влияния на процесс трения.

Коэффициент трения твердого сплава с нитридом кремния характеризуется низкими значениями при небольших нагрузках (рис. 3, *з*). Однако при увеличении нагрузки до 5 Н коэффициент трения резко увеличивается и принимает стабильное значение для всего исследуемого диапазона скоростей скольжения и нагрузок. При низких нагрузках в процессах трения могут принимать активное участие поверхностные оксидные слои на твердом справе. С увеличением нагрузки на контактную поверхность трения, как только превышает механическая прочность оксида, изменяются условия трения. В этом случае нитрид кремния непосредственно взаимодействует с составными фазами твердого сплава – карбидами вольфрама и кобальта. Для твердого сплава отчетливо просматривается зависимость увеличения коэффициента трения с повышением скорости скольжения за исключением режимов с низкой нагрузкой, где трение реализуется с участием оксидных пленок на твердом сплаве.

На рис. 4 приведены графики зависимостей коэффициента трения нитрида кремния в паре с бронзами в зависимости от нагрузки на контактную поверхность трения и скорости скольжения. Рассмотрены бронзы БрАЖ9-4 и ВБ-23НЦ. Высокопрочная бронза БрАЖ9-4 применяется в тяжело нагруженных узлах трения, обладает высокими износо- и коррозионной стойкостью, устойчива к кавитации, хорошо обрабатывается, благодаря чему находит широкое применение в узлах трения для изготовления втулок и вкладышей подшипников скольжения, шестерен. Бронза ВБ-23НЦ также высокоэффективна в узлах трения и обладает отличной коррозионной стойкостью.

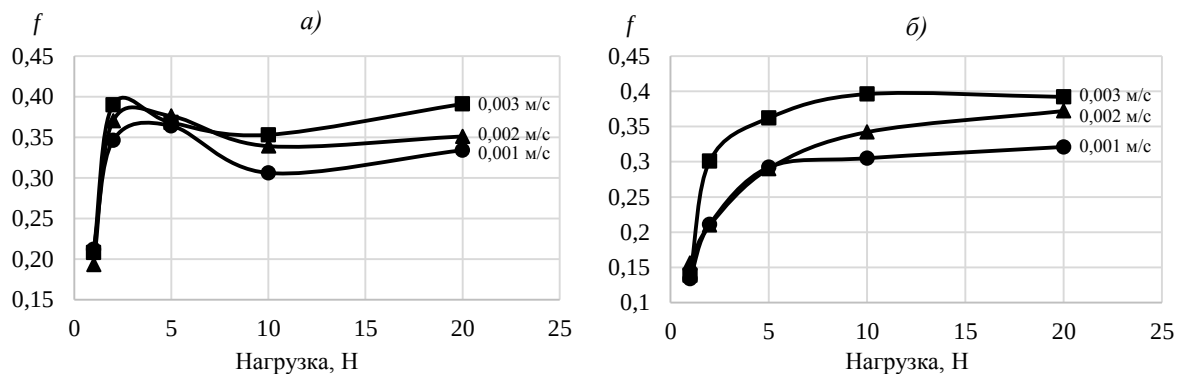


Рис. 4. Зависимости коэффициента трения f от нагрузки и скорости скольжения для нитрида кремния в паре с бронзовыми сплавами БрАЖ9-4 (*а*) и ВБ-23НЦ (*б*)

Бронза БрАЖ9-4 является высокопрочным твердым материалом (твердость 200 НВ), что обусловлено дисперсным упрочнением. График коэффициента трения бронзы БрАЖ9-4 с нитридом кремния имеет сложную зависимость от нагрузки на контактную поверхность трения как результат изменения состояния трущейся поверхности. При низких нагрузках трение происходит с участием оксидных слоев на поверхности металла и характеризуется низкими значениями коэффициента трения. С увеличением нагрузки до 2 Н на контактную поверхность трения в результате разрушения оксидов на поверхности бронзы наблюдается резкий рост коэффициента трения. Дальнейшее увеличение нагрузки до 20 Н практически не влияет на изменение коэффициента трения, что свидетельствует о протекании процесса по единому механизму.

Зависимость коэффициента трения бронзы ВБ-23НЦ от нагрузки на контактную поверхность трения, в отличие от аналогичной зависимости для бронзы БрАЖ9-4,

имеет плавный характер изменения (рис. 4, б). Бронза ВБ-23НЦ содержит в составе 20 % свинца, выполняющего функцию твердой смазки. Повышение нагрузки на контактную поверхность трения разрушает оксидные слои металла, что ведет к трению металлической поверхности по нитриду кремния с ростом коэффициента трения. Высокая концентрация свинца в составе бронзы позволяет избежать резкого роста коэффициента трения с увеличением нагрузки. При нагрузке на контактную поверхность трения >5 Н коэффициент трения стабилизируется [21]. Заметна ощутимая разница коэффициента трения от скорости скольжения при нагрузках >5 Н. Для бронзы ВБ-23НЦ с увеличением скорости скольжения наблюдается увеличение коэффициента трения.

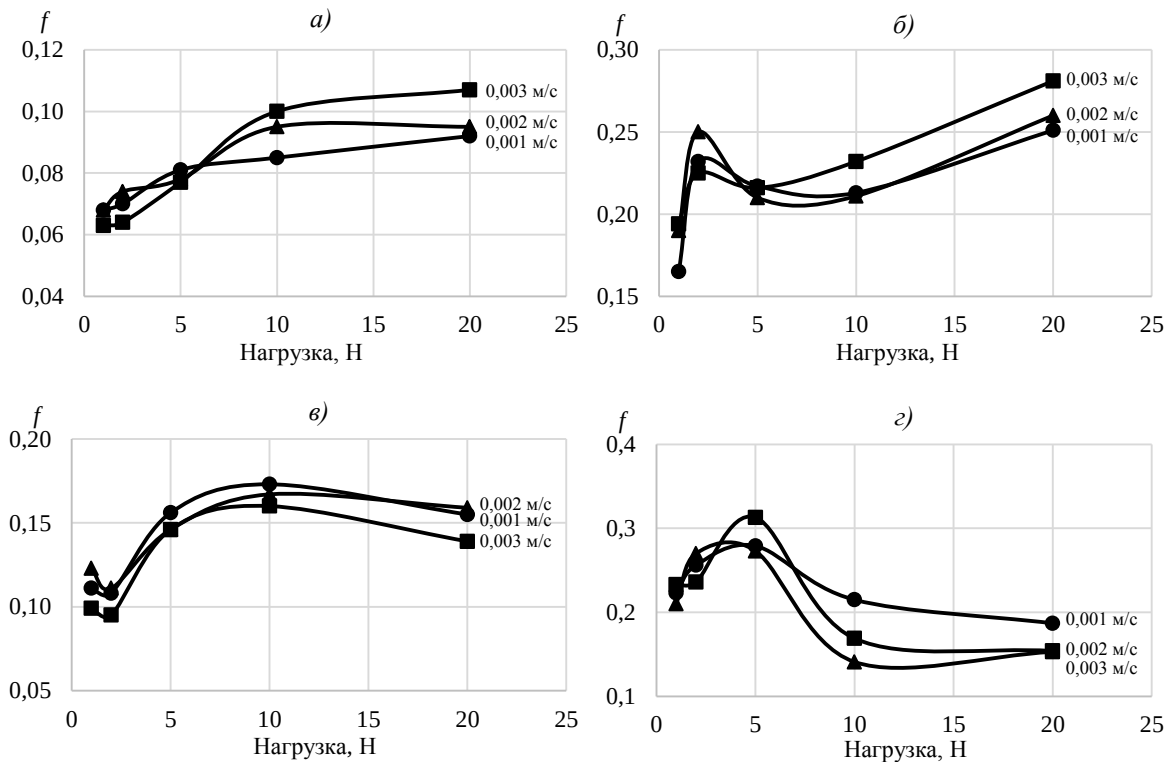


Рис. 5. Зависимости коэффициента трения f от нагрузки и скорости скольжения для нитрида кремния в паре с полимерными и самосмазывающимися материалами ПТФЭ (а), МПГ-7 (б), ПА-6 (в) и ПА-6МГ (г)

На рис. 5 представлены графики зависимостей коэффициента трения нитрида кремния с полимерными и самосмазывающимися материалами от нагрузки на контактную поверхность трения и скорости скольжения. Из всех опробованных в работе [22] пар трения наиболее низкий коэффициент трения наблюдается в паре трения с ПТФЭ. Установленные значения коэффициента трения 0,065–0,11 (рис. 5, а) в исследуемом диапазоне нагрузок и скоростей сравнимы с другими парами трения с ПТФЭ [23–26]. Близкие значения коэффициента трения для пар трения с ПТФЭ свидетельствуют о едином механизме взаимодействия трущихся поверхностей, что определяется в основном физико-механическими свойствами ПТФЭ.

Коэффициент трения для пары трения с ПТФЭ незначительно растет с увеличением нагрузки на контактную поверхность трения. Выше нагрузки 10 Н наблюдается замедление скорости роста коэффициента трения с образованием плато и стабилизацией значения $\sim 0,1$. Стабилизацию коэффициента трения можно объяснить достижением предела прочности ПТФЭ и протеканием процесса скольжения с частичным

механическим износом. Увеличение скорости скольжения незначительно влияет на коэффициент трения при нагрузках >10 Н, приводя к его росту, что тоже объясняется механическим пределом ПТФЭ.

На рис. 5, б приведены зависимости коэффициента трения графита МПГ-7 в паре с нитридом кремния от нагрузки на контактную поверхность трения при различных скоростях скольжения. Во всем исследуемом диапазоне скоростей скольжения при малых нагрузках на контактную поверхность трения (1–2 Н) наблюдается резкое увеличение коэффициента трения. Дальнейшее увеличение нагрузки с 2 до 5 Н сопровождается снижением значений коэффициента трения, а, начиная с нагрузки 5 Н, коэффициент трения монотонно возрастает.

Графит, являясь сухой смазкой, обладает низким коэффициентом трения благодаря легкому межплоскостному (базальному) скольжению графеновых слоев по плоскостям (0001). Однако для легкого скольжения графита необходимо преодолеть хотя и слабую, но имеющуюся межслойную связь в графите, которая составляет 0,1–0,5 эВ (10–50 кДж/моль) [27, 28]. До преодоления энергетического барьера межплоскостного скольжения графита трение будет происходить непосредственно на границе раздела с контактирующим материалом.

Трение при малых нагрузках (1–2 Н) и скоростях скольжения графита с нитридом кремния характеризуется наиболее низким значением коэффициента трения, с увеличением нагрузки наблюдается резкий рост значений. Низкий коэффициент трения нитрида кремния с графитом объясняется слабым поверхностным взаимодействием. С ростом нагрузки на контактную поверхность трения из-за низких механических прочностных свойств графита возрастает абразивная составляющая механизма трения, что приводит к росту коэффициента трения. Дальнейшее увеличение контактной нагрузки >2 Н приводит к достижению энергетического порога активации начала межплоскостного скольжения графита, что снижает коэффициент трения при контактной нагрузке 7 Н, после чего его значение снова начинает монотонно возрастать вследствие роста механической составляющей.

На рис. 5, в приведены зависимости коэффициента трения нейлона ПА-6 в паре с нитридом кремния. Для всего исследуемого диапазона скоростей скольжения характерна единая зависимость коэффициента трения от нагрузки на контактную поверхность трения. При увеличении нагрузки с 1 до 2 Н на зависимостях наблюдается незначительное снижение коэффициента трения. Дальнейшее продолжение нагружения ведет к переходу через минимум при нагрузке 2 Н и к росту значений коэффициента трения при нагрузке до 10 Н с выходом на плато. При последующем нагружении до 20 Н значения коэффициента трения незначительно снижаются. Изменение скорости скольжения в исследуемом диапазоне не оказывает влияния на ход зависимостей коэффициента трения. Столь сложное поведение коэффициента трения в зависимости от нагрузки свидетельствует о большом количестве механических, прочностных, физических и адгезионных факторов, лимитирующих процесс трения нейлона с нитридом кремния.

Начальное уменьшение коэффициента трения с ростом нагрузки на контактную поверхность трения (1–2 Н) объясняется эффектом Герца–Мора. При малой нагрузке контакт трущихся тел происходит по вершинам микронеровностей, в этом случае коэффициент трения определяется адгезионным взаимодействием. С ростом нагрузки вследствие упругой деформации площадь реального контакта растет с более равномерным распределением давления, что способствует уменьшению коэффициента трения. Дальнейшее увеличение нагрузки >2 Н ведет к пластической деформации полимера в условиях реальных контактов с увеличением адгезионной составляющей, приводящей к росту коэффициента трения [29]. При увеличении нагрузки >10 Н коэффициент трения

стабилизируется и начинает незначительно уменьшаться, что может быть вызвано преобладанием уже абразивного механизма трения, обусловленного достижением механической прочности нейлона в пятне контакта.

На рис. 5, ε представлены зависимости коэффициента трения нитрида кремния с графитонаполненным полиамидом марки ПА-6МГ от нагрузки при различных скоростях скольжения. Зависимость коэффициента трения можно охарактеризовать как суммарную характеристику полиамида и графита. В основном зависимость коэффициента трения нитрида кремния с ПА-6МГ больше схожа с зависимостью графита. При увеличении нагрузки с 1 до 5 Н коэффициент трения возрастает, проходя через максимум. С дальнейшим увеличением нагрузки коэффициент трения снижается, стабилизируясь при нагрузке 10 Н и выходя на плато вплоть до нагрузки 20 Н. Рост коэффициента трения с увеличением нагрузки с 1 до 5 Н объясняется пластической деформацией полиамида ПА-6МГ с ростом адгезионной составляющей коэффициента трения. Отсутствие участка снижения коэффициента трения в диапазоне нагрузки от 1 до 2 Н, характерного для полиамида ПА-6, определяется наличием графита в составе полиамида ПА-6МГ, который уменьшает упругость полиамида и имеет более высокий коэффициент трения с нитридом кремния. Снижение коэффициента трения в интервале нагрузок от 5 до 10 Н объясняется активацией графита. В интервале нагрузок от 10 до 20 Н коэффициент трения стабилизируется, что является суммарным эффектом работы графита как твердой смазки и предела механической прочности нейлоновой основы с абразивным механизмом трения.

Заключения

Триботехнические испытания нитрида кремния в паре с материалами разного типа показали разнообразные механизмы процессов трения, протекающих при взаимодействии трущихся тел в зависимости от природы материала, которые необходимо учитывать при выборе пары трения и условий эксплуатации.

При трении металлических материалов при низких нагрузках большой вклад в процесс вносят оксидные пленки. Оксиды всех испытанных металлов имеют низкий коэффициент трения с нитридом кремния – в диапазоне 0,15–0,2. При увеличении нагрузки на контактную поверхность трения происходит разрушение оксидных пленок, что приводит к непосредственному трению металлической поверхности с нитридом кремния и, как следствие, к росту коэффициента трения. В этом случае основное значение имеют механические свойства, фазовый состав и сродство металла к нитриду кремния. Металлы в процессе трения склонны к адгезионному взаимодействию, но, как только силы адгезии превосходят прочностные свойства металла, в механизме трения начинают преобладать абразивные процессы.

Трение самосмазывающихся материалов в паре с нитридом кремния определяется в основном энергиями активации работы самих твердых смазок. При малых нагрузках, недостаточных для обеспечения межплоскостного скольжения, можно наблюдать несколько большие значения коэффициента трения, связанные с адгезионным взаимодействием трущихся поверхностей.

Полимерные материалы обладают малой адгезионной составляющей при трении с нитридом кремния, чем и обусловлены их низкие значения коэффициента трения. Одновременно низкие механические свойства полимерных материалов не позволяют применять их в тяжелонагруженных узлах трения в паре с нитридом кремния.

Нитрид кремния обладает высокими твердостью, рабочей температурой и механической прочностью, что делает его привлекательным для использования в подвижных узлах трения. В настоящее время нитрид кремния применяется в качестве тел

качения (шариков) в гибридных подшипниках со стальными кольцами. Проведенные триботехнические испытания показали перспективность твердого сплава для изготовления колец гибридных подшипников качения.

При проведении лабораторных испытаний кардинальных преимуществ бронзы БрАЖ9-4 перед бронзой ВБ-23НЦ не выявлено – обе марки бронз с одинаковым успехом могут применяться в качестве сепараторов подшипников качения с телами качения из нитрида кремния. Выбор применения марки бронзы может определяться условиями эксплуатации, такими как рабочая среда, частота вращения и температура.

В качестве сепараторов гибридных подшипников выгодно применять полимерные материалы, которые отличаются низкими коэффициентом трения и массой, высокими акустическим звукопоглощением и химической стойкостью. Однако необходимо учитывать невысокие механические и физические свойства полимерных материалов, что ограничивает их применение в тяжелонагруженных подшипниках.

Список источников

1. Пахомова С.А., Поваляев А.И., Шебешев К.И. Керамические композиционные материалы на основе нитрида кремния для коррозионностойких подшипников качения // Сб. науч. тр. Междунар. науч.-практ. конф. «Ключевые тренды в композитах: наука и технологии» (05–08 дек. 2019 г., г. Москва). М., 2019. С. 556–561.
2. Толмачев Я.В., Заварзин С.В., Лощина А.О., Князев А.В. Высокотемпературная оксидная коррозия керамических материалов ГТД // Труды ВИАМ. 2023. № 7 (125). С. 69–83. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.03.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-69-83.
3. Muthu N., Rajaram G. Effect on lubrication regimes with silicon nitride and bearing steel balls // Tribology International. 2017. Vol. 116. P. 403–413. DOI: 10.1016/j.triboint.2017.06.043.
4. Yang H., Zheng P., Hu G. et al. A broadband, low-crosstalk and low polarization dependent silicon nitride waveguide crossing based on the multimode-interference // Optics Communications. 2019. Vol. 450. P. 28–33. DOI: 10.1016/j.optcom.2019.05.052.
5. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // Авиационные материалы. Избранные труды ВИАМ 1932–2002. М.: МИСИС–ВИАМ, 2002. С. 23–47.
6. Каблов Е.Н., Гращенков Д.В., Исаева Н.В., Солнцев С.С. Перспективные высокотемпературные керамические композиционные материалы // Российский химический журнал. 2010. Т. 54. № 1. С. 20–24.
7. Химическая технология керамики: учеб. пособие для вузов / под ред. И.Я. Гузман. М.: Стройматериалы, 2003. 496 с.
8. Гаршин А.П., Горопянов В.М., Зайцев Г.П., Семенов С.С. Керамика для машиностроения. М.: Научтехиздат, 2003. 384 с.
9. Рассохина Л.И., Битюцкая О.Н., Гамазина М.В., Авдеев В.В. Исследование составов керамических стержней на основе плавного кварца и технологии их изготовления // Труды ВИАМ. 2021. № 1 (95). С. 34–42. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.03.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-34-42.
10. Чупов В.Д., Харланов А.С. Прочность керамических материалов на основе карбида и нитрида кремния // Огнеупоры и техническая керамика. 2006. № 9. С. 16–18.
11. Перспективные материалы: учеб. пособие: в 7 т. / под ред. Д.Л. Мерсона. Тольятти: Изд-во ТГУ, 2013. Т. V. 422 с.
12. Гриценко В.А. Электронная структура нитрида кремния // Успехи физических наук. 2012. Т. 182. № 5. С. 531–541. DOI: 10.3367/UFNr.0182.201205d.0531.
13. Семенов А.А., Лизунов А.В., Глебов А.В., Макаров Ф.В., Карпюк Л.А. Перспективы использования нитрида кремния, модифицированного изотопом азот-15 высокого обогащения, при изготовлении оболочек ТВЭЛов // Аналитика: аналитические методы и приборы. 2021. Т. 11. № 3. С. 208–217.

14. Панов А.Д., Панова И.М. Трибологические особенности конструкционных керамических материалов в подшипниках скольжения // *Науковедение*. 2015. Т. 7. № 1. С. 1–9. URL: <https://naukovedenie.ru> (дата обращения: 16.07.2025). DOI: 10.15862/78TVN115.
15. Takadoun J., Houmid-Bennani H., Mairey D. The wear characteristics of silicon nitride // *Journal of the European Ceramic Society*. 1998. Vol. 18 (5). P. 553–556. DOI: 10.1016/S0955-2219(97)00157-X.
16. Yao J., Wu Y., Sun J. et al. Friction and wear characteristics of silicon nitride ceramics under dry friction condition // *Materials Research Express*. 2021. No. 8. P. 1–12. DOI: 10.1088/2053-1591/abe8ab.
17. Shpenev A.G. Friction and wear of fiber composites with abrasive particles on contact surface // *Journal of Friction and Wear*. 2018. Vol. 39. P. 188–194. DOI: 10.3103/s106836661803011x.
18. Xing Y., Deng J., Wu Z., Wu F. High friction and low wear properties of laser-textured ceramic surface under dry friction // *Optics & Laser Technology*. 2017. Vol. 93. P. 24–32. DOI: 10.1016/j.optlastec.2017.01.032.
19. Севостьянов Н.В., Буданова Е.С., Хватов В.Д., Фомичев А.Н. Триботехнические особенности металлических композиционных материалов, армированных нитридами // *Труды ВИАМ*. 2025. № 2 (144). С. 100–111. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.03.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-100-111.
20. Бурковская Н.П., Севостьянов Н.В. Металлокерамические композиционные материалы для подшипников скольжения (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2023. № 3 (121). С. 84–94. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.03.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
21. Севостьянов Н.В., Бурковская Н.П., Медведев П.Н., Буданова Е.С. Коэффициент трения при низких скоростях скольжения монокристаллического оксида алюминия в паре с металлическими и полимерными материалами // *Трение и износ*. 2024. Т. 45. № 2. С. 141–150. DOI: 10.32864/0202-4977-2024-45-2-141-150.
22. Севостьянов Н.В., Буданова Е.С. Закономерности трения графита и нитрида бора с материалами разных типов в условиях низких скоростей // *Труды ВИАМ*. 2024. № 5 (135). С. 61–70. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-61-70.
23. Костецкий Б.И. Трение, смазка и износ в машинах. Киев: Техніка, 1970. 395 с.
24. Yamaguchi Y. Tribology of plastic materials: their characteristics and applications to sliding components. Elsevier, 1990. Vol. 16. 362 p.
25. Handbook of polymer tribology / ed. S.K. Sinha. Delhi: World Scientific, 2018. 736 p.
26. Stachowiak G., Batchelor A.W. Engineering tribology. London: Butterworth-Heinemann, 2025. 884 p.
27. Inagaki M. Carbon materials science and engineering: from fundamentals to applications. Beijing: Qing Years University Publishing Co., Ltd., 2006. 542 p.
28. Pierson H.O. Handbook of carbon, graphite, diamonds and fullerenes: processing, properties and applications. New Jersey: William Andrew, 2012. 417 p.
29. Johnson K.L. Contact mechanics. Cambridge: Cambridge University press, 1987. 452 p.

References

1. Pakhomova S.A., Povalyaev A.I., Shebeshev K.I. Ceramic composite materials based on silicon nitride for corrosion-resistant rolling bearings. *Coll. sci. trac. Int. scientific and practical. conf. «Key trends in composites: science and technology»*. Moscow, 2019, pp. 556–561.
2. Tolmachev Ya.V., Zavarzin S.V., Loshchinina A.O., Knyazev A.V. High temperature oxide corrosion of ceramic materials in turbine engines. *Trudy VIAM*, 2023, no. 7 (125), pp. 69–83. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-69-83.
3. Muthu N., Rajaram G. Effect on lubrication regimes with silicon nitride and bearing steel balls. *Tribology International*, 2017, vol. 116, pp. 403–413. DOI: 10.1016/j.triboint.2017.06.043.

4. Yang H., Zheng P., Hu G. et al. A broadband, low-crosstalk and low polarization dependent silicon nitride waveguide crossing based on the multimode-interference. *Optics Communications*, 2019, vol. 450, pp. 28–33. DOI: 10.1016/j.optcom.2019.05.052.
5. Kablov E.N. Aviation Materials Science in the 21st Century. Prospects and Challenges. *Aviation Materials. Selected Works of VIAM 1932–2002*. Moscow: MISiS–VIAM, 2002, pp. 23–47.
6. Kablov E.N., Grashchenkov D.V., Isaeva N.V., Solntsev S.S. Promising High-Temperature Ceramic Composite Materials. *Rossiyskiy khimicheskiy zhurnal*, 2010, vol. 54, no. 1, pp. 20–24.
7. *Chemical Technology of Ceramics: A Textbook for Universities*. Ed. by I.Ya. Guzman. Moscow: Stroymaterialy, 2003, 496 p.
8. Garshin A.P., Goropyanov V.M., Zaitsev G.P., Semenov S.S. *Ceramics for mechanical engineering*. Moscow: Nauchtekhnizdat, 2003, 384 p.
9. 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), pp. 34–42. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-34-42.
10. Chupov V.D., Kharlanov A.S. Strength of ceramic materials based on silicon carbide and nitride. *Ogneupory i tekhnicheskaya keramika*, 2006, no. 9, pp. 16–18.
11. *Advanced materials: a textbook: in 7 vols*. Ed. by D.L. Merson. Tolyatti: TSU Publ. House, 2013, vol. V, 422 p.
12. Gritsenko V.A. Electronic structure of silicon nitride. *Uspekhi fizicheskikh nauk*, 2012, vol. 182, no. 5, pp. 531–541. DOI: 10.3367/UFNr.0182.201205d.0531.
13. Semenov A.A., Lizunov A.V., Glebov A.V., Makarov F.V., Karpyuk L.A. Prospects for the Use of Silicon Nitride Modified with Highly Enriched Nitrogen-15 Isotope in the Manufacture of Fuel Rod Claddings. *Analitika: analiticheskiye metody i pribory*, 2021, vol. 11, no. 3, pp. 208–217.
14. Panov A.D., Panova I.M. Tribological Features of Structural Ceramic Materials in Plain Bearings. *Naukovedenie*, 2015, vol. 7, no. 1, pp. 1–9. Available at: <https://naukovedenie.ru> (accessed: July 16, 2025). DOI: 10.15862/78TVN115.
15. Takadoun J., Houmid-Bennani H., Mairey D. The wear characteristics of silicon nitride. *Journal of the European Ceramic Society*, 1998, vol. 18 (5), pp. 553–556. DOI: 10.1016/S0955-2219(97)00157-X.
16. Yao J., Wu Y., Sun J. et al. Friction and wear characteristics of silicon nitride ceramics under dry friction condition. *Materials Research Express*, 2021, no. 8, pp. 1–12. DOI: 10.1088/2053-1591/abe8ab.
17. Shpenev A.G. Friction and wear of fiber composites with abrasive particles on contact surface. *Journal of Friction and Wear*, 2018, vol. 39, pp. 188–194. DOI: 10.3103/s106836661803011x.
18. Xing Y., Deng J., Wu Z., Wu F. High friction and low wear properties of laser-textured ceramic surface under dry friction. *Optics & Laser Technology*, 2017, vol. 93, pp. 24–32. DOI: 10.1016/j.optlastec.2017.01.032.
19. Sevostyanov N.V., Budanova E.S., Khvatov V.D., Fomichev A.N. Tribotechnical features of metal composite materials reinforced with nitrides. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 100–111. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-100-111.
20. Burkovskaya N.P., Sevostyanov N.V. Cermets for plain bearings (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), pp. 84–94. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 04, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-84-94.
21. Sevostyanov N.V., Burkovskaya N.P., Medvedev P.N., Budanova E.S. Coefficient of friction at low sliding speeds of single-crystal aluminum oxide paired with metal and polymer materials. *Trenie i iznos*, 2024, vol. 45, no. 2, pp. 141–150. DOI: 10.32864/0202-4977-2024-45-2-141-150.
22. Sevostyanov N.V., Budanova E.S. Patterns of friction of graphite and boron nitride with materials of different types at low speeds. *Trudy VIAM*, 2024, no. 5 (135), pp. 61–70. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 03, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-5-61-70.
23. Kostetsky B.I. *Friction, lubrication, and wear in machines*. Kyiv: Tekhnika, 1970, 395 p.

24. Yamaguchi Y. *Tribology of plastic materials: their characteristics and applications to sliding components*. Elsevier, 1990, vol. 16, 362 p.
25. *Handbook of polymer tribology*. Ed. S.K. Sinha. Delhi: World Scientific, 2018, 736 p.
26. Stachowiak G., Batchelor A.W. *Engineering tribology*. London: Butterworth-Heinemann, 2025, 884 p.
27. Inagaki M. *Carbon materials science and engineering: from fundamentals to applications*. Beijing: Qing Years University Publishing Co., Ltd., 2006, 542 p.
28. Pierson H.O. *Handbook of carbon, graphite, diamonds and fullerenes: processing, properties and applications*. New Jersey: William Andrew, 2012, 417 p.
29. Johnson K.L. *Contact mechanics*. Cambridge: Cambridge University press, 1987, 452 p.

Информация об авторах

Севостьянов Николай Владимирович, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Пастух Екатерина Сергеевна, техник 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Щеголева Наталья Евгеньевна, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Вершинин Дмитрий Игоревич, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Information about the authors

Nikolay V. Sevostyanov, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ekaterina S. Pastukh, First Category Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Dmitry I. Vershinin, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 03.10.2025; получена после доработки 10.11.2025;
одобрена и принята к публикации после рецензирования 14.11.2025.
The article was submitted 03.10.2025; received in revised form 10.11.2025;
approved and accepted for publication after reviewing 14.11.2025.

Научная статья

УДК 621.791.3

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-146-157

**О ВОЗМОЖНЫХ ПРИЧИНАХ РАЗРУШЕНИЯ ПРИПОЕВ
ТИПА ПЗЛМ ВАКУУМНОЙ ПЛАВКИ***В.И. Галкин¹, П.А. Головкин¹, Р.М. Дворецков², Е.В. Галкин¹*

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский авиационный институт (Национальный исследовательский университет)», Москва, Россия; mai@mai.ru

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

Аннотация. Устанавливаются возможные причины разрушения припойной проволоки из золотомедных сплавов типа ПЗЛМ, применяемой для пайки-сборки деталей электровакуумных приборов. Показано, что одной из возможных причин брака проволоки являются примеси родия и рутения, попадающие в нее вследствие ненадлежащего контроля химического состава исходных материалов, что вызвано несовершенством действующей нормативной документации на припой и входящие в них компоненты. Предложено проводить выходной контроль изготавливаемых припоев типа ПЗЛМ по истечении ≥ 10 дней, необходимых для рекристаллизации и упорядочения материала после предварительного отжига.

Ключевые слова: электровакуумные приборы, припойная проволока, технические условия, химический состав, золото, медь, примеси, диаграммы состояния, растворимость, упорядочение структуры сплавов, разрушение

Для цитирования: Галкин В.И., Головкин П.А., Дворецков Р.М., Галкин Е.В. О возможных причинах разрушения припоев типа ПЗЛМ вакуумной плавки // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 146–157. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-146-157.

Scientific article

**ABOUT POSSIBLE DESTRUCTION CAUSES
OF VACUUM MELTED PZIM-TYPE SOLDERS***V.I. Galkin¹, P.A. Golovkin¹, R.M. Dvoretzky², E.V. Galkin¹*

¹Moscow Aviation Institute (National Research University), Moscow, Russia; mai@mai.ru

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

Abstract. The study considers possible destruction causes of the PZIM-type solder wire made of gold-copper alloys used for soldering and assembling of components in electrovacuum devices. The possible causes of wire defects are impurities of rhodium and ruthenium, entering into the solder wire due to improper control of the chemical composition of the source materials, caused by the imperfection of the current regulatory documentation for solders and their components. It is proposed to carry out the output control of manufactured PZIM-type solders after at least 10 days, required for recrystallization and alignment of the material after preliminary annealing.

Keywords: electrovacuum devices, solder wire, technical specifications, chemical composition, gold, copper, impurities, state diagrams, solubility, alloy structure ordering, degradation

For citation: Galkin V.I., Golovkin P.A., Dvoretzky R.M., Galkin E.V. About possible destruction causes of vacuum melted PZIM-type solders. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 146–157. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-146-157.

Введение

Современная авиационная промышленность требует использования совершенно новых материалов с уникальными свойствами [1, 2]. Электровакуумные приборы (ЭВП) широко применяются в радиотехнических устройствах, в том числе авиационного назначения (устройства радиолокации, радиосвязи, в частности сверхвысоких частот (СВЧ), радиовещания, телевидения, телеуправления и др.). Для обеспечения требуемой надежности ЭВП, срок службы которых должен достигать 10000 ч при гарантийном сроке хранения не менее 15 лет и при сохранении глубины вакуума не менее $6,5 \cdot 10^{-5}$ Па [3], большое значение имеет качество припоев, применяемых для пайки отдельных деталей [4].

Наряду с припоями на серебряной и медной основе, золотосодержащие припои являются основными при проведении сборки-пайки ЭВП для СВЧ-радиосвязи. Однако в последние годы на производстве отмечены случаи поставки припоев, которые разрушаются не только при навивке в заготовки или иной деформации, но даже непосредственно при хранении в упаковке и извлечении из нее.

Примеры таких разрушений проволоки марки ПЗлМ 60В диаметром 0,6 мм в мотке показаны на рис. 1. Фотографии мест изломов проволоки марки ПЗлМ 94В диаметром 0,6 мм, полученные с использованием оптического и электронного микроскопов, показаны на рис. 2 и 3.



Рис. 1. Бухта припойной проволоки марки ПЗлМ 60В диаметром 0,6 мм с изломами

Свойства любого сплава в значительной степени зависят от наличия различных элементов, поэтому повышение уровня показателей достигается в том числе за счет контроля содержания примесных элементов в материале [5]. В соответствии с ТУ 1868-330-05785324-2011 «Проволока из вакуумплавленных припоев. Технические условия» (взамен ТУ 48-1-330-89), содержание золота в золотомедных припоях типа ПЗлМ составляет, % (по массе):

ПЗлМ 94В	ПЗлМ 60В	ПЗлМ 50В	ПЗлМ 37,5В	ПЗлМ 35В
93,6–94,9	59,6–60,4	49,6–50,4	37,1–37,9	34,6–35,4

Остальное количество приходится на долю меди. Содержание серебра, палладия, никеля и индия не допускается. Допустимое содержание примесей в этих припоях представлено в табл. 1.

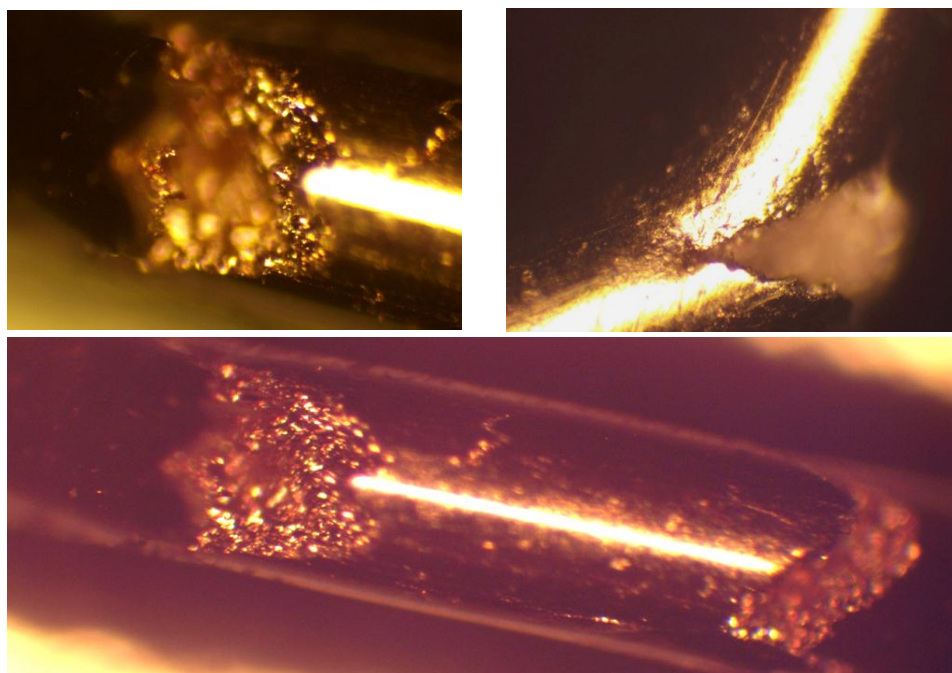


Рис. 2. Разрушение припойной проволоки марки ПЗлМ 94В диаметром 0,6 мм в бухте (увеличение $\times 50$)

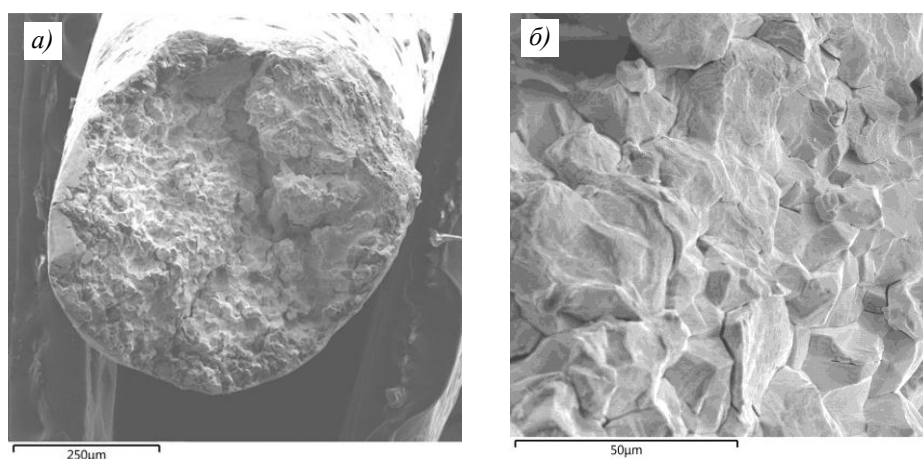


Рис. 3. Разрушение припойной проволоки марки ПЗлМ 94В диаметром 0,6 мм при увеличении $\times 100$ (а) и $\times 500$ (б)

Таблица 1

Допустимое максимальное содержание примесей в припоях типа ПЗлМ

Элемент	Допустимое максимальное содержание, % (по массе)	Элемент	Допустимое максимальное содержание, % (по массе)
Цинк	0,001	Сурьма	0,001
Кремний	0,003	Магний	0,008
Висмут	0,001	Свинец	0,001
Фосфор	0,002	Марганец	0,003
Кадмий	0,001	Мышьяк	0,001
Сера	0,0015	Кислород	0,002

На рис. 2 и 3 видно, что изломы проволоки имеют хрупкий характер и возникают даже при небольшом ее изгибе непосредственно в бухте, а поверхность проволоки покрыта множеством трещин. Таким образом, изломы имеют не единичный, а множественный характер, только лишь подавляющая их часть не завершена. Проволока из медных и золотых припоев обладает хорошей пластичностью, поэтому такой характер ее разрушения может свидетельствовать о наличии малорастворимых примесей, которые выделяются по границам зерен.

Использование портативных рентгенофлуоресцентных анализаторов хорошо зарекомендовало себя при анализе различных металлургических объектов, в том числе содержащих благородные металлы. Результаты рентгенофлуоресцентного сканирования поверхностей припойной проволоки и излома показаны на рис. 4. Общее сканирование показало наличие до 1,5 % (по массе) Pd, а также до 11,7 и 4,4 % Ru и Rh соответственно. Присутствие Pd, Ru и Rh в припоях типа ПЗЛМ, согласно ТУ 1868-330-05785324–2011, не предусмотрено [6].

Методом рентгенофлуоресцентного анализа выявлено высокое содержание Ru, Rh и Pd на поверхности проволоки (рис. 4, а), при этом на поверхности излома концентрации исследуемых элементов достигают максимальных значений (рис. 4, б, в). Такое высокое содержание последних объясняется тем, что эти малорастворимые примеси вытесняются из металлического материала на поверхность его зерен, где образуют подобие пленки.

а)										
Name	Class			Date	Time			Duration		
315.21	Precious_FP			01/08/2024	11:55:11			30 s		
Element	Fe %	Au %	Cu %	Ru %	Rh %	Pd %	Sb %	Sn %	Ta %	W %
	0.00	54.54	37.91	4.59	1.98	0.70	0.00	0.00	0.00	0.00
±	0.000	0.323	0.201	0.111	0.115	0.117	0.000	0.000	0.000	0.000
Element	Pb %	In %	Hg %	Ir %	Os %	Pt %	Ag %	Co %	Cd %	Mn %
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
±	0.000	0.000	0.000	0.000	0.037	0.000	0.000	0.020	0.000	0.000
Element	Ti %	Cr %	Ni %	Bi %	Zn %	Mo %	Ge %	Nb %		
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
±	0.000	0.000	0.000	0.000	0.014	0.000	0.000	0.000		
Grades: No Match										
б)										
Name	Class			Date	Time			Duration		
315.21	Precious_FP			01/08/2024	12:23:52			30 s		
Element	Fe %	Au %	Cu %	Ru %	Rh %	Pd %	Sb %	Sn %	Ta %	W %
	0.00	50.08	33.73	9.65	4.34	1.51	0.00	0.00	0.00	0.00
±	0.000	0.451	0.285	0.230	0.240	0.245	0.000	0.000	0.000	0.000
Element	Pb %	In %	Hg %	Ir %	Os %	Pt %	Ag %	Co %	Cd %	Mn %
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
±	0.000	0.000	0.000	0.000	0.060	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Element	Ti %	Cr %	Ni %	Bi %	Zn %	Mo %	Ge %	Nb %		
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
±	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000		
Grades: No Match										
в)										
Name	Class			Date	Time			Duration		
315.21	Precious_FP			01/08/2024	11:57:33			30 s		
Element	Fe %	Au %	Cu %	Ru %	Rh %	Sn %	Pd %	Sb %	Ta %	W %
	0.00	45.53	34.65	11.65	4.40	1.46	1.44	0.00	0.00	0.00
±	0.000	0.457	0.311	0.260	0.265	0.478	0.273	0.000	0.081	0.000
Element	Pb %	In %	Hg %	Ir %	Os %	Pt %	Ag %	Co %	Cd %	Mn %
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
±	0.000	0.000	0.000	0.000	0.057	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
Element	Ti %	Cr %	Ni %	Bi %	Zn %	Mo %	Ge %	Nb %		
	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00		
±	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000		
Grades: No Match										

Рис. 4. Результаты рентгенофлуоресцентного сканирования поверхностей припойной проволоки (а) и излома (б, в)

Нормативная документация на золотосодержащие припои и их компоненты

Важно, что рутений и родий не входят в перечень примесей, проверяемых согласно ТУ 1868-330-05785324-2011 и ГОСТ 859-2014 «Медь. Марки» (взамен ГОСТ 859-2001) на бескислородную медь для ЭВП, поэтому их содержание не контролируется. Содержание Pd, Ru и Rh в меди марки М06, согласно ГОСТ 859-2014, не регламентируется. ГОСТ 28058-2015 «Золото в слитках. Технические условия» (взамен ГОСТ 28058-89) также не устанавливает предельное содержание примеси Ru в золоте марок ЗЛа-1 и ЗЛа-1П. Этот документ, хотя и ограничивает содержание примесей Pd и Rh в золоте марок ЗЛа-1 и ЗЛа-1П, но допускает использование аффинажного золота собственного производства с общим количеством неуказанных примесей 0,007 %. Между тем содержание этих примесей часто бывает достаточно велико для того, чтобы сделать припой не пригодным для изготовления ЭВП, поскольку вызывает в паяных швах трещинообразование и пористость.

Склонность к совместному присутствию палладия, рения, рутения, родия и других элементов общеизвестна и описана в ряде классических работ, например [7]. Относительно простые способы разделения золота и химических элементов платиновой группы давно отработаны [8], поэтому их присутствие в аффинажном золоте могло стать или стало следствием допущенных технологических упрощений. По-видимому, введенные в ТУ послабления в части требований к сырью получаемых припоев имели целью узаконивание таких упрощений для удешевления производства и увеличения получаемой прибыли. Так, например, при переработке автомобильных катализаторов для извлечения металлов платиновой группы их недостаточное разделение может стать следствием отсутствия в ТУ 1868-330-05785324-2011 требований к разбиению в припоях суммы примесей по элементам.

Следует также отметить, что в ранее действующих ТУ 48-1-330-89 «Проволока из вакуумплавленных припоев. Технические условия» использование в припоях аффинажного золота собственного производства не допускалось, а предельное содержание примесей определялось ссылкой на ГОСТ 28058-2015, в котором указано предельно допустимое содержание примесей Pd и Rh в золоте марки ЗЛа-1П не более 0,0005 % (по массе), а в золоте марки ЗЛа-1 – не более 0,003 и 0,001 % (по массе) соответственно. Это значит, что ТУ 48-1-330-89 являлись более строгим документом, чем пришедшие им на смену ТУ 1868-330-05785324-2011.

Особенности взаимной растворимости компонентов и примесей припоев

Современные металлические материалы могут содержать одновременно большое количество легирующих элементов и примесей. При этом один и тот же элемент может быть распределен в разных фазах сплава. При выплавке, в процессе эксплуатации в условиях повышенных температур и динамических нагрузок компоненты сплава участвуют в диффузионных процессах, химических реакциях или фазовых превращениях, в результате которых могут образоваться твердые растворы, химические соединения, интерметаллиды, нежелательные включения и др. [9–11].

Неограниченная растворимость Pd в золоте означает, что его выявленная при анализе припоя концентрация в пределах 0,7–1,5 % (по массе) близка к действительной, что делает его не соответствующим припою марки ПЗЛМ 94В по химическому составу.

В то же время очень малая растворимость Ru и Rh в золоте (не более 10^{-4} %, а при комнатной температуре практически равная нулю) и в меди (для Ru исчезающе мала) объясняет высокие показатели выявленного содержания примесей, поскольку эти элементы вытесняются на границы растущих зерен.

Данные о растворимости некоторых примесей в основных компонентах припоев типа ПЗлМ, а также в обнаруженном в припое Pd приведены в табл. 2 [12–17]. Дополняющие табл. 2 диаграммы состояния систем Au–Cu, Cu–Rh и Cu–Pd приведены на рис. 5.

Таблица 2

Некоторые примеси в основных компонентах припоев типа ПЗлМ и в палладии

Компонент	Примесь	Растворимость при 20 °С	Источник литературы
Au	Cu	Неограниченная взаимная	[12, 13]
	Pd		[14]
	Bi	0,04 % (атомн.)	[12]
	Te	Очень мала при <447 °С, <0,1 % (атомн.)	[13]
		>0,001 % (атомн.)	[12]
	Ru	Практически равна нулю	[13]
		Стремится к нулю при <800 °С	[12]
	Re	Нерастворим в твердом состоянии	[13]
		0,1 % (атомн.) при 1000 °С	[12]
	Se	Очень мала	[13]
		Стремится к нулю при <376 °С	[12]
	Rh	1,5 % (атомн.) при 1100 °С, стремится к нулю при <800 °С	[12]
Cu	Pd	Хорошо растворим	[15, 16]
	Rh		[15]
	Bi	0,015 % (по массе) при 500 °С	[14]
		0,0003 % (атомн.) при 600 °С	[12]
	Se	≤3–10 % (по массе) при 600 °С	[14]
	Te	≤3–10 % (по массе)	[16]
	Ru	Исчезающе мала	[17]
	Re	4–10 % (атомн.)	[14]
Pd	Bi	Хорошо растворим в твердом Pd, 18–20 % (атомн.)	[12]
	Se	Стремится к нулю при <390 °С, ~1,5 % (атомн.) при 590 °С	[17]
	Te	Практически нерастворим, ~11 % (атомн.) при 459 °С	
	Rh	~10 % (атомн.) при 500 °С	
	Ru	~3,3 % (атомн.) при 600 °С	
	Re	Практически нерастворим, ~11 % (атомн.) при 1000 °С	

Обнаруженный в припое Ru практически нерастворим в Au и Cu, а Rh нерастворим в Au. Неограниченная растворимость Pd в Au и Cu, а также требующее ряда специальных операций отделение от Pd нерастворимых в золоте и меди Rh и Ru могли стать одной из причин разрушения материала припоя. В данном случае Pd выступил в качестве транспорта для примесей Rh и Ru из-за того, что производитель припоя не применил известные способы очистки аффинажа золота. Попадание Pd в припой при его изготовлении, безусловно, является грубейшим технологическим нарушением.

На рис. 6 показана фактура изломов припойной проволоки, полученная с использованием электронного микроскопа. Хотя, согласно ТУ 1868-330-05785324–2011, проволока поставляется в неотожженном состоянии, хорошо видно, что форма зерен близка к равноосным многогранникам, утратившим следы деформации материала при волочении, а разрушение прошло по их границам.

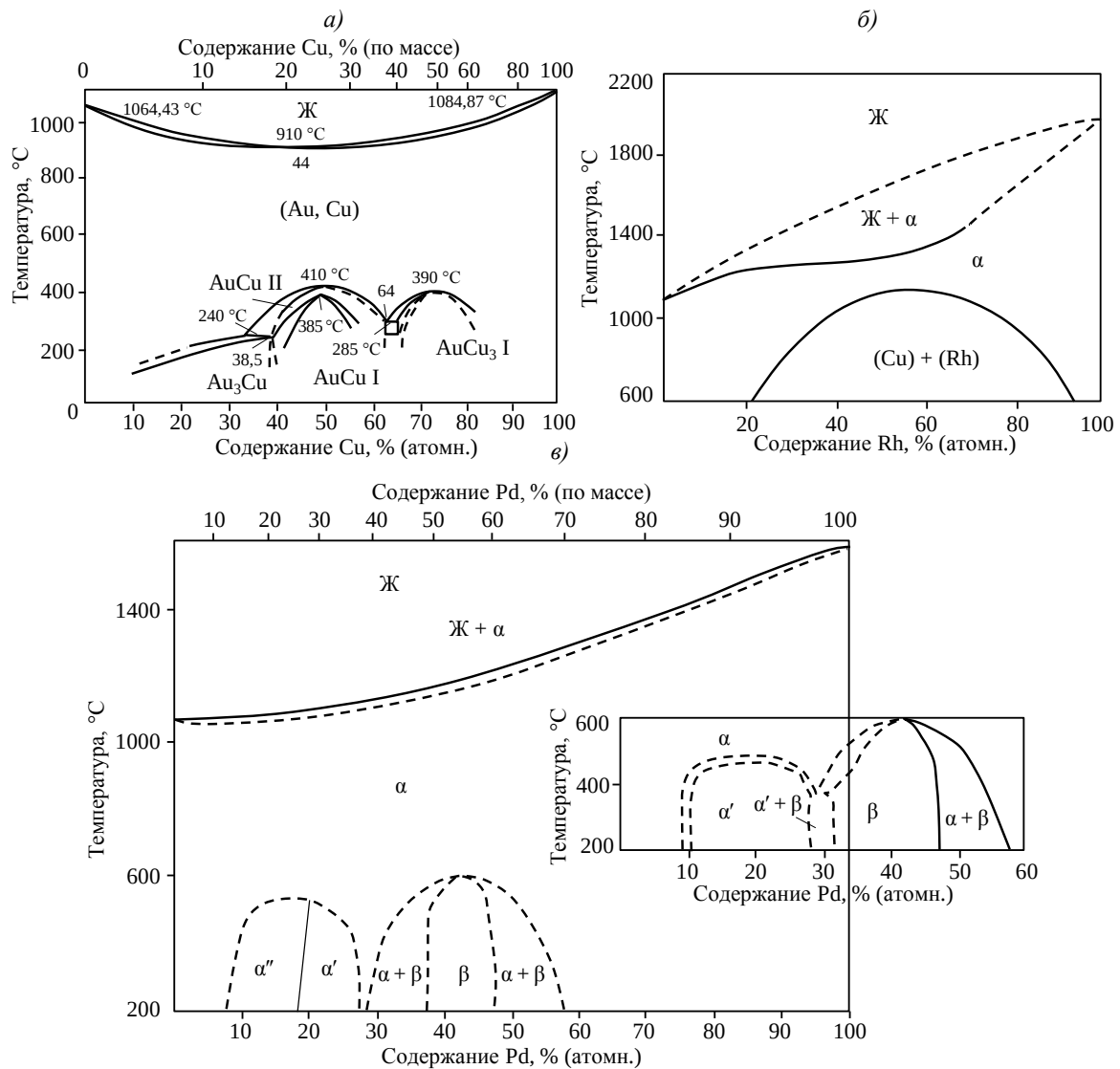


Рис. 5. Диаграммы состояния систем Au–Cu (а), Cu–Rh (б) и Cu–Pd (в)

Причина разрушения проволоки при хранении, а не при изготовлении заключается в том, что перед волочением заготовки слиток подвергают прессованию, при котором материал претерпевает деформацию и проработку исходной литой структуры. На поверхности вновь образованных деформированных зерен возникают металлические связи, придающие материалу достаточную для обработки прочность. В процессе хранения происходит свойственная для золота и меди высокой чистоты собирательная рекристаллизация зерен, растущие зерна вытесняют на свои границы примеси Rh и Ru, металлические связи в материале ослабевают, и проволока разрушается.

По данным работы [18], самопроизвольная рекристаллизация меди марки М0 при 20 °С протекает уже после вылеживания в течение 10 дней после пластической деформации. Как показывает практика, этому особенно способствует нагрев поверхности проволоки, например, при попадании на нее прямых солнечных лучей. Для ускоренной рекристаллизации меди марки М0 достаточен нагрев до температуры 130 °С и выдержка в течение 1 ч. Поскольку температура и время начала рекристаллизации уменьшаются с повышением чистоты металлического материала, для применяемой в припоях меди марки М0б эти показатели будут меньше.

Роль упорядочения материала в вытеснении примесей на границы зерен

Помимо рекристаллизации, вытеснению малорастворимых примесей на границы зерен способствуют процессы упорядочения в системах Au–Cu и Cu–Pd с образованием соединений Курнакова [19, 20]. Золото и медь образуют проходящий через минимум на диаграмме непрерывный ряд твердых растворов, а также интерметаллиды Au_3Cu , AuCu и AuCu_3 , как показано на рис. 5, а. Эти фазы дополняют обнаруженная примесь Rh, которая также образует с медью упорядоченную структуру (рис. 5, б), и примесь Pd в виде двойных соединений PdCu_3 с переходом через максимум диаграммы (рис. 5, в).

Именно поэтому прописанные в ТУ 1868-330-05785324–2011 методы контроля механических свойств вновь изготовленной проволоки могут не показать ее возможное несоответствие.

В пределах относительно малых концентраций Rh хорошо растворим не только в Pd, но и в Cu, поэтому его разрушительное воздействие на припой проявляется в момент рекристаллизации и упорядочения основного твердого раствора в соответствии с диаграммами состояния, т. е. является отложенным во времени.

Для исключения такой опасности в ТУ 1868-330-05785324–2011 следует прописать минимальное время пролеживания, достаточное для рекристаллизации и упорядочения металлического материала, после которого должен проводиться выходной контроль припоев на предприятии-изготовителе. Приведенные на рис. 5 и в табл. 2 данные о критически малой растворимости некоторых примесей в различных компонентах припоя должны быть учтены в ТУ 1868-330-05785324–2011, а также в ГОСТ 859–2014 и ГОСТ 28058–2015. В противном случае применение дефектной проволоки неминуемо будет вызывать нарушение вакуумной плотности получаемых ЭВП.

На рис. 6 видны сетки трещин и выпадение зерен на шлифе проволоки марки ПЗлМ 35В диаметром 0,5 мм.

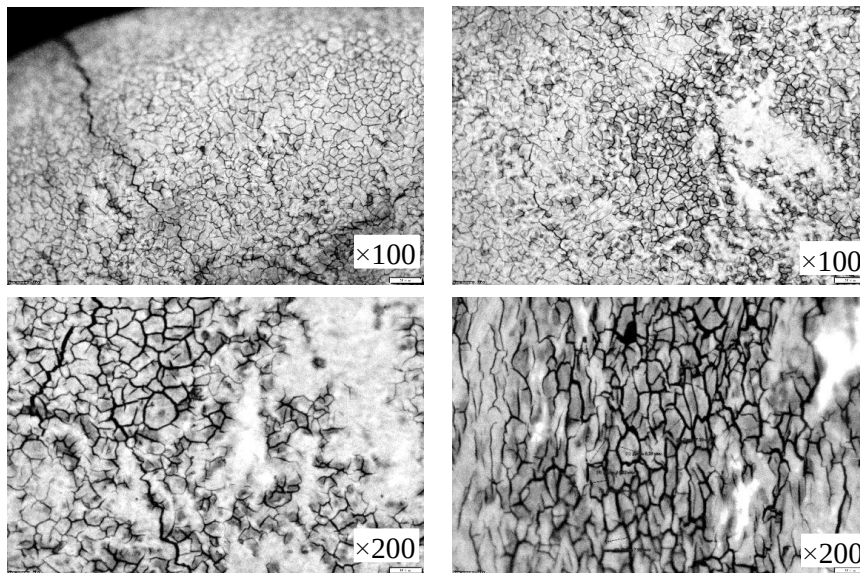


Рис. 6. Сетка трещин и выкрашивание отдельных зерен на фоне структурной неоднородности материала шлифа припойной проволоки марки ПЗлМ 35В диаметром 0,5 мм

Следует отметить, что на рис. 6 ярко выражена структурная неоднородность материала проволоки, которая требует объяснения. То же касается рис. 7, где показаны паяные швы с припоя марки ПЗлМ 35В, в зазоре которых по границам выросших зерен образовались протяженные трещины, и где видна неоднородность материала паяного шва, которую можно описать как классическую $(\alpha + \beta)$ -структуру, свойственную, например, латуни [21].

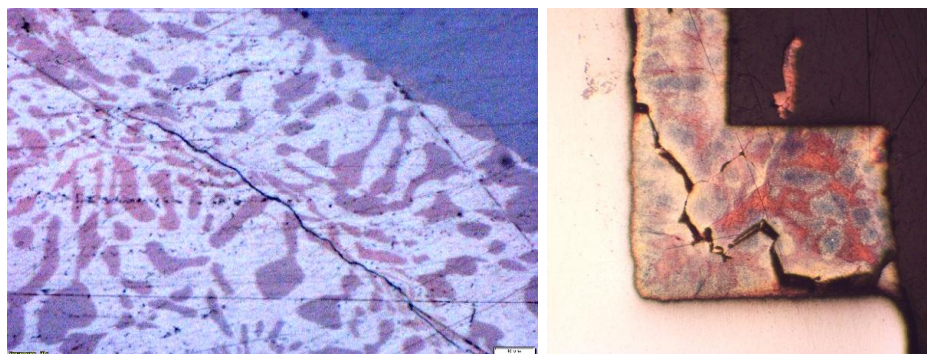


Рис. 7. Трещины в паяном шве, полученном с использованием загрязненной примесями Rh и Ru припойной проволоки, заявленной как припой марки ПЗлМ 35В (увеличение $\times 200$)

В то же время, в соответствии с представленной на рис. 5, а диаграммой, медь и золото при содержании в припое марки ПЗлМ 35В 35 % (атомн.) золота не создают переходных фаз, поскольку для этого необходимо наличие ≥ 38 % (атомн.) меди в золоте. Это значит, что материал должен быть представлен однородным неупорядоченным α -твердым раствором. Как и в случае с припоем марки ПЗлМ 94В, данный припой не соответствует заявленной марке ПЗлМ 35В.

Такая повторяемость в отклонениях от химического состава припоев может быть вызвана в том числе описанными послаблениями ТУ 1868-330-05785324–2011 к порядку проверки химической чистоты сырья и компонентов припоя (не только золота, но и меди).

На примере материалов из медных сплавов и бескислородной меди подобные случаи разрушения рассмотрены в ряде работ, где в качестве примесей выступали висмут, селен и теллур [22, 23].

Исследователи также указывают, что при нагреве в водороде может происходить водородное охрупчивание, не связанное непосредственно с «водородной болезнью» в меди [24], а имеющее в своей природе превышение предельной растворимости водорода, которое тем сильнее, чем хуже химическая чистота меди [25]. Выделяясь по границам зерен, избыточный водород может дополнительно способствовать ослаблению металлических связей в материале и его разрушению. Это явление также ложится в канву требований к повышению качества сырья и компонентов, применяемых для припоев.

Исходя из изложенного, входной контроль припоев должен включать проверку их химического состава на соответствие заявленной марке и содержание примесей, как указанных, так и не указанных в ТУ 1868-330-05785324–2011 и другой документации на припой и их компоненты. В противном случае в припой могут попасть вещества, хорошо растворимые в одних его компонентах и примесях и плохо растворимые в других, но при этом выступающие в роли их переносчика.

Практика показала, что простым способом предварительной проверки проволоки при входном контроле может стать ее навивка на оправку малого диаметра после провоцирующего собирательную рекристаллизацию отжига, для которого достаточно нагрева образца до $130\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 1 ч. При этом выходной контроль изготавливаемых припоев должен проводиться по истечении ≥ 10 дней, необходимых для рекристаллизации и упорядочения материала.

Заключения

В ТУ 1868-330-05785324–2011 выявлены упущения и допущения, несущие опасность нарушения вакуумной плотности ЭВП при формальном соответствии припоя прописанным требованиям. В частности, отсутствие требования о необходимости разделения общего количества примесей в аффинаже золота собственного производства делает возможным попадание в него малорастворимых примесей.

Следует проводить расширенный входной контроль припоев на примеси, выходя за рамки требований, предъявляемых по ТУ 1868-330-05785324-2011, ГОСТ 859-2014 и ГОСТ 28058-2015. При этом должна учитываться взаимная растворимость примесей в компонентах припоя и друг в друге как в возможных носителях.

Отложенный характер разрушения загрязненного малорастворимыми примесями припоя делает его особенно опасным, поскольку затрудняет его выявление при межоперационном контроле паяных узлов на герметичность и вакуумную плотность.

Отложенный характер возможного разрушения материала припоя делает необходимым проведение его выходного контроля на предприятии-изготовителе после ≥ 10 дней, достаточных для самопроизвольной рекристаллизации и наиболее полного упорядочения материала.

Для предварительного контроля соответствия припойной проволоки требованиям химической чистоты можно применять ее навивку на оправку малого диаметра после провоцирующего собирательную рекристаллизацию материала отжига до 130 °С в течение 1 ч.

Список источников

1. Онищенко Г.Г., Каблов Е.Н., Иванов В.В. Научно-технологическое развитие России в контексте достижения национальных целей: проблемы и решения // Инновации. 2020. № 6 (260). С. 3–16.
2. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
3. Черепнин Н.В. Вакуумные свойства материалов для электронных приборов. М.: Советское радио, 1966. 352 с.
4. Свиридов А.В., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Галушка И.А. Коррозионная стойкость паяных соединений топливных коллекторов ГТД, выполненных различными припоями // Труды ВИАМ. 2021. № 1 (95). С. 23–33. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.04.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-23-33.
5. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Чередниченко И.В., Резчикова И.И., Валеев Р.А., Пискорский В.П. Влияние содержания меди на фазовый состав и магнитные свойства термостабильных спеченных магнитов систем Nd-Dy-Fe-Co-B и Pr-Dy-Fe-Co-B // Авиационные материалы и технологии. 2015. № S2. С. 11–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-11-19.
6. Федоров И.А. Родий. 2-е изд. М.: Металлургия, 1970. 364 с.
7. Звягинцев О.Е. Аффинаж золота, серебра и металлов платиновой группы. Изд. 3-е, перераб. и доп. М.: Гос. науч.-техн. изд-во лит. по черной и цветной металлургии, 1945. 241 с.
8. Способ селективного извлечения палладия, платины и родия из концентратов: пат. 2398898 С1 Рос. Федерация; заявл. 09.04.09; опубл. 10.09.10.
9. 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). С. 3–13. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.04.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
10. Наприенко С.А., Ерак А.Д., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Давыденко А.Н. Изменение структуры и свойств паяных припоем ВПр16 соединений при различных температурных воздействиях // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 1 (70). С. 115–125. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.04.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-115-125.
11. Дворецков Р.М., Тихонов М.М., Карачевцев Ф.Н., Куко И.С. Определение химического состава жаропрочных сплавов на различных этапах аддитивного производства // Труды ВИАМ. 2021. № 6 (100). С. 112–122. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.04.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-6-112-122.

12. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 т. / под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Наука, 1996. Т. 1. 992 с.
13. Малышев В.М., Румянцев Д.В. Золото. М.: Metallurgiya, 1979. 288 с.
14. Двойные и многокомпонентные системы на основе меди: справочник. М.: Наука, 1979. 248 с.
15. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 т. / под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Наука, 1996. Т. 3. кн. 1. 872 с.
16. Сучков Д.И. Медь и ее сплавы. М.: Metallurgiya, 1966. 248 с.
17. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник в 3 т. / под общ. ред. Н.П. Лякишева. М.: Наука, 1996. Т. 2. 1028 с.
18. Лайнер Д.И., Малышева Л.А., Лунева В.И. и др. Об особенностях рекристаллизации меди различной степени чистоты, прокатанной с высокой степенью деформации // Научные труды Института / Гос. науч.-исслед. и проектный ин-т сплавов и обработки металлов «Гипроцветметобработка». М.: Metallurgiya, 1974. Вып. 42: Metallovedenie medi i spлавов na медной основе. С. 39–44.
19. Бодяко М.Н., Астапчик С.А., Ярошевич Г.Б. Термокинетика рекристаллизации. Минск: Наука и техника, 1968. 252 с.
20. Угай Я.А. Общая химия: учеб. для студентов хим. спец. ун-тов. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Высшая школа, 1984. 440 с.
21. Мальцев М.В. Metallografiya promyshlennnykh tsvetnykh metalliv i сплавов. 2-е изд. М.: Metallurgiya, 1970. 364 с.
22. Головкин П.А. Повышение качества деталей из бескислородной меди для электровакуумных приборов СВЧ-диапазона // Технология машиностроения. 2020. № 5. С. 34–41.
23. Головкин П.А. Влияние световых оттенков в материале прутков из бескислородной меди на его вакуумную плотность // Междунар. науч.-практ. конф. «Перспективные машиностроительные технологии» (13–17 мая 2024 г., г. Санкт-Петербург). СПб., 2024. С. 298–304.
24. ГОСТ 10988–2016. Прутки из бескислородной меди для электровакуумной промышленности. Технические условия. М.: Стандартиформ, 2017. 15 с.
25. Новиков И.И., Фонарев Г.С. О зависимости пластичности поликристаллической меди от температуры // Metallovedenie tsvetnykh metalliv i сплавов. М.: Наука, 1972. С. 135–140.

References

1. Onishchenko G.G., Kablov E.N., Ivanov V.V. Scientific and technological development of Russia in the context of achieving national goals: problems and solutions. *Innovatsii*, 2020, no. 6 (260), pp. 3–16.
2. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
3. Cherepnin N.V. *Vacuum properties of materials for electronic devices*. Moscow: Sovetskoe radio, 1966, 352 p.
4. Sviridov A.V., Afanasyev-Khodykin A.N., Galushka I.A. Corrosion resistance of the brazed joints of the GTE fuel manifolds, made with various brazing alloys. *Trudy VIAM*, 2021, no. 1 (95), pp. 23–33. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 25, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-23-33.
5. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Cherednichenko I.V., Rezhikova I.I., Valeev R.A., Piskorskij V.P. Influence of Cu content to phase structure and magnetic properties of thermostable sintered magnets of Nd–Dy–Fe–Co–B and Pr–Dy–Fe–Co–B systems. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. S2 (39), pp. 11–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-S2-11-19.
6. Fedorov I.A. *Rhodium*. 2nd ed. Moscow: Metallurgiya, 1970, 364 p.
7. Zvyagintsev O.E. *Refining of Gold, Silver, and Platinum Group Metals*. 3rd ed., rev. and ad. Moscow: State Sc. and Tech. Pub. House of Literature on Ferrous and Non-Ferrous Metallurgy, 1945, 241 p.
8. *Method for the Selective Extraction of Palladium, Platinum, and Rhodium from Concentrates*: pat. 2398898 C1 Rus. Federation; appl. 09.04.09; publ. 10.09.10.

9. Kablov E.N., Kuttyrev 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), pp. 3–13. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 25, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-3-13.
10. Naprienko S.A., Erak A.D., Afanasev-Khodykin A.N., Davidenko A.N. Structure variation and properties of soldered joints ВП16 under various temperature exposures. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 115–125. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 25, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-115-125.
11. Dvoretzskov R.M., Tikhonov M.M., Karachevtsev F.N., Kuko I.S. Determination of the chemical composition of heat-resistant alloys at various stages of additive manufacturing. *Trudy VIAM*, 2021, no. 6 (100), pp. 112–122. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 25, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-6-112-122.
12. *Phase Diagrams of Binary Metallic Systems: A Handbook in 3 vols.* Ed. N.P. Lyakishev. Moscow: Nauka, 1996, vol. 1, 992 p.
13. Malyshev V.M., Rumyantsev D.V. *Gold*. Moscow: Metallurgiya, 1979, 288 p.
14. *Binary and Multicomponent Systems Based on Copper: A Handbook*. Moscow: Nauka, 1979, 248 p.
15. *Phase Diagrams of Binary Metallic Systems: A Handbook in 3 vols.* Ed. N.P. Lyakishev. Moscow: Nauka, 1996, vol. 3, book 1, 872 p.
16. Suchkov D.I. *Copper and Its Alloys*. Moscow: Metallurgiya, 1966, 248 p.
17. *Phase Diagrams of Binary Metallic Systems: A Handbook in 3 vols.* Ed. N.P. Lyakishev. Moscow: Nauka, 1996, vol. 2, 1028 p.
18. Lainer D.I., Malysheva L.A., Luneva V.I. et al. On the Recrystallization Features of Copper of Varying Purity, Rolled with a High Degree of Deformation. *Nauchnye Trudy institute «Giprotvetmetobrabotka»*. Moscow: Metallurgiya, 1974, is 42: Metallurgy of Copper and Copper-Based Alloys, pp. 39–44.
19. Bodyako M.N., Astapchik S.A., Yaroshevich G.B. *Thermokinetics of Recrystallization*. Minsk: Nauka i tekhnologiya, 1968, 252 p.
20. Ugai Ya.A. *General Chemistry: Textbook for Students of Chemical Specialized Universities*. 2nd ed., rev. and ad. Moscow: Vysshaya Shkola, 1984, 440 p.
21. Maltsev M.V. *Metallography of Industrial Non-Ferrous Metals and Alloys*. 2nd ed. Moscow: Metallurgiya, 1970, 364 p.
22. Golovkin P.A. Improving the Quality of Oxygen-Free Copper Parts for Microwave Electrovacuum Devices. *Technologiya mashinostroeniya*, 2020, no. 5, pp. 34–41.
23. Golovkin P.A. Influence of light shades in the material of oxygen-free copper rods on its vacuum density. *Int. sc.-pract. conf. «Advanced mechanical engineering technologies»*. St. Petersburg, 2024, pp. 298–304.
24. State Standard 10988–2016. *Oxygen-free copper rods for the vacuum tube industry. Specifications*. Moscow: Standartinform, 2017, 15 p.
25. Novikov I.I., Fonarev G.S. On the dependence of the plasticity of polycrystalline copper on temperature. *Metallurgy of non-ferrous metals and alloys*. Moscow: Nauka, 1972, pp. 135–140.

Информация об авторах

Галкин Виктор Иванович, профессор, д.т.н., МАИ, mai@mai.ru
Головкин Павел Александрович, методист, к.т.н., МАИ, mai@mai.ru
Дворецков Роман Михайлович, начальник сектора, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Галкин Евгений Владимирович, доцент, к.т.н., МАИ, mai@mai.ru

Information about the authors

Victor I. Galkin, Professor, Doctor of Sciences (Tech.), MAI, mai@mai.ru
Pavel A. Golovkin, Methodologist, Candidate of Sciences (Tech.), MAI, mai@mai.ru
Roman M. Dvoretzskov, Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Evgeny V. Galkin, Associate Professor, Candidate of Sciences (Tech.), MAI, mai@mai.ru

Статья поступила в редакцию 10.10.2025; получена после доработки 25.11.2025;
 одобрена и принята к публикации после рецензирования 27.11.2025.
 The article was submitted 10.10.2025; received in revised form 25.11.2025;
 approved and accepted for publication after reviewing 27.11.2025.

Научная статья

УДК 620.179.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-158-167

ОСОБЕННОСТИ НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ ОТЛИВОК ИЗ СИЛУМИНА МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ КОМПЬЮТЕРНОЙ ТОМОГРАФИИ

А.А. Демидов¹, А.В. Трапезников¹, Е.И. Косарина¹, Н.В. Осияненко¹

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

Аннотация. Особенность неразрушающего контроля методом рентгеновской компьютерной томографии (РКТ) среднегабаритных заготовок корпусов из алюминиевого сплава заключается в том, что получение томограммы происходит одновременно для двух заготовок, а для расшифровки томографических изображений и разбраковки объектов контроля в указанные изображения внедряли CAD-модели заготовок после механической обработки. По координатам дефектов относительно чистового контура определяли их допустимость. Оценку балла пористости ввиду невозможности осуществления ее методом РКТ проводят выборочно традиционным рентгенографическим методом.

Ключевые слова: алюминиевый сплав АК4ч, рентгеновская компьютерная томография, CAD-модель, рентгеновская шкала пористости

Для цитирования: Демидов А.А., Трапезников А.В., Косарина Е.И., Осияненко Н.В. Особенности неразрушающего контроля отливок из силумина методом рентгеновской компьютерной томографии // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 158–167. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-158-167.

Scientific article

FEATURES OF NON-DESTRUCTIVE TESTING OF SILUMIN CASTINGS BY X-RAY COMPUTED TOMOGRAPHY

A.A. Demidov¹, A.V. Trapeznikov¹, E.I. Kosarina¹, N.V. Osiyanenko¹

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

Abstract. A special feature of non-destructive testing using X-ray computed tomography (XCT) of medium-sized aluminum alloy housing parts is that a tomogram is obtained simultaneously for two parts, CAD models of products were embedded in images for decoding tomographic images and sorting out control objects. Defect coordinates relative to the clean outline of the CAD model were used to determine their acceptability. Since X-ray computed tomography (XCT) is not feasible, porosity score assessment is selectively performed using traditional X-ray methods.

Keywords: aluminum alloy AK4ch, X-ray computed tomography, CAD model, X-ray porosity scale

For citation: Demidov A.A., Trapeznikov A.V., Kosarina E.I., Osiyanenko N.V. Features of non-destructive testing of silumin castings by X-ray computed tomography. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 158–167. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-158-167.

Введение

Экстремальные условия работы авиационной техники: переход к сверхзвуковой скорости и большой высоте полета самолета, его надежность с учетом условий работы при низких и высоких температурах – все это вызывает повышенные требования к неразрушающему контролю узлов и деталей, выполненных из алюминиевых сплавов [1, 2]. Алюминиевые сплавы благодаря своим уникальным свойствам широко используются практически во всех отраслях народного хозяйства – особенно в производстве летательных аппаратов. В современной авиационной технике применяется широкий спектр алюминиевых сплавов – например, из литейных сплавов системы «алюминий–кремний» (силуминов) изготавливают сложные фасонные отливки деталей двигателя, шасси и топливных баков, а также крепежные устройства и многое другое.

Основным видом неразрушающего контроля отливок, в том числе из сплавов на основе алюминия, является радиографический контроль с регистрацией результатов на радиографическую пленку. Это дорогостоящий и трудоемкий процесс, связанный с использованием расходного серебросодержащего материала, с фотообработкой, вносящей в процесс определенную долю нестабильности, а также с расшифровкой рентгенографических изображений и невозможностью автоматизации процесса контроля.

Материалы и методы

В отливках из алюминиевых сплавов могут присутствовать дефекты, характерные для данного технологического процесса: усадочные и газовые раковины; рыхлоты; засоры; шлаковые, неметаллические и металлические включения, которые при соблюдении технологии рентгеновского контроля, регламентированной соответствующими нормативными документами, могут быть обнаружены с высокой чувствительностью [3]. Помимо этого, для литейных алюминиевых сплавов характерна газовая пористость – местное или рассредоточенное по всему объему изделия скопление мелких газовых раковин. Этот вид дефекта присущ практически всем отливкам из алюминиевых литейных сплавов типа силумин. Газовая пористость возникает в результате выделения газа из расплавленного металла и из сырых земляных форм. Она может также образовываться, когда относительно высокая температура устанавливается во всей или в отдельной части формы на длительный период времени либо при медленном теплоотводе [4].

Посредством металлографии интенсивность пористости различают по баллам, обозначенным в ГОСТ 1583–93, который регламентирует установление балла пористости по специально изготовленному шлифу (табл. 1) [5].

Таблица 1

Баллы пористости, определяемые на шлифах

Балл пористости	Классификация пористости	Диаметр пор, мм	Количество пор на 1 см ² , шт.
I	Мелкая	До 0,1	До 5
II	Пониженная	До 0,1/до 0,2	До 8/до 2
III	Средняя	До 0,3/до 0,5	До 12/до 2
IV	Повышенная	До 0,5/до 1,0	До 14/до 6
V	Высокая	До 0,5/до 1,0/свыше 1,0	До 15/до 8/до 2

Металлография – это разрушающий контроль, который невозможно провести при стопроцентной проверке каждого изделия. При проведении рентгеновского неразрушающего контроля оценка годности отливок происходит путем визуального сравнения рентгенографического изображения отливки с изображением эталонной рентгенограммы из «Альбома унифицированной рентгеновской шкалы газовой пористости отливок из литейных алюминиевых сплавов системы Al–Si». В данном альбоме приведена

информация о связи между баллом пористости и прочностными свойствами сплава, которая используется для того, чтобы определить, какой балл пористости следует считать браком [6].

Отливки из алюминиевого сплава АК9ч представляют собой среднегабаритные объекты сложной конфигурации (рис. 1), получаемые путем заливки в формы из холоднотвердеющих смесей по альфа-сет процессу. Перед разливкой сплав обрабатывали фтороцирконатом калия, являющегося модифицирующе-рафинирующей добавкой. Для снижения газовой пористости на внешнем боковом ребре в форму устанавливали холодильники. Температуру заливки варьировали в диапазоне от 640 до 700 °С.



Рис. 1. Отливка заготовки корпуса из алюминиевого сплава АК9ч

Рентгенографический контроль одного отлитого корпуса обеспечен экспонированием не менее десяти участков, однако стопроцентный контроль невозможен из-за недоступности отдельных зон. Высокая трудоемкость пленочной радиографии обусловлена следующими причинами. Во-первых, контроль каждого участка сопровождается установкой отлитого корпуса в положение экспонирования по определенной схеме, когда ось пучка излучения падает перпендикулярно на середину поверхности контролируемого участка. Для выполнения этого условия требуется наличие соответствующих приспособлений. Во-вторых, необходим двухсторонний доступ к контролируемому участку, для того чтобы с противоположной от источника излучения стороны разместить кассету с радиографической пленкой и защитным экраном. В-третьих, на поверхности контролируемого участка, обращенной к источнику излучения, следует разместить эталон чувствительности (индикатор качества изображения), ограничительные метки, номера участка контроля и объекта контроля. При расчете трудоемкости этот процесс называется подготовительным, и его продолжительность $t_{\text{подг}}$ кратна от четырех до шести раз продолжительности экспонирования $t_{\text{экс}}$: $t_{\text{подг}} = (4 \div 6)t_{\text{экс}}$. Продолжительность экспонирования должна быть обозначена в технологической карте контроля вместе с анодным напряжением, током трубки и другими параметрами контроля. Фотообработка экспонированной радиографической пленки требует значительных временных затрат: даже при наличии автоматической обработки получение рентгеновского снимка осуществляется за 8 мин. По нормам контроля на расшифровку каждого рентгеновского снимка с выдачей заключения требуется 20 мин. Таким образом, рентгенографический контроль одного отлитого корпуса занимает не менее 3–4 ч, что недопустимо при массовом контроле деталей. Поэтому поставили задачу – оптимизировать процесс контроля без снижения его качества.

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

Результаты и обсуждение

Применение рентгеновской компьютерной томографии (РКТ) для контроля заготовок корпусов из сплава АК9ч (АЛ4) в целях его оптимизации

Первый этап исследования методом РКТ заключался в получении проекционных изображений, которое осуществлялось при непрерывном вращении на поворотном столе томографа одновременно пары отливок [7, 8]. Проекционное изображение пары отливок показано на рис. 2. Эти меры позволили сократить время сканирования одной пары отливок до 25 мин. Второй этап заключался в реконструкции проекционного изображения отливок и получении томограммы, изображение которой представлено на рис. 3. Размер вокселя томограммы составляет 155 мкм. Затем в рабочую область программного обеспечения томографа для анализа томограмм погружали CAD-модель чистового контура отливки и проводили взаимное выравнивание томограммы и модели. (Примечание. CAD-модель (Computer Aided Design Model) – это цифровая модель объекта, созданная с помощью компьютерных технологий, которая представляет собой трехмерное (или двухмерное) изображение объекта.)



Рис. 2. Проекционное изображение пары отливок

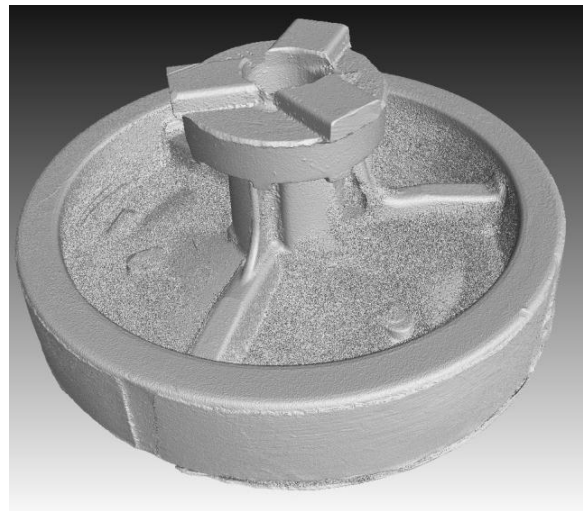


Рис. 3. Томографическое изображение отливки

Совместное изображение томограммы и CAD-модели необходимо для проведения их взаимного выравнивания [9]. Для этого выбирали поверхности отливки, которые не подвергаются механической обработке и поэтому совпадают с соответствующими поверхностями модели. Для точного взаимного расположения можно использовать программное обеспечение для анализа томограмм. Однако слишком грубая поверхность отливки не позволила добиться лучших результатов, по сравнению с расположением вручную. Результат совмещения отливки и модели показан на рис. 4.

Далее проводили визуальный анализ дефектов отливки на предмет их попадания в чистовой контур будущей детали. Если в границы чистового контура попадает изображение дефекта, недопустимого по своему типу и размерам, то заготовку отправляют в ремонт или бракуют. Если координаты изображения дефекта находятся вне чистового контура CAD-модели, то заготовка проходит контроль с положительным результатом, поскольку дефект будет удален в результате последующей механической обработки изделия [10–12].

На рис. 5 приведены изображения литейных дефектов, обнаруженных в сечениях томограммы и попадающих в чистовой контур CAD-модели.

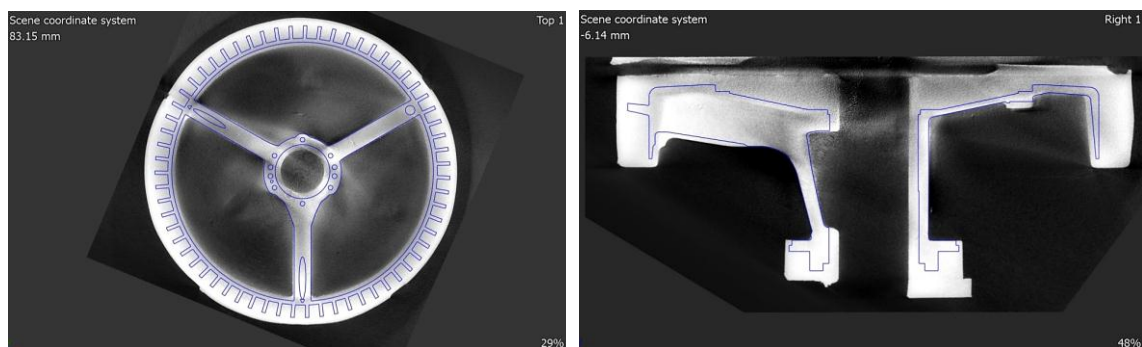


Рис. 4. Результат совмещения CAD-модели чистового контура и томограммы отливки

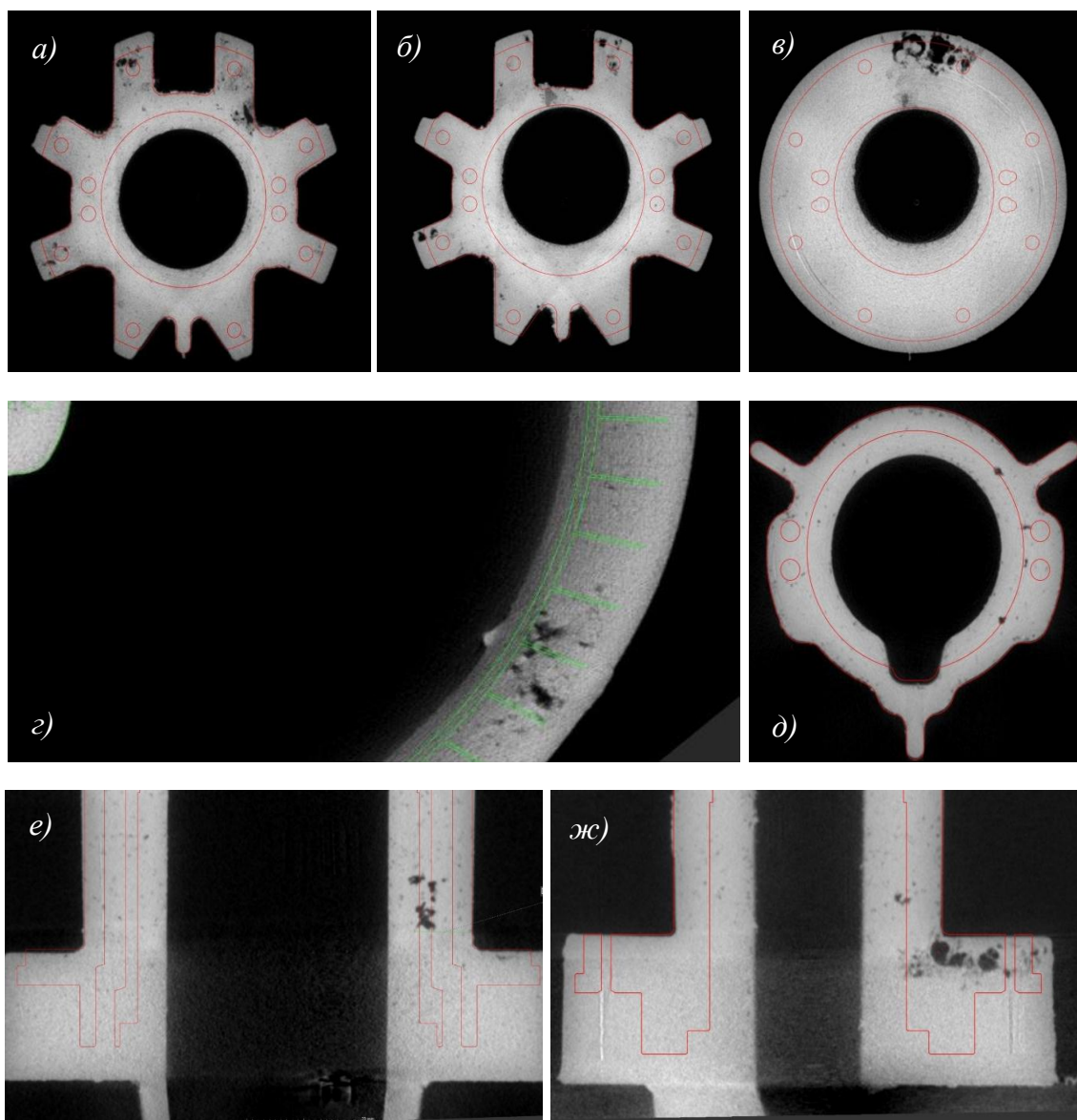


Рис. 5. Томографические изображения фрагментов сечений заготовки корпуса, содержащих дефекты литья в чистовом контуре CAD-модели

На рис. 5, а–г недопустимые усадочные раковины, вызванные проникновением воздуха при заливке отливки, попадают в чистовой контур CAD-модели, поэтому эти заготовки являются безусловно браком. На рис. 5, д показаны мелкие усадочные

раковины, которые сами по себе не являются браковочным признаком. Однако при механической обработке часть этих раковин окажется на чистовой поверхности, что приведет к отбраковке заготовки и, следовательно, к бесполезной трате времени на механическую обработку. На рис. 5, *е, ж* усадочные раковины оказались непосредственно в чистовом контуре, следовательно, это брак [10, 13, 14].

Эффективность контроля методом РКТ состоит в том, что значительно сокращается его продолжительность без потери чувствительности. Процесс получения томограммы пары заготовок состоит в сканировании и реконструкции и в среднем составляет 45–50 мин, продолжительность совмещения САД-модели с томограммой 10 мин. Практически мгновенно можно получить изображение любого сечения томограммы, и, поскольку томограф позволяет получить информацию о количестве дефектов и их размерах, анализ изображений занимает значительно меньше времени, чем расшифровка рентгенограмм. Преимуществом данного метода также является возможность точной локализации дефекта для дальнейшего исправления. Однако существует проблема оценки пористости, неизбежно присутствующей в алюминиевых отливках.

Определение балла пористости

Методом РКТ невозможно определить балл пористости, содержащейся в отливке. Рассмотрим причины этого обстоятельства на примере пористости третьего балла. Именно по третьему баллу пористости в основном происходит разбраковка отливок деталей авиационной техники. Согласно ГОСТ 1583–93, на шлифе площадью 1 см^2 должно быть до 12 пор диаметром до 0,3 мм и до двух пор диаметром до 0,5 мм. С помощью РКТ можно получить изображение любого сечения отливки, выполненное под любым углом. Плоскость сечения на томографическом изображении реально имеет конечную толщину, которая равна размеру пикселя (вокселя). На рис. 6 условно представлен фрагмент отливки с третьим баллом пористости и с выделенным сечением толщиной $h = 0,2 \text{ мм}$ [7, 8].

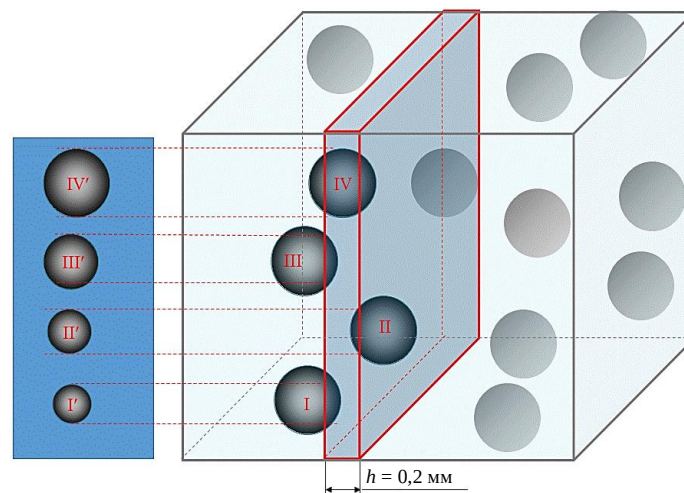


Рис. 6. Возможные варианты взаимного расположения пор (I, II, III, IV) и выбранного при томографии сечения h , а также томографические изображения пор (I', II', III', IV') на мониторе томографа

Поры диаметром 0,3 мм в 1,5 раза больше, чем толщина плоскости сечения h . При произвольной ориентации плоскости по отношению к поре в ее пространство пора попадет не полностью, а лишь ее сечение. На рис. 6 показаны четыре возможных варианта

ориентации пор I, II, III, IV и плоскости их сечения. Для пор I', II', III' на мониторе представлено томографическое изображение их сечений, размеры которых намного меньше реального диаметра пор. Только пора IV' имеет томографическое изображение размером, соответствующим диаметру самой поры. Таким образом, изображения пор на шлифах и в произвольном сечении томографического изображения не совпадают.

Аналогично недопустима оценка пористости посредством «Альбома унифицированной рентгеновской шкалы газовой пористости отливок из литейных алюминиевых сплавов системы Al-Si», так как томографическое изображение сечения отливки толщиной h и рентгенографического снимка эталонного образца, представляющего изображение его проекции, не соответствуют друг другу. На рентгенограмме присутствуют проекции всех пор, имеющихся в отливке.

Поэтому для оценки величины пористости используют традиционный рентгенографический контроль с использованием радиографической пленки классов С3 и С4 [6, 15]. Заготовку корпуса, содержащую пористость (рис. 7), ставили в положение экспонирования под окном рентгеновского аппарата (независимо от того, какова интенсивность пористости на томограмме) и проводили экспонирование в соответствии с действующими нормативными документами. Полученную рентгенограмму расшифровывали.



Рис. 7. Сечение фрагмента заготовки корпуса с изображением пористости

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработаны рентгеновские шкалы пористости для литейных алюминиевых сплавов системы «алюминий–кремний» (силумин): АК12 (АЛ2), АК9ч (АЛ4), АК5М (АЛ5), АК7ч (АЛ9), АК7пч (АЛ9-1), АК8М (АЛ32), АК8л (АЛ34). Этот процесс сопровождался многократным получением отливок, их металлографическими, рентгенографическими и механическими исследованиями, в результате которых установлена однозначная связь между результатами металлографии, изображениями на рентгенограмме и прочностными свойствами, характерными для каждого балла пористости. Шкалы пористости, регламентированные российскими стандартами, содержат зависимости механических свойств сплавов от балла пористости и толщины отливки (табл. 2, рис. 8).

Для оценки балла пористости дефектоскопист использует эталонную рентгеновскую шкалу пористости, которая устанавливает пятибалльную градацию газовой пористости деталей из литейных алюминиевых сплавов. Руководствуясь нормативным документом, оператор дает заключение о балле пористости объекта контроля [5]. Если на контролируемом участке отливки балл пористости превышает предельно допустимый уровень, то отливка считается браком.

Таблица 2

**Зависимость механических свойств сплавов типа силумин
от балла пористости и толщины отливки**

Толщина отливки, мм	Балл пористости									
	I		II		III		IV		V	
	σ_B , МПа	δ , %	σ_B , МПа	δ , %	σ_B , МПа	δ , %	σ_B , МПа	δ , %	σ_B , МПа	δ , %
От 3 до 8	300	3,4	290	2,5	280	2,5	270	2,0	250	0,8
От 8 до 13	290	5,5	280	4,5	270	3,5	260	3,0	240	1,5
От 13 до 18	280	4,4	270	3,5	260	3,0	240	2,5	230	1,5
От 18 до 23	260	3,4	250	3,0	230	2,5	210	2,0	200	1,0
От 23 до 50	250	3,3	230	2,5	200	2,0	180	2,0	160	0,7



Рис. 8. Рентгенограмма эталонных образцов толщиной 5 мм из сплава АК7пч (АЛ9-1) с газовой пористостью с I по V балл

Продолжительность контроля методом РКТ (с учетом подготовки к реконструкции и разделения отливок в программном обеспечении для анализа томограмм) в расчете на одну отливку составляет ~1 ч. Таким образом, продолжительность контроля методом РКТ в 3–5 раз меньше по сравнению с аналогичным показателем для пленочной радиографии. При этом качество контроля выше, так как для РКТ доступны все участки сложной отливки, поскольку возможна визуализация любого сечения объекта контроля.

Заключения

Разработан технологический прием неразрушающего контроля методом РКТ среднегабаритных отливок сложной формы из сплава АК9ч, особенность которого заключается в совместном сканировании пары отливок. Совмещение САД-модели чистового контура отливки и томограммы позволило определить точные координаты дефектов и исключить при разбраковке те, которые находятся вне чистового контура САД-модели.

Установлена невозможность оценки балла пористости методом РКТ, поскольку сравнение проекционного изображения и сечения томограммы некорректно. Толщина сечения томографического изображения соответствует толщине вокселя. Поры, попадающие в сечение, имеют размеры, превышающие его толщину, поэтому их изображение может иметь диаметр, значительно меньше реального.

Проведен расчет и сравнение продолжительности контроля методом РКТ и рентгенографическим методом и показаны преимущества РКТ.

Проведен контроль методами РКТ и пленочной радиографии более 150 заготовок, положительные результаты которых обеспечили практическое подтверждение расчетов.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Белов Е.В., Трапезников А.В., Леонов А.А., Зайцев Д.В. Особенности упрочнения и кинетика старения литейного алюминиевого высокопрочного сплава на основе системы Al–Si–Cu–Mg // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 2 (63). С. 24–34. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 21.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-24-34.
2. Горбовец М.А., Николаев Е.В., Старцев В.О. Климатические испытания материалов для Арктики. Часть 1. Требования к материалам // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 4 (77). С. 180–188. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-180-188.
3. Решетников Ю.В., Трапезников А.В., Власова К.А., Леонов А.А. Влияние различных факторов на технологические свойства холоднотвердеющих смесей на фенолформальдегидном связующем. Часть 1 // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 1 (74). С. 63–77. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 14.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-63-77.
4. Оглодков М.С., Романенко В.А., Кожекин А.Е. Направления развития технологий плавки и литья алюминий-литиевых сплавов (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 51–62. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-51-62.
5. ГОСТ 1583–93. Сплавы алюминиевые литейные. Технические условия. Минск: Изд-во стандартов, 1993. 30 с.
6. Казанцев С.П., Фурман Е.Л. Дефекты в отливках при литье по выплавляемым моделям. Екатеринбург: УрФУ, 2019. 110 с. URL: https://study.urfu.ru/Aid/Publication/13842/1/1229_Казанцев.pdf (дата обращения: 14.08.2025).
7. Ободовский А.В., Клонов В.В., Ларионов И.А., Потрахов Н.Н. О модернизации рентгенодиагностической установки для проведения томографических исследований // Докл. V Всерос. науч.-практ. конф. производителей рентгеновской техники. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», 2018. С. 60–62.
8. Кротова У.В., Савченко О.А., Митрайкин В.И., Зайцева Т.А., Закиров Р.Х. Применение рентгеновской компьютерной томографии для диагностики композитных конструкций в энергетике // *Проблемы энергетики*. 2024. Т. 26. № 2. С. 15–31.
9. Becker B., Rumyantsev S. Программное обеспечение для визуализации и анализа данных компьютерной томографии // Тез. докл. 4-й Междунар. конф. «Новейшие технологии контроля». М.: Остек-СМТ, 2016. С. 7–9.
10. Косушкин П.А. Передовые технологии для контроля качества // *Вектор высоких технологий*. 2016. № 5 (26). С. 38–42.
11. Van Aarle W., Palenstijn W.J., Cant J. et al. Fast and flexible X-ray tomography using the ASTRA toolbox // *Optic Express*. 2016. Vol. 24. No. 22. P. 25129–25147.
12. Зубова А.В., Пихур О.Л., Бессонов В.Б. и др. Случай хирургического удаления нижних третьих моляров в краниологической серии из крепости Пукара-де-Тилкара (провинция Жужуй, Аргентина) // *Археология, этнография и антропология Евразии*. 2020. Т. 48. № 2. С. 149–156.
13. Сергиенко И.В., Амирова Л.А., Крымова М.А., Тангатаров Р.Р. Цифровые инструменты в профессиональной деятельности специалиста: учеб. пособие для вузов. СПб.: Лань, 2025. 204 с.
14. Бердникова А.А., Верзун Н.А., Колбанев М.О. Архитектура и модели доступа в информационных и коммуникационных системах: учеб. пособие для вузов. СПб.: Лань, 2024. 96 с.
15. Ингачева А.С., Шешкус А.В., Чернов Т.С. и др. Рентгеновский компьютерный томограф – новый инструмент в распознавании // *Труды ИСА РАН*. 2018. Спецвыпуск. С. 90–95.

References

1. Kablov E.N., Belov E.V., Trapeznikov A.V., Leonov A.A., Zaitsev D.V. Strengthening features and aging kinetics of high-strength cast aluminum alloy AL4MS based on Al–Si–Cu–Mg system. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 24–34. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 21, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-24-34.
2. Gorbovets M.A., Nikolaev E.V., Startsev V.O. Climate testing of Arctic materials. Part 1. Requirements for materials. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 4 (77), pp. 180–188. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-180-188.

3. Reshetnikov Yu.V., Trapeznikov A.V., Vlasova K.A., Leonov A.A. Different factors influence on technological properties of self-hardening phenol formaldehyde resin sands. Part 1. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 63–77. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 14, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-63-77.
4. Oglodkov M.S., Romanenko V.A., Kozhekin A.E. Directions of development melting and casting technologies of aluminum-lithium alloys (review). *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 51–62. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 15, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-51-62.
5. State Standard 1583–93. *Aluminum Casting Alloys. Specifications*. Minsk: Publ. House of Standards, 1993, 30 p.
6. Kazantsev S.P., Furman E.L. *Defects in Investment Castings*. Ekaterinburg: UrFU, 2019, 110 p. Available at: https://study.urfu.ru/Aid/Publication/13842/1/1229_Казанцев.pdf (accessed: August 14, 2025).
7. Obodovsky A.V., Klonov V.V., Larionov I.A., Potrakhov N.N. On the Modernization of an X-ray Diagnostic Unit for Tomographic Studies. *Reports of 5th All-Rus. Sci. and Pract. Conf. of X-ray Equipment Manufacturers*. St. Petersburg: ETU «LETI» Publ. House, 2018, pp. 60–62.
8. Krotova U.V., Savchenko O.A., Mitryaikin V.I., Zaitseva T.A., Zakirov R.Kh. Application of X-ray computed tomography for diagnostics of composite structures in the power industry. *Problemy energetiki*, 2024, vol. 26, no. 2, pp. 15–31.
9. Becker B., Rumyantsev S. Software for visualization and analysis of computed tomography data. *Reports of the 4th International Conf. «The Newest Control Technologies»*. Moscow: Ostek-SMT, 2016, pp. 7–9.
10. Kosushkin P.A. Advanced technologies for quality control. *Vektor vysokikh tekhnologiy*, 2016, no. 5 (26), pp. 38–42.
11. Van Aarle W., Palenstijn W.J., Cant J. et al. Fast and flexible X-ray tomography using the ASTRA toolbox. *Optic Express*, 2016, vol. 24, no. 22, pp. 25129–25147.
12. Zubova A.V., Pikhur O.L., Bessonov V.B. et al. A case of surgical removal of lower third molars in a craniological series from the Pucara de Tilcara fortress (Jujuy Province, Argentina). *Arkhеologiya, etnografiya i antropologiya Evrazii*, 2020, vol. 48, no. 2, pp. 149–156.
13. Sergienko I.V., Amirova L.A., Krymova M.A., Tangatarov R.R. *Digital tools in the professional activities of a specialist: a textbook for universities*. St. Petersburg: Lan, 2025, 204 p.
14. Berdnikova A.A., Verzun N.A., Kolbanov M.O. *Architecture and access models in information and communication systems: a textbook for universities*. St. Petersburg: Lan, 2024, 96 p.
15. Ingacheva A.S., Sheshkus A.V., Chernov T.S. et al. X-ray computed tomography – a new tool in recognition. *Trudy ISA RAN*, 2018, Special issue, pp. 90–95.

Информация об авторах

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

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

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

Осияненко Наталья Викторовна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

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

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

Nataliya V. Osiyanenko, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 03.10.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 21.10.2025.

The article was submitted 03.10.2025; approved and accepted for publication after reviewing 21.10.2025

Научная статья

УДК 620.179

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-168-182

ВИЗУАЛИЗАЦИЯ АДсорбЦИИ ТЯЖЕЛЫХ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРОМЫШЛЕННЫХ ФИЛЬТРАХ МЕТОДОМ ЭНЕРГОЧУВСТВИТЕЛЬНОЙ КОМПЬЮТЕРНОЙ ТОМОГРАФИИ

Д.А. Шашурин¹, Д.В. Сидоров², Е.В. Суслова¹, Н.А. Мартынова¹, Г.А. Шелков¹

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», Москва, Россия; info@rector.msu.ru

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

Аннотация. Продемонстрирован потенциал использования метода энергочувствительной компьютерной томографии для исследования сорбции тяжелых элементов в сорбентах и макетах фильтрующих систем. По результатам проведенных экспериментальных исследований установлена возможность одновременной визуализации и идентификации в фильтрующей системе нескольких химических элементов. Предлагаемый метод относится к неразрушающим методам контроля, его можно использовать в области защиты окружающей среды от выбросов, содержащих тяжелые элементы.

Ключевые слова: гадолиний, йод, адсорбция, неразрушающая визуализация, энергочувствительная компьютерная томография, фильтр

Для цитирования: Шашурин Д.А., Сидоров Д.В., Суслова Е.В., Мартынова Н.А., Шелков Г.А. Визуализация адсорбции тяжелых элементов в промышленных фильтрах методом энергочувствительной компьютерной томографии // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 168–182. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-168-182.

Scientific article

VISUALIZATION OF ADSORPTION OF HEAVY ELEMENTS IN INDUSTRIAL FILTERS BY ENERGY-SENSITIVE COMPUTED TOMOGRAPHY

D.A. Shashurin¹, D.V. Sidorov², E.V. Suslova¹, N.A. Martynova¹, G.A. Chelkov¹

¹Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia; info@rector.msu.ru

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

Abstract. This study demonstrates the potential of energy-sensitive computed tomography for studying the sorption of heavy elements in sorbents and filter system models. The experimental results demonstrated the feasibility of simultaneously visualizing and identifying multiple chemical elements in a filter system. The proposed method is a non-destructive testing method and can be used to protect the environment from emissions containing heavy elements.

Keywords: gadolinium, iodine, adsorption, non-destructive imaging, energy-sensitive computed tomography, filter

For citation: Shashurin D.A., Sidorov D.V., Suslova E.V., Martynova N.A., Chelkov G.A. Visualization of adsorption of heavy elements in industrial filters by energy-sensitive computed tomography. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 168–182. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-168-182.

Введение

Контроль сорбционной емкости и оценка степени загрязнения фильтрующих систем имеют особое значение для самых разных технологических задач, включающих защиту окружающей среды от вредных выбросов промышленных производств [1], и для технологических процессов, в ходе которых необходимо обеспечить очистку целевого продукта от нежелательных примесей [2]. Как правило, для оценки степени загрязнения фильтрующих систем используются разрушающие процедуры, предполагающие получение образцов сорбента и их последующее физико-химическое исследование с помощью гравиметрии, микроскопии и различных методов элементного анализа [3]. Такой подход позволяет получить достаточно точные данные о состоянии фильтра, однако имеет существенные ограничения. Применение разрушающих процедур может быть нецелесообразно для оценки состояния сложных или дорогостоящих систем. Кроме того, разрушающие процедуры неэффективны при изучении динамических процессов.

Обойти эти ограничения можно с помощью неразрушающих методов исследования, например различных видов компьютерной томографии. Так, рентгеновская компьютерная томография позволяет оценивать структуру фильтрующих элементов и плотность сорбентов [4–6], а также визуализировать и исследовать процессы сорбции [7]. Магнитно-резонансная томография позволяет также визуализировать и оценивать некоторые физические процессы, происходящие внутри фильтрующих систем, например накопление воды [8]. Тем не менее эти методы практически не позволяют исследовать такие сложные химические изменения, как накопление различных видов загрязнителей при их одновременном присутствии в фильтруемой среде [9].

Возможным способом решения таких задач может быть использование современных видов компьютерной томографии, в том числе энергочувствительной (ЭКТ), или с подсчетом фотонов. В основе ЭКТ лежит использование гибридных полупроводниковых пиксельных детекторов с прямым преобразованием рентгеновского излучения, регистрирующих отдельные рентгеновские фотоны с определением их энергии относительно одного или нескольких пороговых значений [10]. Это позволяет не только определять интегральный коэффициент ослабления рентгеновского излучения исследуемых структур, но и регистрировать спектры поглощения входящих в их состав элементов, оценивать энергии K -края поглощения и ассоциировать каждый воксель пространства с определенным химическим составом. Современные энергочувствительные детекторы, например детекторы семейств TimePix и MediPix, имеют нижний порог определения энергии фотонов 7 кэВ, геометрическое разрешение до 50 мкм, энергетическое разрешение $<10\%$ и позволяют одновременно использовать до восьми энергетических порогов. Это дает возможность различать материалы, состоящие из элементов с порядковым номером $Z > 28$, энергии K -края которых отличаются на 3–5 кэВ [11]. Метод ЭКТ активно используется в биомедицинских исследованиях и внедряется в клиническую практику [12], а также находит применение для решения задач материаловедения и других смежных областей.

Цель данной работы – оценка возможности использования метода ЭКТ для неразрушающей визуализации, а также качественной и количественной оценки адсорбции тяжелых элементов в фильтрующих системах. В качестве адсорбентов апробированы различные виды наноматериалов на основе углерода: активированный уголь (АУ), малослойные графеновые фрагменты (МГФ), азот- (N-МГФ) и фосфордопированные МГФ (P-МГФ), углеродные нанотрубки (УНТ), а также аморфный SiO_2 . В качестве сорбируемых элементов использовали растворы Gd^{3+} , а также неионный контрастный агент на основе йода (йогексол) для компьютерной томографии.

Материалы и методы

Адсорбенты МГФ, N-МГФ и Р-МГФ синтезировали пиролитическим разложением гексана (99,8 %), ацетонитрила (ос. ч.) или 2 % (по массе) раствора PPh_3 (ч.) в толуоле при температуре $\geq 900^\circ\text{C}$ в присутствии темплата MgO [13, 14]. Путем пиролиза гексана в присутствии катализатора роста Co-Mo/MgO синтезировали УНТ [15]. Образовавшийся MgO удаляли кипячением полученных продуктов в HCl в течение 6 ч с последующей промывкой дистиллированной водой до нейтрального значения pH промывных вод. Полученные образцы МГФ, N-МГФ, Р-МГФ и УНТ сушили при температуре $\geq 110^\circ\text{C}$ в течение 24 ч. Образцы МГФ, N-МГФ и УНТ окисляли раствором HNO_3 с целью создания поверхностных кислородсодержащих функциональных групп. Для этого к навескам (1 г) МГФ, N-МГФ и УНТ прибавляли 100 мл 69%-ной HNO_3 , кипятили с обратным холодильником 1,5–2 ч, фильтровали, промывали водой и сушили при температуре $\geq 110^\circ\text{C}$ в течение 12 ч.

Аморфный SiO_2 обычно получают гидролитическим разложением тетраэтоксисилана [16], однако зола рисовой шелухи (ЗРШ) является более экономически целесообразным источником. В представленном исследовании АУ и аморфный SiO_2 выделяли из ЗРШ [17], полученной при сжигании рисовой шелухи.

Для удаления пыли ЗРШ промывали водой, после чего добавляли 6 М водный раствор KOH в массовом соотношении ЗРШ: KOH = 1:1 и кипятили с обратным холодильником в течение 8–12 ч. Полученная реакционная смесь представляла собой черный углеродсодержащий осадок и раствор Na_2SiO_3 . Осадок фильтровали, промывали водой, прибавляли NaOH в массовом соотношении С: NaOH = 1:3 и отжигали в токе Ar при температуре $\geq 700^\circ\text{C}$ в течение 2 ч. Полученный АУ охлаждали, промывали водой, соляной кислотой и снова водой до нейтрального значения pH промывных вод.

К раствору Na_2SiO_3 прибавляли HCl при комнатной температуре, в результате чего мгновенно образовывался белый золь кремниевой кислоты, который кипятили с обратным холодильником в течение 24 ч, фильтровали, многократно промывали водой и сушили при температуре $\geq 110^\circ\text{C}$ в течение 24 ч с последующим отжигом при температуре $\geq 450^\circ\text{C}$ в течение 4 ч.

Физико-химические методы исследования адсорбентов

Морфологию и строение частиц исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии с ускоряющим напряжением 200 кэВ.

Химический состав поверхности адсорбентов исследовали методом рентгеновской фотоэлектронной микроскопии с монохроматическим $\text{Al } K_\alpha$ -излучением (1486,7 эВ).

Значение удельной площади поверхности полученных адсорбентов определяли методом низкотемпературной адсорбции азота при 77 К. Распределение пор по размерам рассчитывали с использованием модели ВЖН (Barret–Joyner–Halenda) [18]. Пробоподготовка представляла собой предварительную дегазацию образцов при температуре $\geq 300^\circ\text{C}$ в течение 4 ч и пониженном давлении.

Томографические исследования

Томографические исследования проводили на энергочувствительном компьютерном томографе, оснащенном детекторами MediPix 3RX с сенсорами CdZnTe толщиной 1 мм. Сканирование объектов, содержащих только Gd, выполняли с напряжением трубки 80 кВ, током 25–40 мкА, временем экспозиции 100 мс и энергетическими порогами 25, 35, 48 и 60 кэВ. Сканирование объектов, содержащих Gd и I, выполняли с энергетическими порогами 15, 30, 48 и 60 кэВ. Шаг проекций составил 0,5 градуса

(720 проекций на полный оборот системы). Томографические реконструкции проводили с размером вокселя 60 мкм отдельно для энергетических окон 7–15, 25–35, 35–48, 48–60 и >60 кэВ для Gd и 7–15, 15–30, 30–48, 48–60 и >60 кэВ для Gd/I. Для визуализации и анализа реконструкций использовали программное обеспечение.

Качественный и количественный анализ содержания материалов

Основным методом идентификации и оценки содержания материалов при проведении исследований методом ЭКТ является сравнение спектра поглощения отдельных вокселей томографической реконструкции со спектрами поглощения известных референсных материалов. Использование референсных материалов необходимо из-за ограниченного энергетического разрешения $\Delta E/E$ детекторов ($\Delta E/E \approx 7\%$ для детектора MediPix 3RX) и ограниченного количества энергетических порогов. Это приводит к выраженным различиям между спектрами, регистрируемыми в эксперименте и рассчитанными теоретически или зарегистрированными с помощью методов двухмерной спектроскопии [19].

Использование референсных материалов также необходимо для идентификации материалов, содержащих более одного химического элемента с высоким коэффициентом ослабления рентгеновского излучения. В частности, в предыдущих работах с Gd-содержащими структурами показано, что их включение в состав матрицы на основе углерода не приводит к значимым изменениям коэффициентов ослабления в энергетическом окне 48–56 (60) кэВ, соответствующем энергии *K*-края поглощения Gd 50,2 кэВ, поэтому для их распознавания достаточно использования референсных водных растворов солей Gd^{3+} [20]. При этом спектр поглощения структур с кремнийсодержащими матрицами имел значимые отличия от спектра поглощения Gd^{3+} , а идентификация таких материалов требовала использования отдельных референсных образцов [21].

В данной работе для распознавания Gd^{3+} приготовлена серия калибровочных водных растворов $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ (China Northern Rare Earth Group High-Tech Co Ltd, Китай) с концентрацией ионов Gd^{3+} 1,25; 2,5; 3,75; 5; 7,5 и 10 г/л, а также серия образцов аморфного SiO_2 , пропитанного водными растворами $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ с теми же концентрациями Gd^{3+} . Растворы Gd^{3+} в микропробирках Эппендорфа объемом 0,2 мл, а также образцы дистиллированной воды и липидов помещали в плексигласовый фантом. Сканирование осуществляли с теми же параметрами источника рентгеновского излучения, детектора и реконструкции, которые предполагали использовать для работы непосредственно с исследуемыми образцами. Поперечные срезы томографической реконструкции размечали согласно расположению образцов в фантоме (рис. 1, *а*), после чего с помощью встроенного программного обеспечения томографа для каждого образца и материала рассчитывали соотношение коэффициентов ослабления рентгеновского излучения между энергетическими окнами. Точность калибровки проверяли, используя полученные калибровочные профили для обратного распознавания и количественного анализа материалов фантома (рис. 1, *б*, *в*).

Для построения калибровочных прямых с целью распознавания Gd и I в адсорбентах приготовлены водные растворы $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ с концентрацией ионов Gd^{3+} 5, 10 и 40 г/л, а также водные растворы йогексола (Омнипак[®], GE Healthcare, Норвегия) с содержанием йода 10, 21 и 43 г/л. При совместном сканировании количественный анализ содержания Gd и I в образцах не проводили.

Результаты количественного анализа содержания Gd^{3+} в калибровочных и основных экспериментах представлены без указания уровня погрешности вследствие ограничений возможностей программного пакета, не позволяющего исключать из анализа концентраций воксели с нулевыми концентрациями распознаваемого материала.

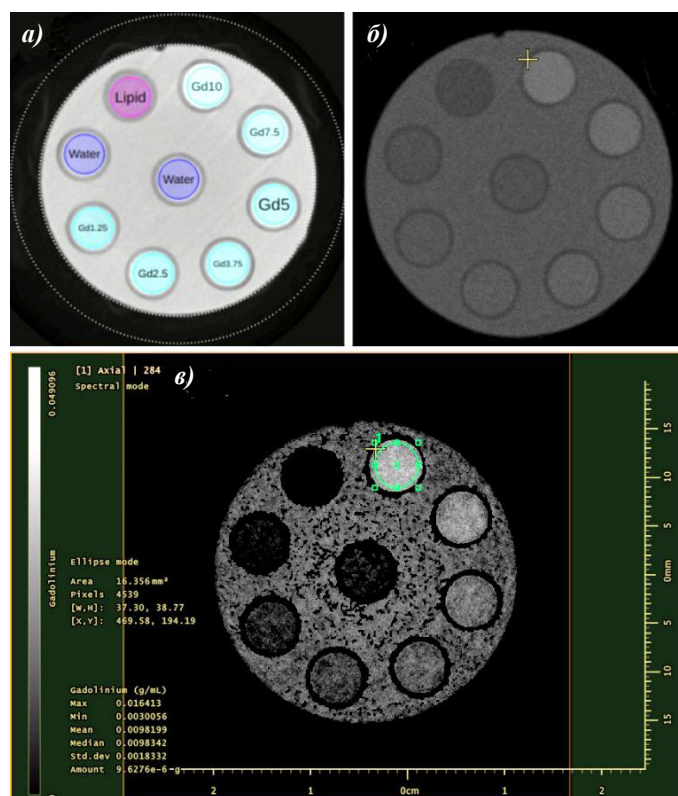


Рис. 1. Распознавание Gd^{3+} по референсным образцам водных растворов $Gd(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$: а – схема калибровочного фантома (цифра в названии ячейки соответствует концентрации Gd^{3+} в мг/мл); б – реконструкция (поперечный срез) фантома в энергетическом окне 48–60 кэВ; в – реконструкция (поперечный срез) фантома с распознаванием и количественным определением Gd^{3+}

Исследование адсорбционных свойств адсорбентов методом энергочувствительной компьютерной томографии

Исследование адсорбционных свойств сорбентов методом ЭКТ проводили для АУ и аморфного SiO_2 . К 0,10 г сорбента прибавляли 25 мл раствора Gd^{3+} с концентрацией 10 г/л, выдерживали, перемешивая, при комнатной температуре в течение 24 ч, после чего осадок отделяли от раствора центрифугированием при скорости 6000 мин^{-1} в течение 10 мин. Раствор декантировали. Навески осадков и образцы растворов после адсорбции помещали в микропробирки Эппендорфа и исследовали с помощью ЭКТ для определения концентрации Gd^{3+} и построения изотерм адсорбции для каждого из адсорбентов.

Визуализация гадолиния и йода на различных сорбентах в макетах фильтрующих систем

Визуализацию адсорбции гадолиния и йода на различных сорбентах (SiO_2 , МГФ, N-МГФ, Р-МГФ, окисленные N-МГФ и МГФ, УНТ, АУ) осуществляли следующим образом. К навескам (0,10 г) сорбента прибавляли 25 мл водного раствора йогексола с концентрацией йода 20 г/л или Gd^{3+} с концентрацией 2 г/л, перемешивали при комнатной температуре в течение 24 ч, осадки центрифугировали при скорости 6000 мин^{-1} в течение 10 мин. Раствор декантировали, а осадки помещали в микропробирки Эппендорфа или пластиковые трубки и исследовали с помощью ЭКТ. Для оценки возможности визуализации адсорбции в фильтрующих системах без их разрушения в ряде экспериментов микропробирки с сорбентами помещали в цилиндр из алюминиевого сплава, имитирующего внешний корпус фильтра.

Результаты и обсуждение

Полученные МГФ представляли собой углеродные стопки, содержащие 7–10 углеродных слоев (рис. 2, *а*); УНТ – углеродные цилиндры, вложенные друг в друга (рис. 2, *б*); аморфный SiO₂ – наносферы диаметром 100–200 нм (рис. 2, *в*).

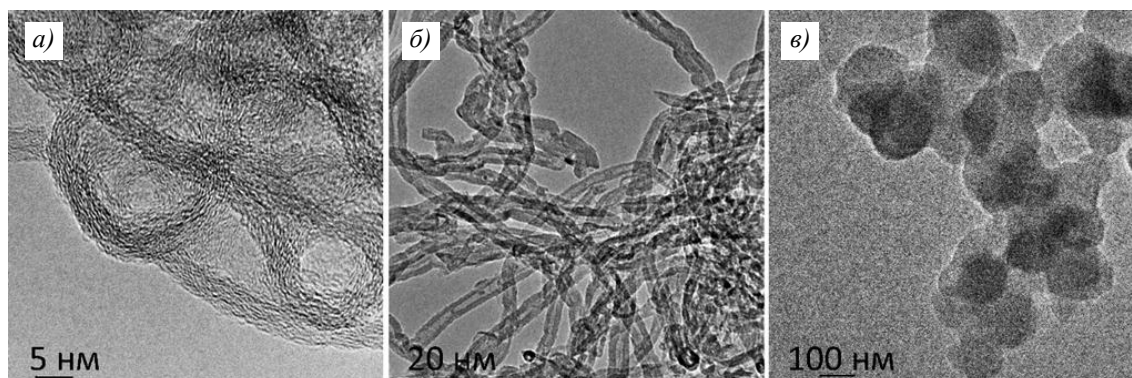


Рис. 2. Изображения, полученные с использованием просвечивающей электронной микроскопии, основных типов адсорбентов: *а* – малослойные графеновые фрагменты; *б* – углеродные нанотрубки; *в* – аморфный SiO₂

Состав поверхности углеродных наноматериалов исследован методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС). Полученные данные представлены в таблице. Окисленные адсорбенты (МГФ, N-МГФ и УНТ) и АУ содержали кислород в различных формах, соответствующих ионам O²⁻, кетогруппам C=O, гидроксильным C–OH- и карбоксильным COOH-группам, согласно O1s РФЭС-спектрам высокого разрешения [22, 23].

Результаты исследования углеродных наноматериалов методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии

Адсорбент	Содержание элементов, % (атомн.)			Текстурные характеристики		
	C	O	N*	S _{БЭТ} , м ² /г	V, см ³ /г	R, нм
Окисленные МГФ	98,1	1,9	0	440	1,89	0,88
Окисленные N-МГФ	73,8	20,5	5,7	400	2,40	–
P-МГФ	98,5	1,5	<0,1	390	1,00	3,46
Окисленные углеродные нанотрубки	92,5	6,7	0,8	130	0,40	1,50
Активированный уголь	93,2	6,2	0,6	298	0,40	1,84
Аморфный SiO ₂	–	–	–	190	0,40	2,12

* Для P-МГФ значение соответствует содержанию фосфора.
Примечание. МГФ – малослойные графеновые фрагменты; S_{БЭТ} – удельная площадь поверхности; V – удельный общий объем пор; R – средний радиус пор.

Изотермы адсорбции-десорбции азота адсорбентов, полученные при 77 К, изображены на рис. 3. Согласно классификации IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) [18], изотермы можно отнести к II (окисленные УНТ и аморфный SiO₂) и IV (АУ и окисленные МГФ) типам (рис. 3, *а*, *в*, *д*, *ж*). В окисленных УНТ и аморфном SiO₂ обнаружены преимущественно макропоры, в АУ и окисленных МГФ – мезопоры. Распределение пор по размерам (рис. 3, *б*, *г*, *е*, *з*), их объем и средний радиус рассчитаны с помощью модели ВЖН [18].

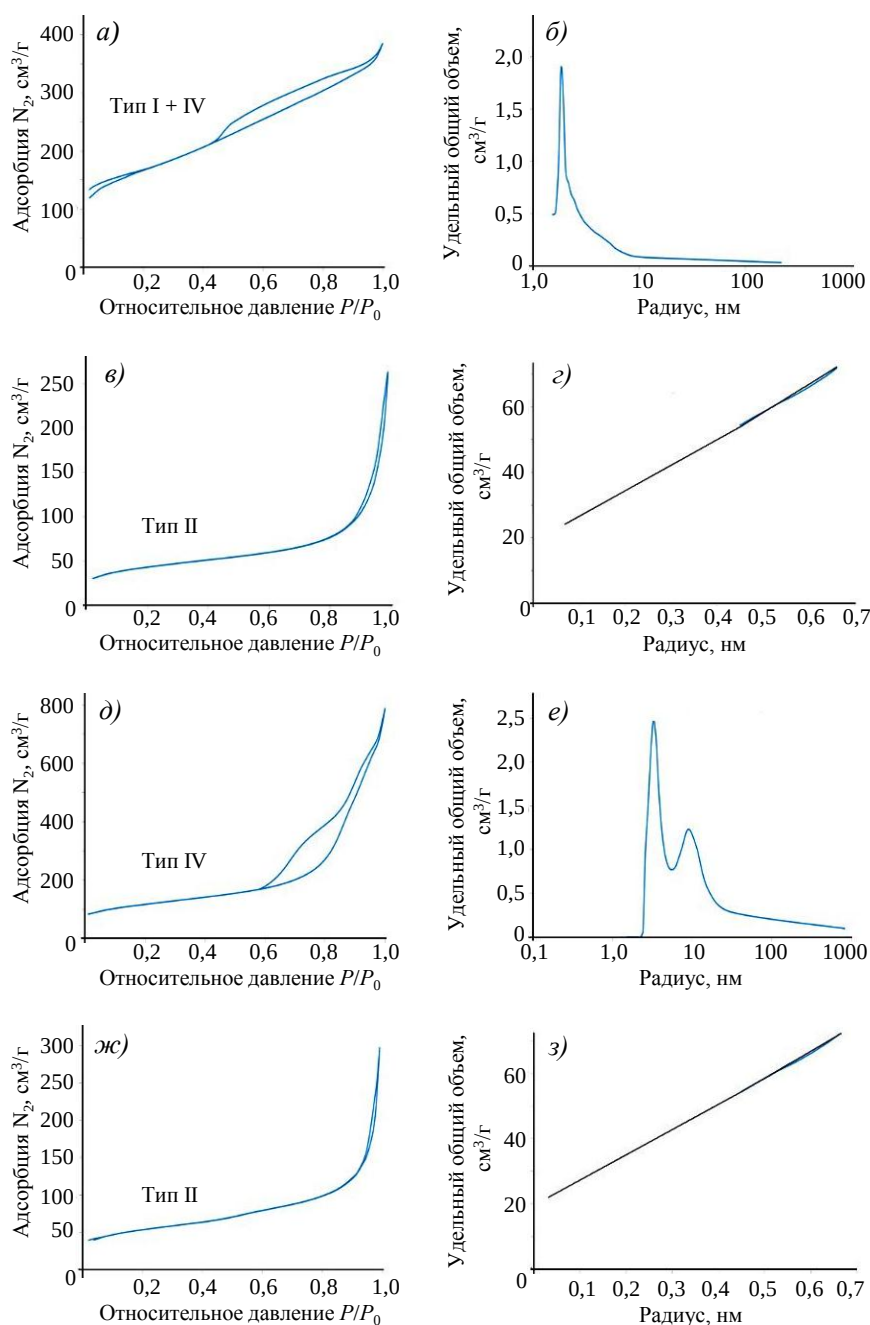


Рис. 3. Изотермы адсорбции (а, в, д, ж) и распределение пор по размерам (б, г, е, з) активированного угля (а, б), окисленных углеродных нанотрубок (в, г), окисленных малослойных графеновых фрагментов (д, е) и аморфного SiO_2 (ж, з)

Построение калибровочных прямых для количественного анализа содержания Gd^{3+} представлено далее. Для водных растворов Gd^{3+} , использованных в качестве референсных для визуализации и количественного анализа Gd^{3+} на углеродных сорбентах, получена прямая зависимость с коэффициентом детерминации $R^2 > 0,99$ и ошибкой измерений в пределах 6 % (рис. 4).

При использовании зависимости, полученной для водных растворов $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, для определения концентрации Gd^{3+} в калибровочных образцах SiO_2 , пропитанных раствором $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, изначально получен неудовлетворительный результат со значительным занижением рассчитанных экспериментальных концентраций

(рис. 5, оранжевая прямая). Это обусловлено низкой энергией K -края поглощения Si (1,84 кэВ) и относительно высоким коэффициентом ослабления рентгеновского излучения SiO_2 во всех энергетических окнах, использованных при сканировании.

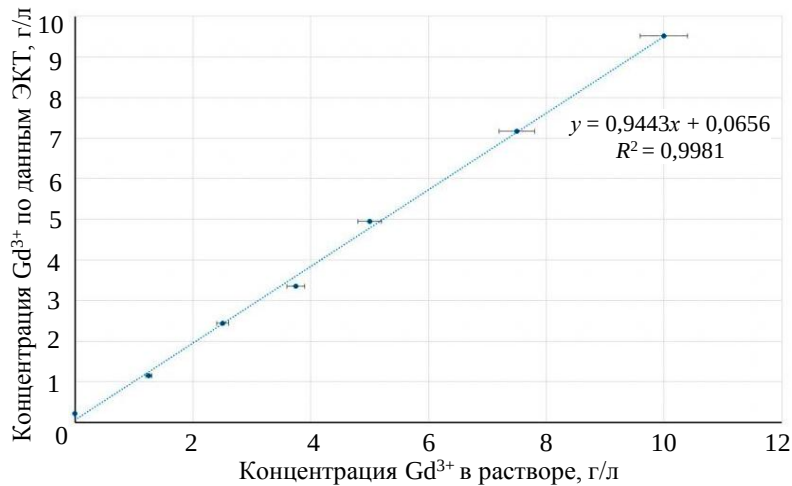


Рис. 4. Соотношение исходных и измеренных методом энергочувствительной компьютерной томографии (ЭКТ) с распознаванием концентраций Gd^{3+} в калибровочных растворах $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Обратное применение к образцам SiO_2 , пропитанным раствором $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, построенных по ним калибровочных профилей позволило улучшить точность калибровки, однако привело к завышению экспериментальных значений концентраций Gd^{3+} на ~1,7 г/л относительно исходных (рис. 5, зеленая прямая). Эта ошибка является следствием особенностей использованного в программном пакете алгоритма расчета концентраций, где нулевой концентрации материала соответствует значение коэффициента ослабления рентгеновского излучения воды. В случае SiO_2 , пропитанного раствором $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, все образцы, включая образец с нулевой концентрацией Gd^{3+} , содержат SiO_2 , коэффициент ослабления которого выше, чем у воды (рис. 5, синяя прямая). В связи с этим необходимо использовать дополнительный поправочный коэффициент.

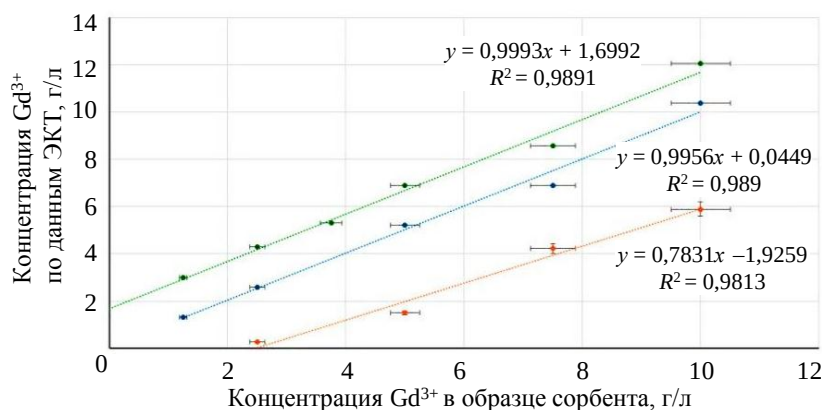


Рис. 5. Соотношение исходных и экспериментальных (измеренных методом энергочувствительной компьютерной томографии (ЭКТ) с распознаванием материалов) концентраций Gd^{3+} в калибровочных образцах SiO_2 , пропитанных водным раствором $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, при калибровке по $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (●) и по SiO_2 , пропитанному $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ с заданной концентрацией Gd^{3+} , с учетом поправочного коэффициента (●) и без поправки (●)

Проведенный анализ адсорбционной емкости аморфного SiO_2 и АУ относительно ионов Gd^{3+} , по данным ЭКТ, подтвердил возможность применения этого метода для количественных исследований. Полученные изотермы адсорбции (рис. 6 и 7) показали, что адсорбционные емкости на поверхности аморфного SiO_2 и АУ сопоставимы, несмотря на то, что в других работах не достигнуты максимальные значения, составляющие 24–32 [24, 25] и 100–140 мг/г соответственно [26, 27].

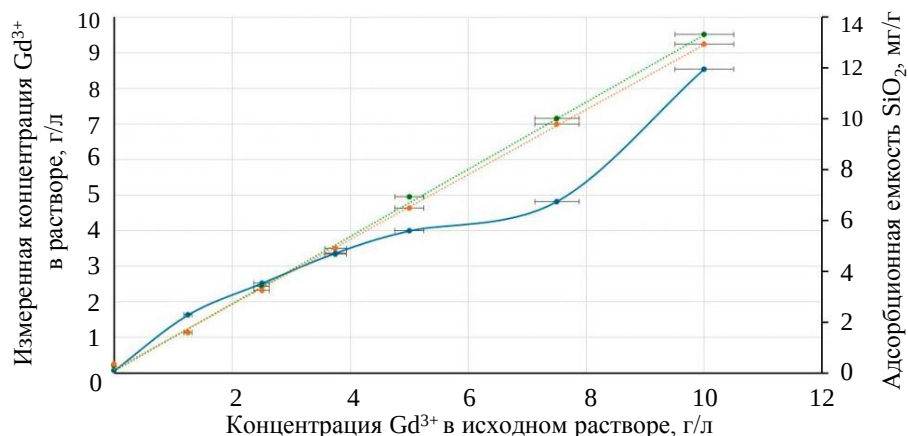


Рис. 6. Концентрация Gd^{3+} в растворах исходном (●) и после сорбции на аморфном SiO_2 (○) и изотерма адсорбции ионов Gd^{3+} (—●—), определенные методом энергочувствительной компьютерной томографии

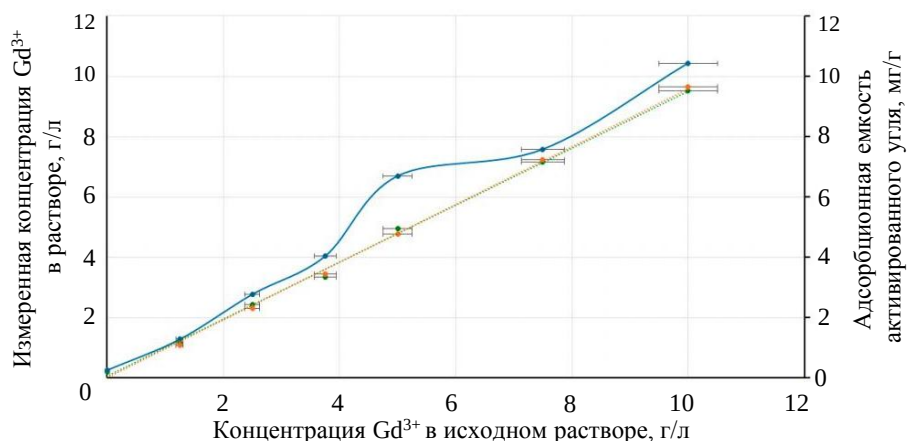


Рис. 7. Концентрация Gd^{3+} в растворах исходном (●) и после сорбции Gd^{3+} на активированном угле (○) и изотерма адсорбции ионов Gd^{3+} (—●—), определенные методом энергочувствительной компьютерной томографии

Адсорбцию ионов Gd^{3+} визуализировали в образцах аморфного SiO_2 , МГФ, N-МГФ и P-МГФ, а также окисленных МГФ и N-МГФ (рис. 8). Ионы Gd^{3+} и вода сорбировались на поверхности P-МГФ. Наблюдали равномерную по всему объему образца сорбцию воды, тогда как сорбция Gd^{3+} происходила преимущественно в нескольких центрах диаметром до 2 мм, концентрация Gd^{3+} в которых достигала 34 мг/мл. Согласно данным физико-химических исследований, для P-МГФ отмечено максимальное содержание углерода (см. таблицу), а также самый большой размер пор, что, по-видимому, объясняет их способность сорбировать раствор с ионами Gd^{3+} в большей степени по сравнению с другими исследованными адсорбентами.

Незначительная сорбция Gd^{3+} и воды также выявлена в образце аморфного SiO_2 . Сорбция Gd^{3+} в SiO_2 также происходила в ограниченном количестве центров, а вода обнаружена преимущественно на поверхности сорбента. Последний результат требует верификации другими методами, так как коэффициент ослабления воды меньше, чем у аморфного SiO_2 , что может приводить к ложноотрицательному результату ее визуализации по толщине образца. В остальных сорбентах значимого накопления Gd^{3+} и воды не отмечено.

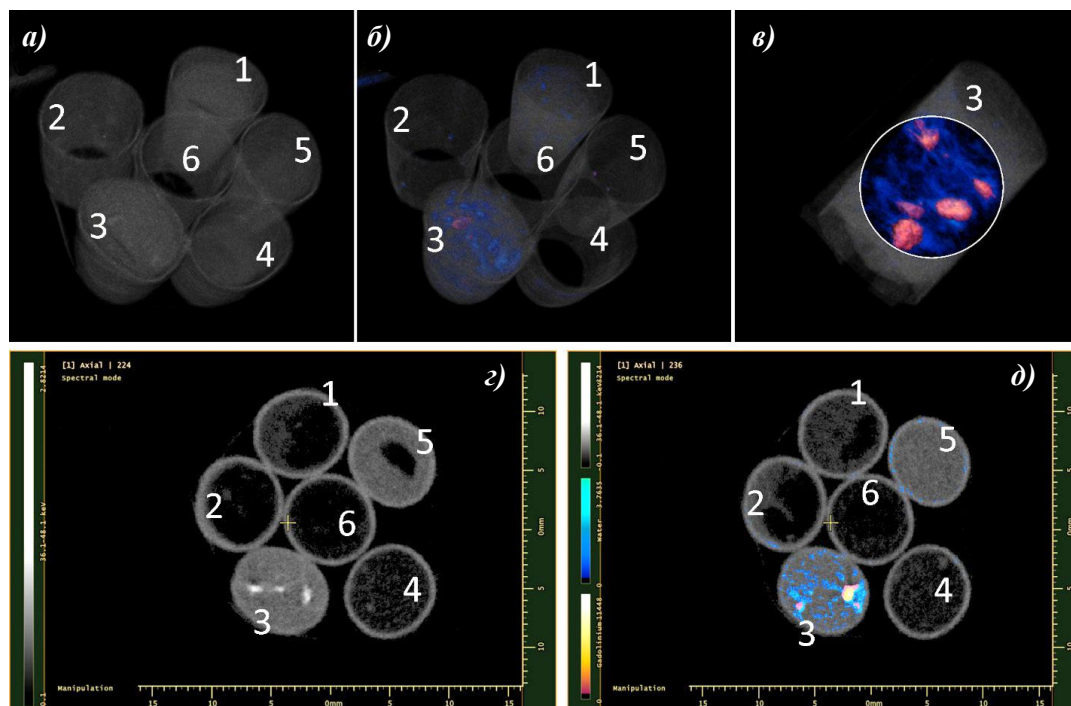


Рис. 8. Реконструкции с использованием энергочувствительной компьютерной томографии образцов сорбентов после сорбции на них ионов Gd^{3+} из растворов SiO_2 (1), N-МГФ (2), Р-МГФ (3), окисленных N-МГФ (4), МГФ (5), окисленных МГФ (6): 3D-визуализация (а, б) и поперечный срез (г, д) без распознавания материалов (а, г) и с распознаванием (б, д) гадолиния (фиолетово-желтая шкала) и воды (сине-голубая шкала); визуализация центров сорбции Gd^{3+} в образце Р-МГФ (е). МГФ – малослойные графеновые фрагменты

Исследования по одновременной визуализации адсорбции химических элементов с различными значениями энергии K -края поглощения и визуализации внутренних структур подтвердили возможность использования ЭКТ для решения подобных задач. На рис. 9 представлена визуализация сорбции Gd^{3+} и йогексола на поверхности АУ и SiO_2 в макете фильтра без внешнего корпуса (рис. 9, а, в) и с внешним корпусом из алюминиевого сплава (рис. 9, б, г). Сорбция йогексола качественно отмечена в образцах обоих типов адсорбентов, причем распределение сорбируемых веществ в адсорбентах было равномерным (рис. 9, в, г). Накопление Gd^{3+} отмечено только в образце АУ, причем преимущественно на поверхности, что с учетом представленных ранее данных об ограниченной сорбции Gd^{3+} немодифицированными МГФ, близкими по свойствам к АУ, может свидетельствовать о присутствии в образце остатка раствора адсорбата по принципу абсорбции порами. Размещение образцов внутри корпуса из алюминиевого сплава не оказывало существенного влияния на результаты распознавания и визуализации материалов (рис. 9, г).

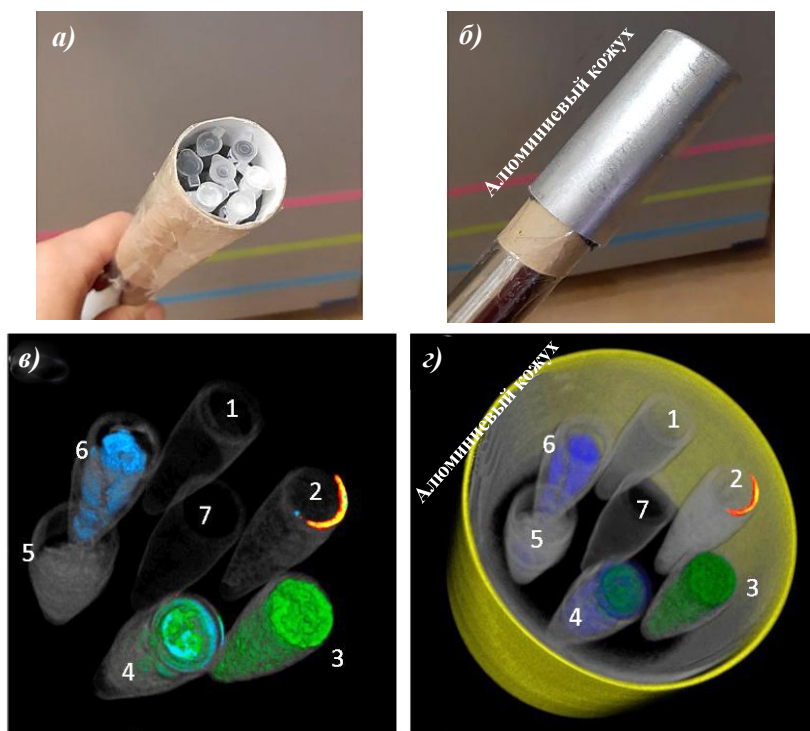


Рис. 9. Фотографии (а, б) и реконструкции с использованием энергочувствительной компьютерной томографии с распознаванием материалов (в, г) макета фильтра без (а, в) и с алюминиевым кожухом (б, г) с образцами сорбентов до и после обработки: 1 – активированный уголь (АУ); 2 – АУ с сорбированными ионами Gd^{3+} ; 3 – АУ с сорбированным йогексолом; 4 – аморфный SiO_2 с сорбированным йогексолом; 5 – аморфный SiO_2 с сорбированными ионами Gd^{3+} ; 6 – SiO_2 ; 7 – воздух. Синим цветом выделены воксели с высоким содержанием воды, желто-красным – Gd^{3+} , зеленым – йода, желтым – Al

Заключения

Проведенные исследования показали принципиальную возможность использования ЭКТ для исследования и визуализации процессов сорбции тяжелых элементов как с использованием отдельных образцов адсорбентов, так и в составе сложных систем, например фильтров. Метод ЭКТ позволяет качественно определять присутствие в системе одного или нескольких химических элементов, а также их концентрации в сорбентах с точностью, достаточной для расчетов сорбционной емкости систем. Размещение образцов сорбентов в корпусах из металлических сплавов, например на основе Al, не оказывает значимого влияния на результаты визуализации. Таким образом, ЭКТ может рассматриваться как эффективный метод для решения аналитических и технологических задач, связанных с процессами фильтрации и сорбции.

Благодарности

Авторы выражают благодарность С.В. Максимову и К.И. Маслакову за помощь в получении изображений с использованием просвечивающей электронной микроскопии и РФЭС-спектров, а также Р.Ю. Новоторцеву – за помощь в приготовлении АУ.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, проект 22-15-00072-П. Исследование выполнено с использованием оборудования, приобретенного за счет средств Программы развития Московского университета.

Список источников

1. Carter J., Horan T., Miller J. et al. Comparative evaluation of filtration and imaging properties of analytical filters for microplastic capture and analysis // *Chemosphere*. 2023. Vol. 332. P. 138811. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2023.138811.
2. Бабашов В.Г., Варрик Н.М., Карасева Т.А. Пористая керамика для фильтрации расплавов металлов и горячих газов (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. № 8 (90). С. 54–63. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-54-63.
3. Shirman T., Shirman E., Liu S. Evaluation of filtration efficiency of various filter media in addressing wildfire smoke in indoor environments: importance of particle size and composition // *Atmosphere*. 2023. Vol. 14. P. 1729. DOI: 10.3390/atmos14121729.
4. Johnson T.F., Iacoviello F., Welsh J.H. High-resolution imaging of depth filter structures using X-ray computed tomography // *Journal of Material Sciences*. 2021. Vol. 56. P. 15313–15326. DOI: 10.1007/s10853-021-06238-w.
5. Martinez-Carvajal G., Oxarango L., Adrien J. et al. Assessment of X-ray computed tomography to characterize filtering media from vertical flow treatment wetlands at the pore scale // *Science of the total environment*. 2019. Vol. 658. P. 178–188. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2018.12.119.
6. Демидов А.А., Крупнина О.А., Михайлова Н.А., Косарина Е.И. Исследование образцов из полимерных композиционных материалов методом рентгеновской компьютерной томографии и обработка томограмм с изображением объемной доли пористости // *Труды ВИАМ*. 2021. № 5 (99). С. 105–113. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-105-113.
7. Joss L., Pini R. Digital adsorption: 3D imaging of gas adsorption isotherms by X-ray computed tomography // *The Journal of Physical Chemistry C*. 2017. Vol. 121. P. 26903–26915. DOI: 10.1021/acs.jpcc.7b09836.
8. Беспалов А.С., Истомин А.В. Рассмотрение особенностей высокопористых материалов для применения в качестве носителей каталитически активных веществ // *Труды ВИАМ*. 2025. № 10 (152). С. 96–105. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-96-105.
9. Bogdanowicz A., Zubrowska-Sudol M., Krasinski A., Sudol M. Cross-Contamination as a problem in collection and analysis of environmental samples containing microplastics – a review // *Sustainability*. 2021. Vol. 13. P. 12123. DOI: 10.3390/su132112123.
10. Willeminck M.J., Persson M., Pourmorteza A. et al. Photon-counting CT: technical principles and clinical prospects // *Radiology*. 2018. Vol. 289. P. 293–312. DOI: 10.1148/radiol.2018172656.
11. Ballabriga R., Campbell M., Lopart X. An introduction to the medipix family ASICs // *Radiation measurements*. 2020. Vol. 136. P. 106271. DOI: 10.1016/j.radmeas.2020.106271.
12. Greffier J., Viry A., Robert A. et al. Photon-counting CT systems: A technical review of current clinical possibilities // *Diagnostic and interventional imaging*. 2025. Vol. 106. P. 53–59. DOI: 10.1016/j.diii.2024.09.002.
13. Чесноков В.В., Чичкань А.С., Бедило А.Ф. и др. Темплатный метод получения графена // *Доклады Академии наук*. 2019. Т. 488. № 5. С. 508–512. DOI: 10.31857/S0869-56524885508-512.
14. Suslova E.V., Yakovlev S.V., Maslakov K.I. et al. Synthetic routes to phosphorus-doped graphene nanoflakes // *Mendelev communications*. 2025. Vol. 35. P. 47–49. DOI: 10.71267/mencom.7531.
15. Yeoh W., Lee K., Chai S. et al. Synthesis of high purity multi-walled carbon nanotubes over Co–Mo/MgO catalyst by the catalytic chemical vapor deposition of methane // *New Carbon Materials*. 2009. Vol. 24. P. 119–123. DOI: 10.1016/S1872-5805(08)60041-4.
16. Лебедева Ю.Е., Щеголева Н.Е., Турченко М.В., Волобуева Т.М. Влияние модифицирующих добавок на свойства материалов системы SiO₂–B₂O₃, полученных золь-гель методом // *Труды ВИАМ*. 2023. № 9 (127). С. 69–78. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-69-78.
17. Коробочкин В.В., Хиеу Н.М., Усольцева Н.В., Ту Н.В. Получение активированного угля пиролизом рисовой шелухи Вьетнама // *Известия Томского политехнического университета. Инжиниринг георесурсов*. 2017. Т. 328. № 5. С. 6–15.

18. Sing K.S.W., Everett D.H., Haul R.A.W. et al. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984) // *Pure Applied Chemistry*. 1985. Vol. 57. P. 603–619.
19. Sotenskii R.V., Rozhkov V.A., Shashurin D.A. et al. Novel algorithm for qualitative and quantitative material analysis by the K-edges for photon-counting computed tomography // *Journal of Instrumentation*. 2024. Vol. 19. P. 04009. DOI: 10.1088/1748-0221/19/04/P04009.
20. Шашурин Д.А., Сулова Е.В., Рожков В.А. и др. Контрастные агенты Gd₂O₃-малослойные графитовые фрагменты для энергочувствительной компьютерной томографии // *Журнал прикладной химии*. 2023. Т. 96. № 4. С. 337–344. DOI: 10.31857/S0044461823040023.
21. Suslova E., Shashurin D., Zoirova Z. et al. Gd₂O₃-based contrasting agents for photon-counting computed tomography: Effect of structure, composition, and particle size // *Materials Chemistry and Physics*. 2024. Vol. 313. P. 128733. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2023.128733.
22. Suslova E., Epishev V., Maslakov K. et al. Transformation of graphene nanoflakes into onion-like carbon during spark plasma sintering // *Applied Surface Science*. 2021. Vol. 535. P. 147724. DOI: 10.1016/j.apsusc.2020.147724.
23. Arkhipova E., Ivanov A., Strokova N. et al. Structural evolution of nitrogen-doped carbon nanotubes: From synthesis and oxidation to thermal defunctionalization // *Carbon*. 2017. Vol. 125. P. 20–31. DOI: 10.1016/j.carbon.2017.09.013.
24. Ramasamy D.L., Puhakka V., Repo E., Sillanpää M. Selective separation of scandium from iron, aluminium and gold rich wastewater using various amino and non-amino functionalized silica gels – a comparative study // *Journal of Cleaner Production*. 2018. Vol. 170. P. 890–901.
25. Yu Q., Ning S., Zhang W. et al. Recovery of scandium from sulfuric acid solution with a macro porous TRPO/SiO₂-P adsorbent // *Hydrometallurgy*. 2018. Vol. 181. P. 74–81.
26. Marwani H.M., Albishri H.M., Jalal T.A., Soliman E.M. Study of isotherm and kinetic models of lanthanum adsorption on activated carbon loaded with recently synthesized Schiff's base // *Arabian Journal of Chemistry*. 2013. Vol. 10. P. 1032–1040. DOI: 10.1016/j.arabjc.2013.01.008.
27. Marwani H.M., Albishri H.M., Soliman E.M., Jalal T.A. Selective adsorption and determination of hexavalent chromium in water samples by chemically modified activated carbon with tris(hydroxymethyl)aminomethane // *Journal of Dispersion Science and Technology*. 2011. Vol. 33. P. 549–555. DOI: 10.1080/01932691.2011.574941.

References

1. Carter J., Horan T., Miller J. et al. Comparative evaluation of filtration and imaging properties of analytical filters for microplastic capture and analysis. *Chemosphere*, 2023, vol. 332, p. 138811. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2023.138811.
2. Babashov V.G., Varrik N.M., Karaseva T.A. Porous ceramic for filtration of metal melts and hot gases (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 8 (90), pp. 54–63. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 09, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-54-63.
3. Shirman T., Shirman E., Liu S. Evaluation of filtration efficiency of various filter media in addressing wildfire smoke in indoor environments: importance of particle size and composition. *Atmosphere*, 2023, vol. 14, p. 1729. DOI: 10.3390/atmos14121729.
4. Johnson T.F., Iacoviello F., Welsh J.H. High-resolution imaging of depth filter structures using X-ray computed tomography. *Journal of Material Sciences*, 2021, vol. 56, pp. 15313–15326. DOI: 10.1007/s10853-021-06238-w.
5. Martinez-Carvajal G., Oxarango L., Adrien J. et al. Assessment of X-ray computed tomography to characterize filtering media from vertical flow treatment wetlands at the pore scale. *Science of the total environment*, 2019, vol. 658, pp. 178–188. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2018.12.119.
6. Demidov A.A., Krupnina O.A., Mikhaylova N.A., Kosarina E.I. Investigation of polymer composite material samples by x-ray computed tomography and processing of tomograms with the image of the volume fraction of porosity. *Trudy VIAM*, 2021, no. 5 (99), pp. 105–113. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 09, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-105-113.

7. Joss L., Pini R. Digital adsorption: 3D imaging of gas adsorption isotherms by X-ray computed tomography. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2017, vol. 121, pp. 26903–26915. DOI: 10.1021/acs.jpcc.7b09836.
8. Bespalov A.S., Istomin A.V. Features of high-porous materials for use as carriers of catalytically active substances. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 96–105. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 09, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-96-105.
9. Bogdanowicz A., Zubrowska-Sudol M., Krasinski A., Sudol M. Cross-Contamination as a problem in collection and analysis of environmental samples containing microplastics – a review. *Sustainability*, 2021, vol. 13, p. 12123. DOI: 10.3390/su132112123.
10. Willemink M.J., Persson M., Pourmorteza A. et al. Photon-counting CT: technical principles and clinical prospects. *Radiology*, 2018, vol. 289, pp. 293–312. DOI: 10.1148/radiol.2018172656.
11. Ballabriga R., Campbell M., Lopart X. An introduction to the medipix family ASICs. *Radiation measurements*, 2020, vol. 136, p. 106271. DOI: 10.1016/j.radmeas.2020.106271.
12. Greffier J., Viry A., Robert A. et al. Photon-counting CT systems: A technical review of current clinical possibilities. *Diagnostic and interventional imaging*, 2025, vol. 106, pp. 53–59. DOI: 10.1016/j.diii.2024.09.002.
13. Chesnokov V.V., Chichkan A.S., Bedilo A.F. et al. Template method for obtaining graphene. *Doklady Akademii nauk*, 2019, vol. 488, no. 5, pp. 508–512. DOI: 10.31857/S0869-56524885508-512.
14. Suslova E.V., Yakovlev S.V., Maslakov K.I. et al. Synthetic routes to phosphorus-doped graphene nanoflakes. *Mendeleev communications*, 2025, vol. 35, pp. 47–49. DOI: 10.71267/mencom.7531.
15. Yeoh W., Lee K., Chai S. et al. Synthesis of high purity multi-walled carbon nanotubes over Co–Mo/MgO catalyst by the catalytic chemical vapor deposition of methane. *New Carbon Materials*, 2009, vol. 24, pp. 119–123. DOI: 10.1016/S1872-5805(08)60041-4.
16. Lebedeva Yu.E., Shchegoleva N.E., Turchenko M.V., Volobueva T.M. Modifying additives influence on the properties of SiO₂–B₂O₃ system materials produced by sol-gel method. *Trudy VIAM*, 2023, no. 9 (127), pp. 69–78. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 09, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-69-78.
17. Korobochkin V.V., Hieu N.M., Usoltseva N.V., Tu N.V. Production of activated carbon by pyrolysis of Vietnamese rice husks. *Izvestiya Tomskogo politekhnicheskogo universiteta. Inzhiniring georesursov*, 2017, vol. 328, no. 5, pp. 6–15.
18. Sing K.S.W., Everett D.H., Haul R.A.W. et al. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Recommendations 1984). *Pure Applied Chemistry*, 1985, vol. 57, pp. 603–619.
19. Sotenskii R.V., Rozhkov V.A., Shashurin D.A. et al. Novel algorithm for qualitative and quantitative material analysis by the K-edges for photon-counting computed tomography. *Journal of Instrumentation*, 2024, vol. 19, p. 04009. DOI: 10.1088/1748-0221/19/04/P04009.
20. Shashurin D.A., Suslova E.V., Rozhkov V.A. et al. Contrast agents Gd₂O₃-few-layer graphite fragments for energy-sensitive computed tomography. *Zhurnal prikladnoy khimii*, 2023, vol. 96, no. 4, pp. 337–344. DOI: 10.31857/S0044461823040023.
21. Suslova E., Shashurin D., Zoirova Z. et al. Gd₂O₃-based contrasting agents for photon-counting computed tomography: Effect of structure, composition, and particle size. *Materials Chemistry and Physics*, 2024, vol. 313, pp. 128733. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2023.128733.
22. Suslova E., Epishev V., Maslakov K. et al. Transformation of graphene nanoflakes into onion-like carbon during spark plasma sintering. *Applied Surface Science*, 2021, vol. 535, p. 147724. DOI: 10.1016/j.apsusc.2020.147724.
23. Arkhipova E., Ivanov A., Strokova N. et al. Structural evolution of nitrogen-doped carbon nanotubes: From synthesis and oxidation to thermal defunctionalization. *Carbon*, 2017, vol. 125, pp. 20–31. DOI: 10.1016/j.carbon.2017.09.013.
24. Ramasamy D.L., Puhakka V., Repo E., Sillanpää M. Selective separation of scandium from iron, aluminium and gold rich wastewater using various amino and non-amino functionalized silica gels – a comparative study. *Journal of Cleaner Production*, 2018, vol. 170, pp. 890–901.

25. Yu Q., Ning S., Zhang W. et al. Recovery of scandium from sulfuric acid solution with a macro porous TRPO/SiO₂-P adsorbent. *Hydrometallurgy*, 2018, vol. 181, pp. 74–81.
26. Marwani H.M., Albishri H.M., Jalal T.A., Soliman E.M. Study of isotherm and kinetic models of lanthanum adsorption on activated carbon loaded with recently synthesized Schiff's base. *Arabian Journal of Chemistry*, 2013, vol. 10, pp. 1032–1040. DOI: 10.1016/j.arabjc.2013.01.008.
27. Marwani H.M., Albishri H.M., Soliman E.M., Jalal T.A. Selective adsorption and determination of hexavalent chromium in water samples by chemically modified activated carbon with tris(hydroxymethyl)aminomethane. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 2011, vol. 33, pp. 549–555. DOI: 10.1080/01932691.2011.574941.

Информация об авторах

Шашурин Денис Александрович, научный сотрудник, к.м.н., МГУ им. М.В. Ломоносова, info@rector.msu.ru

Сидоров Денис Викторович, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Сулова Евгения Викторовна, старший научный сотрудник, к.х.н., МГУ им. М.В. Ломоносова, info@rector.msu.ru

Мартынова Наталья Александровна, младший научный сотрудник, к.х.н., МГУ им. М.В. Ломоносова, info@rector.msu.ru

Шелков Георгий Александрович, старший научный сотрудник, к.ф.-м.н., МГУ им. М.В. Ломоносова, info@rector.msu.ru

Information about the authors

Denis A. Shashurin, Researcher, Candidate of Sciences (Med.), Lomonosov Moscow State University, info@rector.msu.ru

Denis V. Sidorov, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Evgeniya V. Suslova, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), Lomonosov Moscow State University, info@rector.msu.ru

Natalya A. Martynova, Junior Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), Lomonosov Moscow State University, info@rector.msu.ru

Georgy A. Chelkov, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Phys. & Math.), Lomonosov Moscow State University, info@rector.msu.ru

Статья поступила в редакцию 08.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 10.12.2025.
The article was submitted 08.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 10.12.2025.

Научная статья

УДК 579.69

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-183-192

ИДЕНТИФИКАЦИЯ КОЛЛЕКЦИИ МИЦЕЛИАЛЬНЫХ ГРИБОВ НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» – ВИАМ МОЛЕКУЛЯРНО-ГЕНЕТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ Часть 1

А.А. Кривушина¹, В.О. Старцев¹

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

Аннотация. Проведена таксономическая идентификация штаммов мицелиальных грибов коллекции НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ с помощью молекулярно-генетических методов. Таксономическая классификация осуществлена в Курчатовском геномном центре с помощью двух подходов: анализ геномных сигнатур и полноценный филогенетический анализ по 255 маркерным однокопийным генам эукариот. Представлены данные молекулярной идентификации штаммов следующих таксонов: порядок *Glomerellales*, род *Colletotrichum*; семейство *Pleosporaceae*; роды *Curvularia* и *Alternaria*, род *Aspergillus* и представители новых порядков класса *Sordariomycetes*.

Ключевые слова: биоповреждения, таксономическая идентификация, коллекция микроорганизмов, микроорганизмы-деструкторы, микробиологическая стойкость, микробиологические повреждения, микромицеты, молекулярная диагностика, секвенирование, филогенетический анализ

Для цитирования: Кривушина А.А., Старцев В.О. Идентификация коллекции мицелиальных грибов НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ молекулярно-генетическими методами. Часть 1 // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 183–192. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-183-192.

Scientific article

IDENTIFICATION OF THE MYCELIAL FUNGI COLLECTION OF NRC «KURCHATOV INSTITUTE» – VIAM BY MOLECULAR GENETIC METHODS Part 1

А.А. Krivushina¹, 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. The taxonomic identification of mycelial fungal strains from the collection of the NRC «Kurchatov Institute» – VIAM was carried out using methods of genome-wide taxonomy. The taxonomic classification was performed at the Kurchatov Genomic Center using two approaches: genomic signature analysis and a full-fledged phylogenetic analysis of 255 marker single-copy eukaryotic genes. This article presents data from phylogenetic analysis of strains based on sequences of universal eukaryotic marker genes of the following fungi: order *Glomerellales*, genus *Colletotrichum*; the family *Pleosporaceae*; the genera *Curvularia* and *Alternaria*, the genus *Aspergillus*, and representatives of new orders of the class *Sordariomycetes*.

Keywords: *biodeterioration, taxonomic identification, collection of microorganisms, destructive microorganisms, microbiological resistance, microbiological damage, micromycetes, molecular diagnostics, sequencing, phylogenetic analysis*

For citation: Krivushina A.A., Startsev V.O. Identification of the mycelial fungi collection of NRC «Kurchatov Institute» – VIAM by molecular genetic methods. Part 1. *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 183–192. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-183-192.

Введение

Более 70 лет в ВИАМ ведутся исследования микробиологической стойкости различных материалов, которые включают постоянное выделение микрофлоры, заселяющей поверхность техники и технических изделий. За эти годы в институте накоплена большая коллекция микроорганизмов-деструкторов и микроорганизмов-контаминантов материалов. Основная часть коллекции – это культуры микроскопических грибов, которые выделены с образцов материалов и элементов конструкций, проходящих испытания на микробиологических площадках в представительных климатических зонах. Кроме того, постоянно проводятся микробиологические анализы техники во время и после эксплуатации с признаками микробиологических повреждений. В этом случае культуры микроорганизмов-деструкторов выделяют непосредственно из очагов микробиологического поражения, а полученные штаммы представляют наибольший интерес для дальнейшего изучения их физиологических свойств, а также применения в лабораторных испытаниях микробиологической стойкости материалов и изделий [1–3].

Коллекция мицелиальных грибов часто применяется в исследованиях эффективности биоцидных препаратов, антисептиков и других средств борьбы с биоповреждениями. Культуры грибов-деструкторов также перспективны для создания средств переработки отходов и препаратов, применяемых для биоремедиации, т. е. представляют интерес в области экологии [4–8].

Еще до начала активного применения молекулярных методов таксономическую идентификацию микроорганизмов проводили с помощью атласов-определителей по внешним морфологическим признакам. К сожалению, этот метод крайне ненадежен, поскольку морфологические признаки многих видов нестабильны и изменчивы. Кроме того, атласы-определители микроскопических грибов включают ограниченное количество видов, хотя в реальности их в сотни раз больше. С началом применения методов секвенирования определение микроорганизмов вышло на новый уровень, который позволяет с высокой точностью идентифицировать культуру до вида.

Цель работы – таксономическая идентификация культур мицелиальных грибов депозитария НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ с помощью методов секвенирования.

Материалы и методы

Проведена реизоляция 200 культур мицелиальных грибов из замороженных и лиофилизированных препаратов, хранящихся в депозитарии НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, путем высева инокулюма на поверхность питательной среды сусл-агар. Чашки Петри с инокулюмом заклеивали парафильмом и помещали на инкубацию в термостаты с температурой 28 °С на 10–14 дней. После инкубации проверяли идентичность и чистоту культур, при необходимости повторяли процедуру пересевов на новые чашки Петри с питательной средой.

Молекулярную диагностику проводили в Курчатовском геномном центре с помощью двух подходов: анализ геномных сигнатур и полноценный филогенетический анализ по 255 маркерным однокопийным генам эукариот.

Для выделения геномной ДНК с культур на чашках Петри с помощью шпателя делали соскоб площадью 1,5 см². Материал со шпателя без дополнительных обработок помещали в пробирку для дальнейшей гомогенизации. Экстракцию ДНК проводили с помощью набора реагентов для выделения суммарной ДНК из человеческого кала на автоматической станции выделения нуклеиновых кислот.

Процедура выделения ДНК включала следующие этапы:

- механический и химический лизис образца;
- связывание ДНК с *silica*-мембраной спин-колонки;
- промывка связанной ДНК;
- перенос ДНК с колонки в водный раствор.

Механическую гомогенизацию проводили в течение 3 циклов по 1 мин 30 с в режиме 6 M/s в пробирках с гомогенизирующими шариками на приборе BioPrep-24.

Далее проводили оценку качества и количества полученной ДНК, для очищенной ДНК из культур на чашках Петри приготовлены библиотеки для секвенирования, для которых осуществлена оценка качества и количества. После проведения биоинформативная обработка данных, включающая подготовку и контроль качества геномных прочтений и *de novo* сборку геномов.

Результаты и обсуждение

В настоящее время секвенирование нового поколения (Next Generation Sequencing (NGS)) является предпочтительным методом анализа образцов чистых культур из коллекций микроорганизмов. Использование полногеномного подхода позволяет провести точную таксономическую идентификацию с помощью филогенетического анализа маркерных генов и/или сравнения с полными референтными геномами путем анализа состава *k*-меров или средней нуклеотидной/аминокислотной идентичности (Average Nucleotide/Amino acid Identity – ANI/AAI). Кроме того, *de novo* сборка данных NGS позволяет получить аннотированные сборки геномов и выявить ключевые метаболические пути исследуемых культур микроорганизмов.

Основной массив данных секвенирования получен с помощью технологий ДНК-наношариков и секвенирования путем гибридизации и лигирования специальных флуоресцентных зондов (Combinatorial Probe-Anchor Synthesis – cPAS), а также с использованием регулярной матричной проточной ячейки со специально активированными участками поверхности (рис. 1). Каждый активированный участок проточной ячейки сорбирует один шарик. При этом активированный участок упорядоченно располагается на проточной ячейке, гарантируя, что оптический сигнал различных наношариков не сможет прерваться при подаче других сигналов. Следовательно, повышается точность обработки сигналов.

В настоящее время в ряде работ продемонстрирована эффективность использования технологии ДНК-наношариков для геномных, метагеномных и транскриптомных исследований [9–11].

В ходе проведения экспериментальных работ для двух образцов не удалось получить достаточного количества прочтений. Данные образцы пересеквенированы с использованием технологии Illumina, считающейся золотым стандартом для полногеномных исследований.

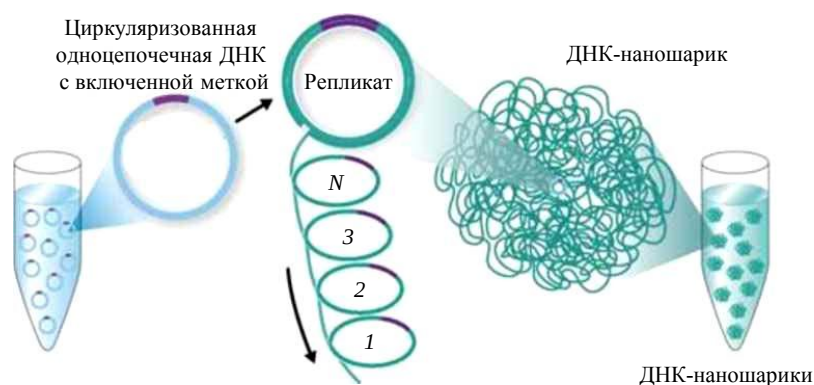


Рис. 1. Схема клональной амплификации, осуществляемой при секвенировании с использованием технологии ДНК-наношариков

Классификация с помощью анализа геномных сигнатур, полученных с геномных контигов

Первичная классификация выполнена с использованием программы sourmash (ref), которая позволяет определить геномные сигнатуры образца. Геномная сигнатура – это набор уникальных k -меров ДНК и частот их встречаемости, которые вместе представляют геномную характеристику образца. Для классификации использовали k -меры длиной 31 нуклеотид. Определение геномных сигнатур ускоряет идентификацию исследуемых образцов грибов, а также имеет ряд преимуществ в части производительности и требований к ресурсам, в отличие от идентификации путем полногеномного выравнивания и с помощью консервативных однокопийных маркерных генов.

Полученные геномные сигнатуры в дальнейшем сравнивали с базой данных, включающей сигнатуры 10286 геномов грибов, доступных на март 2022 г. Идентификацию до уровня рода/вида проводили с использованием сигнатур с длиной k -мера, равной 31 нуклеотиду, и масштабированием в 1000 раз.

В результате биоинформатической обработки получены следующие результаты. В 43 образцах определена таксономическая принадлежность до вида, в 83 образцах – до рода. Остальные 74 образца, вероятно, относились к более глубоким ветвям, для которых в базах данных близкородственные геномы отсутствуют. По этой причине их таксономическая идентификация оказалась возможной только с помощью филогенетического анализа маркерных генов.

Классификация образцов с низкими показателями качества сборок с помощью анализа геномных сигнатур, полученных с прочтений

По результатам анализа количества и копийности маркерных генов 10 сборок охарактеризованы как сборки низкого качества по причине низкой полноты и/или высокой контаминации (образцы viam 026, viam 037, viam 097, viam 121, viam 133, viam 146, viam 169, viam 175, viam 205, viam 222). По этой причине анализ геномных сигнатур контигов этих штаммов не дал положительного результата.

Эти образцы проанализированы с использованием программы MetaPhlan версии 4.0, которая определяет состав микробных сообществ по данным shotgun-метагеномного секвенирования. Референсная база данных состоит из >5 млн уникальных кладоспецифичных маркерных генов, идентифицированных из ~1 млн референтных геномов. Преимущества программы позволяют устанавливать однозначные

таксономические присвоения, а также определять относительную численность организмов с меньшими вычислительными затратами, в отличие от аналогов [12]. По результатам анализа только в двух образцах идентифицированы микроорганизмы. По-видимому, это обусловлено новизной исследуемых таксонов и, как следствие, недостаточностью используемой базы пакета MetaPhlan 4.0.

Филогенетический анализ штаммов на основе последовательностей универсальных эукариотических маркерных генов

Для полученных геномов и геномов типовых штаммов грибов, доступных на 1 февраля 2024 г. в базе данных NCBI, определены последовательности 255 однокопийных эукариотических генов, используемых программой BUSCO [13] для оценки полноты геномных сборок. Аминокислотные последовательности выровнены программой MAFFT [14], затем конкатенированы для получения так называемой суперматрицы генов, которую обработали программой trimAl [15] для удаления участков выравнивания, неинформативных для последующего построения филогенетического древа. Полученное выравнивание использовано для филогенетической реконструкции программой FastTree [16] с использованием эволюционной модели де Гаскеля.

В результате 3 образца классифицированы на уровне вида, 164 – рода, 20 – семейства, 9 – порядка, 2 – подкласса, 1 – класса. Образец *viam* 205 не был идентифицирован, а его анализ показал наличие генетического материала двух значительно различающихся организмов.

Классификацию ряда образцов удалось улучшить методом полногеномного выравнивания относительно геномов из базы данных NCBI. В качестве критерия отнесения к одному виду стало значение ANI, равное 95 %. Значение ANI определено программой *ani.rb* с выравниванием с помощью программы BLAST и настройками по умолчанию. Образцы *viam* 178 и *viam* 221 отнесены к *Botrytis cinerea*, *viam* 226 – *Botrytis pseudocinerea*, *viam* 249 – *Daldinia eschscholtzii*, *viam* 048-1 – *Chaetomium globosum*.

Геном образца *viam* 199 на 93,7 % идентичен геному *Coniochaeta ligniaria*, однако это значение <95 % и необходимо детальное сравнение физиологии данных линий. Аналогично образец *viam* 40 отнесен к роду *Dichotomopilus*, чей представитель показал наибольшую геномную идентичность (91,4 %) среди всех доступных геномов семейства *Chaetomiaceae*.

С помощью анализа геномных сигнатур штаммы *viam* 012 и *viam* 244 классифицированы как представители рода *Colletotrichum*.

Более детальный филогенетический анализ подтвердил и уточнил полученный результат. На фрагменте общего филогенетического древа, приведенном на рис. 2, а, видно, что штамм *viam* 244 относится к виду *Colletotrichum siamense* (описанный растительный патоген). При этом глубина ветви *viam* 012 свидетельствует о том, что этот штамм, по-видимому, представляет собой новый, неописанный вид рода *Colletotrichum*.

С помощью анализа геномных сигнатур к представителям семейства *Pleosporaceae* отнесены штаммы *viam* 013cl3, *viam* 036, *viam* 064, *viam* 065, *viam* 119, *viam* 124, *viam* 203, *viam* 206, *viam* 207, *viam* 208, *viam* 213, *viam* 215, *viam* 217, *viam* 227, *viam* 235. Филогения всех этих штаммов подтверждена результатами филогенетического анализа (рис. 2, б). Кроме того, с помощью филогенетического анализа также классифицирован ряд штаммов, для которых метод анализа геномных сигнатур оказался недостаточно чувствительным.

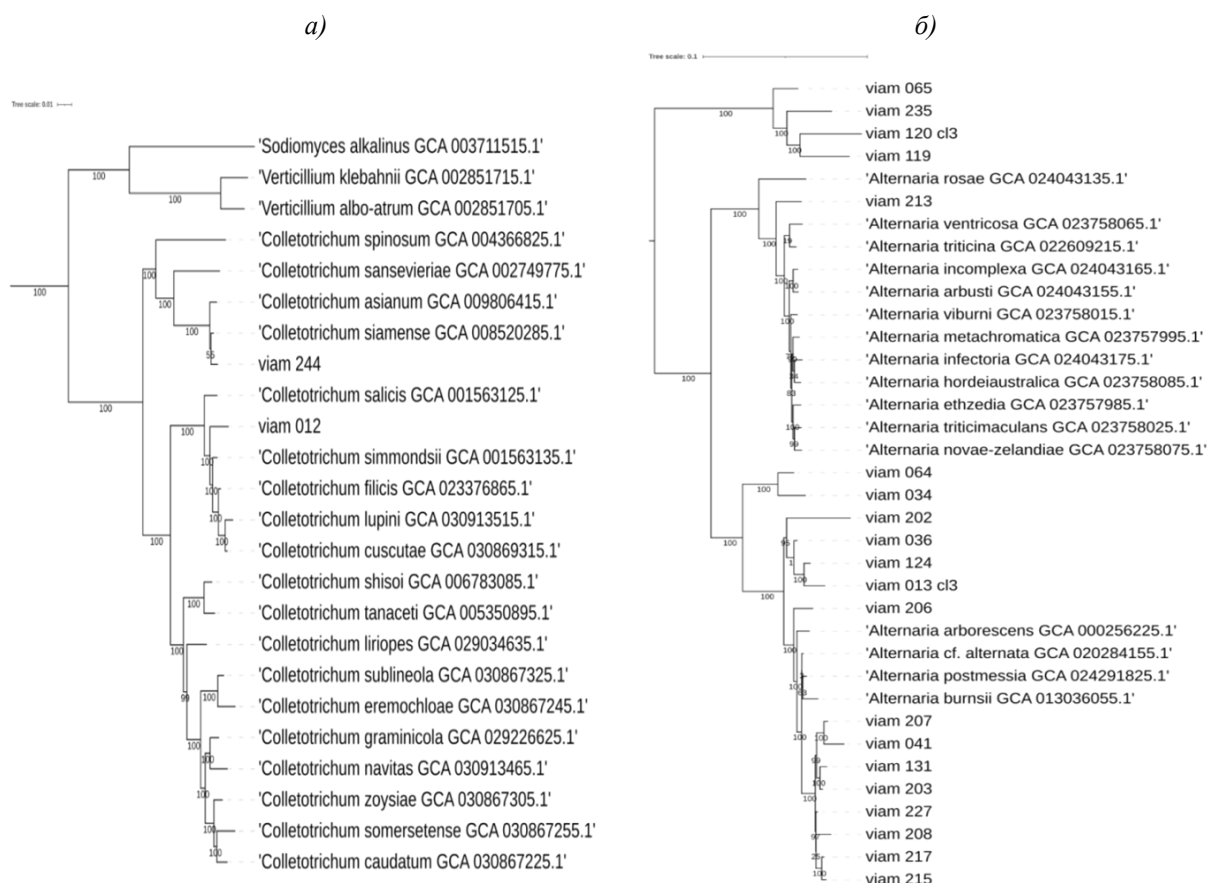


Рис. 2. Фрагменты общего филогенетического дерева царства Fungi, порядка *Glomerellales* (а) и семейства *Pleosporaceae* (б), полученного с помощью филогенетического анализа 255 одно-копийных эукариотических генов. Бутстрапы обозначены в процентах

Штаммы *viam* 065, *viam* 235, *viam* 120cl3 и *viam* 119 формируют в древе отдельную ветвь, которая, по данным анализа 18S рРНК, относится к роду *Curvularia* (также семейство *Pleosporaceae*). Однако ввиду того что в базе типовых штаммов NCBI геномы *Curvularia* отсутствуют, филогенетическое подтверждение на основании полного генома на данный момент невозможно. Остальные штаммы относятся к роду *Alternaria*, причем многие формируют кластеры, вероятно, относящиеся к новым видам.

С помощью анализа геномных сигнатур к представителям рода *Aspergillus* отнесены штаммы *viam* 014, *viam* 022, *viam* 030, *viam* 031, *viam* 032, *viam* 066, *viam* 067, *viam* 090, *viam* 095, *viam* 113, *viam* 155cl3, *viam* 171. С помощью филогенетического анализа подтверждена филогения всех этих штаммов, а также классифицирован ряд штаммов, для которых метод анализа геномных сигнатур оказался недостаточно чувствительным (рис. 3).

Анализ филогенетического дерева показывает, что в большинстве случаев исследованные штаммы близки типовым видам *Aspergillus*, однако окончательное подтверждение их видовой принадлежности требует более глубокого, мультифазного анализа с использованием методов анализа ANI/AAI, ключевых метаболических путей и др. В то же время ряд штаммов, например *viam* 113 и *viam* 171, а также кластер из штаммов *viam* 175 и *viam* 032, вероятно, представляют собой новые виды рода *Aspergillus*.

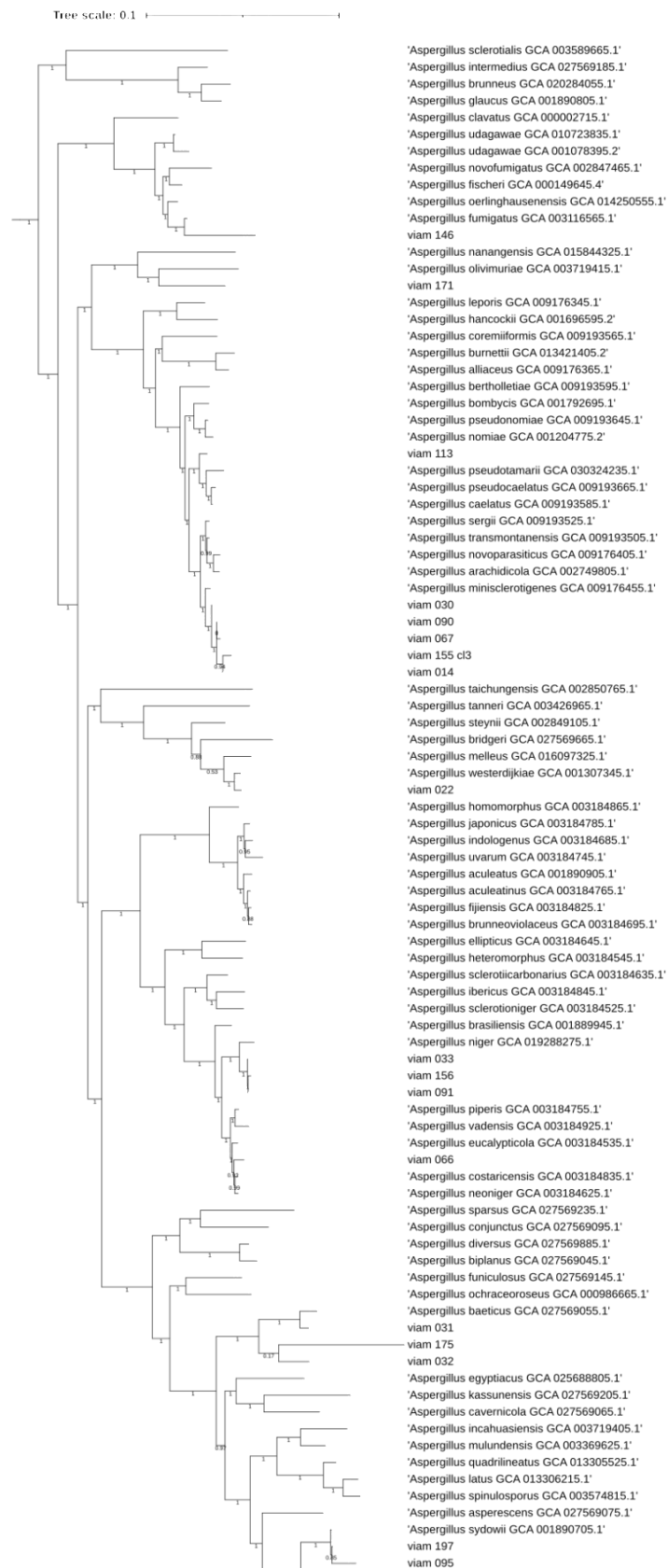


Рис. 3. Фрагмент общего филогенетического дерева царства Fungi, рода *Aspergillus*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов. Бутстрапы обозначены в процентах



1

Таксономическая классификация проведена с помощью двух подходов: анализ

Представлены данные идентификации с помощью методов секвенирования

Список источников

1. 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). С. 70–80. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
2. Закирова Л.И., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Мовенко Д.А., Лаптев А.Б. Особенности формирования диффузионного слоя Sn–Zn–Fe на границе гальванотермического покрытия системы цинк–олово и стали 30ХГСА с высокой защитной способностью // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 4 (69). С. 61–71. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 29.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-61-71.
3. Старцев В.О., Старцев О.В., Зеленева Т.О., Варданян А.М. Влияние осадков на изменение массы образцов полимерных композиционных материалов в открытых климатических условиях // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 1 (74). С. 136–154. URL: <https://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-136-154.
4. Lugauskas A., Levinskaitė L., Pečiulytė D. Micromycetes as deterioration agents of polymeric materials // *International biodeterioration & biodegradation*. 2003. Vol. 52 (4). P. 233–242.
5. Lugauskas A., Prosychevas I., Levinskaitė L., Jaskelevičius B. Physical and chemical aspects of long-term biodeterioration of some polymers and composites // *Environmental Toxicology: An International Journal*. 2004. Vol. 19 (4). P. 318–328.
6. Srikanth M., Sandeep T.S.R.S., Sucharitha K., Godi S. Biodegradation of plastic polymers by fungi: a brief review // *Bioresources and Bioprocessing*. 2022. Vol. 9 (1). P. 42. DOI: 10.1186/s40643-022-00532-4.
7. Кривушина А.А., Лаптев А.Б. Фунгициды: применение, свойства и принципы действия // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 1 (74). С. 155–168. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 20.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-155-168.
8. Каблов Е.Н., Антипов В.В. Роль материалов нового поколения в обеспечении технологического суверенитета Российской Федерации // *Вестник Российской академии наук*. 2023. Т. 93. № 10. С. 907–916. DOI: 10.31857/S0869587323100055.
9. Jeon S.A., Park J.L., Park S.J. et al. Comparison between MGI and Illumina sequencing platforms for whole genome sequencing // *Genes and Genomics*. 2021. Vol. 43. No. 7. P. 713–724. DOI: 10.1007/s13258-021-01096-x.
10. Hu T., Che J., Lin X. et al. Comparison of the DNBSEQ platform and Illumina HiSeq 2000 for bacterial genome assembly // *Scientific Reports*. 2024. Vol. 14. No. 1. P. 1292. DOI: 10.1038/s41598-024-51725-0.
11. Meslier V., Quinquis B., Da Silva K. et al. Benchmarking second and third-generation sequencing platforms for microbial metagenomics: 1 // *Scientific Data*. 2022. Vol. 9. No. 1. P. 694.
12. Blanco-Míguez A., Beghini F., Cumbo F. et al. Extending and improving metagenomic taxonomic profiling with uncharacterized species using MetaPhlAn 4 // *Nature biotechnology*. 2023. Vol. 41 (11). P. 1633–1644.
13. Manni M., Berkele M.R., Seppey M. et al. BUSCO Update: Novel and Streamlined Workflows along with Broader and Deeper Phylogenetic Coverage for Scoring of Eukaryotic, Prokaryotic, and Viral Genomes // *Molecular biology and evolution*. 2021. Vol. 38. No. 10. P. 4647–4654.
14. Katoh K., Standley D.M. MAFFT multiple sequence alignment software version 7: improvements in performance and usability // *Molecular biology and evolution*. 2013. Vol. 30. No. 4. P. 772–780.
15. Capella-Gutiérrez S., Silla-Martínez J.M., Gabaldón T. TrimAl: a tool for automated alignment trimming in large-scale phylogenetic analyses // *Bioinformatics*. 2009. Vol. 25. No. 15. P. 1972–1973.
16. Price M.N., Dehal P.S., Arkin A.P. FastTree 2 – approximately maximum-likelihood trees for large alignments // *PLOS One*. 2010. Vol. 5. No. 3. P. e9490.

References

1. 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), pp. 70–80. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 20, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.

2. Zakirova L.I., Afanasyev-Khodykin A.N., Movenko D.A., Laptev A.B. Features of the formation of the Sn–Zn–Fe diffusion layer at the boundary of galvanothermal coating of systems zinc–tin and 30HGSA steel with high protective capability. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), pp. 61–71. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 29, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-61-71.
3. Startsev V.O., Startsev O.V., Zeleneva T.O., Vardanyan A.M. Influence of precipitation on changes in the mass of samples of polymeric composite materials in open climatic conditions. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 136–154. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 20, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-136-154.
4. Lugauskas A., Levinskaitė L., Pečiulytė D. Micromycetes as deterioration agents of polymeric materials. *International biodeterioration & biodegradation*, 2003, vol. 52 (4), pp. 233–242.
5. Lugauskas A., Prosychevas I., Levinskaitė L., Jaskeličius B. Physical and chemical aspects of long-term biodeterioration of some polymers and composites. *Environmental Toxicology: An International Journal*, 2004, vol. 19 (4), pp. 318–328.
6. Srikanth M., Sandeep T.S.R.S., Sucharitha K., Godi S. Biodegradation of plastic polymers by fungi: a brief review. *Bioresources and Bioprocessing*, 2022, vol. 9 (1), p. 42. DOI: 10.1186/s40643-022-00532-4.
7. Krivushina A.A., Laptev A.B. Fungicides: application, properties and principles of action. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 155–168. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 20, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-155-168.
8. Kablov E.N., Antipov V.V. The role of new generation materials in ensuring the technological sovereignty of the Russian Federation. *Vestnik Rossiyskoy akademii nauk*, 2023, vol. 93, no. 10, pp. 907–916. DOI: 10.31857/S0869587323100055.
9. Jeon S.A., Park J.L., Park S.J. et al. Comparison between MGI and Illumina sequencing platforms for whole genome sequencing. *Genes and Genomics*, 2021, vol. 43, no. 7, pp. 713–724. DOI: 10.1007/s13258-021-01096-x.
10. Hu T., Che J., Lin X. et al. Comparison of the DNBSEQ platform and Illumina HiSeq 2000 for bacterial genome assembly. *Scientific Reports*, 2024, vol. 14, no. 1, p. 1292. DOI: 10.1038/s41598-024-51725-0.
11. Meslier V., Quinquis B., Da Silva K. et al. Benchmarking second and third-generation sequencing platforms for microbial metagenomics: 1. *Scientific Data*, 2022, vol. 9, no. 1, p. 694.
12. Blanco-Míguez A., Beghini F., Cumbo F. et al. Extending and improving metagenomic taxonomic profiling with uncharacterized species using MetaPhlAn 4. *Nature biotechnology*, 2023, vol. 41 (11), pp. 1633–1644.
13. Manni M., Berkele M.R., Seppey M. et al. BUSCO Update: Novel and Streamlined Workflows along with Broader and Deeper Phylogenetic Coverage for Scoring of Eukaryotic, Prokaryotic, and Viral Genomes. *Molecular biology and evolution*, 2021, vol. 38, no. 10, pp. 4647–4654.
14. Katoh K., Standley D.M. MAFFT multiple sequence alignment software version 7: improvements in performance and usability. *Molecular biology and evolution*, 2013, vol. 30, no. 4, pp. 772–780.
15. Capella-Gutiérrez S., Silla-Martínez J.M., Gabaldón T. TrimAl: a tool for automated alignment trimming in large-scale phylogenetic analyses. *Bioinformatics*, 2009, vol. 25, no. 15, pp. 1972–1973.
16. Price M.N., Dehal P.S., Arkin A.P. FastTree 2 – approximately maximum-likelihood trees for large alignments. *PLOS One*, 2010, vol. 5, no. 3, p. e9490.

Информация об авторах

Кривушина Анастасия Александровна, старший научный сотрудник, к.б.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

Anastasia A. Krivushina, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Bio.), 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 20.10.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 23.10.2025.
 The article was submitted 20.10.2025; approved and accepted for publication after reviewing 23.10.2025.

Научная статья

УДК 669.85

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-193-204

НАНОИНДЕНТИРОВАНИЕ МИКРОПРОВОДОВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ СПЛАВОВ

Е.В. Дворецкая^{1,2}, А.О. Колмаков¹, А.В. Бузенков²,
М.В. Потапов², В.П. Пискорский², Р.Б. Моргунов^{1,2}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр проблем химической физики и медицинской химии РАН, Черноголовка, Московская обл., Россия; office@icp.ac.ru

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

Аннотация. Проведен анализ точного химического состава и пространственного распределения химических компонентов в тонких проводниках DyPrCoFeB. Исследовано магнитное поле рассеяния вблизи отполированного торца микропровода и определены особенности структуры его поверхности. Измерены значения микротвердости (9,56 ГПа) и модуля упругости (159 ГПа) отполированных образцов DyPrCoFeB. Определен максимально допустимый предел нагрузки (~6 Н), превышение которого вызывает необратимую пластическую деформацию микропроводов.

Ключевые слова: микропровода, микромагниты, редкоземельные сплавы, микротвердость, упругость, пластичность, модуль упругости

Для цитирования: Дворецкая Е.В., Колмаков А.О., Бузенков А.В., Потапов М.В., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. Наноиндентирование микропроводов редкоземельных сплавов // Труды ВИАМ. 2026. № 4 (158). С. 193–204. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-193-204.

Scientific article

MICROHARDNESS OF RARE EARTH MICROWIRES

E.V. Dvoretzskaya^{1,2}, A.O. Kolmakov¹, A.V. Buzenkov²,
M.V. Potapov², V.P. Piskorsky², R.B. Morgunov^{1,2}

¹Federal Research Center of Problems of Chemical Physics and Medicinal Chemistry RAS, Chernogolovka, Moscow region, Russia; office@icp.ac.ru

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

Abstract. An analysis of the precise chemical composition and spatial distribution of chemical components in thin DyPrCoFeB conductors was conducted. The magnetic stray field near the polished end of the microwire was studied, and the features of its surface structure were determined. The microhardness (9,56 GPa) and modulus of elasticity (159 GPa) of polished DyPrCoFeB samples were measured. The maximum allowable load limit (~6 N) was determined; exceeding this limit causes irreversible plastic deformation of the microwires.

Keywords: microwires, micromagnets, rare earth alloys, microhardness, elasticity, plasticity, modulus of elasticity

For citation: Dvoretzskaya E.V., Kolmakov A.O., Buzenkov A.V., Potapov M.V., Piskorsky V.P., Morgunov R.B. Microhardness of rare earth microwires *Trudy VIAM*, 2026, no. 4 (158), pp. 193–204. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-4-193-204.

Введение

Микропровода редкоземельных магнитных сплавов являются перспективными материалами для множества применений. Отдельные микропровода могут служить микропинцетами, управляющими движением магнитомеченных клеток и таким образом решающими проблемы клеточной инженерии [1–3]. При этом важное значение имеет упругость и изгиб микропровода при взаимодействии с наночастицами в биологической клетке. Геометрически правильные сетки магнитных микропроводов могут быть основой магнитной нейросети при наличии нелинейности магнитных свойств в области магнитного насыщения [4–8]. Хаотичные ансамбли магнитных микропроводов могут служить основой для покрытий, поглощающих электромагнитные волны. Различные подходы разработаны для создания одномерных магнитных материалов на основе нанопроволок и наносеток. Основная идея большинства методик сводится к химическому синтезу с использованием пространственных матриц, которые обеспечивают ограничение роста частиц в радиальном направлении, сохраняя их удлинение в осевом. Тем не менее применяемые технологии имеют ряд существенных недостатков. Прежде всего, значительная часть методов сильно ограничена выбором базовых материалов, что значительно сокращает количество возможных соединений и ухудшает универсальность методики. Далее процедура требует чрезвычайно высокого уровня контроля над созданием шаблонной матрицы, необходимой для точной ориентации нанопроволок, достижение которой представляется крайне сложной задачей (особенно при масштабе единиц и десятков нанометров). Это создает серьезные проблемы при получении тонких структур с однородными механическими и магнитными свойствами, критически важными для многих приложений. Еще один важный недостаток существующих подходов – высокий уровень загрязнений продукта примесями, использовавшимися при синтезе. Остаточные примеси снижают качество полученных материалов, ухудшают эксплуатационные характеристики и уменьшают эффективность взаимодействия магнитных полей, повышая энергетические потери при эксплуатации. Таким образом, возникает задача разработки методов, позволяющих избежать жестких требований к выбору материалов и расширить диапазон доступных соединений, что дает возможность управлять топологией наноструктур непосредственно в процессе синтеза.

Изготовление микроэлектродвигателей, микроактуаторов и микророботов на основе микропроводов требует знания их механических характеристик, поскольку микропровода в таких системах являются ключевыми элементами [9–15]. Для успешного создания микроэлектродвигателей в микромасштабах необходимы специфичные микроструктуры с регулярно чередующимся распределением намагниченности. Обычно эта задача решается посредством изготовления тонких ферромагнитных микропроводов с периодически варьируемым диаметром. Периодичность распределения намагниченности определяется особенностями кристаллической решетки, составом фаз и химическим составом, а также геометрической формой и топологией самих микропроводов. Регулярность распределения можно регулировать с использованием термообработки и внешнего магнитного поля. Поскольку микропровода значительно отличаются от объемных образцов высокими внутренними механическими напряжениями, сохраняющимися в них длительное время после резкого охлаждения расплава, их магнитные свойства также отличны от магнитных свойств объемных образцов. В частности, было показано, что намагниченность и магнитокалорический эффект оказываются иными,

чем в объемном материале. Поэтому микропровода являются рабочим телом магнитных холодильных машин с тем преимуществом, что их свойства можно значительно изменять, регулируя уровень механических напряжений в них.

Исследования магнитокалорического эффекта в соединениях гадолиния продолжают демонстрировать впечатляющие открытия, важные для развития технологий охлаждения. Методы химической модификации составов и оптимизации условий переманичивания образцов в магнитных полях служат инструментами повышения эффективности магнитокалорического эффекта с целью его промышленного внедрения [16–19]. Механические деформации способны улучшать характеристики магнитокалорического цикла в гадолиниевых сплавах [20–22]. Разработка устройств, работающих на механокалорическом эффекте, представляет собой многообещающее направление для совершенствования будущих методов охлаждения, в которых механизм охлаждения основан на изменении механических напряжений, влияющих на степень намагниченности.

Микропровода привлекают особое внимание благодаря своей способности легко осуществлять теплообмен, при этом требуются незначительные усилия для деформирования. Из приведенных примеров видно, что микропровода многофункциональны, востребованы и часто большое значение имеют их механические свойства. Однако работ, посвященных исследованию механических свойств микропроводов на основе сплавов редкоземельных металлов, в научно-технической литературе совсем немного, а о механических свойствах этих важных объектов почти ничего неизвестно. В научно-технических литературных источниках основное внимание уделяется исследованиям микропроводов, изготовленных на основе переходных металлов, таких как FeCoSiB, FeSi, FeSiB [23–25], и немагнитных материалов типа Si [26].

Несмотря на широкое распространение и значительный интерес со стороны большого числа исследовательских коллективов, эти провода часто демонстрируют низкую повторяемость свойств даже при одинаковых условиях производства. Причина заключается в сложности точного контроля локальных характеристик расплава и условий его охлаждения, поскольку зачастую используются усредненные значения таких параметров, как температура расплава и скорость подачи материала на охлаждающее устройство. Дополнительную проблему создают непредсказуемые температурные и концентрационные градиенты внутри расплава. Особенно сложной ситуация становится при работе с многокомпонентными сплавами на основе редкоземельных и переходных металлов, где возникают дополнительные трудности, обусловленные разнообразием формирующихся фаз, зависящих от температуры, и конкуренцией динамических процессов, сопровождаемых неизбежной стохастической природой зарождения микроструктурных объектов, проявляющейся гораздо интенсивнее, нежели в массивных образцах. Данная работа направлена на то, чтобы восполнить отчасти этот недостаток информации. Цель работы заключалась в определении ключевых параметров, таких как твердость и модуль упругости, а также в анализе однородности механических свойств микропроводов DyPrCoFeB.

Материалы и методы

Микропровода DyPrCoFeB (рис. 1) изготовлены методом экстракции висящей капли расплава (ЭВКР) при скорости водяного охлаждения 10^6 K/с на латунном диске [1–3]. Метод ЭВКР позволяет получать микропровода DyPrCoFeB радиусом от 12 до 200 мкм и длиной до 5 см. Оптическое изображение микропроводов DyPrCoFeB (рис. 1, б) получено с помощью универсального флуоресцентного оптического микроскопа.

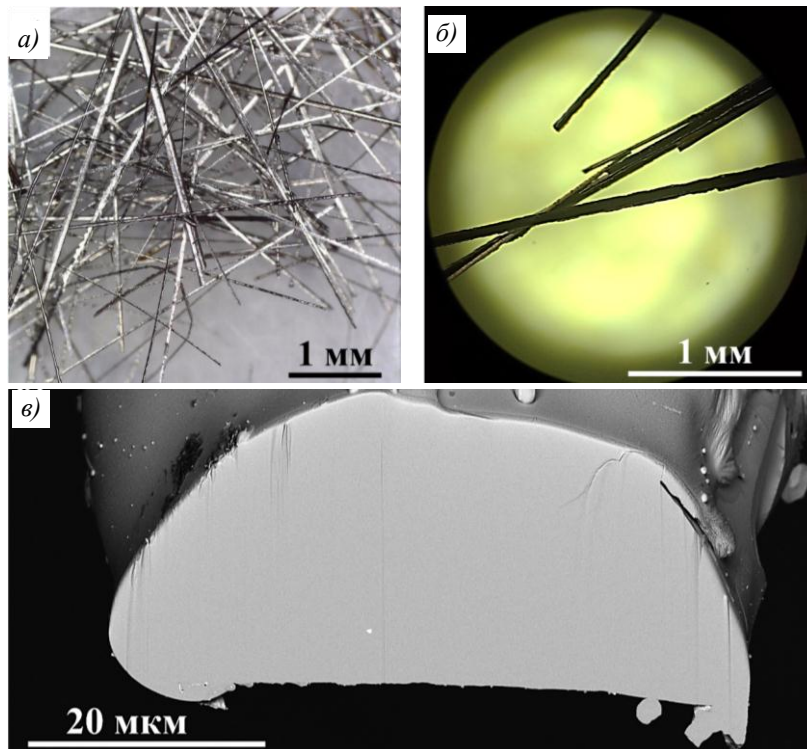


Рис. 1. Фотография (а) и оптическое изображение (б) микропроводов DyPrCoFeB, а также изображение отполированного торца микропровода (в), полученное в сканирующем электронном микроскопе

Для определения локального химического состава на поверхности торца микропровода DyPrCoFeB изготовлен микрошлиф (рис. 1, в) с помощью сфокусированного высокоэнергетического нанометрового пучка положительно заряженных ионов Ga в двухлучевом сканирующем электронно-ионном микроскопе, оснащенный энергодисперсионным спектрометром (EDS). Отполированная поверхность торца микропровода DyPrCoFeB имеет однородную структуру (рис. 1, в), на энергодисперсионном спектре всей поверхности торца микропровода (рис. 2) наблюдаются все химические элементы, входящие в состав образца, кроме бора, поскольку рентгеновские фотоны $B K_{\alpha}$ имеют слишком небольшую энергию для достоверной регистрации методом EDS. Присутствующие в спектре небольшие следовые количества меди, цинка и кремния не относятся к образцу, а входят в состав деталей микроскопа, которые расположены под образцом и в стороне от него.

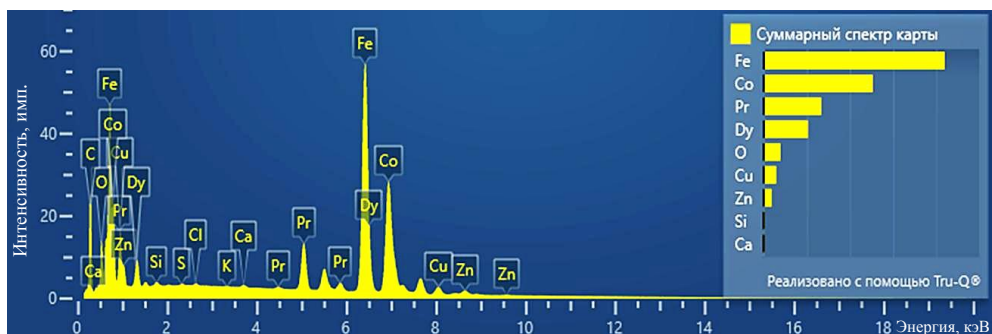


Рис. 2. Энергодисперсионный спектр торца микропровода DyPrCoFeB, полученный в сканирующем электронном микроскопе

Топология поверхности и локальный магнитный контраст отполированного торца микропровода DyPrCoFeV получены с помощью двухпроходного метода в атомно-силовом микроскопе, оснащённом ферромагнитным зондом (рис. 3). Предварительно образец помещали вертикально в эпоксидную матрицу с последующей полировкой торца микропровода DyPrCoFeV. Во время первого прохода в режиме атомно-силовой микроскопии (АСМ), вблизи резонансной частоты создавали вынужденные колебания зонда с амплитудой от 10 до 100 нм и регистрировали динамику изменений амплитуды и фазы этих колебаний. Изображение топографии поверхности поперечного сечения микропровода DyPrCoFeV (рис. 3, а) формировалось благодаря взаимодействию сил Ван-дер-Ваальса между зондом и образцом. Второй проход выполняли в режиме магнитосиловой микроскопии (МСМ), при этом измеряли отклонения зонда удаленного от поверхности образца микропровода DyPrCoFeV на постоянное расстояние $z_0 = \text{const}$, при котором доминирует магнитное взаимодействие над силами Ван-дер-Ваальса. Изображение, полученное в режиме магнитосиловой микроскопии, показывает неоднородности магнитных полей на отполированной поверхности торца микропровода DyPrCoFeV, воздействующих на ферромагнитный зонд со стороны образца (рис. 3, б). Профиль поверхности отполированного торца микропровода DyPrCoFeV (рис. 3, в), полученный в режиме магнитосиловой микроскопии, демонстрирует однородное распределение намагничённости в образце.

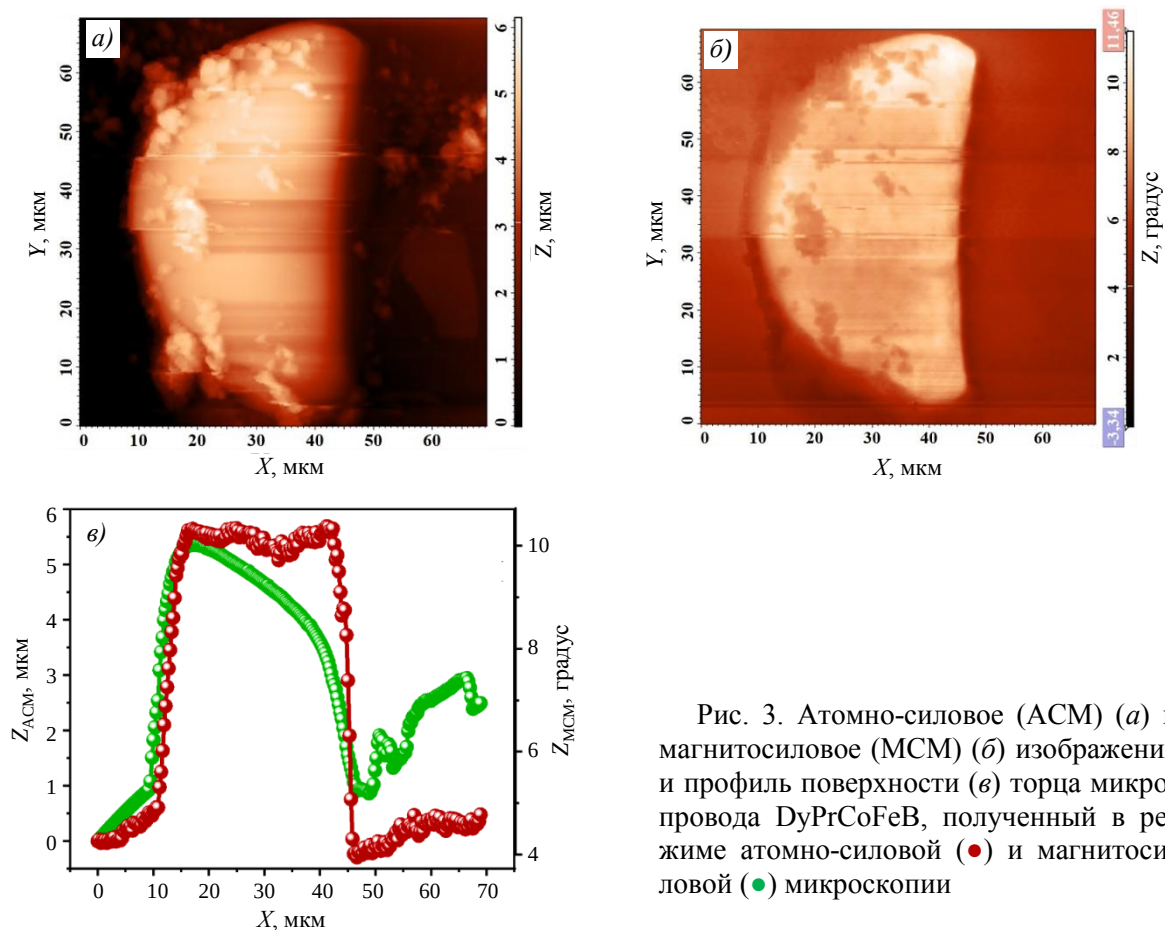


Рис. 3. Атомно-силовое (АСМ) (а) и магнитосиловое (МСМ) (б) изображения и профиль поверхности (в) торца микропровода DyPrCoFeV, полученный в режиме атомно-силовой (●) и магнитосиловой (●) микроскопии

Для проведения наноиндентирования микропровод DyPrCoFeV предварительно упаковали горизонтально в матрицу из пластмассы на основе фенольных смол и обрабатывали на шлифовально-полировальном оборудовании. Измерение твердости и модуля

упругости микропровода DyPrCoFeB осуществляли на сканирующем нанотвердомере НаноСкан-4D, который позволяет производить индентирование в соответствии с рекомендациями стандартов ISO 14577-1:2002 и ГОСТ Р 8.748–2011. Данный метод базируется на исследовании взаимосвязи между нагрузкой P при внедрении индентора в материал и глубиной его проникновения h . В качестве индентора используется трехгранная алмазная пирамида Берковича (рис. 4, б) с вершиной, угол которой близок к 142 градусам. Динамическое наноиндентирование осуществляется следующим образом: алмазный наноиндентор внедряется в образец с фиксированной скоростью до достижения определенной нагрузки, после этого нагрузка снимается и материал выталкивает алмазный индентор обратно. На рис. 4, а изображена характерная для данного метода экспериментальная зависимость, отображающая взаимосвязь между силой давления P и глубиной погружения индентора h . Кривая включает два участка «Нагружение» и «Разгрузка» (рис. 4, а), отражающих стадии приложения и снятия нагрузки.

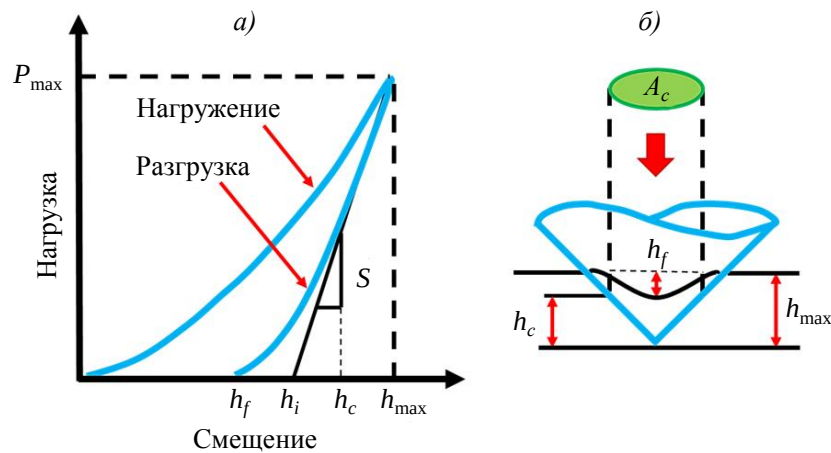


Рис. 4. Общий вид кривой «нагружение–разгрузка» (а) и схема контакта индентора и исследуемого образца (б) с обозначениями величин, используемых в методике расчета модуля упругости и твердости

Согласно вышеописанному методу, микротвердость H исследуемого образца рассчитывается по формуле

$$H = \frac{P_{max}}{A_c}, \quad (1)$$

где P_{max} – максимальное значение приложенной нагрузки; A_c – площадь проекции отпечатка при максимальном значении нагрузки, которая зависит от глубины погружения индентора:

$$A_c = f(h_c), \quad (2)$$

где h_c – глубина погружения алмазного индентора за вычетом упругого прогиба поверхности.

Приведенный модуль упругости E_r рассчитывается по формуле

$$E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}}, \quad (3)$$

где β – константа, зависящая от формы индентора; S – жесткость контакта, которая определяется по углу наклона касательной к кривой разгрузки в точке с максимальным значением приложенной нагрузки P_{max} :

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{P=P_{max}}. \quad (4)$$

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, а также оборудования центра коллективного пользования Федерального исследовательского центра Проблем химической физики и медицинской химии Российской академии наук.

Результаты и обсуждение

Участок микропровода DyPrCoFeB для осуществления процесса наноиндентирования предварительно определен с применением оптического микроскопа. Затем на данном участке последовательно проведены механические испытания вдоль отполированной поверхности образца. Предварительную калибровку оборудования осуществляли на образце плавленого кварца с характеристиками: микротвердость $H_{\text{SiO}_2} = 9,3$ ГПа и модуль упругости $E_{\text{SiO}_2} = 72,7$ ГПа. На рис. 5, а, б представлены следы алмазного наноиндентора на отполированной поверхности микропровода DyPrCoFeB после проведения испытаний. На рис. 5, в представлено оптическое изображение отполированной поверхности микропровода DyPrCoFeB с серией последовательных отпечатков наноиндентирования. Величина максимальной приложенной нагрузки составила $P_{\text{max}} = 10$ мН (рис. 5, г). Процесс нагружения продолжался 5 с, выдержка при максимальной нагрузке составляла 1 с.

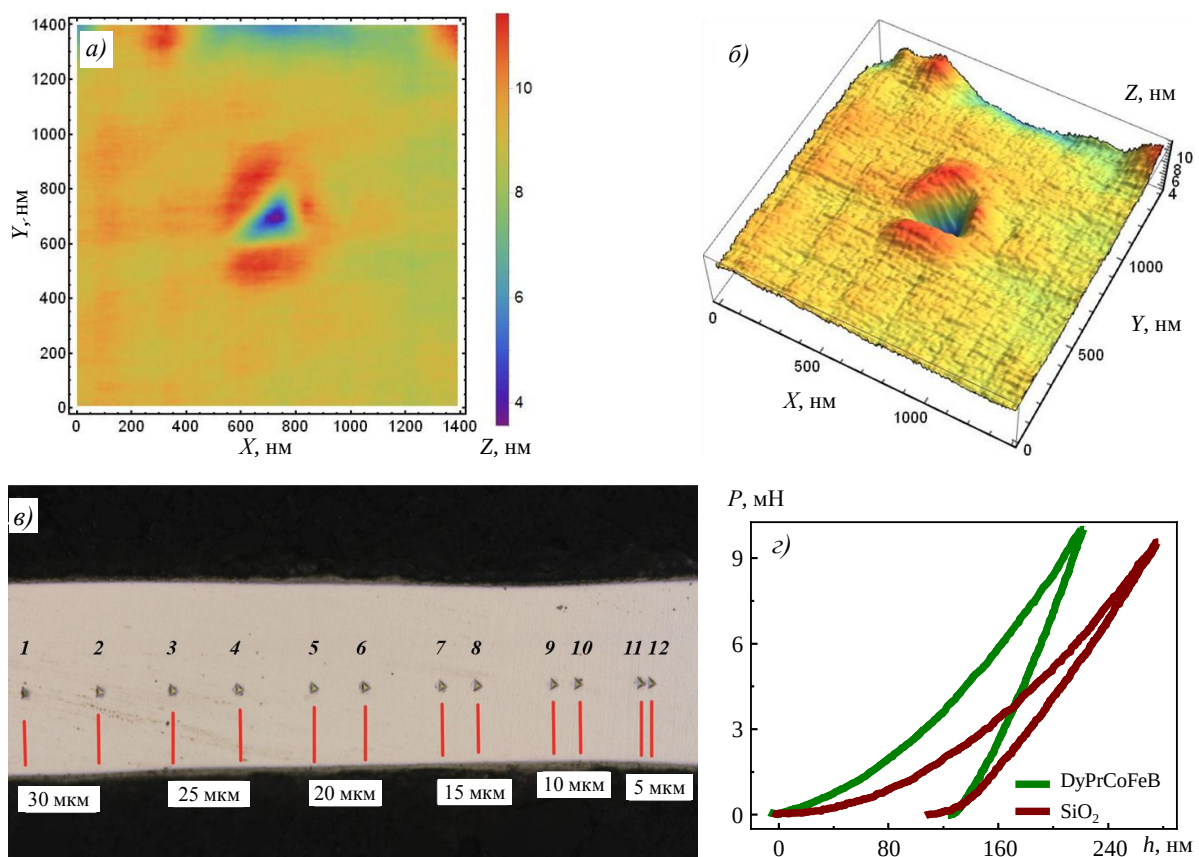


Рис. 5. 2D- (а) и 3D- (б) визуализация отпечатка алмазного индентора на отполированной поверхности микропровода DyPrCoFeB, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа. Оптическое изображение серии отпечатков алмазного индентора на отполированной поверхности микропровода DyPrCoFeB (в). Зависимости силы нагружения P от глубины смещения алмазного индентора h для образца микропровода DyPrCoFeB и контрольного образца плавленого кварца SiO₂ (г)

В таблице приведены значения микротвердости и модуля упругости для участков проведения наноиндентирования, представленных на рис. 5, в. Модуль упругости E связан с приведенным модулем упругости E_r уравнением

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_s^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}, \quad (5)$$

где E_i – модуль упругости материала индентора; ν_s – коэффициент Пуассона анализируемого материала; ν_i – коэффициент Пуассона материала индентора.

Механические характеристики микропровода DyPrCoFeB

Порядковый номер отпечатка на рис. 5, в	Микротвердость H , ГПа	Модуль упругости E , ГПа
1	10,52	167
2	9,36	166
3	9,64	158
4	9,15	150
5	9,5	156
6	9,37	157
7	9,42	162
8	9,81	164
9	9	159
10	9,91	157
11	9,71	158
12	9,37	154
Среднее значение	9,56	159

Таким образом, микротвердость и модуль упругости вдоль главной оси микропровода DyPrCoFeB преимущественно однородны, незначительные отклонения микротвердости H и модуля упругости E могут быть связаны с методической ошибкой метода инструментального наноиндентирования. Полученные данные позволяют оценить и предел текучести – максимальную нагрузку, до которой деформация все еще может считаться упругой. Согласно классическим представлениям, значение предела текучести составляет $H/3 \approx 3,19$ ГПа. Это дает представление о том, какую нагрузку можно прикладывать к микропроводам, оставляя их деформацию обратимой. Для микропровода, исследуемого в экспериментах, представленных в данной статье, эта сила составляет ~ 6 Н.

Заключение

Аттестован точный химический состав и распределение химических элементов в микропроводах DyPrCoFeB. Построен профиль распределения магнитного поля рассеяния на торце микропровода и представлена топология поверхности. Установлено, что распределение магнитного поля на торце однородно. Получены значения микротвердости (9,56 ГПа) и модуля упругости (159 ГПа) полированных микропроводов DyPrCoFeB. Максимальная сила, которую можно прикладывать к микропроводам DyPrCoFeB, оставляя их деформацию упругой, составляет ~ 6 Н.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФИЦ Проблем химической физики и медицинской химии РАН (номер госрегистрации АААА-А19-119092390079-8,124013100858-3).

Список источников

1. Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бакрадзе М.М., Дворецкая Е.В., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. Инженерия редкоземельных микромагнитов RE–TM–B (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 44–60. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 08.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-44-60.
2. Дворецкая Е.В., Потапов М.В., Валеев Р.А., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. Магнитосопротивление микроигл (Pr, Dy)(Fe, Co)B // Труды ВИАМ. 2025. № 1 (143). С. 46–59. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-1-46-59.
3. Дворецкая Е.В., Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. Магнетронное напыление оболочки железа и микровключения в микропроводах PrDyFeCoB // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 2 (67). С. 85–96. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-85-96.
4. Potočník J., Nenadović M., Bundaleski N. et al. The influence of thickness on magnetic properties of nanostructured nickel thin films obtained by GLAD technique // Materials Research Bulletin. 2016. Vol. 84. P. 455–461. DOI: 10.1016/j.materresbull.2016.08.044.
5. Kurenkov A., DuttaGupta S., Zhang C. et al. Artificial Neuron and Synapse Realized in an Antiferromagnet/Ferromagnet Heterostructure Using Dynamics of Spin–Orbit Torque Switching // Advanced Materials. 2019. Vol. 31. P. 1900636. DOI: 10.1002/adma.201900636.
6. Thomson T. 10 - Magnetic properties of metallic thin films // Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications. 2014. P. 454–546. DOI: 10.1533/9780857096296.2.454.
7. Gordon E.B., Stepanov M.E., Kulish M.I. et al. The nanowires growth by laser ablation of metals inside rotating superfluid helium // Laser Physics Letters. 2019. Vol. 16 (2). P. 026002. DOI: 10.1088/1612-202X/aaf6a1.
8. Lai C., Tsai W., Yang M. et al. A two-dimensional immunomagnetic nano-net for the efficient isolation of circulating tumor cells in whole blood // Nanoscale. 2019. Vol. 11. P. 21119. DOI: 10.1039/C9NR06256D.
9. Каблов Е.Н., Кондрашов С.В., Мельников А.А., Щур П.А. Применение функциональных и адаптивных материалов, полученных способом 3D-печати (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 2 (108). С. 32–51. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
10. Algamili A.S., Md. Khir M.H., Dennis J.O. et al. A Review of Actuation and Sensing Mechanisms in MEMS-Based Sensor Devices // Nanoscale Research Letters. 2021. Vol. 16 (16). P. 21. DOI: 10.1186/s11671-021-03481-7.
11. Chircov C., Grumezescu A.M. Microelectromechanical Systems (MEMS) for Biomedical Applications // Micromachines. 2022. Vol. 13 (2). P. 164. DOI: 10.3390/mi13020164.
12. Sawane M., Prasad M. MEMS piezoelectric sensor for self-powered devices: A review // Materials Science in Semiconductor Processing. 2023. Vol. 158. P. 107324. DOI: 10.1016/j.mssp.2023.107324.
13. He J.-H., He C.-H., Qian M.-Y., Alsolami A.A. Piezoelectric Biosensor based on ultrasensitive MEMS system // Sensors and Actuators A: Physical. 2024. Vol. 376. P. 115664. DOI: 10.1016/j.sna.2024.115664.
14. Pagliano S., Marschner D.E., Maillard D. et al. Micro 3D printing of a functional MEMS accelerometer // Microsystems & Nanoengineering. 2022. Vol. 8 (105). P. 1–11. DOI: 10.1038/s41378-022-00440-9.
15. Gemelli A., Tambussi M., Fusetto S. et al. Recent Trends in Structures and Interfaces of MEMS Transducers for Audio Applications: A Review // Micromachines. 2023. Vol. 14 (4). P. 847. DOI: 10.3390/mi14040847.
16. Xie Y., Wang L., Na Y., Zhang Y. Magnetic properties and magnetocaloric responses in the Gd₆₀Al₂₀Cu₂₀ amorphous ribbon // Journal of Non-Crystalline Solids. 2025. Vol. 658. P. 123526. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2025.123526.

17. Chen W., Lin J., Wang X., Li L. Structural, magnetic, and cryogenic magnetocaloric properties of $\text{Gd}_{11}\text{O}_{10}(\text{SiO}_4)(\text{PO}_4)_3$ phosphosilicate // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2025. Vol. 626. P. 173107. DOI: 10.1016/j.jmmm.2025.173107.
18. Gschneidner Jr.K.A., Pecharsky V.K., Tsokol A.O. Recent developments in magnetocaloric materials // *Reports on Progress in Physics*. 2005. Vol. 68. P. 1479–1539. DOI: 10.1088/0034-4885/68/6/R04.
19. Zhang Y., Na Y., Xie Y., Zhao X. Unveiling the structural and magnetic properties of RENaGeO_4 (RE = Gd, Dy, and Ho) oxides and remarkable low-temperature magnetocaloric responses in GdNaGeO_4 oxide // *Journal of Materials Chemistry A*. 2025. Vol. 13. P. 19923–19932. DOI: 10.1039/D5TA00892A.
20. Gottschall T., Gràcia-Condal A., Fries M. et al. A multicaloric cooling cycle that exploits thermal hysteresis // *Nature Materials*. 2018. Vol. 17. P. 929–934. DOI: 10.1038/s41563-018-0166-6.
21. Pecharsky V.K., Gschneidner Jr.K.A. Giant Magnetocaloric Effect in $\text{Gd}_5(\text{Si}_2\text{Ge}_2)$ // *Physical Review Letters*. 1997. Vol. 78. P. 4494–4497. DOI: 10.1103/PhysRevLett.78.4494.
22. Lu B., Liu J. Mechanocaloric materials for solid-state cooling // *Science Bulletin*. 2015. Vol. 60. P. 1638–1643. DOI: 10.1007/s11434-015-0898-5.
23. Baranov S.A., Laroze D., Vargas P., Vazquez M. Domain structure of Fe-based microwires // *Physica B: Condensed Matter*. 2006. Vol. 372 (1-2). P. 324–327. DOI: 10.1016/j.physb.2005.10.077.
24. Zhukov A., Zhukova V., Blanco J.M. et al. Magnetostriction in glass-coated magnetic microwires // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2003. Vol. 258. P. 151–157. DOI: 10.1016/S0304-8853(02)01029-6.
25. Galdun L., Ryba T., Prid V.M. et al. Advances in the Fabrication and Magnetic Properties of Heusler Alloy Glass-Coated Microwires with high Curie Temperature // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2018. Vol. 453. P. 96. DOI: 10.20944/preprints202504.1176.v1.
26. Goryu A., Ikeda A., Ishida M., Kawano T. Nanoscale sharpening tips of vapor-liquid-solid grown silicon microwire arrays // *Nanotechnology*. 2010. Vol. 21 (12). P. 125302. DOI: 10.1088/0957-4484/21/12/125302.

References

1. Korolev D.V., Piskorskii V.P., Valeev R.A., Bakradze M.M., Dvoretzkaya E.V., Koplak O.V., Morgunov R.B. Rare-earth RE–TM–B micromagnets engineering (review). *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 44–60. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 08, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-44-60.
2. Dvoretzkaya E.V., Potapov M.V., Valeev R.A., Piskorsky V.P., Morgunov R.B. Magnetoresistance of microneedles (Pr, Dy)(Fe, Co)B. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 46–59. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 10, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-1-46-59.
3. Dvoretzkaya E.V., Korolev D.V., Piskorskii V.P., Valeev R.A., Koplak O.V., Morgunov R.B. Magnetron sputtering of the iron shell and microinclusions in microwires PrDyFeCoB . *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 85–96. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 12, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-85-96.
4. Potočník J., Nenadović M., Bundaleski N. et al. The influence of thickness on magnetic properties of nanostructured nickel thin films obtained by GLAD technique. *Materials Research Bulletin*, 2016, vol. 84, pp. 455–461. DOI: 10.1016/j.materresbull.2016.08.044.
5. Kurenkov A., DuttaGupta S., Zhang C. et al. Artificial Neuron and Synapse Realized in an Antiferromagnet/Ferromagnet Heterostructure Using Dynamics of Spin–Orbit Torque Switching. *Advanced Materials*, 2019, vol. 31, p. 1900636. DOI: 10.1002/adma.201900636.
6. Thomson T. 10 - Magnetic properties of metallic thin films. *Metallic Films for Electronic, Optical and Magnetic Applications*, 2014, pp. 454–546. DOI: 10.1533/9780857096296.2.454.

7. Gordon E.B., Stepanov M.E., Kulish M.I. et al. The nanowires growth by laser ablation of metals inside rotating superfluid helium. *Laser Physics Letters*, 2019, vol. 16 (2), p. 026002. DOI: 10.1088/1612-202X/aaf6a1.
8. Lai C., Tsai W., Yang M. et al. A two-dimensional immunomagnetic nano-net for the efficient isolation of circulating tumor cells in whole blood. *Nanoscale*, 2019, vol. 11, p. 21119. DOI: 10.1039/C9NR06256D.
9. Kablov E.N., Kondrashov S.V., Melnikov A.A., Schur P.A. Application of functional and adaptive materials obtained by 3D printing (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 2 (108), pp. 32–51. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 17, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
10. Algamili A.S., Md. Khir M.H., Dennis J.O. et al. A Review of Actuation and Sensing Mechanisms in MEMS-Based Sensor Devices. *Nanoscale Research Letters*, 2021, vol. 16 (16), p. 21. DOI: 10.1186/s11671-021-03481-7.
11. Chircov C., Grumezescu A.M. Microelectromechanical Systems (MEMS) for Biomedical Applications. *Micromachines*, 2022, vol. 13 (2), p. 164. DOI: 10.3390/mi13020164.
12. Sawane M., Prasad M. MEMS piezoelectric sensor for self-powered devices: A review. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2023, vol. 158, p. 107324. DOI: 10.1016/j.mssp.2023.107324.
13. He J.-H., He C.-H., Qian M.-Y., Alsolami A.A. Piezoelectric Biosensor based on ultrasensitive MEMS system. *Sensors and Actuators A: Physical*, 2024, vol. 376, p. 115664. DOI: 10.1016/j.sna.2024.115664.
14. Pagliano S., Marschner D.E., Maillard D. et al. Micro 3D printing of a functional MEMS accelerometer. *Microsystems & Nanoengineering*, 2022, vol. 8 (105), pp. 1–11. DOI: 10.1038/s41378-022-00440-9.
15. Gemelli A., Tambussi M., Fusetto S. et al. Recent Trends in Structures and Interfaces of MEMS Transducers for Audio Applications: A Review. *Micromachines*, 2023, vol. 14 (4), p. 847. DOI: 10.3390/mi14040847.
16. Xie Y., Wang L., Na Y., Zhang Y. Magnetic properties and magnetocaloric responses in the $\text{Gd}_{60}\text{Al}_{20}\text{Cu}_{20}$ amorphous ribbon. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2025, vol. 658, p. 123526. DOI: 10.1016/j.jnoncrysol.2025.123526.
17. Chen W., Lin J., Wang X., Li L. Structural, magnetic, and cryogenic magnetocaloric properties of $\text{Gd}_{11}\text{O}_{10}(\text{SiO}_4)(\text{PO}_4)_3$ phosphosilicate. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2025, vol. 626, p. 173107. DOI: 10.1016/j.jmmm.2025.173107.
18. Gschneidner Jr.K.A., Pecharsky V.K., Tsokol A.O. Recent developments in magnetocaloric materials. *Reports on Progress in Physics*, 2005, vol. 68, pp. 1479–1539. DOI: 10.1088/0034-4885/68/6/R04.
19. Zhang Y., Na Y., Xie Y., Zhao X. Unveiling the structural and magnetic properties of RE-NaGeO_4 (RE = Gd, Dy, and Ho) oxides and remarkable low-temperature magnetocaloric responses in GdNaGeO_4 oxide. *Journal of Materials Chemistry A*, 2025, vol. 13, pp. 19923–19932. DOI: 10.1039/D5TA00892A.
20. Gottschall T., Gràcia-Condal A., Fries M. et al. A multicaloric cooling cycle that exploits thermal hysteresis. *Nature Materials*, 2018, vol. 17, pp. 929–934. DOI: 10.1038/s41563-018-0166-6.
21. Pecharsky V.K., Gschneidner Jr.K.A. Giant Magnetocaloric Effect in $\text{Gd}_5(\text{Si}_2\text{Ge}_2)$. *Physical Review Letters*, 1997, vol. 78, pp. 4494–4497. DOI: 10.1103/PhysRevLett.78.4494.
22. Lu B., Liu J. Mechanocaloric materials for solid-state cooling. *Science Bulletin*, 2015, vol. 60, pp. 1638–1643. DOI: 10.1007/s11434-015-0898-5.
23. Baranov S.A., Laroze D., Vargas P., Vazquez M. Domain structure of Fe-based microwires. *Physica B: Condensed Matter*, 2006, vol. 372 (1-2), pp. 324–327. DOI: 10.1016/j.physb.2005.10.077.
24. Zhukov A., Zhukova V., Blanco J.M. et al. Magnetostriction in glass-coated magnetic microwires. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2003, vol. 258, p. 151–157. DOI: 10.1016/s0304-8853(02)01029-6.

25. Galdun L., Ryba T., Prid V.M. et al. Advances in the Fabrication and Magnetic Properties of Heusler Alloy Glass-Coated Microwires with high Curie Temperature. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2018, vol. 453, p. 96. DOI: 10.20944/preprints202504.1176.v1.
26. Goryu A., Ikeda A., Ishida M., Kawano T. Nanoscale sharpening tips of vapor-liquid-solid grown silicon microwire arrays. *Nanotechnology*, 2010, vol. 21 (12), p. 125302. DOI: 10.1088/0957-4484/21/12/125302.

Информация об авторах

Дворецкая Елизавета Витальевна, научный сотрудник, к.ф.-м.н., ФИЦ ПХФ и МХ РАН, office@icp.ac.ru; ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Колмаков Алексей Олегович, инженер I категории, ФИЦ ПХФ и МХ РАН, office@icp.ac.ru

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

Потапов Максим Викторович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Пискорский Вадим Петрович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Моргунов Роман Борисович, главный научный сотрудник, д.ф.-м.н., ФИЦ ПХФ и МХ РАН, office@icp.ac.ru; ведущий научный сотрудник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Elizaveta V. Dvoretzkaya, Researcher, Candidate of Sciences (Phys. & Math.), FRC PCP MC RAS, office@icp.ac.ru; Leading Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Alexey O. Kolmakov, First Category Engineer, FRC PCP MC RAS, office@icp.ac.ru

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

Maxim V. Potapov, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Roman B. Morgunov, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Phys. & Math.), FRC PCP MC RAS, office@icp.ac.ru; Leading Researcher, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 13.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 28.11.2025.
The article was submitted 13.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 28.11.2025

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